

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA
CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

RUBENS ROSARIO FERNANDES

**METODOLOGIA PARA PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS EM TESTES
REOLÓGICOS E DETERMINAÇÃO DA TENSÃO LIMITE DE
ESCOAMENTO DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CURITIBA

2014

RUBENS ROSARIO FERNANDES

**METODOLOGIA PARA PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS EM TESTES
REOLÓGICOS E DETERMINAÇÃO DA TENSÃO LIMITE DE
ESCOAMENTO DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO**

Monografia do Projeto de Pesquisa apresentada à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2 do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para aprovação na disciplina

Orientador: Prof. Dr. Admilson T. Franco

Coorientador: Eng. Diogo Elias da V. Andrade, MsC

CURITIBA

2014

TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa "METODOLOGIA PARA PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS EM TESTES REOLÓGICOS E DETERMINAÇÃO DA TENSÃO LIMITE DE ESCOAMENTO DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO", realizado pelo aluno(s) RUBENS ROSARIO FERNANDES, como requisito para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof. Dr. Admilson T. Franco
DAMEC, UTFPR
Orientador

Eng. MsC. Diogo Elias da Vinha Andrade
CERNN, UTFPR
Coorientador

Prof. Cezar Otaviano Ribeiro Negrão, PhD.
DAMEC, UTFPR
Avaliador

Prof. Dr. Paulo Henrique Dias dos Santos
DAMEC, UTFPR
Avaliador

Curitiba, 04 de Setembro de 2014.

DEDICATÓRIA

À minha avó Antônia, que me ensinou que a forma mais pura da sabedoria é aquela que vem acompanhada da humildade.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, Senhor dos céus e da Terra, pela sua perfeição ao criar o Universo. Os mistérios da criação do divino não nos foram todos revelados, e servem como motivação para tentar compreender as perfeitas leis que regem a natureza.

Aos meus pais Japiaçu e Rita, que desde sempre me incentivaram a realizar meus sonhos e demonstraram paciência, amor e carinho para suportar meus fracassos e celebrar minhas vitórias. Por terem me criado nos caminhos do Senhor, e por terem incentivado desde cedo a busca de conhecimento e sabedoria. Ao meu irmão César, que me ensinou o valor da tolerância e do respeito ao próximo, e à minha avó Antônia, que me ensinou a importância do amor à família e cuja sabedoria tem reflexos nas diversas gerações da família Rosário.

Ao meu orientador Dr. Admilson Franco, por ter me acolhido como seu pupilo, pela disposição em me orientar nos caminhos da ciência e por servir como a maior inspiração para a minha carreira profissional. Ao meu coorientador Diogo Andrade, pelas inúmeras reuniões de orientação, pela paciência, atenção e apoio ao longo de toda a execução desse projeto.

Aos professores componentes da banca, Negrão e Paulo Santos, pela gentileza e disposição em corrigir esse trabalho e por acrescentar contribuições valiosas. A todos os professores do curso de Engenharia Mecânica, que me proporcionaram uma formação técnica de qualidade.

Às minhas colegas de laboratório Ana, Bianca, Bruna e Suelen, por terem tornado meus dias de trabalho mais alegres e agradáveis.

À Petrobras pelo suporte técnico e financeiro para o desenvolvimento desse trabalho, e ao Centro de Pesquisa em Fluidos Não Newtonianos pela estrutura disponibilizada.

Os montes se derreteram diante do Senhor, e até o Sinai diante do Senhor Deus de Israel.

Cântico de Débora – Juízes 5:5

RESUMO

FERNANDES, Rubens R. Metodologia para preparação de amostras em testes reológicos e avaliação da tensão limite de escoamento de fluidos de perfuração. Trabalho de Conclusão de Curso – Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2014.

Neste trabalho é proposta uma metodologia para preparação de amostras para ensaios reológicos com fluidos de perfuração base óleo, a qual é utilizada para avaliar as tensões limite de escoamento dinâmica e estática do fluido BR-MUL 117. A metodologia apresentada é validada a partir de ensaios experimentais com o objetivo de determinar a geometria de medição mais adequada e o tempo de repouso ao qual o fluido é submetido. Posteriormente, estuda-se a influência da geometria de medição, do método de inserção de amostra no reômetro e de diversas condições de pré-cisalhamento na avaliação da tensão limite de escoamento e na tensão em regime permanente, utilizando-se métodos estatísticos de forma a verificar a validade da metodologia. Observa-se que a geometria de medição mais adequada são as placas paralelas ranhuradas, que o método de inserção de amostra não induz mudanças estatisticamente significativas no comportamento reológico do material, e que o pré-cisalhamento induz mudanças irreversíveis na amostra. A tensão limite de escoamento dinâmica é determinada a partir da construção de curvas de equilíbrio de Bingham e de Herschel-Bulkley, enquanto que a tensão limite de escoamento estática é determinada a partir de ensaios de fluência múltipla. Conclui-se que as tensões limite de escoamento estática e dinâmica apresentam valores distintos para o fluido de perfuração BR-MUL 117.

Palavras-chave: Reologia, Reometria, Fluido de perfuração, Amostragem, Tensão limite de escoamento

ABSTRACT

FERNANDES, Rubens R. Sampling methodology for rheometrical experiments and drilling fluids yield stress evaluation. Final Project – Mechanical Engineering undergraduate course, Federal University of Technology – Parana, 2013.

In this work, a sampling methodology for oil based drilling muds is proposed, which is later used to evaluate the dynamic and static yield stress of the BR-MUL 117 drilling fluid. The methodology is validated using experimental data, aiming to select the best measuring geometry and the optimal resting time. Thereafter, the influence of the measuring geometry, the sample insertion method and several pre-shearing conditions in the yield stress and in the steady state stress is studied, using statistical methods to validate the methodology. It is shown that the best measuring geometry is the roughened parallel plates, that the sample insertion method does not induce significant statistical changes in the rheological behavior and that the pre-shearing induces irreversible changes in the sample, which leads to changes in the rheological behavior. The dynamic yield stress is determined from equilibrium curves fitted with the Bingham and Herschel-Bulkley equations, while the static yield stress is evaluated through creep tests. It is shown that the static and dynamic yield stresses are different for the drilling fluid BR-MUL 117.

Keywords: Rheology, Rheometry, Drilling fluid, Sampling, Yield stress

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação esquemática de uma sonda de perfuração.	18
Figura 2 – Curvas de módulo elástico em função da tensão de cisalhamento do fluido BR-MUL 745 obtidas por diferentes grupos de pesquisa no ENAHPE – 2013	20
Figura 3 - Exemplos de reogramas para fluidos independentes do tempo	26
Figura 5 – Representação esquemática de uma geometria de medição tipo placas paralelas.....	44
Figura 6 - Representação esquemática da geometria de medição tipo cilindros coaxiais	44
Figura 7 - Representação de uma geometria de medição tipo <i>Vane</i>	45
Figura 8 - Comportamento reológico de suspensões	46
Figura 9 – Viscosidade relativa em função do tempo para uma suspensão de esferas de poliestireno em uma mistura de óleos newtonianos com fração volumétrica 0,45	54
Figura 10 - Tensão limite de escoamento em função do tempo de repouso para cinco amostras diferentes de fluidos de perfuração	62
Figura 11 - Reômetro rotacional Haake MARS III	66
Figura 12 - Diagrama de causa e efeito para a determinação da tensão limite de escoamento de fluidos de perfuração	67
Figura 13 - Procedimento de aparo da amostra	69
Figura 14 - Agitador industrial de alta capacidade	72
Figura 15 - Agitador industrial <i>Hamilton Beach</i>	73
Figura 16 - Exemplo de entrada do teste de reinicialização de escoamento de um fluido de perfuração gelificado (a) e da resposta esperada do experimento (b).75	
Figura 17 - Fluido de perfuração BR-MUL 117 com fase oleosa separada da matriz líquida.....	77
Figura 18 – Módulo elástico em função do tempo quando um carregamento oscilatório de amplitude de tensões de cisalhamento de 0,3 Pa é aplicado com a frequência de 1 Hz em uma emulsão e em uma solução de carbopol, e de amplitude 0,1 Pa a 1 Hz é aplicado em uma suspensão de bentonita	79
Figura 19 - Fluxograma indicativo das etapas necessárias para a determinação de metodologia para preparação de amostras de fluidos de perfuração para ensaios reológicos	82
Figura 20 - Curvas de avaliação de travamento de amostras - sensores cilindros coaxiais e cone-placa.....	91
Figura 21 - Sensor cilíndrico do tipo Mooney-Ewart com cone na extremidade inferior	93
Figura 22 - Curvas de avaliação de travamento de amostras - sensores <i>Vane</i> , placas paralelas ranhuradas e placas paralelas jateadas	94

Figura 23 - Viscosidade em função da taxa de deformação para um ensaio de rampas de taxas de deformação realizado com o fluido BR-MUL 117	97
Figura 24 – Módulo elástico G' como função do tempo para três varreduras oscilatórias ao longo do tempo realizadas com o fluido BR-MUL 117	99
Figura 25 – Curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para testes de rampa e patamar de taxas de deformação com diferentes tempos de repouso	102
Figura 26 - Módulo elástico normalizado em função do tempo de teste e tensões de pico normalizadas em função do tempo de repouso	103
Figura 27 – Curva das médias de tensão de cisalhamento em função do tempo para três repetições do procedimento de controle com barras de erro representando o intervalo com 95% de confiança	106
Figura 28 – Curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para testes com rampas e patamares de taxas de deformação com as geometrias placas paralelas jateadas, Vane, cilindros coaxiais e placas paralelas ranhuradas	108
Figura 29 - Curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para testes com rampas e patamares de taxas de deformação com inserção de amostra com espátula e seringa	111
Figura 31 – Curvas de tensão de cisalhamento como função do tempo para os testes de controle e nove condições de pré-cisalhamento	114
Figura 32 – Valores médios e magnitudes do intervalo de confiança das tensões de pico e final para as condições de controle, inserção de amostra com seringa e condições de pré-cisalhamento avaliadas.....	115
Figura 33 - Médias das tensões de pico para as diferentes condições de pré-cisalhamento em função da taxa de deformação do pré-cisalhamento (a) e do tempo de pré-cisalhamento (b)	117
Figura 34 - Médias das tensões finais para as diferentes condições de pré-cisalhamento em função da taxa de deformação do pré-cisalhamento (a) e do tempo de pré-cisalhamento (b)	118
Figura 35 – Representação esquemática da distribuição homogênea de sólidos no espaçamento de medição (a), do gradiente de taxas de deformação numa geometria placa-placa (b) e da migração de sólidos resultante do gradiente de taxas de deformação (c).....	119
Figura 36 – Amostra de fluido de perfuração BR-MUL 117 após ser submetida a uma varredura oscilatória ao longo do tempo com amplitude de deformações de 0,001 durante 32 horas seguida por um patamar de taxas de deformação de 50 s^{-1} durante 30 minutos	122
Figura 37 - Curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para patamares de taxas de deformação de 5, 40 e 100 s^{-1} ao longo de 58 horas	125
Figura 38 - Curvas de tensão de cisalhamento como função do tempo de cisalhamento para os testes de rampas e patamares de taxas de deformação com duração de 1800 segundos a diferentes taxas	127

Figura 39 - Curvas de tensão de cisalhamento como função da deformação para os testes de rampas e patamares de taxas de deformação com duração de 1800 segundos a diferentes taxas	129
Figura 40 – Curvas de equilíbrio construídas a partir de valores de tensão de cisalhamento obtidos em patamares de taxas de deformação após diferentes tempos sob cisalhamento.....	130
Figura 41 – Representação esquemática dos resultados das comparações de Tukey-Kramer realizadas entre pares de tensões de cisalhamento a diferentes tempos sob cisalhamento para cada patamar de taxas de deformação	132
Figura 42 – Ajustes de curvas de Bingham após 300 (a), 600 (b), 900 (c), 1200 (d), 1500 (e) e 1800 (f) segundos de cisalhamento e de curvas de Herschel-Bulkley após 300 (g), 600 (h), 900 (i), 1200 (j), 1500 (l) e 1800 (m) segundos de cisalhamento	134
Figura 45 – Curvas de taxa de taxa de deformação em função do tempo para testes de fluência com patamares diversos de tensão de cisalhamento durante 900 segundos.....	139
Figura 46 - Representação esquemática de geometria de medição cone-placa.....	153
Figura 47 – Representação esquemática de geometria de medição tipo placas paralelas.....	155

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Trabalhos de maior relevância para a determinação da metodologia de preparações de amostra e determinação da TLE	64
Tabela 2 - Descrição do procedimento de controle para preparação das amostras e teste reológico padrão a ser utilizado para controle dos resultados.....	76
Tabela 3 – Condições de teste para os procedimentos de controle e de tratamento	81
Tabela 4 - Exemplo de resultado de uma análise de variância de um fator	85
Tabela 5 - Geometrias de medição utilizadas na avaliação de escorregamento de amostras	91
Tabela 6 – Parâmetros necessários para estimar o tempo necessário para a sedimentação de 10% das partículas sólidas no fluido BR-MUL 117	96
Tabela 7 – Valores do intervalo de confiança e da incerteza de medição para as tensões de pico e final do procedimento de controle	106
Tabela 8 - Análise de variância de um fator para as tensões de pico e final obtidas com quatro diferentes geometrias de medição	110
Tabela 9 - Análise de variância de um fator para as tensões de pico e final obtidas com inserção de amostra com espátula e seringa	111
Tabela 10 - Resultado da ANOVA de dois fatores para a avaliação das tensões de pico nas nove condições de pré-cisalhamento testadas	116
Tabela 11 - Resultado da ANOVA de dois fatores para a avaliação das tensões finais nas nove condições de pré-cisalhamento testadas.....	117
Tabela 12 – Resultados da ANOVA de um fator realizada para comparar os valores de tensão de cisalhamento obtidos com diferentes taxas de deformação entre os tempos sob cisalhamento avaliados	131
Tabela 13 - Resumo da incerteza tipo B calculada para a tensão de pico do procedimento de controle no reômetro HAAKE MARS III	163
Tabela 14 - Resumo da incerteza tipo B calculada para a tensão em regime permanente do procedimento de controle no reômetro HAAKE MARS III	164
Tabela 15 - Resumo da incerteza tipo B calculada para a deformação na tensão de pico do procedimento de controle no reômetro HAAKE MARS III.....	164
Tabela 16 - Valores críticos de $t_{\alpha/2}$ para nível de significância de 95%.....	167

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÔNIMOS

Lista de siglas

CENPES	Centro de Pesquisas Leopoldo Américo Miguez de Mello
CERNN	Centro de Pesquisas em Fluidos Não Newtonianos
ENAHPE	Encontro Nacional de Hidráulica de Poços de Petróleo e Gás
TLE	Tensão Limite de Escoamento
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Números adimensionais

De	Número de Deborah [-]
Re	Número de Reynolds [-]

Variáveis e grandezas escalares

A	Parâmetro geométrico do sensor [-]
a_s	Diâmetro médio das partículas sólidas [m]
g	Aceleração da gravidade [m/s^2]
$G(t, \gamma)$	Módulo de relaxação [Pa]
G^*	Módulo de elasticidade complexo [Pa]
G	Módulo de elasticidade sob cisalhamento [Pa]
G'	Módulo elástico ou de armazenamento [Pa]
G''	Módulo viscoso ou de dissipação [Pa]
H	Altura do espaçamento de medição [m]
J	Compliança [$1/Pa$]
J_r	Fluxo de curvatura [m^2/s]
k_c	Coefficiente crítico adimensional para o arrasto de um fluido pseudoplástico ao redor de um objeto [-]
K_c	Coefficiente de difusão adimensional para o fluxo colisional [-]
K_r	Coefficiente de difusão adimensional para o fluxo de curvatura [-]
K_η	Coefficiente de difusão adimensional para o fluxo de viscosidade [-]
M	Parâmetro geométrico do sensor [-]
M_D	Torque aplicado pelo reômetro [N.m]
N_1	Primeira diferença de tensões normais [Pa]
N_2	Segunda diferença de tensões normais [Pa]
n	Índice da lei de potências [-]
t	Tempo [s]

T	Torque medido pelo transdutor [N/m]
$V_{Fase\ s\acute{o}lida}$	Volume da fase solida de uma suspensao [m ³]
$V_{Suspensao}$	Volume de uma suspensao [m ³]
W	Velocidade de rotaao [rad/s]
γ	Deformaao cisalhante [-]
$\dot{\gamma}$	Taxa de deformaao [s ⁻¹]
$\dot{\gamma}_R$	Taxa de deformaao no raio externo da geometria de mediao [s ⁻¹]
η_B	Viscosidade aparente de Bingham [Pa s]
η_H	Viscosidade aparente de Herschel-Bulkley [Pa s]
η_m	Viscosidade aparente medida [Pa.s]
η^*	Viscosidade complexa [Pa.s]
η_s	Viscosidade da suspensao [Pa.s]
η''	Viscosidade de armazenamento [Pa.s]
η	Viscosidade dinamica [Pa s]
η'	Viscosidade dinamica de dissipao [Pa.s]
η_0	Viscosidade do primeiro patamar newtoniano [Pa s]
η_∞	Viscosidade do segundo patamar newtoniano [Pa s]
λ	Tempo de relaxaao [s]
μ	Incerteza de mediao [-]
ρ_p	Massa especfica das partculas solidas [kg/m ³]
ρ_s	Massa especfica da suspensao [kg/m ³]
σ	Desvio padro [-]
τ	Tenso de cisalhamento [Pa]
$\tau_{a,max}$	Tenso limite da regio viscoelstica linear [Pa]
τ_{xy}	Tenso de cisalhamento [Pa]
τ_0^B	Tenso limite de escoamento de Bingham [Pa]
τ_0^H	Tenso limite de escoamento de Herschel-Bulkley [Pa]
ϕ	Razo de volumes entre as fases solidas e dispersa em suspensoes [-]
ψ_1	Primeiro coeficiente de tensoes normais [Pa.s ²]
ψ_2	Segundo coeficiente de tensoes normais [Pa.s ²]
Ω	Rotaao aplicada pelo reometro [rad/s]

Variveis e grandezas vetoriais

\mathbf{N}	Vetor fluxo de solidos [m ² /s]
\mathbf{J}_c	Vetor fluxo colisional
\mathbf{J}_η	Vetor fluxo de viscosidade

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	Contexto do Tema	16
1.2	Caracterização do Problema	18
1.3	Objetivos	20
1.4	Justificativa	21
1.5	Estrutura do trabalho	22
2	Fundamentação Teórica	24
2.1	Fluidos não newtonianos	24
2.1.1	Fluidos newtonianos generalizados	25
2.1.2	Materiais com propriedades dependentes do tempo	29
2.1.3	Fluidos viscoelásticos	30
2.2	Aspectos fundamentais de reologia e reometria	32
2.2.1	Tensão Limite de escoamento (TLE)	32
2.2.2	Métodos de medição da tensão limite de escoamento	39
2.2.3	Tipos de sensores utilizados em reômetros rotacionais	41
2.2.4	Reologia de suspensões	46
2.2.5	Escorregamento de amostras	57
2.2.6	Fluidos de perfuração	59
2.3	Síntese do capítulo	63
3	MATERIAIS E MÉTODOS	65
3.1	Descrição da metodologia	65
3.1.1	Metodologia para preparação de amostras para ensaios reológicos	65
3.1.2	Avaliação da tensão limite de escoamento de fluidos de perfuração	86
3.2	Síntese do capítulo	88
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	90
4.1	Metodologia para preparação de amostras de fluidos de perfuração	90
4.1.1	Avaliação do escorregamento de amostras: escolha da geometria de medição	90
4.1.2	Determinação do tempo de envelhecimento	95
4.1.3	Validação do procedimento de controle	104
4.1.4	Influência dos procedimentos de tratamento	107
4.1.5	Considerações finais sobre a metodologia de preparação de amostras de fluidos de perfuração	123
4.2	Avaliação da tensão limite de escoamento	124
4.2.1	Construção da curva de equilíbrio	124
4.2.2	Testes de fluência	137
4.2.3	Considerações finais sobre a avaliação da tensão limite de escoamento	141
5	CONCLUSÕES	143
	REFERÊNCIAS	146
	APÊNDICE A – Aspectos experimentais de reometria	153
	APÊNDICE B – Avaliação da incerteza experimental	159
	APÊNDICE C - Conceitos de estatística	166

1 INTRODUÇÃO

1.1 Contexto do Tema

O petróleo é a principal fonte de energia do mundo moderno, sendo vital como matéria prima para combustíveis, plásticos, asfaltos e vários outros produtos derivados. A descoberta das reservas de óleo do pré-sal levou a Petrobras, maior companhia do ramo petrolífero do Brasil, a investir em centros de pesquisa e em parcerias com universidades brasileiras. Os projetos desenvolvidos por essas parcerias abrangem diversas fases do processo de produção, da prospecção ao refino, passando pela perfuração de poços e pela extração do óleo. Atualmente, a produção de petróleo nas bacias de Campos e Santos supera os 300 mil barris diários¹, e estima-se que em 2017 a produção ultrapasse 1 milhão de barris por dia, com investimentos que chegarão a 52,2 bilhões de dólares (Petrobras, 2013).

A extração do petróleo é resultado de um esforço conjunto de diversos profissionais, como geólogos, químicos, engenheiros, biólogos e administradores. Esse processo começa pela perfuração, que é realizada com o uso de uma sonda - que por sua vez é constituída por diversos componentes mecânicos. O elemento que entra em contato direto com a rocha virgem é a broca - que normalmente utiliza aço ou diamante como material abrasivo - que se localiza na extremidade de uma coluna de perfuração constituída por tubos de aço. O fluido de perfuração é um composto sintético com mistura de sólidos, líquidos, produtos químicos e até mesmo gases (THOMAS, 2001). O fluido é injetado com o uso de bombas para o interior da coluna, e retorna para a superfície através do espaço anular entre o poço e a coluna de perfuração.

Ao atingir a superfície, o fluido carrega os fragmentos de rocha, também conhecidos por cascalho, para fora do poço. Quando o poço atinge uma determinada profundidade, o espaço anular entre as paredes e a coluna de perfuração é preenchido com cimento para garantir a estabilidade e possibilitar a continuidade das atividades, em um processo conhecido por cimentação. Após a

¹ Um barril de petróleo é equivalente a aproximadamente 160 litros.

conclusão desse procedimento em um determinado trecho do poço, a coluna de perfuração é novamente inserida com uma broca de diâmetro menor.

O processo conjunto de cimentação e de inserção de novas colunas de perfuração com diâmetros cada vez menores é repetido quantas vezes forem necessárias até que o poço atinja a profundidade ideal (THOMAS, 2001). Dentre as funções atribuídas ao fluido de perfuração, destacam-se o carregamento de cascalho e a manutenção da estabilidade do poço (DARLEY e GRAY, 1988). Para que o fluido de perfuração tenha o melhor desempenho possível no cumprimento dessas funções, é necessário que se tenha conhecimento das características reológicas do material. O conhecimento detalhado das propriedades reológicas dos fluidos permite o controle e melhora da perfuração, o que pode acarretar em redução de tempo e de custos do processo.

A reologia é o campo da ciência que estuda a deformação e o escoamento da matéria e encontra aplicações em diversas áreas, em especial nas indústrias de polímeros, de tintas e na petrolífera. Essas indústrias têm como ponto em comum o uso extensivo de fluidos não newtonianos, que apresentam comportamento reológico mais complexo do que os fluidos newtonianos. Thomas (2001) argumenta que o estudo das propriedades de fluidos de perfuração é de vital importância para o processo de perfuração de poços, uma vez que apresentam influência direta nas perdas de carga na tubulação – as quais devem ser minimizadas - e na velocidade de transporte dos cascalhos. Propriedades reológicas básicas, como a viscosidade e a tensão limite de escoamento, têm papel fundamental no bom desempenho das funções do fluido de perfuração.

A Figura 1 representa esquematicamente os diferentes processos pelos quais o fluido de perfuração é submetido na sonda. O fluido é inicialmente armazenado no tanque (1) e bombeado para a coluna de perfuração com o auxílio da bomba (2), onde prossegue até a broca (3). Ao retornar pelo espaço anular (4), carrega consigo os cascalhos, até chegar à linha de retorno (5). O fluido é então separado dos cascalhos no agitador (6), retorna ao tanque e é novamente aproveitado. Os cascalhos resultantes da filtragem são depositados em (7).

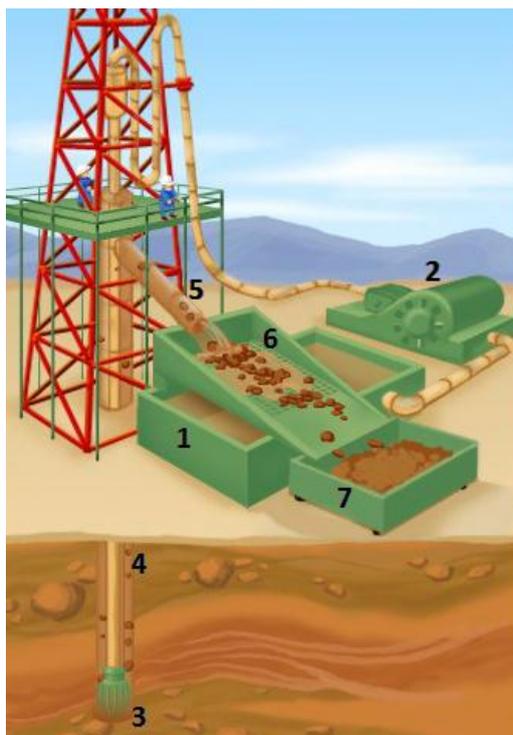


Figura 1 – Representação esquemática de uma sonda de perfuração.
Adaptado de Schlumberger (2010)

1.2 Caracterização do Problema

Fluidos de perfuração são objetos de estudo por parte de reologistas de todo o mundo. Porém, com a descoberta dos campos petrolíferos do pré-sal, a correta determinação das propriedades reológicas desse tipo de material tornou-se uma necessidade evidente para a indústria petrolífera brasileira, uma vez que a perfuração de poços de grande profundidade exige altos níveis de estabilidade estrutural (provida, dentre outras formas, pelo fluido de perfuração) e carregamento eficiente de cascalho (THOMAS, 2001).

Ao longo da história, fluidos de perfuração foram utilizados para perfurar poços mesmo antes do desenvolvimento da indústria petrolífera. Existem registros de poços de até sete metros de profundidade no Egito em cerca de 3.000 A.C. e de outros com centenas de metros de profundidade na China entre os anos de 1.122 e 250 A.C. Durante a perfuração desses poços, água era utilizada como fluido de perfuração com a função principal de carregar cascalhos (DARLEY e GRAY, 1988). Com o desenvolvimento da indústria petrolífera nos Estados Unidos no século XIX,

tornou-se clara a necessidade de fluidos de perfuração mais complexos, que pudessem não somente carregar os fragmentos de rocha, mas também garantir a estabilidade dos poços, cada vez mais profundos. O primeiro fluido de perfuração de que se tem notícia foi patenteado no século XIX por M.J. Chapman, e consistia em uma mistura de argila, farelo de cereais, grãos vegetais e cimento (CHAPMAN, 1890).

A indústria de petróleo mostra uma preocupação constante com a hidráulica associada à perfuração de poços e obviamente o fluido de perfuração é de vital importância. No ENAHPE² 2013, um desafio foi lançado aos diferentes grupos de pesquisa presentes no congresso. Amostras do mesmo fluido de perfuração BR-MUL 745, formulado pelo CENPES³-Petrobras foram distribuídas a cada um dos grupos participantes, com diretrizes para a caracterização reológica do material. Essas diretrizes continham instruções detalhadas para o procedimento de amostragem e os parâmetros a serem utilizados em cada teste. O objetivo desse desafio era verificar se as metodologias empregadas por cada grupo de pesquisa eram consistentes o suficiente para permitir que os resultados fossem comparados uns com os outros. A Figura 2 apresenta curvas do módulo elástico em função da tensão de cisalhamento obtidas por diferentes grupos de pesquisa presentes no ENAHPE 2013. Como as curvas obtidas são bastante diferentes, conclui-se que os laboratórios provavelmente não possuem metodologias de preparação de amostras coerentes entre si. Dessa forma, torna-se evidente a necessidade do estabelecimento de uma metodologia consistente para a preparação e padronização de amostras e realização de ensaios reológicos com fluidos de perfuração.

² V Encontro Nacional de Hidráulica de Poços de Petróleo e Gás.

³ Centro de Pesquisas Leopoldo Américo Miguez de Mello.

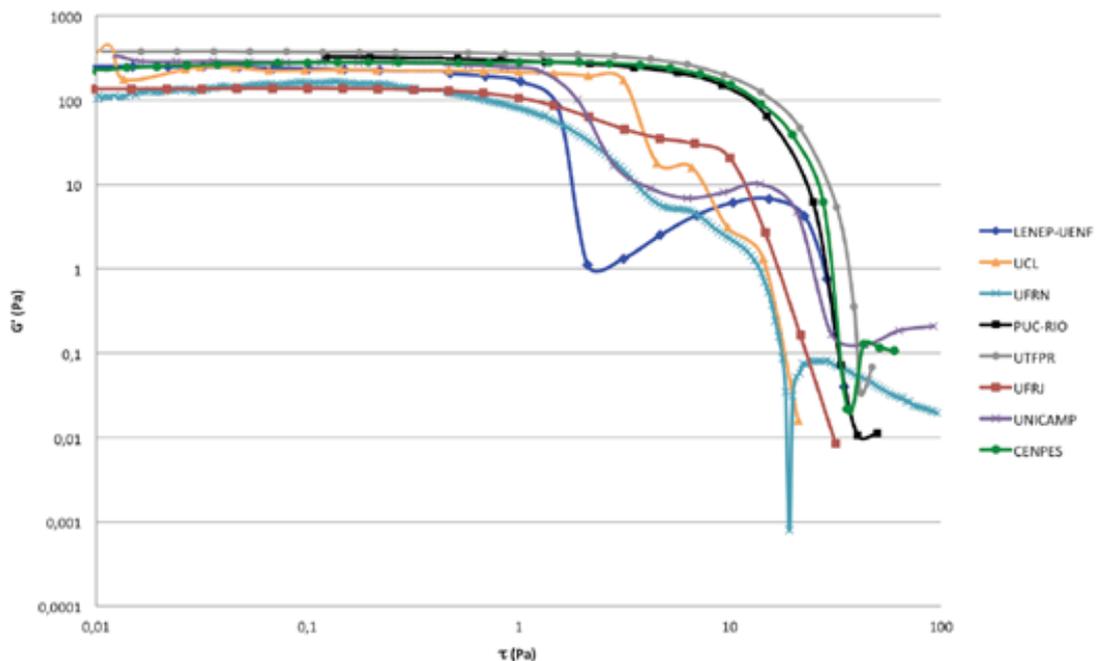


Figura 2 – Curvas de módulo elástico em função da tensão de cisalhamento do fluido BR-MUL 745 obtidas por diferentes grupos de pesquisa no ENAHPE – 2013

Adaptado de De Souza et al. (2013)

1.3 Objetivos

Nesse trabalho é desenvolvida uma metodologia para o procedimento de amostragem de fluidos de perfuração e é realizada uma investigação experimental dos diferentes métodos de determinação da tensão limite de escoamento em um reômetro rotacional. O estabelecimento de uma sequência de procedimentos de amostragem permitirá a comparação dos resultados de experimentos realizados por diferentes grupos de pesquisa e até mesmo com diferentes fluidos de perfuração, além de permitir a validação dos resultados obtidos com aqueles apresentados na literatura. Além disso, o conhecimento da tensão limite de escoamento é fundamental para o correto dimensionamento de poços e permite o ajuste de parâmetros de entrada em simulações computacionais de escoamento.

A influência dos processos de carregamento de amostra no reômetro, envelhecimento e rejuvenescimento do material por pré-cisalhamento e repouso serão estudados, bem como as diferentes geometrias e tipos de superfície dos

sensores disponíveis para o reômetro HAAKE MARS III. Durante a avaliação da tensão limite de escoamento, serão utilizados os métodos de construção de curva de equilíbrio e ajuste de modelos, além da determinação da tensão limite de escoamento por testes de fluência múltipla.

1.4 Justificativa

Os fluidos de perfuração são materiais altamente complexos, com propriedades reológicas que precisam ser determinadas com precisão para que os processos de perfuração possam ser cada vez mais elaborados e economicamente viáveis. A caracterização reológica de fluidos não newtonianos é um campo de estudo que envolve diversas áreas da engenharia mecânica, como a mecânica dos fluidos e a mecânica do contínuo, bem como diversas áreas da engenharia em geral, como as engenharias mecânica e química. A correta caracterização reológica de fluidos de perfuração é de grande importância científica, uma vez que traz confiabilidade aos resultados obtidos pela equipe de reologia da UTFPR, permite que se conheça o comportamento do material em condições controladas e que se estime o comportamento em condições de campo.

Amorim et al. (2002) demonstram que procedimentos simples na amostragem têm uma influência significativa no grau de repetitividade dos ensaios, como o equipamento utilizado na homogeneização da amostra. Assim, é importante que se estude mais a fundo a determinação das etapas que antecedem o teste reológico propriamente dito, para que se tenha certeza de que os resultados obtidos para a tensão limite de escoamento sejam confiáveis e passíveis de serem repetidos. A correta determinação da tensão limite de escoamento de fluidos de perfuração é uma necessidade evidente da indústria petrolífera. Uma vez que a metodologia experimental para preparação de amostras e procedimentos que precedem os ensaios reológicos influenciam o valor da tensão limite de escoamento medida, torna-se necessário que se tenha uma metodologia consistente para que os resultados obtidos por diferentes grupos de pesquisa possam ser comparados. Além disso, a comparação quantitativa entre o comportamento de fluidos de perfuração diversos torna-se viável se a metodologia de preparação de amostras utilizada é consistente.

Como os fluidos de perfuração são materiais dependentes do tempo, mais especificamente fluidos tixotrópicos, é importante que se dê atenção ao histórico de cisalhamento do material nos procedimentos que antecedem o ensaio reométrico de determinação da tensão limite de escoamento. Dessa forma, o desenvolvimento de uma metodologia para preparação de amostras desse tipo de material se faz necessária e deve ter como objetivo a obtenção de um histórico de deformações consistente e conhecido, para que se tenha certeza de que as condições iniciais de testes para diferentes amostras sejam próximas entre si.

1.5 Estrutura do trabalho

Esse trabalho é constituído por cinco capítulos - introdução, fundamentação teórica, materiais e métodos, resultados e discussões e conclusões - e três apêndices – aspectos experimentais de reometria, cálculo das incertezas de medição e conceitos de estatística. O objetivo principal da introdução é apresentar ao leitor os objetivos do trabalho, contextualizar o tema do projeto em relação à realidade da engenharia mecânica no Brasil e caracterizar o problema a ser estudado.

A fundamentação teórica, por sua vez, tem por objetivo apresentar os conceitos teóricos importantes para a compreensão do trabalho. Esse capítulo é constituído por duas partes principais, que apresentam conceitos de fluidos não newtonianos e de reologia e reometria. A apresentação de conceitos de fluidos não newtonianos é necessária para o bom entendimento do trabalho, uma vez que esse assunto não é abordado nos cursos de graduação em engenharia mecânica. Como os fluidos de perfuração são fluidos não newtonianos complexos, é importante que se tenha conhecimento das características principais de fluidos newtonianos generalizados, dependentes do tempo e viscoelásticos. Os conceitos de reologia e reometria abordados, por sua vez, englobam a definição e estudo da tensão limite de escoamento, das diferentes geometrias de medição, do comportamento reológico de suspensões – incluindo um estudo da separação de fases em suspensões - e de fluidos de perfuração.

O capítulo de materiais e métodos apresenta a metodologia segundo a qual os experimentos serão conduzidos. Os passos a serem tomados para o desenvolvimento de uma metodologia de amostragem de fluidos de perfuração para

ensaios reométricos e para a avaliação da tensão limite de escoamento de fluidos de perfuração também são apresentados nesse capítulo.

O capítulo de resultados e discussões apresenta os resultados obtidos ao longo da execução do projeto, juntamente com discussões referentes aos assuntos abordados. As equações de conversão entre o torque aplicado pelo motor do reômetro e a tensão de cisalhamento para cada geometria de medição, bem como a dedução das diversas funções materiais são apresentadas no Apêndice A.

O Apêndice B introduz o leitor ao cálculo das incertezas de medição referentes ao reômetro Haake MARS III, enquanto que o Apêndice C apresenta alguns conceitos de estatística utilizados no trabalho que auxiliam a avaliação dos resultados apresentados, mas que não são essenciais para a compreensão do trabalho.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Nesse capítulo é apresentada uma revisão das propriedades de fluidos não newtonianos, de reologia e reometria, bem como uma descrição das características de suspensões não coloidais e de fluidos de perfuração.

2.1 Fluidos não newtonianos

Barnes (1989) define uma série de condições para que um fluido seja considerado newtoniano, e argumenta que qualquer desvio desse comportamento caracteriza o material como um fluido não newtoniano:

- i. A única tensão gerada sob cisalhamento é a tensão de cisalhamento τ_{xy} , ou seja, as diferenças de tensões normais N_1 e N_2 são nulas;
- ii. A viscosidade não varia com a taxa de deformação;
- iii. A viscosidade é constante com relação ao tempo de cisalhamento e a tensão de cisalhamento se torna imediatamente nula quando o escoamento é interrompido. Em qualquer escoamento subsequente, não importando quão longo seja o tempo de repouso entre as duas medições, a viscosidade assume o mesmo valor que na medição anterior;
- iv. As viscosidades dinâmica e extensional estão sempre em proporção direta uma com a outra. Por exemplo, a viscosidade medida em um escoamento extensional uniaxial será sempre três vezes maior do que aquela medida em escoamento de cisalhamento puro.

De acordo com Deshpande et al. (2010), os fluidos não newtonianos podem ser separados em três grupos distintos:

- i. Fluidos nos quais a taxa de deformação é determinada unicamente pelo valor da tensão cisalhamento e nos quais a tensão de cisalhamento depende apenas da taxa de deformação são conhecidos como fluidos newtonianos generalizados;
- ii. Fluidos cuja relação entre taxa de deformação e tensão de cisalhamento possui uma dependência temporal e do histórico de cisalhamento são chamados de fluidos dependentes do tempo;

- iii. Fluidos que apresentam um comportamento misto entre o de fluido viscoso e de sólido elástico, ou seja, que sofrem efeitos de recuperação e relaxação elástica são denominados de viscoelásticos.

É importante lembrar que esses comportamentos não são mutuamente excludentes, ou seja: um material pode apresentar, ao mesmo tempo, comportamento newtoniano generalizado, dependente do tempo e viscoelástico. Os fluidos de perfuração, em especial, são exemplos típicos de materiais cujo comportamento não é bem definido por apenas um dos tipos de fluidos não newtonianos.

2.1.1 Fluidos newtonianos generalizados

Conforme já observado, os fluidos newtonianos generalizados, também conhecidos como fluidos independentes do tempo, são caracterizados pela relação de dependência exclusiva entre a tensão de cisalhamento, τ , e a taxa de deformação, $\dot{\gamma}$, conforme pode ser observado nas equações (1) e (2). Isso significa que o histórico de cisalhamento do material não tem influência significativa no comportamento reológico do material. É importante lembrar que os modelos de fluidos não newtonianos são apenas ajustes de resultados experimentais que buscam representar com o máximo de fidelidade o comportamento reológico dos fluidos. Isso significa que mesmo fluidos que são tradicionalmente classificados como fluidos newtonianos generalizados, como a solução de carbopol em água, sofrem influência do histórico de cisalhamento. Porém, no caso de fluidos classificados como newtonianos generalizados, essa influência pode ser desprezada por ser considerada insignificante se comparada aos efeitos plásticos ou às variações da viscosidade com a taxa de deformação.

$$\dot{\gamma}_{yx} = f(\tau_{yx}) \quad (1)$$

$$\tau_{yx} = f^{-1}(\dot{\gamma}_{yx}) \quad (2)$$

A forma da relação entre taxa de deformação e tensão de cisalhamento, representadas pelas equações (1) e (2), diferencia o comportamento do fluido em estudo em três categorias:

- i. Fluidos pseudoplásticos;

- ii. Fluidos viscoplásticos;
- iii. Fluidos dilatantes.

Na Figura 3 são apresentados exemplos de curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação, conhecidos como reogramas, para esses três tipos de fluidos não newtonianos, além da curva de escoamento típica de fluidos newtonianos. Percebe-se que a inclinação da curva de tensão em função da taxa de deformação, que corresponde à viscosidade, é constante para fluidos newtonianos.

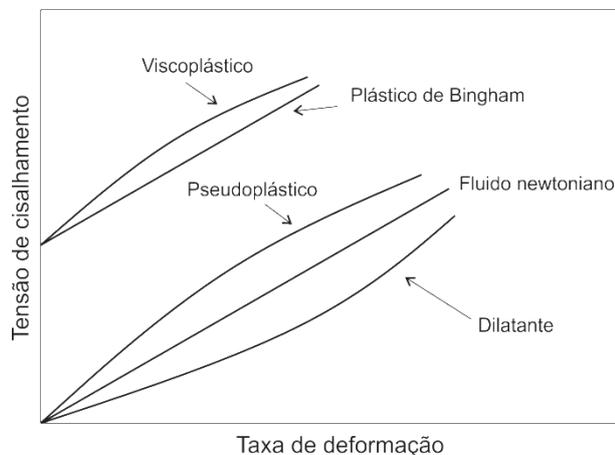


Figura 3 - Exemplos de reogramas para fluidos independentes do tempo
Fonte: Autoria própria

Fluidos pseudoplásticos são caracterizados pelo comportamento decrescente da viscosidade aparente η com o incremento da taxa de deformação. Em outras palavras, esse tipo de material apresenta viscosidade elevada a baixas taxas de deformação e viscosidade baixa quando o fluido é submetido a altas taxas de deformação.

É interessante notar que os fluidos pseudoplásticos, apesar de apresentarem um decaimento contínuo da viscosidade ao longo do espectro de taxas de deformação, possuem um patamar de viscosidades constantes quando se observa a curva de viscosidade em função da taxa de deformação. A baixas taxas de deformação a viscosidade assume o valor de *viscosidade a taxas de deformação*

nulas ou *primeiro patamar newtoniano* (η_0), conforme a equação (3) (BARNES et al., 1989).

$$\lim_{\dot{\gamma}_{yx} \rightarrow 0} \frac{\tau_{yx}}{\dot{\gamma}_{yx}} = \eta_0 \quad (3)$$

É importante ressaltar que a presença do patamar newtoniano pode levar à falsa conclusão de que alguns fluidos pseudoplásticos apresentam tensão limite de escoamento, uma vez que a viscosidade é aproximadamente constante a baixas taxas de deformação. O que diferencia os fluidos pseudoplásticos dos fluidos viscoplásticos, no que diz respeito aos valores da viscosidade a baixas taxas, é a magnitude do primeiro patamar newtoniano, que é muito maior para os fluidos viscoplásticos. É por esse motivo que Barnes et al. (1989) se referem aos fluidos viscoplásticos como *fluidos muito pseudoplásticos*.

Fluidos dilatantes apresentam comportamento parecido com o dos fluidos pseudoplásticos no que diz respeito à ausência de tensão limite de escoamento. Porém, de forma contrária aos pseudoplásticos, a viscosidade aumenta com o incremento de taxas de deformação. Materiais dilatantes são bastante raros, e são tipicamente observados na forma de suspensões concentradas. Quando o fluido está em repouso, a porosidade da suspensão é mínima e a fase líquida preenche completamente os espaços vazios. Sob taxas de deformação pequenas, a fase líquida atua como lubrificante entre as partículas sólidas em suspensão, minimizando o atrito sólido-sólido. Porém, quando o material é submetido a altas taxas de deformação, a mistura se dilata o suficiente para que a fase líquida não seja mais capaz de preencher os espaços vazios e evitar o atrito entre as partículas sólidas, o que gera tensões de cisalhamento maiores do que aquelas observadas a baixas taxas de deformação (DESHPANDE et al., 2010).

Os fluidos viscoplásticos são caracterizados pela presença de uma tensão limite de escoamento (TLE), ou seja: quando a tensão de cisalhamento aplicada é inferior a essa tensão limite o fluido idealmente apresenta taxa de deformação nula. O comportamento da viscosidade aparente dos fluidos viscoplásticos quando submetidos a tensões de cisalhamento superiores à TLE, por sua vez, pode ser constante ou decrescente. Deshpande et al. (2010) explicam que quando o material

está em repouso sua estrutura é tridimensional e com rigidez suficiente para suportar qualquer nível de tensões inferiores à TLE, e por isso apresenta uma alta resistência ao escoamento, mesmo que ainda possa se deformar elasticamente. Quando submetido a tensões de cisalhamento superiores à TLE essa estrutura se quebra e a substância passa a se comportar como um fluido viscoso. Uma revisão mais detalhada a respeito da tensão limite de escoamento será conduzida em trechos subsequentes desse trabalho.

Dentre os ajustes reológicos que descrevem o comportamento de fluidos viscoplásticos, destacam-se os de Bingham e de Herschel-Bulkley. Bingham⁴ (1926 apud BARNES, 1999) propôs um modelo no qual a viscosidade para tensões acima da TLE é constante. Essa relação é amplamente utilizada na descrição do comportamento reológico de fluidos de perfuração e de outros materiais complexos, apesar de sua simplicidade. Em outras palavras, o material apresenta comportamento análogo ao de fluidos newtonianos quando submetido a tensões superiores à TLE, conforme pode ser avaliado pela equação (4), na qual τ_0^B é a tensão limite de escoamento de Bingham e η_B é a viscosidade aparente de Bingham.

$$\begin{aligned} \tau_{yx} &= \tau_0^B + \eta_B \dot{\gamma}_{yx} & \text{para } |\tau_{yx}| \geq |\tau_0^B| \\ \dot{\gamma}_{yx} &= 0 & \text{para } |\tau_{yx}| < |\tau_0^B| \end{aligned} \quad (4)$$

Herschel e Bulkley⁵ (1926 apud BARNES, 1999) propõem um modelo alternativo ao de Bingham, no qual o comportamento do material quando submetido a tensões superiores à TLE se assemelha ao comportamento pseudoplástico aproximado como uma lei de potências, conforme pode ser observado na equação (5). Esse modelo é bastante utilizado atualmente para descrever o comportamento reológico de fluidos de perfuração, conforme descrito por Coussot et al. (2004) e Laribi et al. (2005), uma vez que considera o decaimento da viscosidade a taxas de deformação altas. Nessa equação, τ_0^H é a tensão limite de escoamento de

⁴ BINGHAM, E. C. Fluidity and plasticity. McGraw-Hill New York, 1922. v. 1

⁵ W.H. Herschel and R. Bulkley, Proc. Am. Assoc. Test Mater., 26 (1926) 621; Kollzeitschr., 39 (1926) 291.

Herschel-Bulkley, η_H é a viscosidade aparente de Herschel-Bulkley e n é o expoente da lei de potências.

$$\begin{aligned} \tau_{yx} &= \tau_0^H + \eta_H (\dot{\gamma}_{yx})^n & \text{para } |\tau_{yx}| \geq |\tau_0^H| \text{ e } 0 < n < 1 \\ \dot{\gamma}_{yx} &= 0 & \text{para } |\tau_{yx}| < |\tau_0^H| \end{aligned} \quad (5)$$

2.1.2 Materiais com propriedades dependentes do tempo

O comportamento reológico de alguns materiais não depende apenas da tensão de cisalhamento e da taxa de deformação impostas, mas também do período de tempo pelo qual esses materiais sofrem cisalhamento e do histórico de deformações. Quando materiais dependentes do tempo são cisalhados a uma taxa de deformação constante, após um longo período de repouso, a viscosidade gradualmente aumenta ou diminui à medida que o material se desestrutura. Quando o número dessas ligações internas capazes de serem quebradas se reduz, a taxa de variação da viscosidade se aproxima de zero. Ao mesmo tempo, a taxa com que essas ligações são capazes de se reconstruir aumenta, e eventualmente um estado de equilíbrio dinâmico é atingido quando as taxas de quebra e de recuperação das ligações se igualam (DESHPANDE et al., 2010).

Os fluidos dependentes do tempo com comportamento reversível podem ser classificados em tixotrópicos ou reopéticos, dependendo da influência que o histórico de cisalhamento tem sobre a viscosidade. Materiais tixotrópicos apresentam decaimento da viscosidade na medida em que o material sofre cisalhamento, enquanto os reopéticos apresentam acréscimo da viscosidade quando são submetidos ao cisalhamento. É importante ressaltar que para que um material seja considerado tixotrópico as mudanças na viscosidade devem ser reversíveis após um determinado tempo de repouso. Barnes (1997) apresenta uma revisão detalhada sobre a tixotropia, abordando a evolução do conceito ao longo do tempo, os mecanismos que provocam o fenômeno e apresentando exemplos de materiais que apresentam comportamento tixotrópico. Dentre os materiais tixotrópicos, pode-se citar os fluidos de perfuração, o que torna necessário que se considere a tixotropia ao se fazer análises reológicas nesses materiais.

Mewis e Wagner (2009) definem a tixotropia como “um decréscimo contínuo da viscosidade com o tempo quando uma amostra que tenha estado previamente em

repouso é submetida ao escoamento e a subsequente recuperação da viscosidade no tempo quando o escoamento é descontinuado”. Essa definição é consistente com a ideia de que a tixotropia deve ser completamente reversível do ponto de vista estrutural, ou seja, o material deve recuperar completamente seus níveis de viscosidade iniciais após ser submetido a um tempo de repouso suficiente. Alguns fluidos não newtonianos com propriedades dependentes do tempo não são nem tixotrópicos nem reopéticos, pois apesar de suas propriedades materiais variarem com o tempo sob cisalhamento a degradação imposta à estrutura se torna irreversível.

2.1.3 Fluidos viscoelásticos

Sólidos elásticos ideais seguem a lei de Hooke, que define uma relação de proporcionalidade entre a tensão de cisalhamento e a deformação. O módulo elástico G atua como constante de proporcionalidade quando a tensão aplicada é inferior à tensão de escoamento, conforme a equação (6), em que $\frac{dx}{dy}$ é a deformação cisalhante. Dessa forma, a tensão de cisalhamento e a deformação são diretamente proporcionais em sólidos elásticos ideais.

$$\tau_{yx} = G \frac{dx}{dy} = G\gamma_{yx} \quad (6)$$

Por outro lado, a tensão de cisalhamento de fluidos newtonianos é proporcional à taxa de deformação. Alguns materiais apresentam características elásticas e viscosas sob determinadas circunstâncias. Na ausência de tixotropia e reopexia esses materiais são denominados *viscoelásticos* (DESHPANDE et al., 2010). Bird e Hassager (1987) acrescentam que fluidos elásticos também podem ser chamados de *fluidos com memória*, devido à sua capacidade de retomar à forma inicial após sofrerem deformação. Macosko (1994), por sua vez, define a viscoelasticidade em termos da relaxação do material sob a aplicação súbita e contínua de deformação cisalhante. Sólidos elásticos não apresentam relaxação de tensões, enquanto fluidos newtonianos apresentam relaxação instantânea. O processo de relaxação de fluidos viscoelásticos, por sua vez, acontece durante um período de tempo significativo. Assim, o módulo de relaxação $G(t, \gamma)$ de fluidos viscoelásticos pode ser representado conforme a equação (7). O módulo de relaxação é uma forma de se

mensurar o decaimento da tensão com o tempo quando uma deformação é imposta ao material. Por esse motivo, a tensão de cisalhamento $\tau(t, \gamma)$ apresentada na equação (7) é função não somente da deformação γ aplicada, mas também do tempo t decorrido após a aplicação da deformação.

$$G(t, \gamma) = \frac{\tau(t, \gamma)}{\gamma} \text{ para } \gamma > 0 \quad (7)$$

Uma das características que pode ser observada nos fluidos viscoelásticos é a presença de tensões normais na direção normal ao escoamento. As chamadas diferenças de tensões normais N_1 e N_2 , equações (8) e (9) respectivamente, são proporcionais à taxa de deformação em escoamentos de cisalhamento puro. A medição experimental da primeira diferença de tensões normais é mais difícil do que a da tensão de cisalhamento, e a medição da segunda diferença de tensões normais é ainda mais trabalhosa (DESHPANDE et al., 2010). Nas equações (8) e (9), τ_{xx} , τ_{yy} e τ_{zz} são as tensões principais de um elemento infinitesimal de tensões, as quais também podem ser compreendidas como os valores da diagonal principal do tensor de tensões atuantes no elemento.

$$N_1 = \tau_{xx} - \tau_{yy} \quad (8)$$

$$N_2 = \tau_{yy} - \tau_{zz} \quad (9)$$

Outra forma de se caracterizar o comportamento viscoelástico dos fluidos é através do número de Deborah, equação (10). Quando uma taxa de deformação constante é aplicada no material, observa-se uma tensão de cisalhamento inicial τ_i que decai para um valor constante τ_∞ após um determinado tempo de relaxação λ . O número de Deborah é descrito como a razão entre o tempo de relaxação do material e o tempo característico do escoamento (TANNER, 2000).

$$De = \frac{\lambda}{t} \quad (10)$$

Se $\lambda \rightarrow \infty$ e $De \rightarrow \infty$, o material se comporta como um sólido. Porém, se $De \rightarrow 0$ o material se comporta como um fluido viscoso por ser capaz de se deformar rapidamente sob a aplicação de tensão. Quando De assume valores

intermediários entre 0 e ∞ o material é denominado viscoelástico. É importante notar que essa definição de sólidos ou líquidos considera o tempo característico do fenômeno que se observa.

2.2 Aspectos fundamentais de reologia e reometria

O estudo das propriedades relacionadas ao escoamento de fluidos newtonianos e não newtonianos é denominado reologia, enquanto que a medição dessas propriedades constitui uma ciência experimental conhecida como reometria. Os equipamentos capazes de medir propriedades viscoelásticas são denominados reômetros, enquanto que aqueles que se limitam à medição de propriedades viscosas são chamados de viscosímetros (SCHRAMM, 1994).

Diversas configurações de escoamento podem ser utilizadas para medição de propriedades viscosas, sendo que a mais comum é o escoamento rotacional. De acordo com Macosko (1994), os reômetros de cisalhamento podem ser divididos em dois grandes grupos: reômetros de arrasto, ou seja, aqueles em que o escoamento é gerado pelo movimento relativo entre uma superfície sólida fixa e outra em movimento, e aqueles nos quais o escoamento é gerado por uma diferença de pressões em um canal, também conhecidos como reômetros movidos a pressão. Esse trabalho trata da reometria em reômetros de arrasto com movimento rotativo do elemento mecânico superior, referenciado como *sensor*.

2.2.1 Tensão Limite de Escoamento (TLE)

Dentre as propriedades reológicas que podem ser medidas com reômetros, a tensão limite de escoamento, ou simplesmente TLE, tem destaque em termos de importância para fluidos de perfuração. O conceito de tensão limite de escoamento foi inicialmente proposto por Schwedoff⁶ (1900 apud BARNES, 1999), mas foi a abordagem proposta por Bingham (1926 apud BARNES, 1999) que associou a TLE a uma equação constitutiva para fluidos viscoplásticos. Mesmo que a equação de Bingham descreva uma transição pontual entre os comportamentos plástico e viscoso, o autor deixa claro que a análise da curva experimental de tensões de cisalhamento por taxas de deformação explicita uma transição gradual entre esses

⁶ SCHWEDOFF, T. La rigidité des liquides. Congres Int. Physique, Paris. Anais, 1900.

comportamentos. Em outras palavras, Bingham sabia que sua equação não representava de forma coerente a transição entre os estados gelificado e viscoso dos fluidos viscoplásticos, mas deu preferência à representação mais simplificada – na qual a transição é pontual – devido à falta de equipamentos capazes de medir a viscosidade em taxas de deformação tão baixas quanto aquelas necessárias para se descrever a transição gradual entre os estados gelificado e viscoso.

Reiner⁷ (1943 apud BARNES, 1999) argumenta que o modelo de Bingham é bastante útil para descrever o escoamento de fluidos como tintas, lamas, pasta de dentes e outros materiais, mas apenas em uma faixa limitada de taxas de deformação. A não linearidade sob taxas de deformação baixas, ignorada na equação de Bingham, foi questionada por Reiner, o qual propôs que nenhum material apresenta tensão limite de escoamento. Em outras palavras, de acordo com Reiner, todos os fluidos denominados *viscoplásticos* seriam na verdade fluidos *pseudoplásticos* com uma viscosidade bastante elevada a baixas taxas de deformação.

Houwink⁸ (1938 apud BARNES, 1999) apresenta uma contribuição importante ao conceito de tensão limite de escoamento ao estudar o escoamento de sólidos e líquidos como fenômenos semelhantes. Quando a tensão aplicada ao material excede um determinado valor, a movimentação do material é denominada como *fluência*. Caso esse movimento ocorra a uma taxa de deformação constante, o movimento do material deve ser chamado de *escoamento*. Além disso, a tensão limite de escoamento foi definida como a tensão na qual os primeiros efeitos inelásticos são observados, o que é diferente da definição de Bingham, que afirma que a TLE é a menor tensão que provoca deformação contínua em um sólido. Houwink também reforça a ideia de que a deformação plástica é possível quando há imperfeições na estrutura do material, quando os átomos podem mudar de uma posição de equilíbrio para outra. Em outras palavras, materiais reais, os quais sempre possuem imperfeições estruturais, são passíveis de escoarem a qualquer temperatura e sob qualquer tensão, desde que seja dado tempo suficiente para que o escoamento aconteça.

⁷ REINER, M. Ten lectures on theoretical rheology. R. Mass, 1943.

⁸ HOUWINK, R. Second Report on Viscosity and Plasticity. Nordemann Publishing Company, New York, 1938.

Blair (1949) define um plástico como um material que apresenta dois comportamentos bastante diferentes ao longo do espectro de tensões. Quando submetido a pequenas tensões, as deformações não são significativas, uma vez que são fruto da parcela elástica do material que apresenta elevado módulo de elasticidade. Sob altas tensões, por sua vez, o material escoam como um líquido. Andrade (1947) argumenta que a tensão limite de escoamento não é um valor discreto, uma vez que entre a região perfeitamente elástica e a região viscosa existe uma região de *elasticidade imperfeita*, na qual o material apresenta uma recuperação imperfeita e com atraso temporal quando comparada à recuperação na região elástica linear. Sherman⁹ (1970 apud BARNES, 1999) afirma que a tensão limite de escoamento pode ser compreendida como o ponto de inflexão em uma curva de escoamento plástica. A intersecção no eixo de tensões, que pode ser obtida ao extrapolar a porção linear da curva, é denominada tensão limite de escoamento extrapolada.

Barnes e Walter (1985) argumentam que o desenvolvimento de reômetros capazes de medir tensões a taxas de deformação tão baixas quanto 10^{-6} s^{-1} permite explorar mais a fundo o conceito de tensão limite de escoamento. Além disso, afirmam que as medições realizadas pela comunidade científica até o momento não refletem a tensão limite de escoamento propriamente dita, mas apenas o valor extrapolado da TLE. De acordo com os autores, a tensão limite de escoamento define apenas o que não podia ser medido com a tecnologia disponível na época em que os estudos anteriores foram realizados. Uma vez que os materiais escoam sob tensões elevadas, também devem se deformar quando submetidos a tensões de baixa intensidade, mesmo que a taxas de deformação extremamente reduzidas. Para comprovar essa ideia, duas amostras de materiais diferentes – adesivo látex PVA e solução 0,5% de Carbopol – foram analisadas em um reómetro capaz de realizar medições a taxas de 10^{-6} s^{-1} . O valor da tensão limite de escoamento medida a taxas da ordem de 10^{-3} a 10^{-5} s^{-1} é equivalente a zero, o que os levou a concluir que a tensão limite de escoamento pode ser avaliada como nula se for medida a taxas de deformação suficientemente baixas.

9 Sherman, P. Industrial Rheology, Academic Press, London, 1970.

O artigo de Barnes e Walters incentivou uma série de outros trabalhos em resposta às ideias propostas. Hartnett e Hu (1989) conduziram um experimento baseado no princípio de queda de bola, no qual esferas de nylon e teflon foram inseridas em quatro cilindros preenchidos com solução aquosa de carbopol 960. A posição das esferas foi monitorada ao longo de 14 semanas, e nenhum movimento considerável foi observado – o que de acordo com os autores evidencia que a tensão limite de escoamento é uma ‘realidade da engenharia’. Mesmo que a definição da TLE seja dúbia para taxas de deformação reduzidas, as aplicações em engenharia geralmente levam em consideração o comportamento macro do material, o que faz com que a discussão da existência ou não da TLE seja irrelevante. Astarita (1990) afirma que a importância da tensão limite de escoamento como uma realidade da engenharia depende do tipo de problema a ser considerado. A existência da TLE torna-se crítica para aplicações que exigem baixas taxas de deformação. Schurz (1990) argumenta que a tensão limite de escoamento é uma ‘realidade empírica’, uma vez que pôde ser observada através do uso de um viscosímetro baseado no princípio de rolamento de esfera.

Nguyen e Boger (1992), por sua vez, argumentam que apesar da grande controvérsia e das discussões geradas pelas ideias propostas por Barnes e Walters, existe uma grande aceitação da utilidade da tensão limite de escoamento nos projetos de engenharia e nos processos nos quais a manipulação e transporte de suspensões industriais estão envolvidas. Zamora et al. (2010) afirmam que na indústria de perfuração de poços de petróleo a tensão limite de escoamento é tanto uma propriedade do material quanto uma realidade da engenharia, e diferencia as chamadas TLE estática, na qual o fluido passa de um estado semissólido para um líquido, e a TLE dinâmica, na qual o fluido passa de um estado líquido para um semissólido. A TLE estática pode ser compreendida como a tensão necessária para que se dê início ao escoamento, e é usualmente medida em ensaios nos quais o material encontra-se inicialmente em repouso. A TLE dinâmica, por sua vez, pode ser compreendida como a tensão mínima necessária para que se dê continuidade a um escoamento pré-existente, e é tradicionalmente medida em ensaios nos quais se avalia a tensão de cisalhamento em regime permanente para diferentes taxas de deformação. Esse método tem a vantagem de minimizar os efeitos de tixotropia e de

relaxamento elástico do material na determinação da TLE, por analisar os pontos em regime permanente.

Tanner (2000) menciona que desde que a faixa de taxas de cisalhamento em estudo não seja excessivamente baixa, os modelos de bi-viscosidade de Bingham e Herschel-Bulkley apresentam resultados satisfatórios em escoamento simples, como o escoamento de Poiseuille. Os modelos de bi-viscosidade para fluidos viscoplásticos são semelhantes aos modelos de Bingham e Herschel-Bulkley, mas ao invés de considerarem uma tensão limite de escoamento τ_0 abaixo da qual a taxa de deformação é nula, considera-se que o fluido possui uma viscosidade constante e extremamente alta η_0 para tensões abaixo de τ_0 . Dessa forma, o escoamento ainda pode ser observado mesmo sob baixas tensões de cisalhamento, mas caso o valor da viscosidade a taxas de deformação baixas seja alto o suficiente as taxas de deformação nessas condições podem ser desconsideradas para fins práticos. Bird e Hassager (1987) adotam a definição clássica de tensão limite de escoamento, ou seja, definem-na como a tensão abaixo da qual não ocorre escoamento do fluido.

Deshpande (2010) argumenta que a existência da tensão limite de escoamento está intimamente relacionada com a escala de tempo adotada para o experimento. Essa visão complementa a definição do número de Deborah, que afirma que os efeitos elásticos devem considerar o tempo característico do fluido e o tempo de observação do evento. Assim, não só os efeitos elásticos, mas também os efeitos plásticos sofrem influência direta do tempo em suas definições, uma vez que uma das origens da tensão limite de escoamento reside nas interações elásticas entre as partículas do material em repouso.

Discute-se a influência de diversos fatores na intensidade da tensão limite de escoamento de fluidos não newtonianos. Cheng (1986) argumenta que a tensão limite de escoamento é função do tempo, uma vez que um dos métodos considerados mais precisos para a medição da TLE - através de ensaios de fluência múltipla sob diferentes níveis de tensão - tem influência direta do tempo. A determinação da TLE por fluência consiste em aplicar patamares de tensão consecutivos durante um tempo prolongado para que a taxa de deformação em regime permanente seja avaliada. De acordo com o autor, o intervalo de tensões

entre as quais se tem uma resposta com taxa de deformação constante e com deformação constante é compreendido como o valor da TLE. Cheng argumenta que se períodos de tempo muito curtos forem utilizados, tensões de cisalhamento que ainda apresentem uma pequena taxa de decaimento da deformação podem ser erroneamente associadas a deformações constantes. Dessa forma, a determinação da TLE através de ensaios de fluência depende do tempo de observação do material sob diferentes níveis de tensão. O autor também afirma que a tensão limite de escoamento é função do tempo de armazenamento da amostra em repouso. Quanto maior o tempo de repouso da amostra – avaliada a tempos tão longos quanto sete dias – maior a tensão limite de escoamento. Na maior parte dos materiais, a TLE estática é maior do que a dinâmica, e Cheng associa esse fenômeno à inclinação da curva de equilíbrio quando a taxa de deformação é reduzida a valores muito baixos.

Derec et al. (2003) estudam o efeito do tempo de envelhecimento em amostras de óxido de polietileno, e comprovam o crescimento do módulo de armazenamento G' com o tempo de envelhecimento. Dessa forma, entende-se que o tempo tem influência não apenas na tensão limite de escoamento, mas também no comportamento elástico do material, o que também está de acordo com a definição do número de Deborah, que é estritamente dependente de parâmetros temporais. Os autores observam que suspensões de bentonita, utilizadas na formulação de fluidos de perfuração, apresentam acréscimo da tensão limite de escoamento com o acréscimo da concentração das partículas sólidas, enquanto Mahaut et al. (2008) afirmam que suspensões de bentonita apresentam acréscimo da TLE e do módulo elástico G' com o tempo de envelhecimento da amostra. Além disso, James et al. (1987) observam que o método de medição da tensão limite de escoamento pode influenciar os resultados numa magnitude de até uma ordem de grandeza em suspensões de ilite¹⁰.

Alexandrou et al. (2009) afirmam que a origem da tensão limite de escoamento em suspensões semissólidas é efeito combinado da rede de partículas conectadas umas às outras e do atrito que ocorre entre partículas isoladas. Além disso, os autores complementam essa ideia ao afirmar que na maior parte das suspensões

¹⁰ A ilite é um mineral argiloso abundante em xistos argilosos e outras rochas sedimentares.

existe uma taxa de deformação crítica que determina a competição relativa entre os processos de envelhecimento e rejuvenescimento. No processo de rejuvenescimento a estrutura se quebra, o que resulta em um decréscimo da viscosidade com o tempo. Quando o escoamento é interrompido tem início o processo de envelhecimento, que é caracterizado por um aumento da viscosidade do material. O regime permanente é um indicativo de que as taxas de envelhecimento e de rejuvenescimento se igualaram, e se a tensão imposta ao sistema for removida, a viscosidade aumenta gradativamente até que atinja um valor infinito e o fluido finalmente pare de escoar.

Møller et al. (2006) apresentam uma visão radical da influência do histórico de cisalhamento da amostra na tensão limite de escoamento, ao afirmar que a TLE não deve ser considerada uma propriedade do material por depender do histórico de cisalhamento. Suspensões de bentonita foram testadas com diferente históricos de deformações, e apresentaram valores distintos para a tensão limite de escoamento em testes nos quais se aplica tensão de cisalhamento constante e se mede a viscosidade ao longo do tempo. Os autores afirmam que quanto maior o tempo de repouso da amostra, maior a tensão limite de escoamento medida. Uma das possíveis explicações para esse fenômeno é a dificuldade em se encontrar materiais que sejam viscoplásticos e que não sejam tixotrópicos – os autores afirmam que não encontraram nem ao menos um exemplo desse tipo de material. A tensão limite de escoamento e a tixotropia têm suas origens nos mesmos princípios físicos: no caso da suspensão de bentonita, o gel coloidal que se forma na estrutura percolada¹¹ de partículas confere a elasticidade e a tixotropia ao material. Se a tensão aplicada ao material for grande o suficiente, essa estrutura será parcialmente quebrada e o escoamento terá início, o que caracteriza a tensão limite de escoamento.

Atualmente, o conceito de tensão limite de escoamento está intimamente ligado com a escala de tempo dos experimentos (BALMFORTH et al., 2014). Para cada material, pode-se definir um intervalo de tensões nos quais o escoamento por fluência – ou seja, aquele no qual ocorre o estiramento das estruturas elásticas do material antes da quebra do gel quando o fluido é submetido a uma tensão

¹¹ Percolar: Passar um líquido através de um meio para filtrá-lo ou extrair substâncias (HOUAISS et al., 2009).

constante – sofre influência de vários fenômenos complexos, como o escorregamento de amostras e a coexistência de regiões gelificadas e não gelificadas na amostra. Esses efeitos são observados até que o escoamento seja visível em escala macroscópica e finalmente se torne homogêneo e em regime permanente (CATON e BARAVIAN, 2008; DIVOUX et al., 2011).

Tendo em vista a revisão realizada do conceito de tensão limite de escoamento, parte-se para a revisão dos métodos para medição dessa propriedade apresentados na literatura. É importante que se conheça a fundo a tensão limite de escoamento para que a sua medição, a ser realizada nas etapas posteriores do trabalho, seja o mais precisa quanto possível e para que os experimentos realizados representem bem o fenômeno de escoamento do fluido de perfuração analisado.

2.2.2 Métodos de medição da tensão limite de escoamento

Diversos métodos para medir a tensão limite de escoamento são descritos na literatura. Todavia, nem todos os métodos citados serão utilizados na execução do projeto, no qual a metodologia de preparação de amostras desenvolvida é utilizada na determinação da TLE utilizando dois métodos de medição. Uma lista dos principais métodos de medição da TLE é apresentada na literatura (MALVERN INSTRUMENTS, 2012), mas apenas os métodos a serem aplicados no projeto serão explicados com maiores detalhes. Os principais métodos para determinação da TLE são:

- Ajuste de modelos;
- Rampa de tensões de cisalhamento;
- Rampa de deformações ou patamar de taxas de deformação;
- Varredura oscilatória de amplitude de tensões ou deformações;
- Fluência múltipla.

Os principais tipos de sensores utilizados na medição da TLE são:

- Sensor tipo cone;
- Sensor tipo placa;
- Sensor cilíndrico;

- Sensor Vane.

Uma descrição detalhada de cada tipo de sensor é realizada na seção 2.2.3.

2.2.2.1 Ajuste de modelos

O método mais tradicional para medir a tensão limite de escoamento em reômetros rotacionais é o ajuste de modelos reológicos em reogramas (gráficos de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação) e extrapolar os modelos para a taxa de cisalhamento nula (MACOSKO, 1994). Valores da tensão de cisalhamento em regime permanente são obtidos para diferentes taxas de deformação, e a seguir determina-se o modelo viscoplástico que mais se adequa aos dados obtidos, sendo os mais comuns os de Bingham e de Herschel-Bulkley. É importante salientar que o intervalo de dados pode influenciar na escolha, uma vez que alguns modelos são mais adequados para a análise em altas e outros para baixas taxas de deformação. Também se deve ter em mente que o valor da tensão limite de escoamento medido com esse método corresponde à TLE dinâmica, e não à estática (MALVERN INSTRUMENTS, 2012), como já explicado na Seção 2.2.1.

2.2.2.2 Rampas de deformações

Rampas de deformações, ou seja, patamares de taxas de deformação constantes, podem ser utilizadas para medir a TLE ao se monitorar o comportamento da tensão de cisalhamento ao longo do tempo. As tensões de cisalhamento apresentam um crescimento linear, resultante do estiramento da estrutura elástica, e um posterior decréscimo, que corresponde à quebra da estrutura, o que causa um relaxamento do material. O pico de tensões de cisalhamento resultante desse processo pode ser compreendido como a tensão limite de escoamento estática. Para que esse método seja utilizado, é importante que se utilizem baixas taxas de deformação para que os processos de relaxação de tensões elásticas do material não influenciem nos resultados. Taxas de deformação da ordem de $0,01 \text{ s}^{-1}$ apresentam boa concordância com outros métodos de medição da tensão limite de escoamento (YANG et al., 1986).

2.2.2.3 Fluência múltipla

O método mais confiável para determinar a tensão limite de escoamento é o de fluência múltipla (MENDES, 2013), no qual diversos testes de fluência consecutivos são conduzidos utilizando-se diferentes níveis de tensões. Monitora-se as curvas de deformação em função do tempo, e mudanças no gradiente das curvas indicam o escoamento do material. Curvas obtidas para valores de tensão de cisalhamento ainda no regime elástico linear apresentam comportamento bastante parecido umas com as outras, mas a partir do momento em que a tensão limite de escoamento é atingida observa-se um crescimento acelerado da deformação em função do tempo. Também se deve lembrar que testes de fluência são dependentes do tempo, e por isso tempos relativamente longos devem ser usados nos ensaios, que usualmente apresentam duração aproximada entre dois e dez minutos. Também é importante que se dê um tempo de repouso para a amostra entre dois testes consecutivos, para que as tensões elásticas residuais possam sofrer relaxamento e se garanta que o histórico de tensões de um ensaio não influencie nos consecutivos (MALVERN INSTRUMENTS, 2012). Outra possibilidade é que se utilize uma nova amostra para cada patamar de tensão aplicado, para que o a consistência do histórico de deformações conhecido seja garantida – uma vez que, mesmo que o material não escoe, ele ainda se deforma elasticamente – e para que a homogeneidade da suspensão de partículas sólidas no fluido de perfuração seja assegurada.

2.2.3 Tipos de sensores utilizados em reômetros rotacionais

Essa seção apresenta as principais geometrias de medição utilizadas em reômetros rotacionais. O Apêndice A, por sua vez, introduz conceitos experimentais de reometria, como as fórmulas de conversão entre o torque aplicado pelo motor do reômetro e a tensão de cisalhamento aplicada pelo sensor à amostra.

2.2.3.1 Sensores cônicos

Sempre que possível, deve-se dar preferência ao uso de sensores cônicos em ensaios reológicos com fluidos não newtonianos, uma vez que as taxas de deformação impostas à amostra nessa geometria são constantes ao longo do raio do sensor. A taxa de deformação varia ao longo do raio nos sensores tipo placa, sendo nula no centro da geometria e máxima nas bordas. Isso pode levar à formação das

chamadas 'bandas de cisalhamento' ou *shear banding*. Esse fenômeno é caracterizado pela presença de uma região da amostra na qual as tensões de cisalhamento são inferiores à tensão limite de escoamento, normalmente próximas ao centro do rotor, mesmo quando as porções mais próximas às bordas já superaram a TLE e escoam livremente (ALEXANDROU et al., 2009). Se a taxa de deformação global imposta à amostra aumenta, não é a taxa de deformação na região que já superou a TLE que aumenta, mas sim a extensão dessa região que se expande, preenchendo toda a amostra exatamente na taxa de deformação crítica, que corresponde àquela em que se observa a tensão limite de escoamento (MØLLER et al., 2006).

Uma forma de reduzir o desgaste na ponta do cone é utilizar sensores com geometria de tronco de cone, como apresentado na Figura 4. Porém, esse truncamento induz erros no cálculo das taxas de deformação do sensor. Contudo que a razão entre os diâmetros do tronco de cone seja menor do que 0,2 os erros na medição não ultrapassam o limite de 1% (WHORLOW, 1980). Por outro lado, o uso de sensores cônicos deve ser evitado no caso de ensaios realizados com suspensões de partículas sólidas, a não ser que a distância mínima entre a superfície plana do tronco do cone e a placa inferior do sistema de medição seja pelo menos dez vezes maior do que a maior partícula em suspensão. Caso essas condições não sejam satisfeitas, os sólidos tendem a se acumular próximo à ponta do cone, o que pode levar a inconsistências nos resultados obtidos (NGUYEN e BOGER, 1992).

É interessante notar no detalhe da Figura 4 que a ponta truncada do cone é responsável por evitar o contato direto entre o sensor cônico e a base de medição inferior. É importante que se garanta que o ponto correspondente à ponta virtual do cone coincida com a base inferior de medição, para que as taxas de deformação na região não truncada do cone sejam constantes ao longo do raio do sensor. Além disso, nota-se que as regiões da amostra próximas ao raio externo do sensor apresentam-se levemente abauladas. Os reômetros rotacionais são calibrados de forma a realizar as medições com precisão quando o material sob análise apresenta esse perfil abaulado.

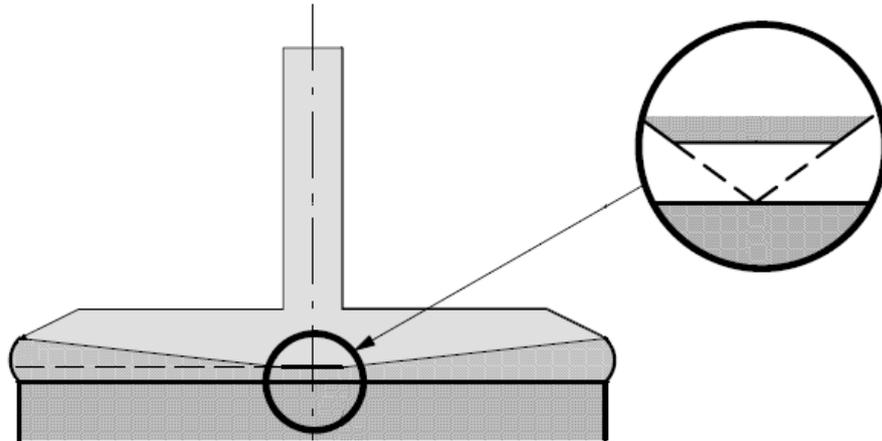


Figura 4 - Representação esquemática de uma geometria de medição cone-placa com ponta troncada
Adaptado de Schramm (1994)

2.2.3.2 Sensores tipo placa

A geometria conhecida como *placas paralelas*, apresentada na Figura 5, são bastante úteis na medição de propriedades de suspensões particuladas como os fluidos de perfuração. Esse tipo de sensor evita o acúmulo exagerado de partículas em um ponto específico da geometria, como acontece nos sensores cônicos. Além disso, a maior parte dos fabricantes de reômetros disponibiliza sensores ranhurados, os quais reduzem os problemas relacionados ao escorregamento de amostras, comuns em ensaios realizados a baixas taxas de deformação. Os sensores tipo placa também permitem que se varie o espaço entre a base de medição e o sensor, também chamado de espaçamento ou *gap*, em inglês. Isso é de grande importância para a determinação das propriedades reológicas de suspensões, uma vez que o espaçamento deve ser superior a dez vezes o tamanho da maior partícula em suspensão. A possibilidade de se ajustar o espaçamento às necessidades do ensaio também contribui para a prevenção de escorregamento da amostra, uma vez que esse fenômeno é bastante comum em ensaios realizados com espaçamentos pequenos. Em alguns casos, quando as partículas em suspensão são muito grandes, o uso de sensores tipo placa torna-se a única maneira de se realizar medições reológicas (MALVERN INSTRUMENTS, 2012).

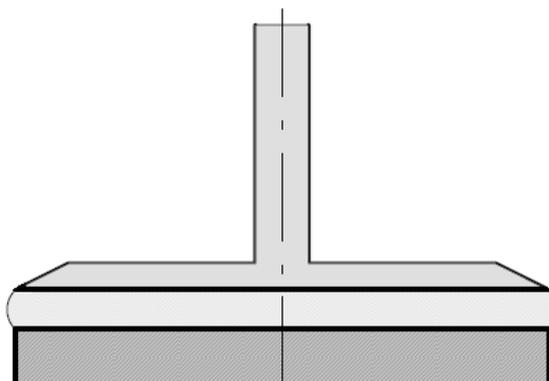


Figura 5 – Representação esquemática de uma geometria de medição tipo placas paralelas

Adaptado de Schramm (1994)

2.2.3.3 Sensores cilíndricos

Os sensores cilíndricos ou geometria de *Couette*, como o apresentado na Figura 6, estão entre as geometrias mais comuns utilizadas em ensaios reológicos, e devem ser utilizados com taxas de deformação entre 1 e 1000s^{-1} . Esse tipo de sensor é bastante útil na medição de viscosidade de fluidos newtonianos, mas a dificuldade de realizar medições a baixas taxas de deformação faz com que o uso dessa geometria para a determinação da tensão limite de escoamento de fluidos não newtonianos seja bastante limitada (NGUYEN e BOGER, 1992).

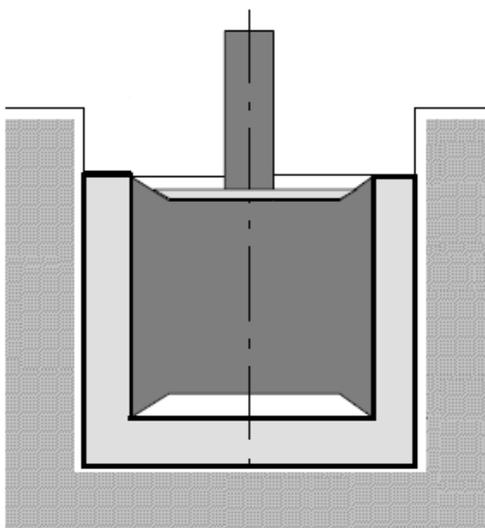


Figura 6 - Representação esquemática da geometria de medição tipo cilindros coaxiais

Adaptado de Schramm (1994)

2.2.3.4 Sensores tipo Vane

Sensores tipo *Vane* têm seção transversal semelhante a uma estrela, conforme a Figura 7. Essa geometria é bastante utilizada para a medição de tensão limite de escoamento por sua facilidade de limpeza e de fabricação. Para o cálculo das tensões de cisalhamento e taxas de deformação deve-se considerar que os sensores *Vane* se comportam da mesma forma que uma geometria cilíndrica com o raio equivalente ao comprimento das pás do rotor (BARNES e NGUYEN, 2001).

Yan e James (1997) estudaram numericamente o comportamento de fluidos que se comportam de acordo com os modelos de Bingham, Herschel-Bulkley e Casson em uma geometria tipo *Vane* com quatro pás. Nesse estudo, os autores comprovaram que o material entre as pás fica contido em um cilindro com raio semelhante ao comprimento das pás, e que há uma distribuição de tensões de cisalhamento ao longo da superfície desse cilindro imaginário, o que dá validade à hipótese de que o sensor *Vane* pode ser aproximado como se fosse um cilindro sólido. Dessa forma, previne-se o escorregamento de amostra nas paredes do rotor, comum nos ensaios realizados com sensores cilíndricos tradicionais.

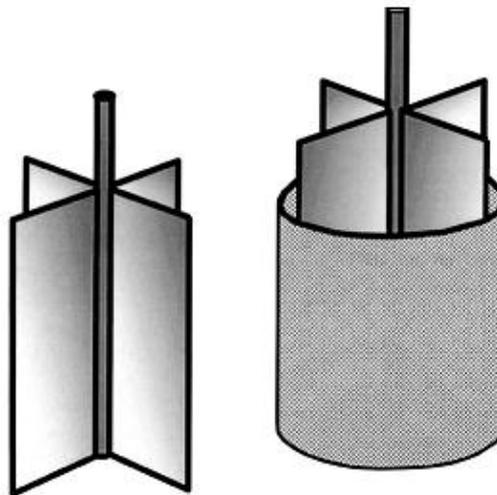


Figura 7 - Representação de uma geometria de medição tipo *Vane*

Fonte: Barnes e Nguyen (2001)

Assim como nos sensores ranhurados, deve-se tomar cuidado ao se conduzir ensaios reológicos com materiais pouco viscosos ou com rotações elevadas, uma

vez que essas condições podem levar ao surgimento de escoamentos secundários e vórtices nos espaços vazios entre as ranhuras dos rotores ranhurados ou entre as pás do *Vane*, levando a valores acima do normal para as viscosidades medidas (BARNES e NGUYEN, 2001). Por esse motivo, os testes mais comuns realizados com esses sensores são ensaios de fluência, que partem do material em repouso e têm taxas de deformação bastante reduzidas. Outra vantagem do uso de sensores *Vane* é a possibilidade de se realizar ensaios com a amostra contida em seu recipiente original, sem a necessidade de transferi-la para um copo específico de medição (SCHRAMM, 1994). Isso previne contra danos estruturais ao material resultantes do processo de transferência entre recipientes antes da medição.

2.2.4 Reologia de suspensões

Suspensões ou dispersões são constituídas por partículas distribuídas aleatoriamente em um meio fluido, e podem ser separadas em três grandes grupos: partículas sólidas em um meio líquido, também conhecidas apenas como *suspensões*, gotículas líquidas em um meio líquido, denominadas *emulsões*, e gás em líquido, chamadas de *espumas*. É comum que suspensões de partículas sólidas apresentem um acréscimo de viscosidade a altas taxas de deformação conforme pode ser observado na Figura 8. Esse acréscimo da viscosidade tende a ser maior à medida que a relação entre os volumes da fase sólida e da suspensão como um todo, ϕ , aumenta (MACOSKO, 1994).

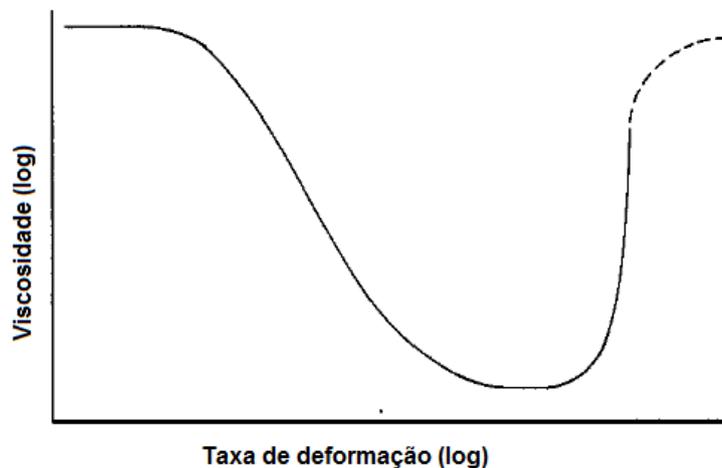


Figura 8 - Comportamento reológico de suspensões
Adaptado de Barnes et al. (1989)

As suspensões usualmente apresentam tensão limite de escoamento, e a tensões superiores à TLE o comportamento reológico desses materiais normalmente pode ser aproximado pela equação de Herschel-Bulkley. A origem da tensão limite de escoamento em suspensões, mesmo quando a fase líquida não é um fluido viscoplástico, tem origem nas interações coloidais entre as partículas sólidas, que se travam em suas posições fixas até que a TLE seja alcançada (LARSON, 1999). A relação entre os volumes da fase sólida e da suspensão, denominada volume de fase ou razão volumétrica, equação (11), pode ser responsável por diversos erros de medição em testes reológicos realizados com suspensões sólidas.

$$\phi = \frac{V_{Fase\ sólida}}{V_{Suspensão}} \quad (11)$$

Em alguns casos, a fase líquida pode absorver pequenas porções da fase sólida, o que leva a variações bruscas na viscosidade – uma absorção volumétrica de 0,5% pode dobrar a viscosidade da solução. Além disso, é importante que se tenha cuidado com a separação de fases, o que pode ocasionar variações na viscosidade medida da suspensão, sendo que esse fenômeno é mais comum quando $\phi > 0,5$. Também se deve levar em conta efeitos de borda nas superfícies de medição, situação na qual se observa uma redução da concentração da suspensão próxima às paredes. Esse fenômeno tem origem na impossibilidade de se acomodar as partículas sólidas próximas às paredes da mesma forma que nas regiões mais ‘internas’ da amostra. Outra característica que deve ser levada em consideração é a migração de sólidos das regiões da amostra com altas taxas de cisalhamento para as regiões com baixas taxas de cisalhamento (BARNES et al., 1989). Esse tipo de migração torna-se crítico nos ensaios realizados com fluidos de perfuração usando-se sensores cônicos, uma vez que na ponta do cone as taxas de deformação são virtualmente nulas e assim ocorre um acúmulo de partículas sólidas nessa região, levando ao travamento do sensor e a possíveis danos ao sistema de medição.

Coussot et al. (2006) afirmam que a análise de envelhecimento de amostras, ou seja, a avaliação dos efeitos de tixotropia em suspensões sólidas, são melhor analisadas através de testes oscilatórios de determinação do módulo elástico no

regime elástico linear do que em testes de avaliação da TLE como função do tempo. Com base nisso, Mahaut et al. (2008) monitoraram o comportamento do módulo elástico de suspensões de bentonita, usadas em fluidos de perfuração, ao longo de 600s e concluem que esse tempo não é suficiente para a estabilização de G' nesse tipo de material.

Mahaut et al. (2008) também observaram que ao se realizar testes consecutivos com rampas ascendentes e descendentes de taxas de deformação com suspensões de bentonita, as curvas de tensão de cisalhamento como função da taxa de deformação apresentam comportamentos distintos para as duas rampas, ou seja, o sistema apresenta histerese. Porém, quando apenas a fase líquida é testada, as duas rampas apresentam o mesmo comportamento, o que indica que mudanças irreversíveis ocorreram na amostra durante as rampas de taxas de deformação na amostra com partículas sólidas. Essas mudanças são provavelmente resultado da migração de partículas sólidas para as regiões de menor taxa de deformação da amostra. Para garantir que a histerese não é devida a efeitos reversíveis de tixotropia, os autores fizeram diversos testes com a amostra submetida a diferentes tempos de repouso após as rampas ascendentes e descendentes de taxas de deformação, e observaram que o valor da tensão limite de escoamento dinâmica observado na curva descendente era sempre o mesmo quando submetida a diferentes tempos de repouso – e inferior ao valor da tensão limite de escoamento estática observada na primeira curva ascendente de taxas. Finalmente, os autores concluem que métodos baseados no escoamento do material, como os ensaios de fluência e de rampas de taxas de deformação não devem ser utilizados, e que não se devem usar os procedimentos de pré-cisalhamento¹² nas amostras de suspensões sólidas, uma vez que esses processos induzem a migração de partículas na suspensão. Dessa forma, de acordo com Mahaut et al. (2008) a medição da tensão limite de escoamento deve ser realizada com testes únicos com taxas de deformação constante para cada amostra e sem os procedimentos de pré-cisalhamento, que apesar de terem como objetivo a homogeneização do histórico de

¹² O pré-cisalhamento é um procedimento bastante difundido na comunidade científica, e consiste na aplicação de altas taxas de deformação em materiais tixotrópicos antes da realização de medições reológicas com o objetivo de atingir um histórico de deformações conhecido e controlável.

cisalhamento do material, provocam a migração das partículas no espaçamento de medição devido aos efeitos inerciais.

Caso o pré-cisalhamento não seja realizado nas amostras, é necessário que se garanta que o material apresente homogeneidade de concentração das partículas sólidas e histórico de cisalhamento consistente para todas as amostras de um mesmo fluido avaliadas, o que é garantido pela rigorosa agitação prévia do material em um recipiente antes de se carregar a amostra no reômetro. É importante que essa agitação seja feita sem favorecer nenhuma direção de escoamento no material, uma vez que qualquer cisalhamento controlado induziria a formação de uma estrutura anisotrópica, como observado por Sierou e Brady (2002) em suspensões de partículas em fluidos newtonianos. Essa agitação prévia deve ser rigorosa o suficiente para que a estrutura interna responsável pelos efeitos tixotrópicos esteja desagregada, de forma que as condições iniciais de teste sejam as mesmas para todos os ensaios realizados com cada material.

Mahaut et al. (2008) ainda recomendam que um tempo de repouso de aproximadamente dez minutos seja dado antes de cada teste, para que os efeitos de tixotropia possam ser neutralizados e a viscosidade inicial do material seja a mesma para todos os ensaios. Brady e Morris (1997) afirmam que suspensões desenvolvem estruturas anisotrópicas quando sofrem cisalhamento, enquanto Narumi et al. (2005) confirmam que estruturas anisotrópicas podem ser obtidas com deformações¹³ da ordem de 2. Assim, pode-se dizer que apenas as primeiras medições realizadas com cada amostra podem ser tomadas como confiáveis quando se pretende lidar com amostras homogêneas e isotrópicas em ensaios dinâmicos que envolvam deformações maiores que 2.

Agregação de partículas em suspensões

É interessante que se tenha conhecimento a respeito do processo de agregação de partículas em fluidos de perfuração. Partículas em suspensão nesse tipo de material raramente são esféricas; pelo contrário, assumem formatos diversos, inclusive formas achatadas. Luckham e Rossi (1999) explicam que as partículas achatadas possuem duas superfícies principais: a superfície plana, usualmente com

¹³ A deformação é uma grandeza adimensional.

carga elétrica negativa, e as superfícies de borda, normalmente com carga elétrica positiva. Essas partículas podem se associar de três maneiras principais: face a face, bordas com face e bordas com bordas. A associação face a face, também conhecida como *agregação*, reduz o número de partículas em suspensão ao aumentar seus tamanhos, o que causa um acréscimo na viscosidade. A *dispersão* de partículas é o fenômeno oposto à agregação, quando partículas inicialmente associadas se separam, causando um decréscimo na viscosidade da suspensão. A *floculação* é resultante da associação borda-borda entre partículas, e leva à formação de uma estrutura que se assemelha a um castelo de cartas, aumentando a viscosidade da solução. Aditivos químicos denominados *defloculantes* são responsáveis por evitar esse tipo de associação e por manter os níveis de viscosidade mais estáveis.

2.2.4.1 Separação de fases em suspensões

É importante que se atente à separação de fases em suspensões durante ensaios reológicos, uma vez que a separação entre as fases sólida e líquida induz a formação de uma estrutura anisotrópica e não-homogênea, o que faz com que os resultados obtidos nas medições não sejam confiáveis. Os mecanismos mais comuns de separação de fases em suspensões durante os ensaios reológicos são a sedimentação de sólidos e a migração induzida por cisalhamento.

Sedimentação de sólidos em suspensões

Com relação à sedimentação de partículas, Macosko (1994) apresenta a lei de Stokes para prever o tempo necessário para que partículas sólidas esféricas percorram 10% do espaçamento de medição, H , sob a influência da aceleração da gravidade g , agindo perpendicularmente ao espaçamento de medição. A equação (12) representa esse fenômeno, onde η_s é a viscosidade da suspensão, ρ_p e ρ_s são as massas específicas das partículas sólidas e da suspensão, respectivamente, e a_s é o diâmetro médio das esferas sólidas. É importante lembrar que a lei de Stokes é baseada na premissa de que as partículas não interagem umas com as outras, e por isso a concentração não deve ser superior a 0,5% em volume ou 1 a 2% em massa, dependendo da massa específica das partículas (DARLEY e GRAY, 1988).

$$t_{0,1h} = \frac{0,45\eta_s H}{|\rho_p - \rho_s| a_s^2 g} \quad (12)$$

Coussot (2005) apresenta uma análise detalhada do efeito da separação de fases devido à sedimentação no valor da tensão limite de escoamento medida com geometria tipo Couette, e conclui que o efeito da sedimentação nessa geometria de medição é um acréscimo no valor medido da TLE. Formas de se contornar o efeito da sedimentação de sólidos na geometria tipo Couette são apresentadas na literatura. Reeves (1990) e Clarke (1967) propõe a recirculação vertical do fluido durante os ensaios com suspensões em geometria de Couette de forma a manter a fração volumétrica de sólidos aproximadamente constante ao longo do teste. Klein et al. (1995), por sua vez, propõe que o material seja cisalhado apenas nas regiões específicas em que se espera que a fração volumétrica ϕ permaneça constante. A sedimentação só ocorre quando o fluido está em repouso nos casos em que a massa específica ou o tamanho das partículas sólidas são maiores do que valores críticos, os quais podem ser avaliados a partir da equação (13).

$$\tau_c = \frac{|\rho_p - \rho_s| g a_s}{6k_c} \quad (13)$$

Nessa equação, τ_c é a tensão crítica que deve ser alcançada para que as partículas comecem a decantar, a_s é o diâmetro médio das partículas sólidas, g é a aceleração da gravidade, ρ_p e ρ_s são as massas específicas das partículas sólidas e da suspensão, respectivamente, e k_c é o valor crítico de uma função positiva e adimensional relativa à forma das partículas sólidas. Ainda não se tem conhecimento de uma abordagem analítica que providencie os valores de k ou de k_c como função da forma ou da velocidade da partícula suspensa em um fluido com tensão limite de escoamento. Por esse motivo, a análise do valor crítico k_c é baseada em resultados numéricos. Beris et al. (1985) estudaram numericamente o escoamento de fluido tipo Bingham ao redor de partículas esféricas, e propõe como valor crítico para esse caso $k_c = 3,5$. Dessa forma, a partir da equação (13), é possível avaliar se as partículas sólidas decantam ou não quando o fluido de perfuração está em repouso.

Quando a suspensão sofre cisalhamento no espaçamento de medição do reômetro, a influência da tensão limite de escoamento da suspensão é eliminada – pois o fluido não se encontra mais gelificado. Por esse motivo, o processo de decantação de sólidos quando o fluido encontra-se em movimento deixa de ser função da tensão limite de escoamento do material e passa a ser função apenas da diferença entre as massas específicas dos sólidos e da matriz fluida, como ocorreria caso a matriz líquida fosse newtoniana (COUSSOT, 2005).

Migração de sólidos induzida por cisalhamento

A migração de sólidos induzida por cisalhamento é um fenômeno independente dos efeitos gravitacionais. Supondo uma esfera suspensa em um escoamento homogêneo é razoável assumir que o tensor de tensões é simétrico em relação ao centro da esfera; qualquer força infinitesimal em um ponto da superfície da esfera é compensada por uma força oposta em algum outro ponto da superfície, o que garante a condição de equilíbrio – nesse caso, de equilíbrio dinâmico, uma vez que a esfera encontra-se em movimento. Porém, caso o escoamento não seja homogêneo, o tensor de tensões ao redor das partículas sólidas não é mais simétrico, o que leva a um desequilíbrio das forças atuando nas partículas. Esse desequilíbrio induz a movimentação dos sólidos nesses escoamentos chamados de *heterogêneos*. É importante ressaltar que as fontes de heterogeneidades no escoamento podem ser diferenças espaciais de propriedades do fluido, como um gradiente de viscosidade aparente, ou de propriedades cinemáticas do escoamento, como gradientes de taxas de deformação (COUSSOT, 2005).

O fenômeno de migração de sólidos sob cisalhamento é crítico em geometrias com altos gradientes de taxas de deformação. Gadala-Maria e Acrivos (1980) estudaram o escoamento de uma suspensão de esferas de poliestireno em uma matriz de óleo newtoniano em geometrias tipo Couette, e observaram o aumento da concentração de sólidos próximos à parede do cilindro externo, o qual se encontra em repouso. Esse fenômeno provoca uma redução no valor medido da viscosidade aparente, uma vez que o sensor cilíndrico em rotação passa a ter contato com uma suspensão menos concentrada quando as partículas sólidas iniciam o processo de migração.

Um estudo experimental da migração de partículas sob cisalhamento em geometrias de Couette e placas paralelas é apresentado por Chow et al. (1994), através do acompanhamento da evolução dos perfis de concentração de uma suspensão de esferas sólidas em uma matriz newtoniana utilizando-se a técnica de imagem por ressonância magnética nuclear (NMRI). Baseados nos resultados obtidos, os autores afirmam que a separação de fases devido à migração de sólidos é bastante crítica na geometria de Couette, uma vez que uma mistura homogênea pode vir a se tornar bastante heterogênea durante a inserção da amostra no reômetro e durante o ensaio propriamente dito. Dessa forma, deve-se tomar cuidado ao selecionar as dimensões do sensor a ser utilizado, uma vez que os efeitos de migração de sólidos nas grandezas medidas são mais pronunciados em suspensões de partículas de grandes dimensões. Os autores também afirmam que não houve evidências experimentais de migração de sólidos na geometria tipo placas paralelas, mas afirmam que em ensaios com baixas deformações impostas o comportamento do torque medido se torna imprevisível nesse tipo de geometria.

Entretanto, Merhi et al. (2005) observaram a migração radial de sólidos em placas paralelas, na qual as partículas migraram do centro para as bordas do sensor, indo de encontro aos resultados obtidos por Chow et al. (1994), que não observou experimentalmente migração de sólidos nessa geometria de medição. Merhi et al. (2005) utilizaram a técnica de visualização por absorção luminosa em uma suspensão de partículas esféricas de polimetilmetacrilato, suspensas em uma matriz composta por TritonX-100, cloreto de zinco e água.

Ponche e Dupuis (2005) analisaram experimentalmente a migração de sólidos em geometrias de medição tipo cone-placa em um reômetro Haake com módulo Rheoscope. Esferas de vidro suspensas em uma solução polimérica viscoelástica e transparente foram cisalhadas usando-se um sensor cônico, e a base inferior de medição – a qual é feita de vidro transparente – foi fotografada após cada ensaio. Observa-se um acúmulo de sólidos na região central da placa de medição e do sensor cônico, além de um acúmulo de partículas ao longo de anéis concêntricos. Porém, quando o mesmo experimento foi repetido com uma suspensão de sólidos em uma matriz newtoniana de glicerol, não se observou a formação dessas estruturas anulares e concêntricas de partículas. Todavia, os autores não

apresentam nenhuma hipótese para a formação dessas estruturas concêntricas de partículas após o cisalhamento, mas elas indicam a formação de uma estrutura bastante anisotrópica no material.

Gadala-Maria e Acrivos (1980), bem como Leighton e Acrivos (1987) observam um fenômeno interessante em suspensões de sólidos numa matriz newtoniana. Quando a suspensão é submetida a uma taxa de deformação constante em uma geometria de Couette – a qual apresenta altos gradientes radiais de taxas de deformação ao longo da amostra – a viscosidade decresce continuamente até atingir seu valor em regime permanente, o que se assemelha ao comportamento de um material tixotrópico. Porém, o tempo necessário para que a viscosidade se estabilizasse foi de cerca de 20 horas para uma taxa de deformação de 24s^{-1} , conforme pode ser observado na Figura 9. De acordo com os autores, o tempo necessário para atingir o regime permanente diminui com o aumento da taxa de deformação imposta ao material. Além disso, observou-se que os valores em regime permanente obtidos para a viscosidade podem ser repetidos mesmo para suspensões muito concentradas, e que o tempo de repouso não tem efeito claro nesse tipo de suspensão.

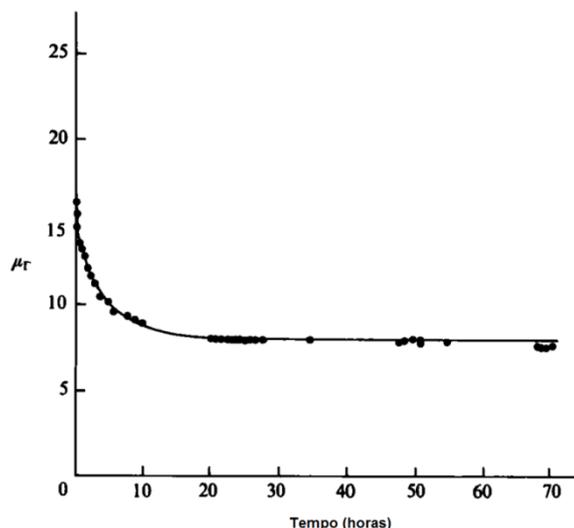


Figura 9 – Viscosidade relativa em função do tempo para uma suspensão de esferas de poliestireno em uma mistura de óleos newtonianos com fração volumétrica 0,45

Adaptado de Gadala-Maria e Acrivos (1980)

Como a viscosidade atinge o regime permanente somente após longos períodos de repouso, Gadala-Maria e Acrivos (1980) propõe que a viscosidade de uma suspensão com uma determinada fração volumétrica só faz sentido se for especificada juntamente com a magnitude da taxa de cisalhamento imposta e com o tempo sob o qual a amostra sofreu cisalhamento. Todavia, não se encontrou registros na literatura de estudos semelhantes a esse realizados com suspensões em matrizes não newtonianas.

Alguns modelos fenomenológicos foram desenvolvidos para descrever a migração de sólidos em suspensões durante ensaios reológicos. Coussot e Ancey (1999) propõe a equação (14), na qual o vetor fluxo de sólidos \mathbf{N} depende do diâmetro das partículas esféricas a_s , da razão volumétrica ϕ , da taxa de deformação $\dot{\gamma}$ e da viscosidade da suspensão η_s . Observa-se que o sentido do fluxo é contrário ao vetor que aponta para as regiões com maior viscosidade, fração de sólidos e taxas de deformação. Em outras palavras, as partículas tendem a migrar para as regiões com menores níveis de energia cinética, dissipação térmica e probabilidade de colisão de partículas – dadas pela taxa de deformação, pela viscosidade e pela concentração de partículas dentro do gradiente da equação (14), respectivamente.

$$\mathbf{N} \propto -\frac{a_s^2}{4\eta_s} \nabla (\eta_s \phi^2 \dot{\gamma}) \quad (14)$$

Leighton e Acrivos (1987), por sua vez, assumem a existência de dois fluxos migratórios. O vetor fluxo colisional \mathbf{J}_c , equação (15), representa a migração das partículas para a direção onde as taxas de colisão são menores. Nessa equação, K_c é um coeficiente de difusão adimensional para o fluxo colisional.

$$\mathbf{J}_c = -K_c a_s^2 \phi \nabla (\dot{\gamma} \phi) \quad (15)$$

O vetor fluxo de viscosidade \mathbf{J}_η , por sua vez, torna-se presente caso haja um gradiente de concentrações e, conseqüentemente, um gradiente de viscosidades ao longo da amostra. Nesse caso, as partículas tendem a migrar das regiões com alta viscosidade para as regiões de baixa viscosidade. Dessa forma, o fluxo de

viscosidade pode ser apresentado de acordo com a equação (16), em que K_η é um coeficiente de difusão adimensional para o fluxo de viscosidade.

$$\mathbf{J}_\eta = -K_\eta a_s^2 \dot{\gamma} \frac{\phi^2}{\eta} \nabla \eta_s \quad (16)$$

Todavia, Krishnan et al. (1996) propõe um terceiro fluxo, denominado fluxo de curvatura J_r , o qual leva em conta as diferenças de curvatura entre as linhas de corrente presentes em escoamentos curvilíneos. Nesse caso, as partículas sólidas tendem a migrar das linhas de corrente com grandes curvaturas para aquelas com pequenas curvaturas. No caso de sensores tipo placas paralelas, isso significa que o fluxo de curvatura é do centro do sensor para as bordas, o que explica os resultados obtidos por Merhi et al. (2005). O fluxo de curvatura é apresentado na equação (17), na qual K_r é um coeficiente de difusão adimensional para o fluxo de curvatura e r é o raio de curvatura da linha de corrente. O sinal positivo na equação (17) é utilizado pois o fluxo de curvatura não é apresentado em forma vetorial, e por essa razão é representado pelo seu módulo.

$$J_r = +K_r \dot{\gamma} a^2 \frac{\phi^2}{r} \quad (17)$$

A combinação dos fluxos colisional, de viscosidade e de curvatura descreve a distribuição espacial das partículas durante os ensaios. Porém, a obtenção dos coeficientes adimensionais de fluxo K_c , K_η e K_r não é simples, uma vez que esses parâmetros devem ser ajustados a partir da comparação de predições teóricas com medições experimentais de perfis de concentração em cada tipo de geometria de medição (MERHI et al., 2005). O que se pode afirmar de antemão é que, em todas as descrições fenomenológicas da migração de partículas sólidas em suspensões, o fluxo de sólidos é diretamente proporcional à taxa de deformação imposta e tem uma dependência quadrática do diâmetro médio das partículas e da fração volumétrica da suspensão.

O efeito do cisalhamento em suspensões não se resume apenas à migração das partículas sólidas, mas também à formação de uma estrutura anisotrópica resultante do cisalhamento. A existência dessa anisotropia faz com que a

viscosidade escalar η não seja um parâmetro suficiente para descrever a relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação de uma suspensão, uma vez que ela pode variar com o grau de anisotropia da estrutura do material (GADALA-MARIA e ACRIVOS, 1980). Todavia, não foi encontrada na literatura uma forma objetiva de quantificar o grau de anisotropia de uma suspensão utilizando apenas dados reométricos.

2.2.5 Escorregamento de amostras

Um fenômeno relativamente comum em reometria rotacional é o escorregamento de amostras nas regiões próximas às paredes do sensor. O escorregamento de amostra é caracterizado por uma descontinuidade aparente no perfil de velocidades nas regiões da amostra próximas às paredes sólidas. É importante que se tenha em mente que esse fenômeno apresenta características diferentes para materiais monofásicos e para suspensões e fluidos com macromoléculas. Fluidos monofásicos normalmente não apresentam escorregamento de amostra aparente, uma vez que o alcance das perturbações devido à interface sólido-líquido é da mesma ordem de grandeza das moléculas do material (HERVET e LÉGER, 2003). Todavia, em fluidos poliméricos essas perturbações alcançam distâncias maiores, levando à possibilidade de escorregamento de amostra nesse tipo de material, mesmo que monofásicos (DE GENNES, 1979).

Evidências empíricas de escorregamento de amostras em fluidos não newtonianos foram observadas por diferentes autores. Magnin e Piau (1990) observaram a ocorrência de escorregamento de amostra em sensores cônicos com superfície lisa jateada através de fotografias das regiões externas de uma amostra de Carbopol 940 – um material tipicamente viscoplástico - na qual se insere uma camada de pó para que se observe o comportamento do campo de deformações. Harding et al. (2002) observaram a ocorrência de escorregamento de amostras de ácido hialurônico em sensores do tipo cilindro coaxial através de visualização por ressonância magnética. Finalmente, Müller-Mohnssen et al. (1990) observaram o escorregamento de uma solução de poliacrilamida – um material tipicamente viscoelástico – nas paredes de um tubo durante o escoamento através de visualização por anemometria a laser. Assim, entende-se que o escorregamento de

amostras não ocorre exclusivamente em materiais viscoplásticos ou em viscoelásticos.

O estudo do escorregamento de amostras em materiais multifásicos é de grande importância para a reometria de suspensões, uma vez que esse fenômeno pode alterar significativamente os valores de tensão de cisalhamento medidos em reômetros rotacionais. Coussot (2005) apresenta uma revisão de escorregamento de amostras em suspensões e outras misturas multifásicas, como emulsões e pastas. É bastante comum que a viscosidade de suspensões pouco concentradas seja menor do que a de suspensões com altas concentrações, e por esse motivo é necessário que se tenha em mente que gradientes de concentrações de sólidos podem intensificar o escorregamento nas amostras de fluidos de perfuração.

Quando se utilizam sensores do tipo placas paralelas ou cone-placa, nos quais o sensor entra em contato apenas com a parte superior da amostra, a decantação de sólidos tende a diminuir a concentração de partículas sólidas nas regiões próximas às paredes do sensor. Isso aumenta a probabilidade de ocorrência de descontinuidades no perfil de velocidades ao longo da altura do espaçamento de medição. Além disso, as taxas de deformação atuantes na parcela superior da amostra são superiores às taxas de deformação na região inferior que está em contato com a base do reômetro, que se encontra em repouso. Dessa forma, cria-se um gradiente de taxas de deformação que, de forma análoga ao fenômeno de migração radial de partículas sob cisalhamento apresentada na seção 2.2.4.1, induz um fluxo vertical de sólidos devido ao cisalhamento. Esse fluxo se soma ao fenômeno de decantação dos sólidos sob a ação da gravidade – o qual é intensificado pelo cisalhamento, uma vez que fluidos viscoplásticos apresentam uma grande redução na viscosidade após a quebra do gel. Isso leva a um gradiente vertical de concentrações ainda maior, aumentando assim as descontinuidades no perfil de velocidades da amostra.

O escorregamento de amostras propriamente dito só deve ocorrer para tensões abaixo da tensão limite de escoamento do material. Todavia, como o material não é estruturalmente homogêneo ao longo do espaçamento vertical de medição devido à decantação de sólidos e à migração vertical induzida por cisalhamento, a suspensão passa a apresentar diferentes graus de anisotropia nas diferentes regiões da

amostra. A região mais próxima da parede superior de fato escoar com a mesma velocidade do sensor, mas devido às diferenças na anisotropia as regiões superior e inferior da amostra apresentam respostas diferentes em termos da velocidade de escoamento. Em outras palavras, pode-se entender que as regiões superior e inferior da amostra possuem graus de homogeneidade estrutural e de anisotropia tão diferentes que se comportam como se fossem dois fluidos distintos, fazendo com que se tenha a sensação de que ocorre um escorregamento de amostras após a quebra do gel da suspensão. Assim, ocorre um fenômeno dinâmico, intensificado pelo próprio cisalhamento imposto pelo reômetro, denominado de escorregamento aparente.

Não foi encontrado na literatura uma teoria concisa que permita que se prevejam as condições exatas sob a qual o escorregamento de amostras ocorre em termos do tipo de teste, de material e das geometrias de medição utilizadas. Todavia, pode-se afirmar que esse fenômeno é intensificado com o decréscimo da temperatura (ARAL e KALYON, 1994) e que superfícies sólidas hidrofóbicas podem reduzir a ocorrência de escorregamento de forma significativa (COUSSOT, 2005).

2.2.6 Fluidos de perfuração

Como já mencionado, o fluido de perfuração é um composto sintético com mistura de sólidos, líquidos, produtos químicos e até mesmo gases (THOMAS, 2001). De acordo com Darley e Gray (1988) as principais funções atribuídas a esses fluidos são:

- i. Carregar o cascalho através do anular e permitir a separação na superfície da sonda;
- ii. Refrigerar e limpar a broca de perfuração;
- iii. Reduzir o atrito entre a coluna de perfuração e as paredes do poço;
- iv. Manter a estabilidade do poço;
- v. Prevenir o influxo de fluidos como óleo, gás e água presentes nas rochas permeáveis;
- vi. Criar uma camada fina e de baixa permeabilidade que sele os poros e outras aberturas nas formações perfuradas pela broca;

- vii. Auxiliar na coleta e interpretação de informações obtidas através do cascalho e de registros elétricos.

Os fluidos de perfuração não devem:

- i. Causar danos ao ambiente ou aos operadores da sonda;
- ii. Requerer métodos excessivamente caros para a completação dos poços;
- iii. Interferir na produtividade do poço;
- iv. Corroer ou causar desgaste excessivo nos equipamentos utilizados na sonda.

Fluidos de perfuração são classificados de acordo com o fluido base, ou fase contínua, utilizado em sua formulação: água, óleo ou gás (THOMAS, 2001). Os sólidos em suspensão utilizados em fluidos de perfuração são normalmente coloides orgânicos, minerais pesados como barita e bentonita e partículas sólidas de rocha oriundas da formação que ficam dispersos na fase contínua ao longo da perfuração. Além de barita e bentonita, outros sólidos podem ser encontrados na composição de grande parte dos fluidos de perfuração, como hematita, carbonato de cálcio, cloreto de zinco, cloreto de sódio e outras misturas (LYONS et al., 2011). Darley e Gray (1988) explicam que as partículas sólidas em suspensão podem ser divididas em três grupos principais, de acordo com o seu tamanho médio:

1. Coloides, que são partículas com dimensões entre 5nm e $1\mu m$;
2. Lama e barita, também conhecidos como sólidos inertes, com dimensões entre 1 e $50\mu m$;
3. Areia, que são as partículas com dimensões entre 50 e $420\mu m$.

Darley e Gray (1988) argumentam que a preparação de amostras de fluidos de perfuração para testes reológicos deve tentar simular com a maior precisão possível as condições a que o fluido é submetido durante as operações de perfuração. Para tanto, recomenda-se que o material seja submetido a uma agitação preliminar e então submetidos a envelhecimento por aproximadamente 24 horas. A seguir, recomenda-se que altas taxas de deformação sejam aplicadas de forma a obter viscosidade constante, e que as propriedades devem ser avaliadas a temperatura

ambiente. Caso se deseje obter as propriedades do fluido de perfuração na temperatura de fundo de poço, aproximadamente 100°C, a amostra deve ser envelhecida nessa temperatura.

De acordo com Lummus e Azar (1986), a quebra de ligações químicas da estrutura de uma suspensão de argilas ocorre quando esse tipo de material é cisalhado, resultando assim na exposição de valências positivas nas partículas sólidas em suspensão. Em outras palavras, as partículas sólidas que eram inicialmente neutras tornam-se eletricamente carregadas, e as cargas elétricas provocam a retenção de íons de oxigênio e de carbono nas superfícies sólidas. Esses íons promovem a adsorção de água – que é composta por moléculas polarizadas – sobre as partículas, diminuindo a quantidade de água livre na solução. Dessa forma, a viscosidade aparente das suspensões tende a aumentar quando o material é submetido a altas taxas de cisalhamento.

O histórico de temperaturas também tem influência significativa no comportamento reológico de fluidos de perfuração. Annis (1967) demonstra que amostras de suspensões de bentonita envelhecidas por 24 horas em um forno de rolos com temperaturas e tempos de envelhecimento diferentes apresentam curvas de tensão de cisalhamento por taxa de deformação com comportamentos distintos. Esse comportamento está associado ao fenômeno de floculação que ocorre a altas temperaturas, na qual as partículas sólidas se agregam de forma a elevar a viscosidade da suspensão. Dessa forma, recomenda-se que caracterizações reológicas a temperaturas diferentes da temperatura ambiente sejam precedidos por um pré-tratamento da amostra em um forno de rolos à temperatura de teste. Darley e Gray (1988) observam que o pré-tratamento realizado em fornos de rolos a temperaturas superiores à temperatura ambiente devem ser realizados utilizando-se células de pressão, pressurizadas a pressões iguais ou maiores do que a pressão de vapor da suspensão àquela temperatura para evitar a evaporação de voláteis.

O tempo de repouso que precede o ensaio também apresenta influência significativa no comportamento reológico de fluidos de perfuração. Garrison¹⁴ (1939 apud DARLEY e GRAY, 1988) avalia a tensão limite de escoamento de cinco fluidos

¹⁴ Garrison, A.D., "Surface Chemistry of Shales and Clays," *Trans. AIME*, vol. 132 (1939), pp. 423-436

de perfuração diferentes a diferentes tempos de repouso variando de zero a 135 minutos. Conforme pode ser observado na Figura 10, das cinco amostras testadas, apenas duas tiveram suas tensões limite de escoamento estabilizadas nesse intervalo: a amostra (3) após aproximadamente 75 minutos, e a (2) após cerca de 30 minutos, enquanto que as outras três amostras – (1), (2) e (4) - apresentaram crescimento contínuo da TLE no intervalo de tempo avaliado.

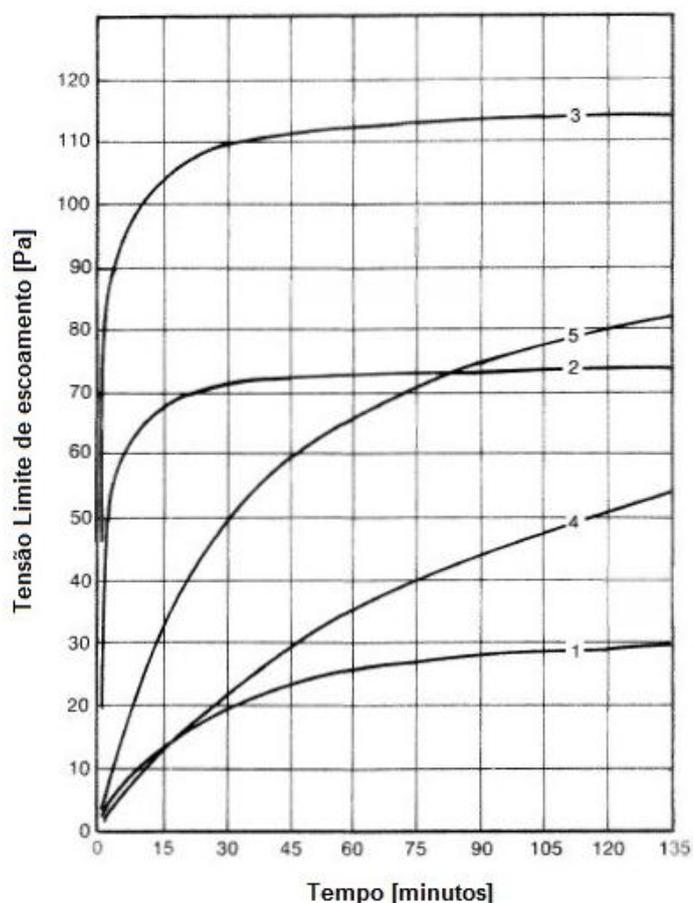


Figura 10 - Tensão limite de escoamento em função do tempo de repouso para cinco amostras diferentes de fluidos de perfuração

Adaptado de Garrison (1939 apud DARLEY e GRAY, 1988)

Darley e Gray (1988) associam esse comportamento à composição dos fluidos e ao grau de floculação, e argumentam que não há nenhum método estabelecido para prever a influência de longos tempos de repouso na tensão limite de escoamento. Dessa forma, entende-se que os tempos de repouso de dez segundos e dez minutos, indicados pela norma API-RP13D (AMERICAN PETROLEUM

INSTITUTE, 1995) para caracterizar fluidos de perfuração tixotrópicos não são adequados para a completa avaliação da tixotropia desse tipo de material, uma vez que avaliam o comportamento do material apenas após apenas dois tempos de repouso. A evolução tixotrópica do fluido de perfuração é muito mais complexa do que isso, e requer a avaliação das propriedades após outros tempos de repouso.

2.3 Síntese do capítulo

Nesse capítulo, foi apresentada uma revisão bibliográfica dos assuntos relevantes para a execução do projeto. Os diferentes tipos de fluidos não newtonianos e suas principais características foram abordados, descrevendo-se assim as propriedades mais relevantes de fluidos newtonianos generalizados, de materiais com propriedades dependentes do tempo e de fluidos viscoelásticos. Além disso, conceitos de reologia e de reometria foram estudados: a evolução histórica do conceito de tensão limite de escoamento e os principais métodos experimentais utilizados para sua medição, os tipos de sensores mais utilizados em reômetros rotacionais, além das características reológicas mais importantes de suspensões e de fluidos de perfuração.

Dentre os conceitos apresentados, serão utilizados principalmente aqueles relacionados à reologia e reometria, por estarem relacionados ao trabalho de uma forma mais direta. Os principais trabalhos referenciados na revisão bibliográfica e sua contribuição para o projeto estão resumidos na Tabela 1.

Uma vez que um dos objetivos desse projeto é o desenvolvimento de uma metodologia para preparação de amostras de fluidos de perfuração, fez-se uma extensa pesquisa na literatura. Observou-se que a maior parte dos autores apresenta os resultados obtidos nos ensaios reológicos com fluidos de perfuração sem descrever com detalhes os procedimentos adotados na preparação das amostras. Dessa forma, o presente trabalho tem como objetivo preencher essa lacuna existente na literatura.

Tabela 1 - Trabalhos de maior relevância para a determinação da metodologia de preparações de amostra e determinação da TLE

Autores	Contribuição para o trabalho
Barnes (1999)	Apresenta uma revisão detalhada do conceito de Tensão Limite de Escoamento
Gadala-Maria e Acrivos (1980)	Apresentam o fenômeno de migração de partículas sob cisalhamento em suspensões
Alexandrou et al. (2009)	Relacionam a TLE de suspensões à rede de partículas conectadas e do atrito existente entre partículas
Møller et al. (2006)	Afirmam que a TLE não deve ser considerada uma propriedade do material
Malvern Instruments (2012)	Apresenta uma compilação das características dos diferentes métodos de medição da TLE
Mahaut et al. (2008)	Recomendam que não seja realizado pré-cisalhamento em fluidos de perfuração com o objetivo de evitar migração de partículas sólidas
Coussot (2005)	Apresenta uma revisão de reometria de suspensões não coloidais
Coussot et al. (2002)	Desenvolvem a análise da tensão limite de escoamento de diversos materiais através do método de fluência múltipla
Darley e Gray (1988)	Apresentam uma revisão detalhada das propriedades físico-químicas de fluidos de perfuração

Fonte: Autoria própria

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Descrição da metodologia

Nessa seção é apresentada a metodologia empregada para a determinação de um procedimento padrão de preparação de amostras para ensaios reológicos e para a avaliação da tensão limite de escoamento de fluidos de perfuração.

3.1.1 Metodologia para preparação de amostras para ensaios reológicos

A primeira atividade realizada para se estabelecer um procedimento de preparação de amostras de fluidos de perfuração para ensaios reológicos é o levantamento dos equipamentos disponíveis, dos tipos de fluidos avaliados e da influência de parâmetros experimentais diversos – como o tipo de sensor, o histórico de temperaturas e o histórico de deformações– para que se possa determinar quais parâmetros serão avaliados e quais serão desprezados na determinação do procedimento de preparação de amostras.

Os experimentos foram realizados no reômetro HAAKE MARS III, do Centro de Pesquisas em Fluidos Não Newtonianos da UTFPR. Esse equipamento permite a realização de ensaios de cisalhamento rotacional com controle de taxas de deformação e de tensões de cisalhamento com diferentes geometrias de medição: placas paralelas lisas e ranhuradas, cone-placa, Vane e cilindros coaxiais com espaçamento simples e duplo. O reômetro permite que sejam realizados ensaios oscilatórios de baixa e de alta amplitude, além de ensaios com controle de tensão ou taxa de cisalhamento. O equipamento também é capaz de realizar ensaios com temperatura constante ou com rampas de temperatura ao longo do tempo.

O controle térmico deste equipamento é realizado através de um banho térmico com circulação de água com temperatura controlada que refrigera uma unidade de medição com sistema *peltier* de controle de temperaturas. Os sensores são suportados por mancais de deslizamento que utilizam ar comprimido, suprido por um compressor, para que os efeitos de atrito sejam minimizados.

Os resultados são avaliados através do software *RheoWin* (Haake, 2013) e posteriormente tratados com o software Microsoft Excel 2010, enquanto que os

gráficos são elaborados com o uso do software TecPlot 360. A Figura 11 apresenta o reômetro Haake MARS III, utilizado no desenvolvimento desse trabalho.

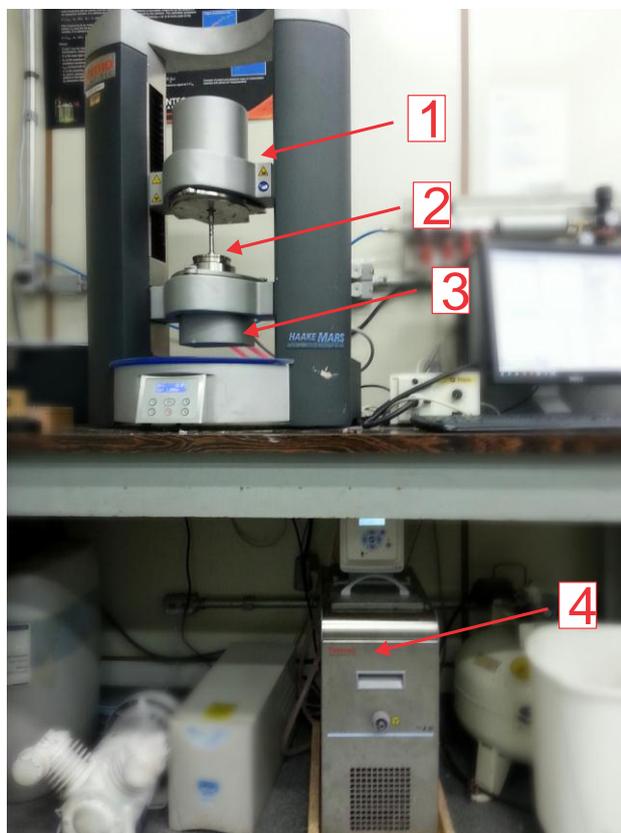


Figura 11 - Reômetro rotacional Haake MARS III

Fonte: Autoria própria

Pode-se observar que o reômetro possui um cabeçote superior de medição (1) que abriga o motor e os mancais de deslizamento a ar que suportam o sistema de medição, além do transdutor de torque que realiza as medições propriamente ditas. A principal parte constituinte do sistema de medição é o sensor (2), que é o componente que entra em contato direto com a amostra e transmite o torque gerado pelo motor. A amostra, por sua vez, é suportada pela base inferior de medição (3), que possui um sistema de controle de temperatura tipo *peltier* refrigerado a água, a qual é suprida por um banho térmico (4).

3.1.1.1 Escolha dos parâmetros experimentais de interesse

Devido às limitações de tempo de laboratório disponível para os ensaios e de prazos de entrega do projeto, é necessário que se escolham alguns parâmetros específicos para serem avaliados para que o projeto possa ser concluído a tempo. Diversos fatores podem influenciar os resultados de ensaios reológicos realizados com fluidos de perfuração. Todos os procedimentos que induzem cisalhamento no material influenciam o seu histórico de deformações, o que provoca alterações na sua viscosidade devido às características tixotrópicas desse tipo de fluido, à adsorção de água pelas partículas induzida pelo cisalhamento (LUMMUS e AZAR, 1986) e à migração de partículas sólidas na suspensão (COUSSOT, 2005). Além disso, observou-se a partir da revisão bibliográfica que o histórico térmico, o tempo característico de sedimentação de partículas sólidas da suspensão, os procedimentos de pré-cisalhamento e o tipo de geometria utilizada na medição podem alterar os resultados obtidos.

A Figura 12 apresenta os principais parâmetros que podem afetar os resultados em ensaios reológicos de determinação da tensão limite de escoamento de fluidos de perfuração em um diagrama de causa e efeito, baseados na estrutura do laboratório e nos materiais disponíveis para homogeneização e preparação das amostras.

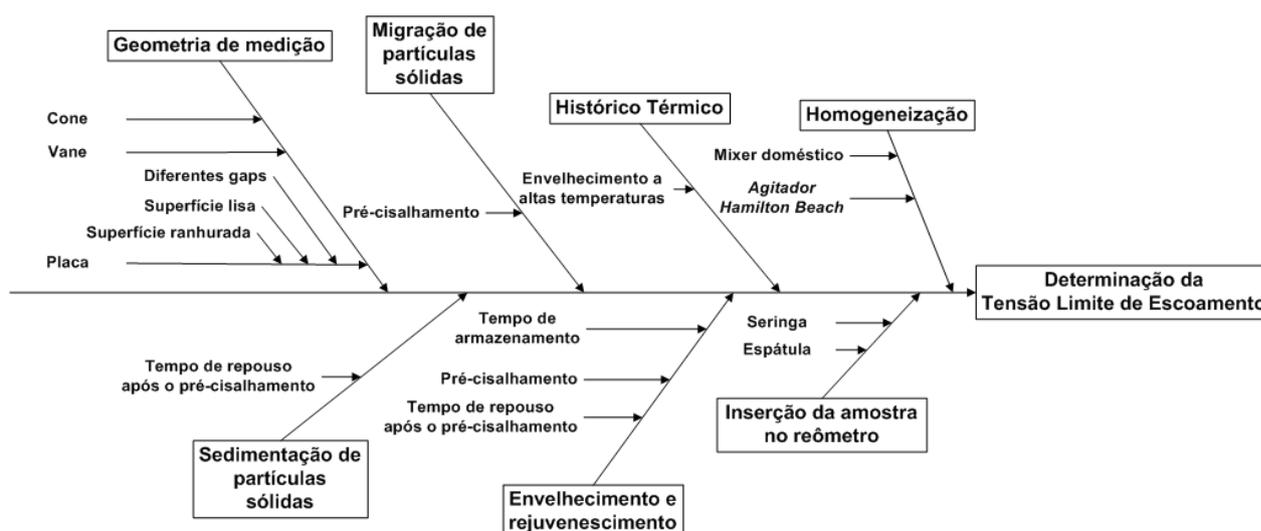


Figura 12 - Diagrama de causa e efeito para a determinação da tensão limite de escoamento de fluidos de perfuração

Fonte: Autoria própria

Analisando a Figura 12, observa-se que a determinação da tensão limite de escoamento depende de diversos fatores, como a geometria de medição utilizada, o histórico térmico da amostra, o histórico de deformações - que pode ser influenciado pelos processos de envelhecimento e rejuvenescimento - o grau de homogeneização, o método de inserção da amostra no reômetro e os processos migratórios da fase sólida dispersa, que pode ser representado pela migração sob cisalhamento e pela sedimentação de partículas. Cada um desses fatores, por sua vez, é influenciado por uma série de fatores secundários, entre os quais alguns podem ser controlados durante a realização dos ensaios.

O uso do agitador *Hamilton Beach*¹⁵ a altas velocidades induz a formação de bolhas de ar na amostra, uma vez que as taxas de cisalhamento utilizadas são bastante altas. Dessa forma, adaptou-se um controle de rotação para o agitador, o qual permite que o material seja homogeneizado a rotações mais baixas – minimizando dessa forma a formação de bolhas de ar. Amorim et al. (2002) comprovam que diferentes condições de agitação em um agitador *Hamilton Beach* não influenciam os valores de viscosidade aparente e de tensão limite de escoamento ao nível de significância de 95% quando diversos ensaios consecutivos são realizados com dispersões de argilas bentoníticas. Dessa forma, não é necessário que se atente aos efeitos de adsorção de moléculas de água pelas partículas sólidas com cargas elétricas induzidas pelas altas taxas de cisalhamento provocadas por esse tipo de agitador, conforme descrito por Lummus e Azar (1986).

As taxas de deformação impostas pela seringa durante a inserção da amostra na placa inferior de medição do reômetro são bastante intensas, e podem afetar o histórico de deformações do fluido de forma não controlável. Como as bases de medição utilizadas no reômetro HAAKE MARS III são do tipo base elevada, ou seja, que permitem que o excesso de amostra escoe pelas laterais da base inferior, não há necessidade para controle rígido do volume de amostra inserido. Dessa forma, utiliza-se uma espátula para que as taxas de deformação impostas durante o carregamento da amostra no reômetro sejam as menores possíveis.

¹⁵ Agitador industrial da marca Hamilton Beach – modelo HMD200

Além disso, o procedimento de aparo dos excessos de amostra (*trimming*) representado na Figura 13 garante que a quantidade de material inserida no reômetro seja adequada. Esse procedimento consiste em posicionar o sensor em uma posição de 1 a 5% maior do que o espaçamento de medição, de forma a permitir que o fluido excedente seja retirado das laterais e da parte superior do rotor com o uso de um cotonete ou espátula. Após esse processo, o rotor pode ser movimentado até a posição final de medida, e assim se garante a retirada do excesso de material e a manutenção do perfil arredondado da parte externa da amostra. Küchenmeister e Oldörp (2011) argumentam que é preferível que se tenha amostra em excesso, a qual pode ser posteriormente retirada através do procedimento de aparo, do que falta de material, uma vez que a falta de amostra pode induzir a formação de bolsões de ar – os quais podem reduzir o valor medido da viscosidade aparente.

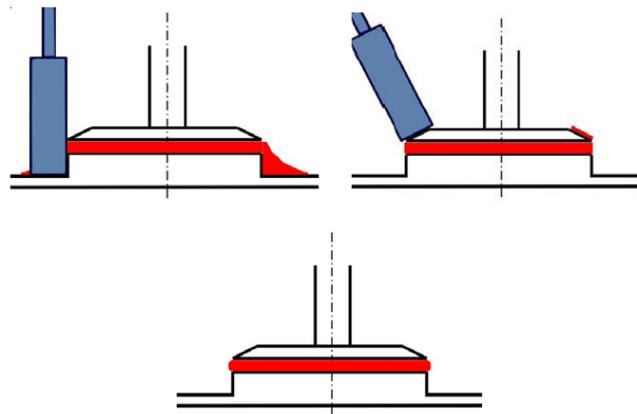


Figura 13 - Procedimento de aparo da amostra
Adaptado de Küchenmeister e Oldörp (2011)

Apesar de o histórico térmico influenciar o comportamento reológico de fluidos de perfuração, os tempos de envelhecimento sob altas temperaturas necessários para que ocorram alterações significativas no comportamento reológico desses materiais são da ordem de horas (ANNIS, 1967). Por esse motivo, acredita-se que as variações térmicas observadas nas condições de laboratório - as variações de temperatura ambiente e o aquecimento viscoso provocado pelo processo de homogeneização das amostras no agitador *Hamilton Beach* – não são suficientes para alterar significativamente o comportamento reológico dos fluidos de perfuração.

As temperaturas observadas nesses processos não são da mesma ordem de grandeza das avaliadas por Annis (1967) e o tempo de exposição a temperaturas diferentes da ambiente é da ordem de minutos, e não de horas. Assim, opta-se por fazer a análise sem submeter o fluido de perfuração ao envelhecimento a altas temperaturas.

Com relação ao envelhecimento e rejuvenescimento dos fluidos de perfuração, entende-se que a homogeneização das amostras no agitador *Hamilton Beach* impõe taxas de deformação altas o suficiente para que a influência do tempo de armazenamento do material nos recipientes originais possa ser desprezada. A influência da realização de pré-cisalhamento e do tempo de repouso após o pré-cisalhamento, por sua vez, devem ser avaliadas, uma vez que esses processos alteram o histórico de deformações de forma significativa logo antes do ensaio reológico e podem induzir a migração de sólidos na amostra.

De acordo com o que já foi apresentado na revisão bibliográfica, Gadala-Maria e Acrivos (1980), Chow et al. (1994), Coussot (2005) e Mahaut et al. (2008) argumentam que o pré-cisalhamento provoca a migração de partículas sólidas no espaçamento de medição em suspensões não coloidais. Dessa forma, o pré-cisalhamento e o tempo de repouso devem ser avaliados não somente do ponto de vista de envelhecimento e rejuvenescimento da amostra, mas também levando em consideração o grau de homogeneidade e de isotropia do material. Para tanto, recomenda-se que se estudem os efeitos do pré-cisalhamento nos resultados de forma a reduzir os erros de medição e que o tempo de repouso seja adequado para evitar a sedimentação de sólidos. Não é possível mensurar os graus de homogeneidade e isotropia do material de forma direta, portanto deve-se recorrer a métodos indiretos de medição, como a avaliação da influência do pré-cisalhamento na tensão de quebra de gel e na tensão de cisalhamento a taxas de deformação constantes.

O tempo de repouso após o pré-cisalhamento também deve ser considerado do ponto de vista da sedimentação de partículas sólidas, uma vez que a homogeneidade do material pode ser comprometida se o tempo de repouso exceder o tempo característico de sedimentação da fase sólida dispersa da amostra. Esse tempo característico pode ser calculado através da Lei de Stokes, apresentada na

revisão bibliográfica, ou avaliado através de varreduras oscilatórias com amplitude constante de deformação ao longo do tempo. Ambos os métodos serão utilizados em conjunto na elaboração desse trabalho.

Os tipos de geometrias utilizadas também podem influenciar os resultados obtidos, e por esse motivo a influência dos sensores do tipo *Vane*, placa, cone e cilindros coaxiais será estudada, além das placas com superfície lisa e ranhurada. Não serão utilizados diferentes espaçamentos de medição, uma vez que o espaçamento padrão de um milímetro utilizado pelo reômetro HAAKE MARS III é mais de dez vezes maior do que as maiores partículas de barita em suspensão nos fluidos de perfuração, conforme recomendado por Macosko (1994).

Em resumo, como está detalhado na próxima seção, os parâmetros que serão avaliados no presente trabalho são:

- i. Método de inserção de amostra (seringa ou espátula);
- ii. Diferentes condições de pré-cisalhamento;
- iii. Geometrias de medição (placas paralelas jateadas, placas paralelas ranhuradas, cone-placa, *Vane* e cilindros coaxiais).

3.1.1.2 Determinação dos procedimentos de preparação de amostras

Uma vez que se tenha determinado os parâmetros de interesse a serem estudados na determinação dos procedimentos de preparação de amostras para ensaios reológicos, parte-se para a avaliação da influência de cada um desses parâmetros nos resultados dos ensaios. Essa subseção descreve os procedimentos adotados como referência e as variáveis a serem analisadas no decorrer do trabalho.

Garantia da homogeneidade estrutural do fluido

O primeiro critério a ser observado na preparação das amostras para ensaios reológicos é a homogeneidade estrutural do material. O fluido de perfuração BR-MUL 117¹⁶, que é utilizado no presente trabalho, foi entregue pelo fornecedor em

¹⁶ A nomenclatura BR-MUL 117 é um padrão interno da Petrobras, empresa que forneceu as amostras de fluido de perfuração.

galões de 50 litros, os quais foram armazenados em repouso durante vários meses antes da realização dos ensaios. Para que se garantisse que todas as amostras do fluido utilizadas no trabalho possuísem a mesma composição, o fluido de perfuração foi agitado durante 24 horas em um agitador industrial de alta capacidade, Figura 14. A seguir, 8 amostras de 500 ml foram coletadas e armazenadas para serem utilizadas durante a execução do projeto.



Figura 14 - Agitador industrial de alta capacidade

Fonte: Autoria própria

Agitadores industriais de baixa capacidade, como o agitador *Hamilton Beach* apresentado na Figura 15, podem ser utilizados para a homogeneização das amostras, mas deve-se tomar cuidado com a evaporação de água provocada pelo rápido aumento da temperatura observado nesse tipo de agitação.

A melhor maneira de se homogeneizar fluidos de perfuração é bombeá-los através de tubulações que contenham uma válvula de cisalhamento ou alguma outra restrição ao fluxo, além de um trocador de calor, uma vez que esse tipo de sistema simula com mais precisão as condições observadas nas sondas de perfuração (DARLEY e GRAY, 1988). Todavia, devido à limitações de tempo hábil de projeto e de espaço físico no laboratório, optou-se por homogeneizar as amostras com o agitador industrial *Hamilton Beach*.



Figura 15 - Agitador industrial *Hamilton Beach*

Fonte: Autoria própria

É necessário que se evite a formação de bolhas no material e que o tempo de agitação seja suficiente para homogeneizar o material por completo no agitador *Hamilton Beach*. A formação de bolhas ocorre quando o agitador opera a altas rotações, e por esse motivo a rotação do eixo do agitador é controlada através de um dispositivo elétrico do tipo *dimmer*, que é um tipo de interruptor que permite o controle da intensidade de corrente elétrica que alimenta o motor do equipamento.

Para evitar aquecimento viscoso excessivo do material e ao mesmo tempo garantir que o histórico de deformações seja suficiente para que o fluido esteja desestruturado, define-se como tempo de homogeneização 120 segundos, uma vez que se observou que tempos em ordens de grandeza maiores do que essas induzem o aquecimento viscoso do material. Amorim et al. (2002) demonstram que o tempo de homogeneização e a velocidade de rotação em um agitador *Hamilton Beach* não têm influência significativa no comportamento reológico de fluidos de perfuração bentoníticos, e por esse motivo esses parâmetros não serão estudados.

Definição do procedimento de controle

Antes da realização de qualquer outro ensaio, é importante que se saiba quais as geometrias de medição estão sujeitas a escorregamento de amostra com o fluido de perfuração analisado. Para tanto, serão realizadas rampas de taxas de deformação de 10^{-6} a 10^2 s^{-1} sem tempo de repouso prévio com as seguintes

geometrias: placas paralelas jateadas, placas paralelas ranhuradas, cone-placa jateados, cilindros coaxiais e Vane. A partir do resultado desse teste, será possível escolher qual a geometria de medição será utilizada para os demais testes. De acordo com o que será apresentado no Capítulo 4, selecionou-se a placa ranhurada como geometria padrão para a execução do procedimento de controle.

É necessário que se determine um teste reológico padrão a ser utilizado nas avaliações da influência dos procedimentos de tratamento. Para tanto, será utilizado um teste de rampa de taxas de deformação de zero 0 a 5 s^{-1} ao longo de cinco segundos com aquisição de 50 pontos distribuídos linearmente, seguido por um patamar de taxas de deformação de 5 s^{-1} ao longo de cinco minutos com aquisição de 300 pontos distribuídos linearmente. Esse tipo de teste é interessante de ser realizado, pois avalia tanto a quebra do gel durante a rampa de taxas de deformação quanto o decréscimo da tensão de cisalhamento ao longo do tempo durante o qual o fluido sofre cisalhamento, representando bem os fenômenos tixotrópicos associados ao material.

Uma representação gráfica da entrada do teste pode ser observada na Figura 16 (a), na qual se observa a rampa e o patamar de taxas de deformação. Por outro lado, a Figura 16 (b) representa a resposta típica desse tipo de ensaio, na qual se observa um pico de tensões τ_{Pico} nos instantes iniciais correspondentes à rampa de taxas de deformação, que é uma representação qualitativa da tensão limite de escoamento do material. Essa tensão de pico também é conhecida pelo termo em inglês *tensão de overshoot*, e sua intensidade em função do tempo prévio de repouso indica a recuperação tixotrópica do fluido após o cisalhamento (MEWIS e WAGNER, 2009).

Espera-se que a tensão de cisalhamento entre em regime permanente após os cinco minutos em que o fluido é submetido a taxas de deformação constantes. Todavia, observou-se que isso não acontece no caso específico do fluido BR-MUL 117, e por esse motivo a tensão medida ao final do teste não será referenciada como tensão em regime permanente, e sim como tensão de cisalhamento final ou τ_{Final} . Como os valores medidos para a tensão de cisalhamento podem apresentar oscilações aleatórias devido às incertezas de medição do reômetro, calcula-se o

valor de τ_{Final} como sendo a média das tensões de cisalhamento dos últimos 10 pontos do patamar de taxas de deformação. Os valores de τ_{Pico} e de τ_{Final} serão utilizados para que se desenvolva uma análise estatística dos resultados, conforme será descrito no decorrer desse trabalho.

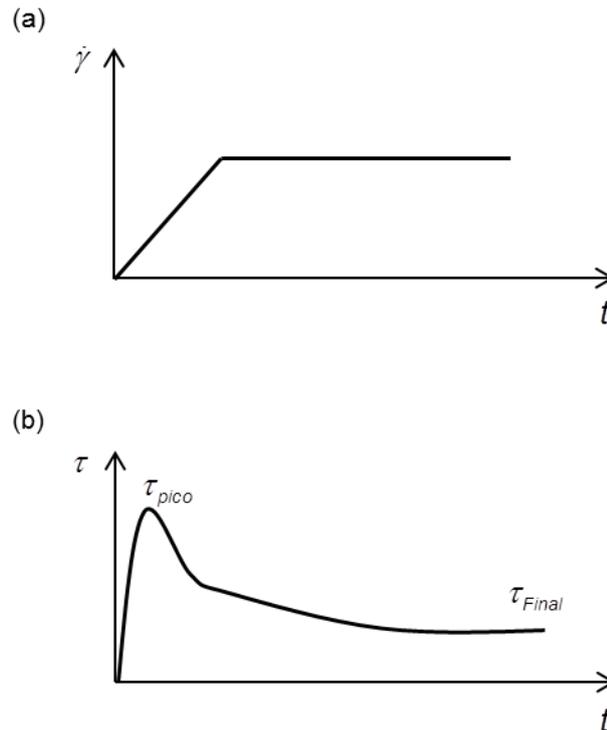


Figura 16 - Exemplo de entrada do teste de reinicialização de escoamento de um fluido de perfuração gelificado (a) e da resposta esperada do experimento (b)

Fonte: Autoria própria

Sabe-se de antemão que o valor final da rampa de taxas de deformação interfere no valor medido da tensão de pico (DA ROCHA, 2010). Dessa forma, deve-se ter em mente que o objetivo do teste reológico padrão a ser utilizado não é mensurar o valor quantitativo da tensão de pico, e sim fornecer um teste reológico padronizado para avaliar a influência qualitativa dos parâmetros de tratamento a serem adotados quando comparados com o procedimento de controle. Também se deve considerar que taxas de deformação muito baixas podem induzir a quebra do gel com tensões baixas a ponto de não serem suficientes para a observação do pico

de tensões, e que taxas de deformação muito altas podem levar ao aumento do valor medido da viscosidade de suspensões, conforme a Figura 8 apresentada na seção 2. Dessa forma, selecionou-se a taxa de deformação final de 5 s^{-1} uma vez que se assume que essa taxa seja alta o suficiente para que se observe o pico de tensões e baixa o suficiente para evitar acréscimos indesejados na viscosidade medida.

Deve-se utilizar uma rampa de taxas de deformação para atingir o valor do patamar de taxas, já que o reômetro não é capaz de controlar com precisão a taxa de crescimento das taxas de deformação caso um patamar fosse utilizado em primeira instância sem uma rampa de taxas. A descrição do procedimento de controle para a preparação das amostras e do ensaio reológico padrão a ser utilizado como controle para os experimentos subsequentes podem ser visualizados na Tabela 2.

Tabela 2 - Descrição do procedimento de controle para preparação das amostras e teste reológico padrão a ser utilizado para controle dos resultados

Processo	Ferramenta	Observação
Homogeneização	Agitador industrial Hamilton Beach com controle de rotação	Homogeneização durante dois minutos
Inserção da amostra no reômetro	Espátula	-
<i>Trimming</i> ou apara	Cotonete	Posicionar o sensor a 0,1 mm da posição de medida
Pré-cisalhamento	-	Não realizar pré-cisalhamento
Tempo de repouso	-	Tempo de repouso suficiente para recuperação tixotrópica do material
Rampa de taxas de deformação	Sensor tipo placa ranhurada	Rampa de taxas de 0 a 5 s^{-1} durante cinco segundos
Patamar de taxas de deformação	Sensor tipo placa ranhurada	Patamar de taxas de deformação constantes de 5 s^{-1} durante cinco minutos

Fonte: Autoria própria

Nesse caso, a condição inicial de referência em termos da recuperação tixotrópica do material é dada pela homogeneização no agitador Hamilton Beach e principalmente pelo tempo de repouso ao qual o fluido é submetido, que permite que

a estrutura do material esteja completamente recuperada. Esse tempo de repouso precisa ser determinado a partir de uma série de experimentos, cujos resultados serão apresentados no Capítulo 4.

Determinação do tempo de repouso ou de envelhecimento

O tempo de repouso antes do início do teste é um dos processos mais críticos na preparação de amostras de suspensões para ensaios reológicos. Não somente a sedimentação de partículas sólidas pode influenciar de forma significativa os resultados obtidos, mas também a recuperação tixotrópica do material altera os valores obtidos para a tensão limite de escoamento e para a viscosidade em regime permanente. Além disso, o fluido de perfuração avaliado nessa etapa do trabalho é composto por uma emulsão de água em óleo, que tende a separar as fases após longos tempos de repouso. Assim, forma-se uma camada de óleo de baixas viscosidade e massa específica sobre a porção superior da amostra, conforme pode ser observado na Figura 17.



Figura 17 - Fluido de perfuração BR-MUL 117 com fase oleosa separada da matriz líquida

Fonte: Autoria própria

Para que as medições reológicas representem bem o comportamento da quebra do gel do material, torna-se necessário que o fluido seja submetido a um tempo de repouso suficiente para a total recuperação tixotrópica. Entretanto, também é importante que se verifique se esse tempo de repouso não induz mudanças significativas no comportamento reológico devido à descaracterização física do material, ou seja, à decantação de partículas e à separação de fases. Macosko (1994) recomenda que se utilize o tempo necessário para a decantação de 10% das partículas sólidas em suspensão na amostra, o qual pode ser calculado pela Lei de Stokes. Para tanto, é necessário que se conheçam a massa específica das partículas sólidas em suspensão no fluido de perfuração analisado. Um dos métodos utilizados para avaliar a influência do tempo de repouso no comportamento reológico do material é realizar diversas repetições do procedimento de controle após diferentes tempos de envelhecimento. Serão conduzidos ensaios com os seguintes tempos de repouso: 10, 30, 100, 500, 1000, 2044 e 4200 segundos.

Outro método para avaliar a influência do tempo de repouso no comportamento do fluido, sugerido por Mahaut et al. (2008), consiste em realizar um ensaio oscilatório de baixa amplitude de tensões de cisalhamento dentro do regime elástico linear – amplitude essa que deve ser determinada através de uma varredura oscilatória de tensões de cisalhamento – monitorando-se o comportamento do módulo elástico ao longo do tempo, conforme a Figura 18.

Percebe-se que a emulsão de óleo em água e a solução de carbopol apresentam estabilização do módulo elástico após menos de 150 segundos, enquanto que o módulo elástico da solução de bentonita não apresenta tendência clara de estabilização após cerca de 600 segundos. O monitoramento do módulo elástico ao longo do tempo é uma forma confiável de se avaliar a recuperação tixotrópica do material (COUSSOT et al., 2002), além de ser bastante útil na avaliação de outros fenômenos dependentes do tempo, como decantação de sólidos, separação de fases, ressecamento de amostra ou cura do material (MENDES, 2013). Por esse motivo, esse método será utilizado para a determinação do tempo de repouso ao qual o fluido será submetido.

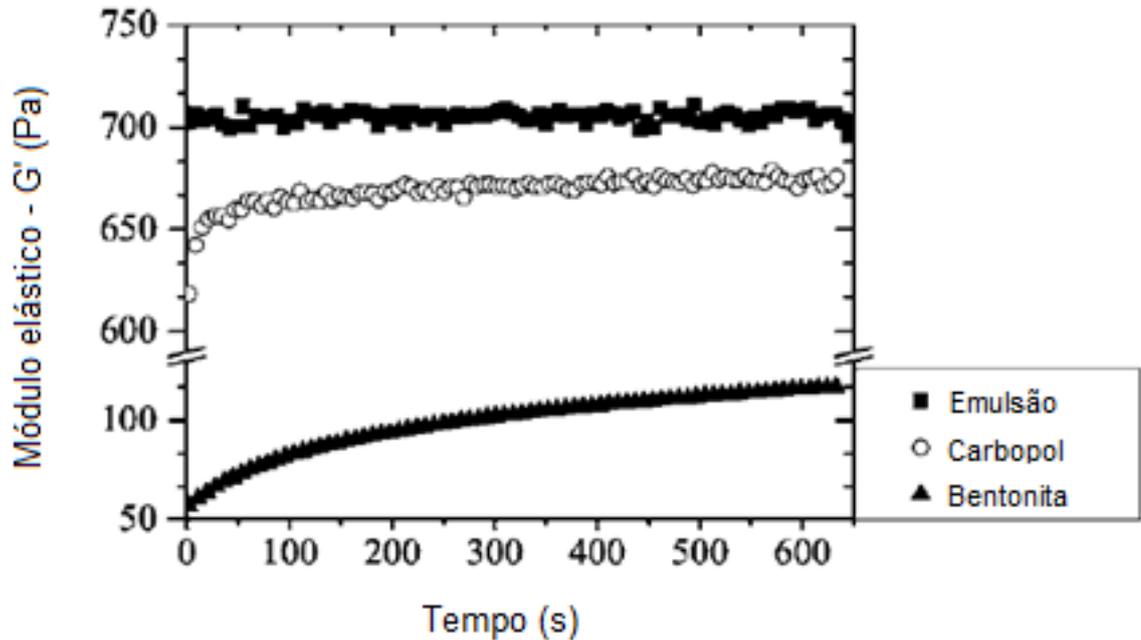


Figura 18 – Módulo elástico em função do tempo quando um carregamento oscilatório de amplitude de tensões de cisalhamento de 0,3 Pa é aplicado com a frequência de 1 Hz em uma emulsão e em uma solução de carbopol, e de amplitude 0,1 Pa a 1 Hz é aplicado em uma suspensão de bentonita

Adaptado de Mahaut et al. (2008)

Validação do procedimento de controle

Uma vez que a geometria de medição e o tempo de repouso ao qual o fluido será submetido já estão determinados, parte-se para a validação do procedimento de controle. Essa etapa consiste em repetir os testes de rampa e patamares de taxas de deformação do procedimento de controle no mínimo três vezes, de forma a comparar os intervalos de confiança da tensão de pico e da tensão final com as incertezas de medição para essas mesmas grandezas. Caso o intervalo de confiança seja igual ou menor do que as incertezas de medição, entende-se que o procedimento de controle possui níveis de repetitividade aceitáveis. Os conceitos teóricos referentes à incerteza de medição e ao intervalo de confiança são apresentados no Apêndice B e no Apêndice C, respectivamente.

Determinação dos procedimentos de tratamento

Uma vez que o procedimento de controle já está bem definido, parte-se para a determinação dos procedimentos de tratamento. Um tratamento é qualquer

modificação realizada que diferencie o procedimento do grupo de controle. Caso os resultados dos tratamentos sejam estatisticamente diferentes daqueles obtidos no controle, entende-se que a influência do tratamento é relevante no comportamento reológico do material.

A influência do método de inserção de amostra na placa inferior de medição será avaliada considerando-se como procedimento de controle a inserção com espátula. O tratamento, nesse caso, é a inserção de amostra com uma seringa de cinco mililitros sem agulha, com velocidade de movimentação do êmbolo controlada manualmente pelo operador. É importante que se tenha o cuidado de manter a velocidade de movimentação do êmbolo aproximadamente constante, para que as taxas de deformação impostas quando o fluido passa pela contração da seringa sejam aproximadamente as mesmas para todo o volume da amostra. Serão realizados ensaios sem pré-cisalhamento inserindo-se o material com uma espátula – ou seja, o procedimento de controle descrito na Tabela 2 - e com uma seringa, com o objetivo de avaliar a influência do modo de carregamento da amostra no reômetro.

O pré-cisalhamento realizado em suspensões pode causar a migração de partículas sólidas para as regiões de menor taxa de deformação das amostras, o que se torna crítico nos ensaios realizados com geometrias de medição tipo placas paralelas e cone-placa (MAHAUT et al., 2008). Por essa razão, é importante que se avalie a influência dos procedimentos de pré-cisalhamento nos resultados de ensaios reológicos com fluidos de perfuração. O pré-cisalhamento é normalmente utilizado para que se obtenham bons graus de repetitividade nos ensaios realizados com materiais tixotrópicos, mas não faz sentido adotar um procedimento que supostamente garante bons graus de repetitividade se os resultados obtidos não representam de fato o comportamento reológico do material. Por essa razão, adotam-se como procedimentos de tratamento o pré-cisalhamento com três taxas de deformação diferentes – 5, 50 e 500 s^{-1} - e com três tempos de pré-cisalhamento distintos – 6, 60 e 180 segundos – totalizando dessa forma nove condições de pré-cisalhamento que abrangem uma ampla faixa de tempos e taxas de deformação. Após o pré-cisalhamento, o fluido será submetido ao tempo de repouso suficiente para a reestruturação do material, determinado nas etapas anteriores do trabalho.

A influência da geometria de medição utilizada pode ser avaliada de forma direta, realizando-se o teste reológico padrão adotado nesse trabalho com as geometrias Vane, placas paralelas jateadas, placas paralelas ranhuradas, cone-placa e cilindros coaxiais. Com os procedimentos descritos nessa seção, espera-se que se obtenham os parâmetros necessários para o estabelecimento de uma metodologia consistente para a preparação de amostras de fluidos de perfuração para ensaios reológicos. Um resumo das condições de ensaio utilizadas pode ser observado na Tabela 3.

Tabela 3 – Condições de teste para os procedimentos de controle e de tratamento

Nome do teste	Método de inserção de amostra	Taxa de deformação do pré-cisalhamento (1/s)	Tempo de pré-cisalhamento (s)	Geometria de medição
Teste de controle	Espátula	0	0	Placas paralelas ranhuradas
Inserção com seringa	Seringa	0	0	Placas paralelas ranhuradas
Condição de pré-cisalhamento 1			6	
Condição de pré-cisalhamento 2	Espátula	50	60	Placas paralelas ranhuradas
Condição de pré-cisalhamento 3			180	
Condição de pré-cisalhamento 4			6	
Condição de pré-cisalhamento 5	Espátula	250	60	Placas paralelas ranhuradas
Condição de pré-cisalhamento 6			180	
Condição de pré-cisalhamento 7			6	
Condição de pré-cisalhamento 8	Espátula	500	60	Placas paralelas ranhuradas
Condição de pré-cisalhamento 9			180	
Placa jateada				Placas paralelas jateadas
Cilindros coaxiais	Espátula	0	0	Cilindros coaxiais
Vane				Vane
Cone-Placa				Cone-Placa

Fonte: Autoria própria

Uma síntese dos experimentos a serem realizados nessa etapa do trabalho é apresentada de forma gráfica na Figura 19. Primeiramente, faz-se uma análise do escorregamento de amostra nas diferentes geometrias de medição e seleciona-se a geometria mais adequada. A seguir, faz-se uma análise do tempo de repouso

necessário para que se garantam resultados confiáveis, através de varreduras oscilatórias ao longo do tempo e de testes com rampas e patamares de tensões após diferentes tempos de repouso. Com essas informações, é possível validar o procedimento de controle e finalmente avaliar as influências dos procedimentos de tratamento. Estuda-se a influência do pré-cisalhamento através da variação dos tempos e das taxas de pré-cisalhamento, do método de inserção de amostra através da inserção com seringa e por fim das diferentes geometrias de medição, através de testes com placas paralelas ranhuradas, jateadas, cone-placa, cilindros coaxiais e Vane.

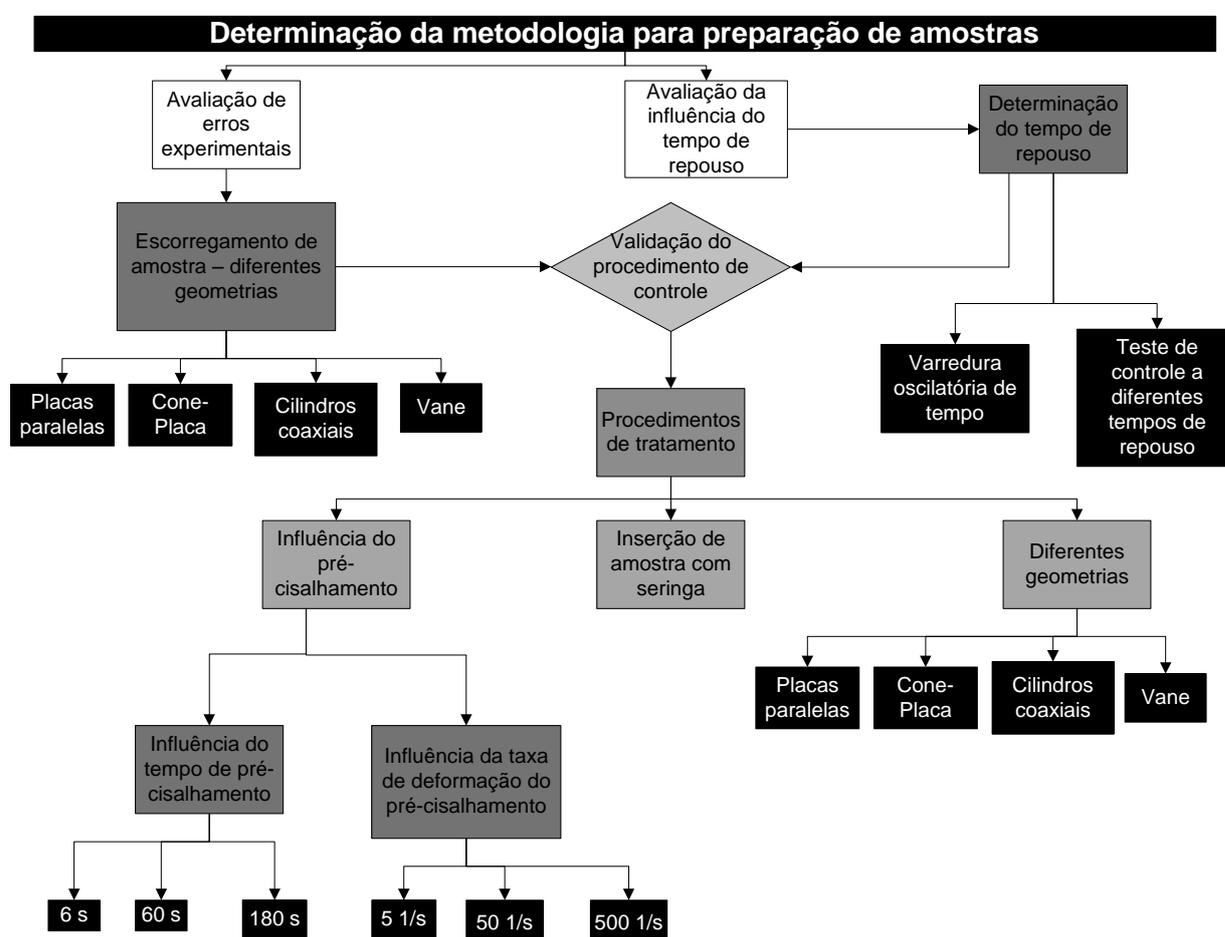


Figura 19 - Fluxograma indicativo das etapas necessárias para a determinação de metodologia para preparação de amostras de fluidos de perfuração para ensaios reológicos

Fonte: Autoria própria

Validação estatística dos resultados

Após a execução dos ensaios, torna-se fundamental para a correta avaliação dos dados que se saiba se as grandezas avaliadas representam bem os fenômenos estudados. Para atingir esse objetivo, utilizam-se ferramentas estatísticas que conferem confiabilidade aos resultados e garantem, com um determinado grau de incerteza, que os dados extraídos experimentalmente podem ser obtidos caso o mesmo ensaio seja realizado novamente. Para cada condição de teste, repetem-se os ensaios três vezes, uma vez que essa quantidade de dados é reconhecidamente suficiente para que se realize uma análise estatística satisfatória (BUTTON, 2005). Para tanto, é importante que se tenha em mente que os erros de medição podem ter diversas origens distintas.

Os equipamentos utilizados apresentam incertezas de medição, ou seja, os valores obtidos para repetidas medições de uma determinada grandeza física podem se distribuir – aleatoriamente ou não – ao longo de um intervalo conhecido como *intervalo de incerteza experimental*. A incerteza experimental percentual do reômetro Haake MARS III, baseada na incerteza combinada dos tipos A e B para o procedimento de controle com 14 repetições, é de 3,7% para a tensão de pico e de 5,5% para a tensão em regime permanente. O cálculo detalhado das incertezas de medição é apresentado no Apêndice B.

Dentre as técnicas estatísticas utilizadas nesse trabalho, destacam-se as definições de intervalo de confiança e de análise de variância de um e de dois fatores. Para cada condição de teste diferente, repetem-se os ensaios três vezes, conforme recomendado por Button (2005). Ao invés de apresentar as curvas referentes a todos os ensaios realizados para cada condição de teste, opta-se por apresentar a média das curvas com barras de erro em cada ponto correspondentes ao *intervalo de confiança* dentro do qual se espera com 95% de confiabilidade que os resultados para quaisquer outros ensaios na mesma condição se encontrem. A definição do intervalo de confiança se baseia em uma distribuição de probabilidades discretas *t de Student*, e depende do desvio padrão entre os pontos, do parâmetro de Student $t_{\alpha/2}$ e do número de repetições do experimento. Maiores detalhes a respeito da definição do intervalo de confiança são apresentados no Apêndice C.

A análise de variância, ou ANOVA, é uma técnica estatística utilizada para comparar as médias aritméticas de diferentes grupos baseadas em suas dispersões ao redor das médias, a qual pode ser expressa em termos da variância. As ANOVAs realizadas nesse trabalho utilizam níveis de significância de 95% e são baseadas em uma distribuição discreta do tipo *F*. A ANOVA de um fator descreve as diferenças entre as médias aritméticas de grupos distintos dentre os quais se varia um único parâmetro. Como exemplo, podem-se comparar as tensões de pico entre o procedimento de controle - cuja inserção de amostra se dá com o uso de uma espátula - e o teste com inserção de amostra com seringa. Caso as médias entre os três experimentos para cada condição de teste sejam numericamente diferentes, mas as variâncias ao redor de cada média sejam grandes o suficiente para que se considere que a diferença entre elas seja menor do que um valor limite definido pelo procedimento de Tukey-Kramer – apresentado no Apêndice C – diz-se que essas médias são estatisticamente iguais. Em outras palavras, tomam-se as médias e as variâncias das tensões de pico de dois experimentos distintos e usa-se a ANOVA, combinada com o procedimento de Tukey-Kramer, para que se possa afirmar com um determinado grau de confiabilidade se essas médias são estatisticamente iguais ou diferentes. No caso desse trabalho, o grau de confiabilidade escolhido é de 95%, uma vez que ele é adequado para experimentos de engenharia (BUTTON, 2005).

A Tabela 4 apresenta um exemplo de tabela de resultados de uma análise de variância de um fator. Quando essa técnica é utilizada, distribuem-se as médias dos resultados de vários experimentos em diversos grupos. A variação entre as médias pode ser entre os diferentes grupos ou dentro de cada grupo. Definem-se os graus de liberdade entre os grupos, dentro de cada grupo e total, e a partir disso calcula-se a soma dos quadrados e a média dos quadrados entre os grupos, dentro dos grupos e a soma dos quadrados total. Finalmente, calcula-se o parâmetro *F*, que é comparado com um parâmetro *F* crítico. Caso *F* seja maior ou igual a *F* crítico, como no exemplo apresentado na Tabela 4, pode-se afirmar com certeza que pelo menos uma das médias avaliadas é estatisticamente diferente das demais.

A ANOVA de dois fatores, por sua vez, compara as médias de um determinado conjunto de dados no qual se combinam dois fatores distintos para formar as condições de teste – e por esse motivo também é chamada de *análise de variância*

para o modelo fatorial de dois fatores. No presente trabalho, utiliza-se a ANOVA de dois fatores para comparar as médias das tensões de pico e das tensões finais das diferentes condições de pré-cisalhamento. Essas condições são formadas pela combinação fatorial de dois fatores: três tempos de pré-cisalhamento e três taxas de pré-cisalhamento, totalizando nove condições diferentes.

Tabela 4 - Exemplo de resultado de uma análise de variância de um fator

Fonte da variação	F	F crítico
Entre os grupos	552,872	4,066

Fonte: Autoria própria

A ANOVA de dois fatores indica se pelo menos uma das médias é estatisticamente diferente das outras a um determinado nível de significância, e de forma análoga à ANOVA de um fator, pode-se utilizar o procedimento de Tukey-Kramer para comparar as médias obtidas duas a duas. Além disso, a ANOVA de dois fatores indica quais dos dois fatores avaliados de fato influenciam os valores obtidos como resposta do experimento: no caso desse trabalho, essa técnica estatística indica se o tempo ou a taxa do pré-cisalhamento influenciam os valores medidos da tensão de pico e da tensão final. A ANOVA de dois fatores também indica se existe alguma interação entre os fatores que definem os testes, ou seja, se o tempo ou a taxa de pré-cisalhamento possuem influências isoladas nas tensões de pico e final ou se uma combinação específica desses dois fatores tem maior influência nos valores de resposta medidos. A tabela de resultados da anova de dois fatores é semelhante à da anova de um fator, com a apresentada na Tabela 4 acima. Todavia, as linhas da coluna apresentam os cálculos referentes à taxa de pré-cisalhamento, ao tempo de pré-cisalhamento e à interação entre a taxa e o tempo. Maiores detalhes a respeito da ANOVA de um e de dois fatores podem ser encontrados no Apêndice C, bem como na obra de Levine et al. (2008).

3.1.2 Avaliação da tensão limite de escoamento de fluidos de perfuração

A correta avaliação da tensão limite de escoamento de fluidos de perfuração depende de fatores experimentais que devem ser avaliados durante a realização dos ensaios reológicos. Mendes (2013) apresenta as fontes de erros de medição mais comuns nesse tipo de análise:

- Deslizamento de amostra nas paredes do sensor;
- Torques abaixo da resolução do transdutor do reômetro;
- Tempo insuficiente de espera até que o regime permanente seja atingido, no levantamento das curvas de escoamento em equilíbrio;
- Controle inapropriado de temperatura;
- Evaporação de voláteis, a qual pode causar mudanças na composição do material;
- Sedimentação da fase dispersa – ou seja, dos sólidos em suspensão;
- Presença de bolhas de ar;
- Migração da fase dispersa na presença de gradiente de taxas de cisalhamento;
- Contração e dilatação da amostra, devido a efeitos térmicos e elásticos;
- Aquecimento por dissipação viscosa.

3.1.2.1 Testes com taxas de deformação constantes

Os testes com patamares de taxas de deformação constante são bastante úteis na caracterização dos fluidos de perfuração, uma vez que a curva de equilíbrio é a forma mais tradicional de se avaliar a tensão limite de escoamento dinâmica. De acordo com Mendes (2013), deve-se aplicar diferentes patamares de taxas de deformação durante um intervalo de tempo suficiente para que a tensão de cisalhamento atinja valores em regime permanente. Os intervalos de tempo necessários para que a tensão de cisalhamento entre em regime permanente podem variar de acordo com as taxas de deformação impostas, mas deve-se sempre lembrar que esse tempo não deve ser superior ao tempo característico de sedimentação do material.

Além disso, deve-se assegurar que a velocidade angular máxima não induza forças de inércia significativas a ponto de interferir nos resultados obtidos. Para

tanto, é suficiente que se utilizem taxas de deformação inferiores a 100s^{-1} em geometrias de placas paralelas e a 1000s^{-1} em cilindros concêntricos (MENDES, 2013).

Os parâmetros indicados para esse tipo de teste são:

- Reômetro com controle de taxas de deformação (CR);
- Temperatura de ensaio de 25°C ;
- Sensor com superfície ranhurada;
- Um ponto por segundo em escala log-log;
- Deve-se verificar se o torque aplicado está acima da resolução do transdutor do reômetro, a não ser nos instantes iniciais - quando o torque aplicado é baixo;
- O tempo de teste deve ser inferior ao tempo característico de sedimentação do material – serão utilizados patamares de taxas de deformação com duração de 1800 segundos;
- As seguintes taxas de deformação serão avaliadas: 0,1; 0,5; 1; 5; 10 e 50 s^{-1} .

Para todos os ensaios descritos nessa seção, deve-se sempre utilizar uma nova amostra para cada ensaio para que se garanta que o procedimento de preparação da amostra seja sempre o mesmo e que a condição inicial da estrutura do material seja semelhante para todos os ensaios. Utilizando-se os procedimentos apresentados nesse capítulo, espera-se que se desenvolva uma metodologia consistente para preparar amostras de fluidos de perfuração que possa ser empregada em testes de determinação da tensão limite de escoamento. Além disso, pretende-se avaliar as diferenças nos valores obtidos para a TLE através dos diferentes métodos utilizados, de forma a discutir a validade de cada um dos métodos.

3.1.2.2 Fluência múltipla

Os testes de fluência múltipla são os ensaios mais confiáveis para a determinação da tensão limite de escoamento (MALVERN INSTRUMENTS, 2012; MENDES, 2013), e consistem na aplicação de patamares de tensões de

cisalhamento ao longo de um intervalo longo de tempo enquanto se monitora a taxa de deformação, a deformação ou a compliança. Devido ao fenômeno de fluência, o material tende a escoar após um determinado intervalo de tempo, que deve ser definido a partir dos tempos críticos dos processos em estudo – no caso, os processos de perfuração de poços de petróleo. É importante que se tenha em mente que os intervalos de tempo utilizado nos ensaios de fluência não devem ser superiores ao tempo característico de sedimentação das partículas sólidas, determinado nas etapas anteriores do trabalho. Os parâmetros de entrada recomendados por Mendes (2013) para esse tipo de ensaio são:

- Reômetro com controle de tensões (CS);
- Temperatura de ensaio de 25°C;
- Sensor com superfície ranhurada;
- Um ponto por segundo em escala log-log;
- Tempo de teste inferior aos tempos característicos de sedimentação;
- Realização de testes com diferentes valores fixos de tensão de cisalhamento;
- Reduzir os valores aplicados de tensões de cisalhamento até que a compliança ou a taxa de deformação não variem;
- Refinar os intervalos de tensões de cisalhamento aplicadas até atingir a precisão desejada.

3.2 Síntese do capítulo

A metodologia experimental a ser utilizada no presente trabalho é constituída por duas partes principais: o desenvolvimento de uma metodologia para preparação de amostras para fluidos de perfuração base óleo e a avaliação da tensão limite de escoamento do material a partir de dois métodos diferentes. O desenvolvimento da metodologia para preparação de amostras consiste na seleção da geometria de medição a ser utilizada, na determinação do tempo de repouso, na validação do procedimento de controle e na análise da influência dos tratamentos: influência da geometria de medição, do método de inserção de amostra no reômetro e das condições de pré-cisalhamento. A avaliação da tensão limite de escoamento, por sua vez, será realizada com a construção de curvas de equilíbrio obtidas a partir de

testes com taxas de deformação constantes – para avaliar a tensão limite de escoamento dinâmica – e da realização de ensaios de fluência múltipla.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nessa seção, serão apresentados os resultados obtidos ao longo da realização do trabalho. Os resultados serão divididos em duas subseções: a primeira trata da determinação da metodologia de preparação de amostras do fluido de perfuração BR-MUL 117, enquanto que a segunda apresenta os resultados obtidos para a determinação da tensão limite de escoamento do fluido de perfuração através dos diferentes métodos apresentados no Capítulo 3.

4.1 Metodologia para preparação de amostras de fluidos de perfuração

O estabelecimento de uma metodologia para preparação de amostras de fluidos de perfuração envolve diversas etapas, já apresentadas no Capítulo 3. A primeira etapa consiste na escolha da geometria mais adequada para uso através da análise de escorregamento de amostras nas paredes dos diferentes sensores disponíveis no laboratório. A seguir, determina-se o tempo de repouso ao qual as amostras são submetidas. Tendo isso definido, parte-se para a validação do procedimento de controle para avaliação dos efeitos dos tratamentos. A geometria de medição utilizada, o método de inserção de amostra no reômetro e os efeitos de diferentes condições de pré-cisalhamento serão avaliados.

4.1.1 Avaliação do escorregamento de amostras: escolha da geometria de medição

Um dos fatores mais importantes a ser definido na elaboração de uma metodologia para avaliação reométrica de um material é a geometria de medição a ser utilizada. Um dos principais fenômenos associados à escolha adequada da geometria de medição é o escorregamento de amostras na parede dos sensores, já abordado na seção 2.2.5. Para que se defina o sensor a ser utilizado na validação do procedimento de controle, realizou-se uma varredura de taxas de deformação de 10^{-6} a 10^2 s^{-1} ao longo de 300 segundos com diferentes geometrias de medição, apresentadas na Tabela 5. É importante ressaltar que o material não foi submetido a um tempo de repouso prévio antes da execução desses ensaios, uma vez que o objetivo dos testes realizados nessa etapa é unicamente avaliar se ocorre escorregamento de amostras.

Tabela 5 - Geometrias de medição utilizadas na avaliação de escorregamento de amostras

Geometria	Diâmetro nominal (mm)	Tipo de superfície
Cone-Placa	35	Jateada
Couette	25	Jateada
Vane	22	Jateada
Placas paralelas	35	Jateada
Placas paralelas	35	Ranhurada

Fonte: Autoria própria

A Figura 20 apresenta a variação da tensão de cisalhamento no eixo das ordenadas a partir da imposição de taxas de deformação no eixo das abscissas, ambos em escala logarítmica. Observou-se que os sensores cone-placa e cilindros coaxiais (Couette) não são adequados para ensaios reométricos com o fluido BR-MUL 117.

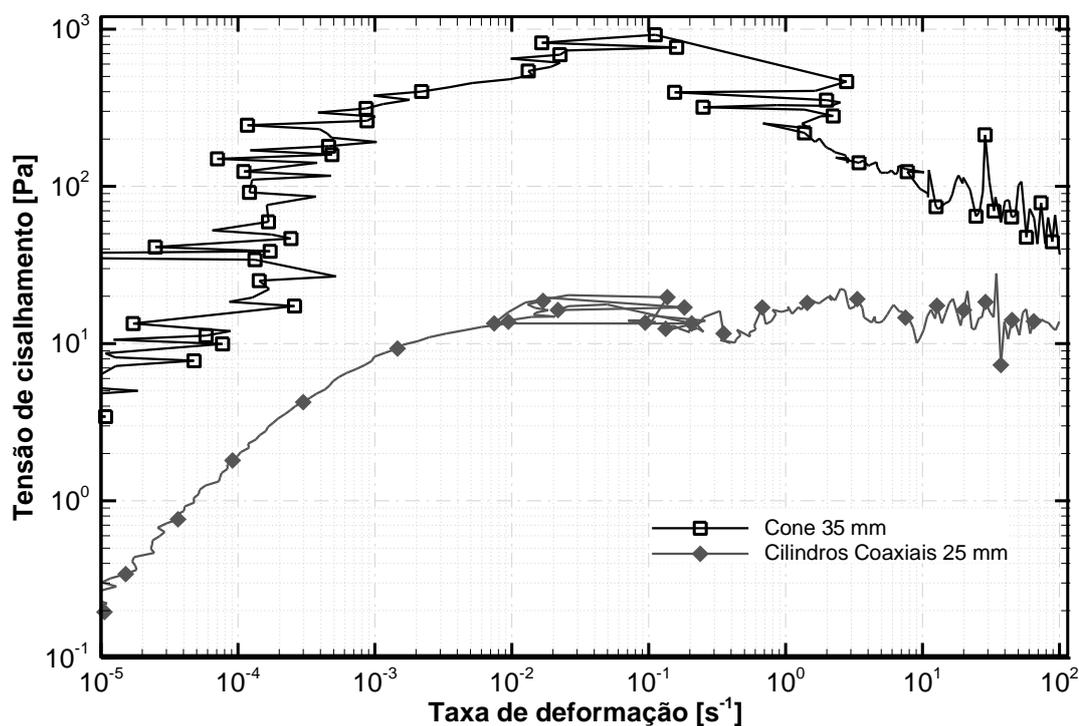


Figura 20 - Curvas de avaliação de travamento de amostras - sensores cilindros coaxiais e cone-placa

Fonte: Autoria própria

A geometria cônica é, na realidade, um tronco de cone cuja ponta virtual entra em contato com a placa de medição inferior. Na linha de centro do cone, as taxas de deformação são nulas, uma vez que a face truncada do tronco de cone é semelhante a uma placa circular paralela à placa inferior de medição do reômetro. Dessa forma, ainda que as taxas de deformação ao longo do raio do cone sejam constantes, o centro do cone apresenta taxas de deformações nulas de forma análoga ao que ocorre nas placas paralelas. Isso induz um fluxo migratório de partículas sólidas para a região central do cone, onde se encontra o menor espaçamento de medição da geometria: $1,05 \times 10^{-4}$ m. Considerando-se que o diâmetro médio das partículas de bentonita em um fluido de perfuração é de 5×10^{-5} m, pode-se notar que o espaçamento de medição do cone não é dez vezes superior ao diâmetro das partículas em suspensão. Por esse motivo, o sensor cônico não deve ser utilizado para avaliação reológica de fluidos de perfuração. As partículas que migram para o centro do tronco de cone tendem a se acumular nessa região, levando ao travamento do sensor quando se tenta impor uma rotação, como se pode notar a partir das oscilações de tensão apresentadas na Figura 20.

O sensor cilíndrico, por sua vez, é bastante preciso no controle a baixas taxas de deformação, de 10^{-5} a 10^{-2} s^{-1} . Isso acontece porque a área de contato do cilindro com a amostra de fluido é bastante grande, o que faz com que o escorregamento de amostras seja prevenido a baixas taxas. Todavia, observa-se que a taxas superiores o sensor passa a apresentar dificuldades para controlar a rotação imposta e a tensão medida. O sensor cilíndrico utilizado é do tipo Mooney-Ewart (MOONEY e EWART, 1934), o que significa que ele possui um cone na sua extremidade inferior para que as taxas de deformação sejam constantes ao longo da superfície cônica, conforme a Figura 21. Dessa forma, minimizam-se os efeitos de borda associados à base do cilindro.

Não se sabe ao certo o motivo por que se observam as oscilações na curva de tensões a taxas de deformação superiores a 10^{-2} s^{-1} . Uma hipótese para explicar esse fenômeno é a decantação dinâmica de sólidos que ocorre após a quebra do gel de suspensões em matrizes não newtonianas. Quando o material é submetido a baixas taxas de deformação, a tensão limite de escoamento da matriz é capaz de

manter os sólidos em suas posições. A partir do momento em que as taxas de deformação começam a aumentar, quebra-se o gel do material e a viscosidade total da suspensão diminui, acelerando a decantação dos sólidos sob taxas de deformação mais elevadas. Quando a concentração de sólidos na região inferior do sensor aumenta, é possível que um fenômeno análogo ao travamento de sensores cônicos ocorra, com um acúmulo de sólidos na ponta do sensor. Todavia, esse travamento não é tão drástico quanto o que ocorre com geometrias cone-placa, uma vez que toda a superfície lateral do sensor cilíndrico ainda se encontra em contato com parcelas mais homogêneas da amostra de fluido, reduzindo os efeitos do travamento do sensor.

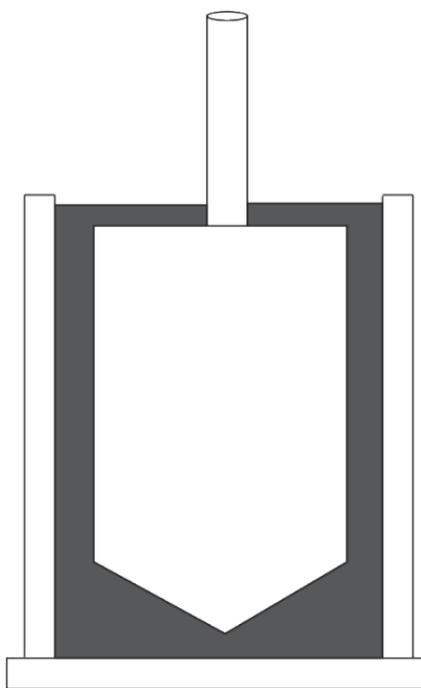


Figura 21 - Sensor cilíndrico do tipo Mooney-Ewart com cone na extremidade inferior

Fonte: Autoria própria

A Figura 22, por sua vez, apresenta as curvas obtidas para a mesma configuração de entrada dos testes realizados com as geometrias cônica e Couette, mas dessa vez com os sensores Vane, placas paralelas ranhuradas e placas paralelas jateadas. Nota-se que as placas paralelas ranhurada e jateada apresentam

respostas bastante semelhantes a baixas taxas de deformação, de 10^{-4} até aproximadamente 10^{-3} s^{-1} , quando a placa jateada passa a apresentar um comportamento típico de escorregamento de amostras até atingir a taxa de 1 s^{-1} . O escorregamento é evidenciado pela queda da tensão de cisalhamento medida quando se impõe a taxa de deformação, o que significa que o sensor está sofrendo uma resistência menor ao giro comparado à situação em que há aderência total da amostra às paredes do sensor. A placa paralela ranhurada não apresenta escorregamento evidente, uma vez que as ranhuras atuam como garras que prendem o fluido e minimizam o escorregamento. A taxas de deformação superiores a 1 s^{-1} não se observa mais escorregamento na placa jateada.

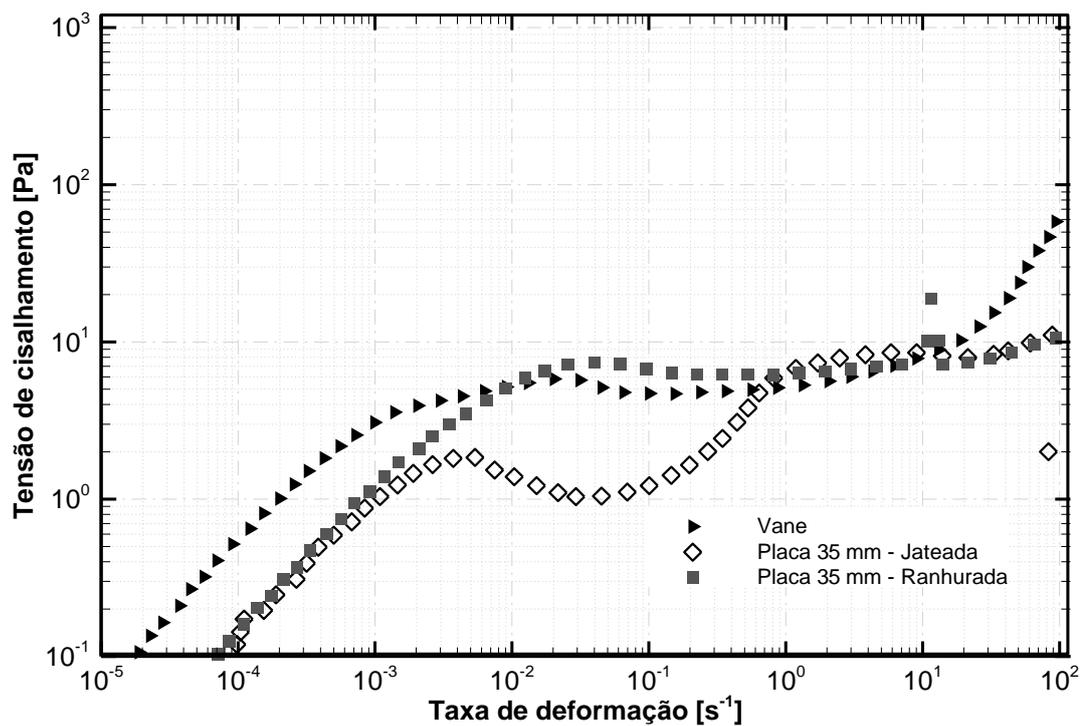


Figura 22 - Curvas de avaliação de travamento de amostras - sensores Vane, placas paralelas ranhuradas e placas paralelas jateadas

Fonte: Autoria própria

De acordo com o que já era esperado, a geometria Vane não apresentou escorregamento aparente de amostras, uma vez que esse sensor é especialmente

projetado para evitar esse fenômeno. Observa-se que existe uma diferença entre as curvas obtidas para o sensor Vane e para as placas paralelas. Essa diferença pode ser explicada pela heterogeneidade das taxas de deformação presentes nos sensores tipo placas paralelas e Vane. Todavia, a taxas superiores a 10 s^{-1} o sensor Vane passa a apresentar tensões de cisalhamento bastante superiores às placas paralelas. Acredita-se que essa diferença possa ser explicada pela recirculação de fluido entre as pás do sensor, que se torna mais crítica a altas taxas de deformação e induz a medição de uma tensão de cisalhamento maior do que a real. Tendo em vista que a placa paralela ranhurada foi a única geometria de medição que apresentou resultados homogêneos e não evidenciou travamento do sensor nem escorregamento de amostra, selecionou-se essa geometria como padrão para o procedimento de controle.

4.1.2 Determinação do tempo de envelhecimento

Após a escolha do sensor a ser utilizado no procedimento de controle, parte-se para a determinação do tempo de repouso ao qual as amostras serão submetidas que seja suficiente para a recuperação tixotrópica do fluido. Como já discutido na seção 3.1.1.2, três fatores dependentes do tempo influenciam o comportamento reológico do material e por isso devem ser levados em consideração na determinação do tempo de repouso: a decantação de partículas sólidas em suspensão, a separação de fases líquido-líquido e a própria recuperação tixotrópica do material. É possível utilizar a Lei de Stokes, equação (12), para estimar o tempo de decantação de 10% dos sólidos na suspensão. Os parâmetros η_0 , H , ρ_s , ρ_p , a_s e g , utilizados para estimar o tempo de sedimentação de 10% dos sólidos, são apresentados na Tabela 6. Darley e Gray (1988) argumentam que a massa específica da barita pode variar entre 4200 e 4500 kg/m^3 , e que o diâmetro médio de partículas de barita pode variar entre 1 e $50 \mu\text{m}$. A massa específica da solução, avaliada no laboratório, é 1030 kg/m^3 , considera-se a aceleração da gravidade como $9,81 \text{ m/s}^2$ e o espaçamento de medição padrão do reômetro para o sensor tipo placa de 1 mm .

Macosko (1994) argumenta que a sedimentação de até 10% de sólidos ainda conduz a resultados confiáveis em reometria de suspensões. Mesmo que essa

equação seja válida apenas para suspensões de sólidos em fluidos newtonianos, o fluido de perfuração apresenta um patamar newtoniano de viscosidade aparente η_0 a baixas taxas de deformação, conforme mostra a Figura 23, que apresenta a curva de viscosidade em função da taxa de deformação resultante de um ensaio com rampas de taxas de deformação de 10^{-6} a 10^2 s^{-1} ao longo de 300 segundos. O tempo de sedimentação calculado a partir da Lei de Stokes é, dessa forma, aproximadamente 5900 segundos.

Tabela 6 – Parâmetros necessários para estimar o tempo necessário para a sedimentação de 10% das partículas sólidas no fluido BR-MUL 117

Viscosidade do patamar newtoniano, η_0 (Pa.s)	988,45
Altura do espaçamento de medição, H (m)	10^{-3}
Massa específica das partículas sólidas, ρ_p (kg/m^3)	4500
Massa específica do fluido de perfuração, ρ_s (kg/m^3)	1420
Diâmetro médio das partículas sólidas, a_s (m)	5×10^{-5}
Aceleração da gravidade, g (m/s^2)	9,81

Fonte: Autoria própria

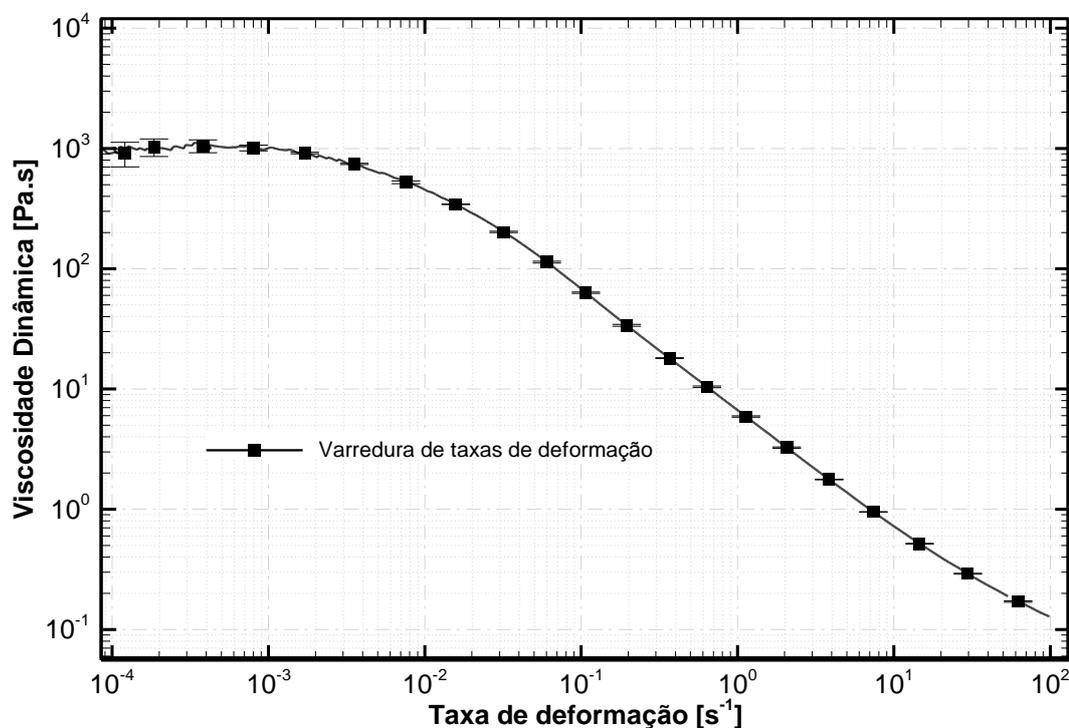


Figura 23 - Viscosidade em função da taxa de deformação para um ensaio de rampas de taxas de deformação realizado com o fluido BR-MUL 117

Fonte: Autoria própria

A equação (13), apresentada na seção 2.2.4.1, é utilizada para prever a ocorrência de decantação de sólidos em suspensões com uma matriz viscoplástica. Utilizando os mesmos parâmetros apresentados na Tabela 6, estima-se que a tensão de escoamento mínima para prevenir a decantação dos sólidos em suspensão é de 0,072 Pa, enquanto que a tensão de escoamento estática do material se encontra entre 7 e 9 Pa, como será mostrado nas seções subsequentes do trabalho. Dessa maneira, entende-se que a decantação dos sólidos em suspensão não deveria ocorrer, mas ainda assim se observam características típicas da decantação de sólidos nos resultados obtidos, como será mostrado ao longo do trabalho. Dessa forma, é possível que outros fenômenos dependentes do tempo estejam ocorrendo - como o ressecamento da amostra ou a descaracterização polimérica do material - ou que os parâmetros apresentados na Tabela 6 não representam bem o fluido estudado nesse trabalho em particular. É importante ressaltar que os valores da massa específica e do diâmetro médio das partículas

sólidas não foram fornecidos pela Petrobras quando solicitado, e sim estimados a partir de dados obtidos da literatura, o que pode ser um dos motivos para essa divergência de resultados. Por essa razão, o tempo de decantação das partículas sólidas calculado a partir da lei de Stokes não será o único parâmetro a ser utilizado para se determinar o tempo de repouso. Também serão usados dados obtidos a partir de varreduras oscilatórias ao longo do tempo, que representam bem a evolução da tixotropia do material (COUSSOT et al., 2002).

Uma varredura oscilatória com amplitude de deformações de 10^{-3} foi conduzida com três amostras diferentes durante longos tempos de repouso, de forma semelhante aos testes realizados por Mahaut et al. (2008) apresentados na Figura 18. Esse tipo de teste é importante para avaliar se existem outros fenômenos dependentes do tempo de repouso além da sedimentação de sólidos que possam influenciar o comportamento reológico do material. A Figura 24 apresenta as curvas de módulo elástico, G' , como função do tempo para as varreduras oscilatórias ao longo do tempo com escala linear de tempo no gráfico principal e escala logarítmica no gráfico em detalhe. É importante ressaltar que o eixo das abscissas do gráfico em detalhe cobre uma faixa maior de valores do que o gráfico principal, evidenciando que os valores aproximadamente constantes assumidos pelo módulo elástico no gráfico principal correspondem a um intervalo limitado de tempo.

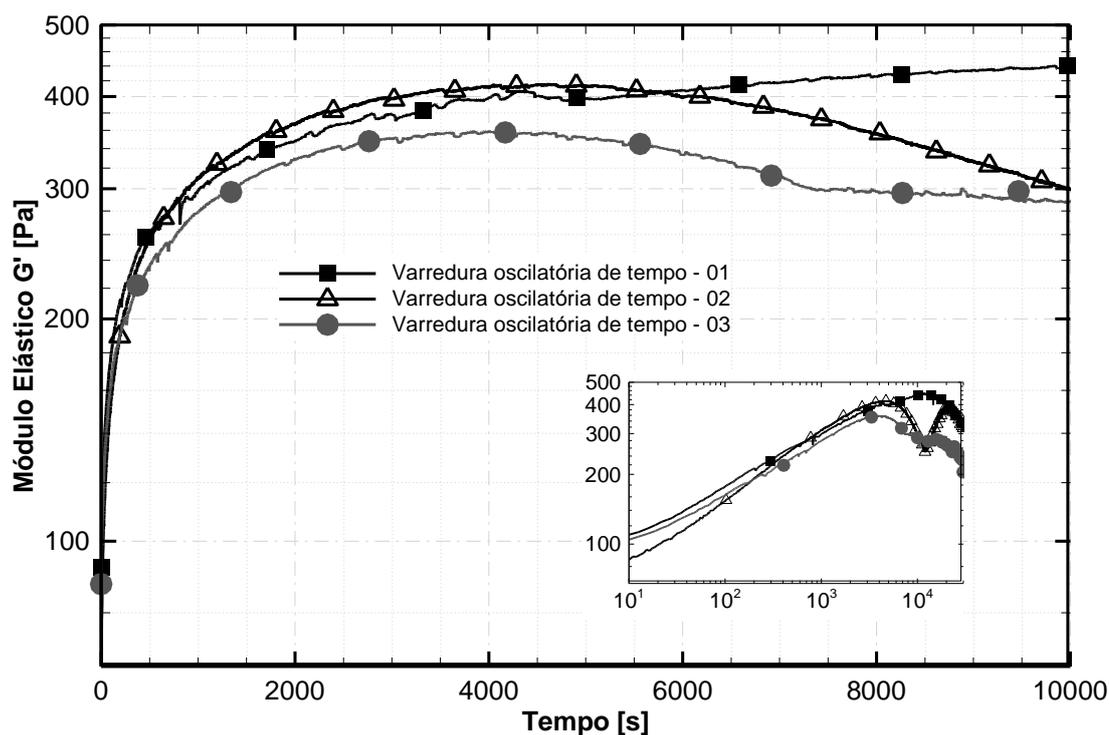


Figura 24 – Módulo elástico G' como função do tempo para três varreduras oscilatórias ao longo do tempo realizadas com o fluido BR-MUL 117

Fonte: Autoria própria

A partir da análise da Figura 24, percebe-se claramente que os ensaios de varredura oscilatória ao longo do tempo apresentam resultados na mesma ordem de grandeza umas com as outras, apesar de não apresentarem comportamentos exatamente iguais. Sandvold (2012) explica que partículas coloidais em um líquido sempre tendem a alcançar um nível máximo de entropia, a qual atinge seu valor máximo quando todas as moléculas estão estatisticamente distribuídas no volume disponível. Conforme as partículas se movimentam, elas podem ocasionalmente colidir e mudar de direção. Isso leva a um padrão complexo e aleatório de movimento conhecido como *movimento Browniano*¹⁷, e são esses movimentos os responsáveis pelo envelhecimento e reconstrução da estrutura do material tixotrópico. Como o processo de recuperação tixotrópica depende do nível de energia e de entropia no início do teste, entende-se que é aceitável que as curvas de evolução do módulo elástico ao longo do tempo não sejam tão facilmente repetíveis.

¹⁷ O movimento Browniano é o deslocamento aleatório de partículas suspensas em um fluido, resultante das rápidas colisões com os átomos e moléculas do fluido (MÖRTERS e PERES, 2010).

Todavia, percebe-se claramente que as três curvas de módulo elástico apresentam clara tendência de estabilização após tempos de repouso de 3000 a 5000 segundos, mas que a curva resultante da terceira varredura oscilatória já é descendente após os 5900 segundos calculados pela Lei de Stokes. Esse decréscimo provavelmente é oriundo de outros fenômenos dependentes do tempo de repouso, como a separação do óleo em emulsão. Nota-se que esse decréscimo se torna bastante crítico para longos tempos de repouso, como pode ser avaliado pelo gráfico em detalhe na Figura 24. A escala logarítmica de tempo, nesse caso, evidencia a queda do módulo elástico que ocorre após longos tempos de teste.

Dessa forma, selecionou-se 4200 segundos como tempo de envelhecimento a ser utilizado no procedimento de controle, por estar na mesma ordem de grandeza do tempo de repouso calculado pela Lei de Stokes e por ainda assim garantir valores aproximadamente estabilizados para o módulo elástico para as três curvas da Figura 24. É interessante que se observe que o tempo de 4200 segundos foi selecionado por dois motivos principais: em primeiro lugar, é um tempo relativamente menor do que os 5900 segundos calculados pela Lei de Stokes, o que permite que se realizem mais ensaios durante o tempo previsto para a duração do projeto. Em segundo lugar, o tempo de 4200 segundos é suficiente para a estabilização do módulo elástico, o que indica que é suficiente para que a estrutura do material se recupere devido aos fenômenos tixotrópicos.

Contudo, deve-se ter em mente que existe uma janela finita de tempo na qual o módulo elástico do material se encontra estabilizado para os três testes, entre 3500 e 6000 segundos. O tempo de repouso somado ao tempo de teste dos ensaios subsequentes deve ficar dentro desse intervalo, para que se garanta que as propriedades influenciadas pela tixotropia – a tensão de cisalhamento e a viscosidade dinâmica – se encontram estabilizadas. O decaimento do módulo elástico após 6000 segundos de teste é muito provavelmente resultado da descaracterização estrutural da amostra devido à decantação de sólidos e separação de fases líquido-líquido, ocasionada pela quebra de emulsão do óleo em água. Diversos procedimentos experimentais utilizados para a determinação da TLE exigem tempos de teste da ordem de minutos ou mais para serem completados. Assim, deve-se ter em mente que a duração dos ensaios realizados deve ser

compatível com o tempo característico do material (COUSSOT et al., 2002), evidenciado pela janela operacional demonstrada nessa seção. Esse tempo característico deve levar em conta efeitos de relaxação elástica, de decantação de partículas e de recuperação tixotrópica. No caso específico do fluido de perfuração BR-MUL 117, o tempo de repouso somado ao tempo necessário para a realização dos testes não deve ultrapassar 6000 segundos.

4.1.2.1 Avaliação da TLE após diferentes tempos de repouso

Garrison (1939) sugere que a tensão limite de escoamento do fluido de perfuração seja avaliada após diversos tempos de repouso, até que os valores da TLE ao longo do tempo se estabilizem em um determinado valor. Porém, o autor argumenta que algumas amostras de fluido de perfuração não apresentaram estabilização da tensão limite de escoamento mesmo após duas horas de repouso. Uma análise semelhante foi conduzida com o fluido de perfuração BR-MUL 117, e os resultados são apresentados a seguir.

Testes semelhantes ao procedimento de controle foram realizados, mas com outros tempos de repouso além dos 4200 segundos selecionados na seção anterior. O objetivo desse tipo de ensaio é verificar a influência do tempo de repouso na tensão de pico e na tensão final do teste. Isso foi feito para avaliar se a escolha de um tempo de repouso adequado realmente influencia os resultados obtidos e se isso é relevante para a definição da metodologia para preparação de amostras. Foram avaliadas as curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para os seguintes tempos de repouso: 10, 30, 100, 500, 1000, 2944 e 4200 segundos, as quais são apresentadas na Figura 25.

Percebe-se que a tensão de pico aumenta com o acréscimo do tempo de repouso ao qual o fluido de perfuração é submetido, mas que a taxa de acréscimo da tensão de pico diminui à medida em que o tempo de repouso aumenta. Isso ocorre porque a reestruturação tixotrópica do material é mais intensa nos primeiros instantes em repouso, até atingir um estado de equilíbrio no qual a tensão de quebra de gel não varia mais. Todavia, após um determinado tempo de cisalhamento os níveis de tensão tendem a se igualar devido à queda reversível de viscosidade causada pela tixotropia quando o material sofre cisalhamento.

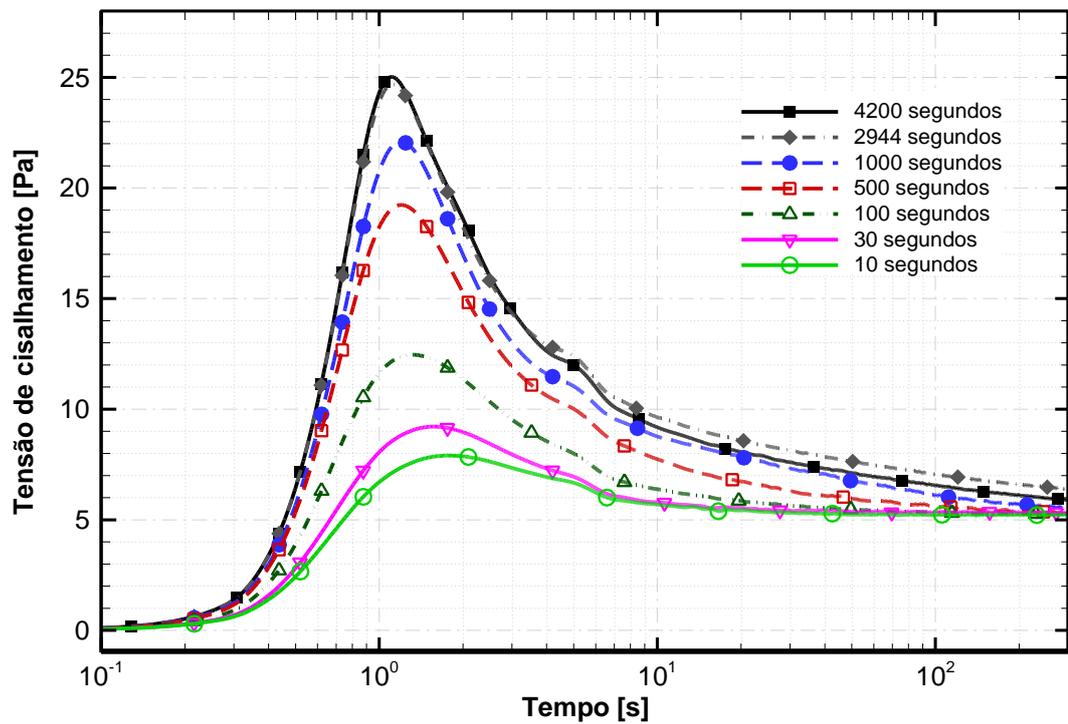


Figura 25 – Curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para testes de rampa e patamar de taxas de deformação com diferentes tempos de repouso

Fonte: Autoria própria

A partir desses resultados, pensou-se a respeito de uma possível relação entre as tensões de pico após diferentes tempos de repouso e o módulo elástico monitorado ao longo do tempo até a sua estabilização. Todavia, essas duas propriedades possuem ordens de grandeza diferentes: enquanto o módulo elástico varia de 0 até aproximadamente 500 Pa durante os 4200 segundos de teste, as tensões de pico variam de 8 até aproximadamente 25 Pa, dependendo do tempo de repouso. Dessa forma, normalizou-se a curva de módulo elástico em função do valor de G' para o tempo de 4200 segundos, enquanto que as tensões de pico foram normalizadas para o teste com 4200 segundos de repouso. A Figura 26 apresenta a curva de G' em função do tempo normalizada juntamente com os valores normalizados das tensões de pico.

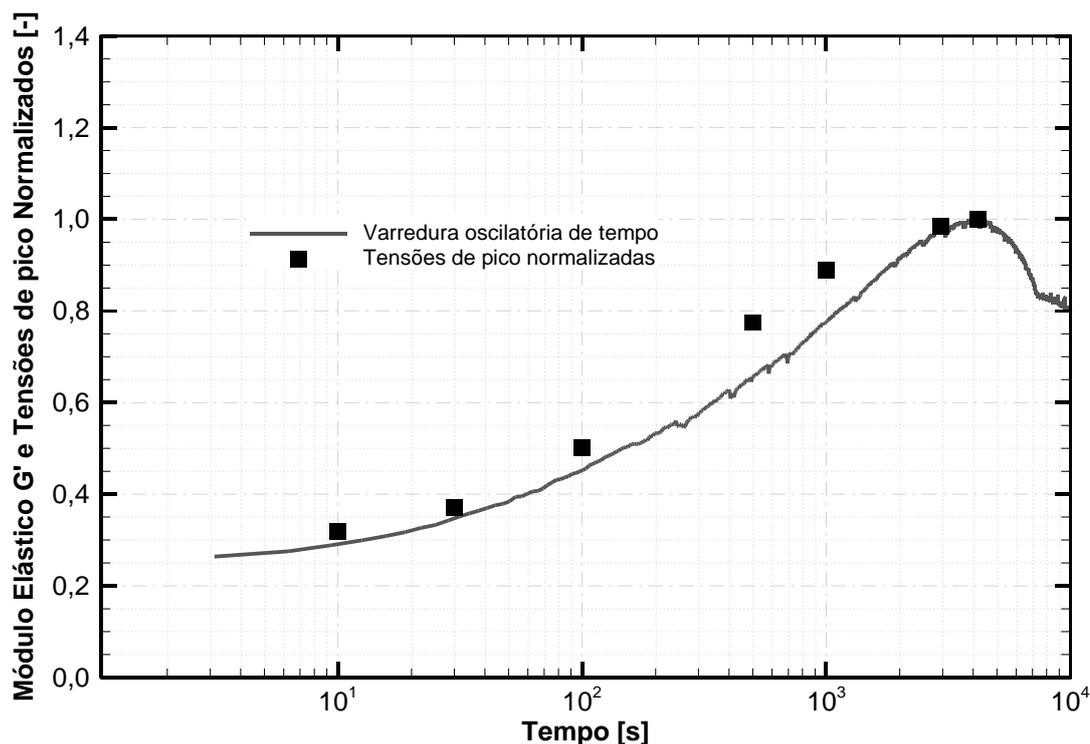


Figura 26 - Módulo elástico normalizado em função do tempo de teste e tensões de pico normalizadas em função do tempo de repouso

Fonte: Autoria própria

Nota-se que as curvas de G' em função do tempo de envelhecimento e das tensões de pico normalizadas para os valores correspondentes ao mesmo tempo de 4200 segundos apresentam comportamentos bastante semelhantes. A maior diferença percentual entre as duas curvas corresponde ao tempo de 1000 segundos, na qual o desvio entre a tensão de pico e o módulo elástico normalizados é de 18,4%. Esse resultado é bastante interessante, uma vez que permite que com a realização de apenas dois ensaios – uma varredura oscilatória ao longo do tempo e um teste de quebra de gel com o tempo de repouso correspondente ao tempo de estabilização dos valores de G' na varredura oscilatória – estime-se com uma precisão razoável os valores de tensão de quebra de gel para outros tempos de repouso.

Não foi encontrado na literatura uma relação semelhante entre essas duas grandezas, mas sabe-se de antemão que tanto a evolução temporal do módulo elástico (MEWIS e WAGNER, 2009) quanto a evolução do valor da tensão limite de escoamento (BARNES, 1997) são formas de se mensurar o comportamento

tixotrópico de um material. Também se pode afirmar que a tensão de pico avaliada, também chamada de *tensão de overshoot*, pode ser associada ao valor da tensão limite de escoamento do fluido (LIDDEL e BOGER, 1996). Alguns autores observaram a evolução da TLE com o tempo de repouso, constatando que a tensão limite de escoamento aumenta com o tempo de repouso em materiais tixotrópicos (ALDERMAN et al., 1991) (HUYNH et al., 2005), mas sem associar esse comportamento à evolução dos valores do módulo elástico durante o envelhecimento do material. Coussot et al. (2002) argumentam que a dependência temporal da tensão limite de escoamento é uma característica intrínseca do comportamento tixotrópico de suspensões estruturadas, como é o caso dos fluidos de perfuração. Dessa maneira, faz sentido que os comportamentos qualitativos da tensão de pico e do módulo elástico ao longo do tempo sejam semelhantes, uma vez que eles representam o mesmo fenômeno: a evolução da tixotropia no fluido de perfuração.

4.1.3 Validação do procedimento de controle

Uma vez que a geometria de medição a ser utilizada e o tempo de repouso ao qual o fluido deve ser submetido são definidos, parte-se para a validação do procedimento de controle. Para tanto, é necessário que se tenha conhecimento dos conceitos de intervalo de confiança e incerteza de medição. O intervalo de confiança é uma forma de se estimar com um determinado grau de certeza – usualmente 95% - se um determinado valor de uma população se encontra dentro de um intervalo, sem a necessidade de se conhecer todos os valores que constituem essa população. Com o auxílio do intervalo de confiança, pode-se utilizar uma quantidade finita de dados, também conhecida como *amostra*¹⁸, para se estimar quaisquer outros valores dentro da população. Maiores detalhes a respeito da definição de *população*, *amostra* e *intervalo de confiança* são apresentados no Apêndice C. A incerteza de medição, por sua vez, é o intervalo dentro do qual os valores medidos pelo reômetro podem variar devido às características físicas do sistema. De forma semelhante ao intervalo de confiança, a incerteza de medição também é definida em

¹⁸ Não confundir *amostra estatística* com as amostras de fluidos de perfuração. O termo *amostra* é amplamente difundido na estatística e representa uma quantidade finita de elementos extraída de um conjunto maior, a *população*.

termos de uma confiabilidade de 95%. A incerteza de medição é composta pela incerteza tipo A, que se baseia em uma distribuição *t de Student* com elevado número de repetições de uma mesma medição, e pela incerteza tipo B, que é calculada a partir dos dados fornecidos pelos fabricantes dos equipamentos utilizados. Maiores detalhes a respeito do intervalo de confiança podem ser encontrados no Apêndice B.

Ensaio utilizando o procedimento de controle foram repetidos três vezes, de forma a avaliar se as curvas obtidas levam a intervalos de confiança percentuais iguais ou menores do que a incerteza de medição apresentada no Apêndice B. Caso os intervalos de confiança para os pontos mais críticos da curva de tensão em função do tempo sejam menores do que as incertezas de medição calculadas para o reômetro, pode-se garantir que os resultados obtidos para o procedimento de controle representam o mesmo fenômeno físico em todas as repetições do procedimento. Dessa forma, apresenta-se na Figura 27 a curva das médias das três repetições do procedimento de controle juntamente com as barras de erro, representando a magnitude do intervalo de confiança para cada ponto.

Como a incerteza de medição é definida para a tensão de pico e para a tensão final, comparam-se os intervalos de confiança com as incertezas de medição para essas duas tensões de cisalhamento. Assim, os valores dos intervalos de confiança para a tensão de pico e para a tensão final do procedimento de controle, bem como as incertezas de medição calculadas para as mesmas duas grandezas são apresentadas na Tabela 7.

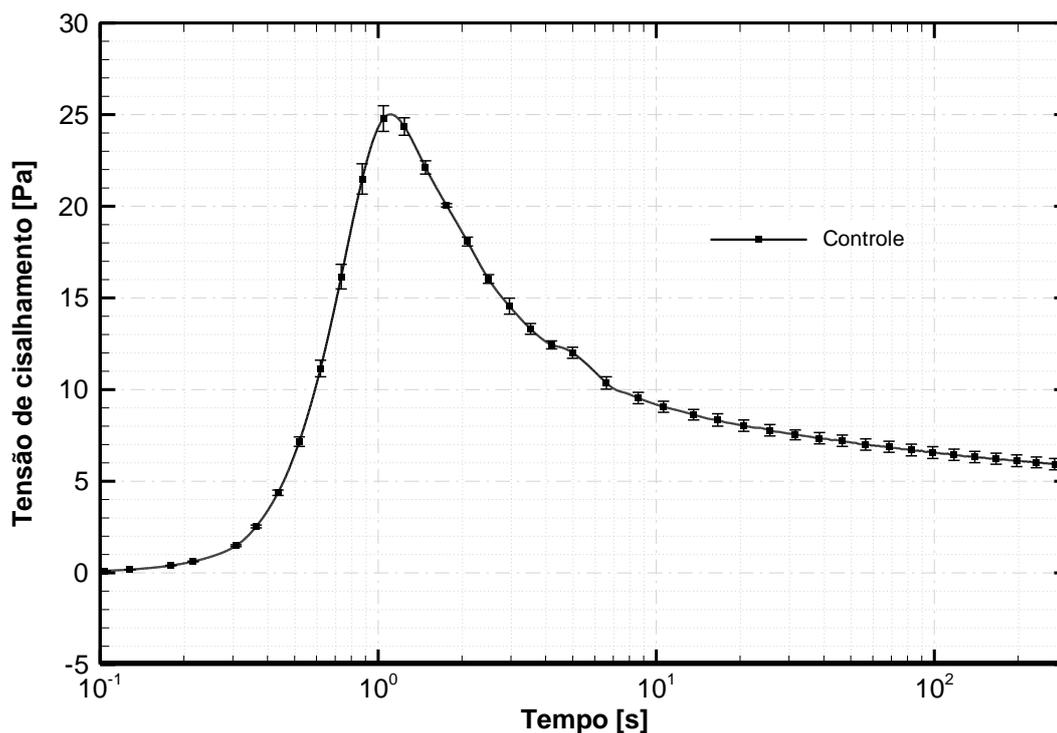


Figura 27 – Curva das médias de tensão de cisalhamento em função do tempo para três repetições do procedimento de controle com barras de erro representando o intervalo com 95% de confiança

Fonte: Autoria própria

Tabela 7 – Valores do intervalo de confiança e da incerteza de medição para as tensões de pico e final do procedimento de controle

	Intervalo de confiança	Incerteza de medição
Tensão de pico	2,822%	3,713%
Tensão final	5,015%	5,506%

Fonte: Autoria própria

Nota-se que os intervalos de confiança da tensão de pico e da tensão final são inferiores às suas respectivas incertezas de medição. Isso significa que as falhas de repetitividade do procedimento de controle não são necessariamente oriundas de erros fixos ou sistemáticos no procedimento, e sim de erros aleatórios que não podem ser eliminados (FOX et al., 2010). Dessa maneira, entende-se que o procedimento de controle pode ser utilizado como referência para avaliar a influência dos procedimentos de tratamento, conforme será apresentado na seção 4.1.4 a seguir.

4.1.4 Influência dos procedimentos de tratamento

Tendo-se o procedimento de controle bem definido, parte-se para a avaliação dos procedimentos de tratamento. Essa seção apresenta os resultados obtidos na avaliação da influência da geometria de medição, do método de inserção de amostra no reômetro e do pré-cisalhamento, conforme apresentado no Capítulo 3.

4.1.4.1 Geometria de medição

O primeiro procedimento de tratamento realizado foi a modificação da geometria de medição utilizada. Para tanto, repete-se um procedimento semelhante ao procedimento de controle, mas usando-se geometrias de medição diferentes das placas paralelas ranhuradas. Dessa forma, avaliou-se a curva de tensão de cisalhamento em função do tempo para os ensaios realizados com os cilindros coaxiais, com as placas paralelas jateadas e com o Vane. Assim como nas outras condições de ensaio que constituem esse trabalho, os testes foram repetidos três vezes de forma a avaliar o intervalo de confiança e verificar se existe repetitividade entre os resultados obtidos. A Figura 28 apresenta as curvas médias obtidas para as três repetições realizadas com as diferentes geometrias de medição, juntamente com as barras de erro representando a magnitude do intervalo de confiança para cada ponto.

Nota-se que a geometria de medição possui grande influência nos testes com rampas e patamares de taxas de deformação. Quando comparados com o procedimento de controle, ou seja, o teste com placas paralelas ranhuradas, nenhuma das geometrias apresentou resultados semelhantes. Os cilindros coaxiais, por exemplo, exibe comportamento típico de escorregamento de amostras, com pontos de inflexão intermediários até atingir o pico de tensões e com grandes intervalos de confiança devido às falhas de repetitividade nos ensaios. Apesar de atingir um ponto máximo, a curva de tensão de cisalhamento em função do tempo não evidencia a ocorrência de um pico de tensões tão pronunciado durante a rampa de taxas de deformação como ocorre no teste realizado com o procedimento de controle.

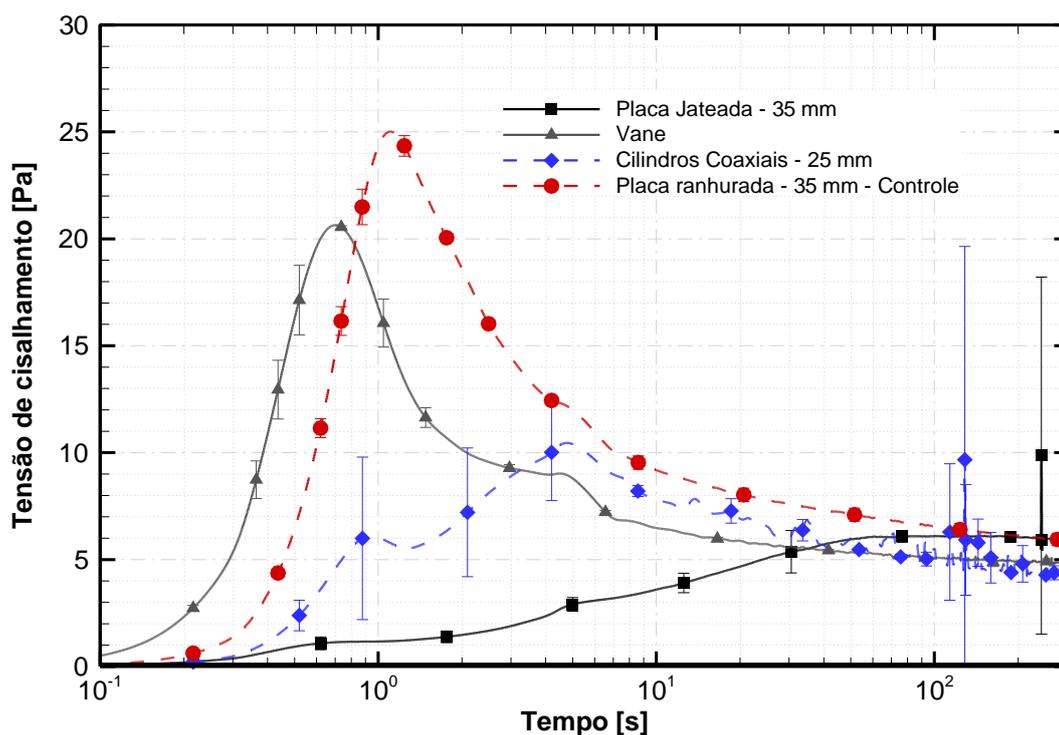


Figura 28 – Curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para testes com rampas e patamares de taxas de deformação com as geometrias placas paralelas jateadas, Vane, cilindros coaxiais e placas paralelas ranhuradas

Fonte: Autoria própria

Os ensaios realizados com as placas paralelas jateadas, por sua vez, não apresentam um pico de tensões evidente, mesmo que a tensão final seja equivalente à tensão final do procedimento de controle. Isso é, provavelmente, um efeito oriundo da separação de fases líquido-líquido que ocorre com o fluido BR-MUL 117 após longos tempos de repouso: ocorre uma quebra localizada da emulsão de água em óleo na região próxima ao sensor superior. Como o óleo é menos denso do que o resto do fluido, forma-se uma fina camada de óleo de baixa viscosidade sobre a amostra. Já que o sensor jateado apresenta baixa rugosidade quando comparado com o sensor ranhurado, que é capaz de penetrar a amostra até profundidades maiores do que a espessura da camada de óleo, o sensor jateado acaba cisalhando uma porção da amostra com viscosidade muito inferior à do resto do fluido. Todavia, não se sabe o motivo por que as placas jateada e ranhurada atingem o mesmo valor de tensão final. Uma hipótese para explicar esse fenômeno consiste em imaginar que o processo de cisalhamento a altas taxas de deformação induz a mistura do

fluido no espaçamento de medição, o que faz com que a camada superficial de óleo torne a se misturar com o resto do material.

A geometria Vane, por sua vez, apresenta resultados intrigantes: apesar de ser a única geometria a apresentar um pico de tensões tão pronunciado quanto o observado no procedimento de controle, esse pico ocorre cerca de 0,4 segundos antes do pico do procedimento de controle e com uma intensidade menor. Não se sabe ao certo a origem para esse comportamento. Dessa forma, recomenda-se que o sensor Vane seja utilizado para comparar resultados de outros testes feitos com o mesmo sensor, mas não com geometrias de medição tipo placas paralelas. Além disso, as grandes barras de erro no gráfico indicam que o sensor Vane não apresenta resultados tão bons em termos de repetitividade quanto a placa paralela ranhurada. Tendo em vista esses motivos, e lembrando que serão realizados ensaios com taxas de deformação mais altas – nas quais o sensor Vane passa a apresentar escoamentos secundários que prejudicam os resultados obtidos (BARNES e NGUYEN, 2001) – seleciona-se o sensor tipo placa ranhurada para a execução dos ensaios no presente trabalho.

Também foi realizada uma análise de variância para os valores máximos da tensão durante a rampa de deformação – a qual deve corresponder à tensão de pico nos testes com as geometria Vane e placas ranhuradas e ao valor de tensão ao fim da rampa para os cilindros coaxiais e placas jateadas – e para a tensão final, conforme apresentado no Capítulo 3. A Tabela 8 apresenta a ANOVA realizada para os valores das tensões de pico e final com as quatro geometrias de medição utilizadas. Nota-se que o fator F para a tensão de pico é cerca de 135 vezes superior a F crítico, evidenciando que pelo menos uma das médias é significativamente diferente das demais. O procedimento de Tukey-Kramer revelou que, nesse caso, nenhuma das médias é estatisticamente igual às demais. A ANOVA de um fator para a tensão final revelou que o parâmetro F é *apenas* 28 vezes maior do que F crítico, indicando que ao menos uma das médias é estatisticamente diferente das demais, mas que essa diferença não é tão significativa quanto à observada nas tensões de pico. O procedimento de Tukey-Kramer realizado nesse caso indicou que as tensões finais obtidas com as geometrias placas paralelas ranhuradas e jateadas são estatisticamente iguais, uma vez que a diferença mínima significativa foi calculada

como 0,501 Pa e a diferença observada entre as médias das tensões finais para essas duas tensões foi de 0,022 Pa, inferior à diferença mínima significativa.

Tabela 8 - Análise de variância de um fator para as tensões de pico e final obtidas com quatro diferentes geometrias de medição

Grandeza avaliada	Fonte da variação	F	F crítico
Tensão de pico	Entre as geometrias	552,872	4,066
Tensão Final	Entre as geometrias	115,543	4,066

Fonte: Autoria própria

4.1.4.2 Método de inserção de amostra

A avaliação do método de inserção da amostra no reômetro foi feita de forma direta: o procedimento de controle foi modificado, de forma que a amostra fosse inserida com o auxílio de uma seringa ao invés de uma espátula. Esse teste de tratamento foi então repetido três vezes e comparado com o procedimento de controle, de forma a verificar se existe alguma diferença estatística entre as tensões de pico e as tensões finais dos procedimentos de controle e de tratamento.

A Figura 29 ilustra as curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para os testes de rampas e patamares de taxas de deformação obtidos com inserção de amostra com espátula – o procedimento de controle – e com seringa – o procedimento de tratamento. Nota-se claramente que as duas curvas apresentam comportamento bastante parecido, tanto na tensão de pico quanto na tensão ao final da rampa de taxas de deformação. Percebe-se também que as barras de erro do procedimento de controle são um pouco menores do que as do teste com seringa. Isso indica que a inserção de amostra com espátula é mais eficiente do que a seringa em termos de repetitividade dos resultados. Todavia, as barras de erros das duas curvas se interceptam ao longo de todo o tempo de teste, o que indica que as curvas são estatisticamente iguais. Essa hipótese é confirmada pela análise de variância realizada com as tensões de pico e final, apresentadas na Tabela 9.

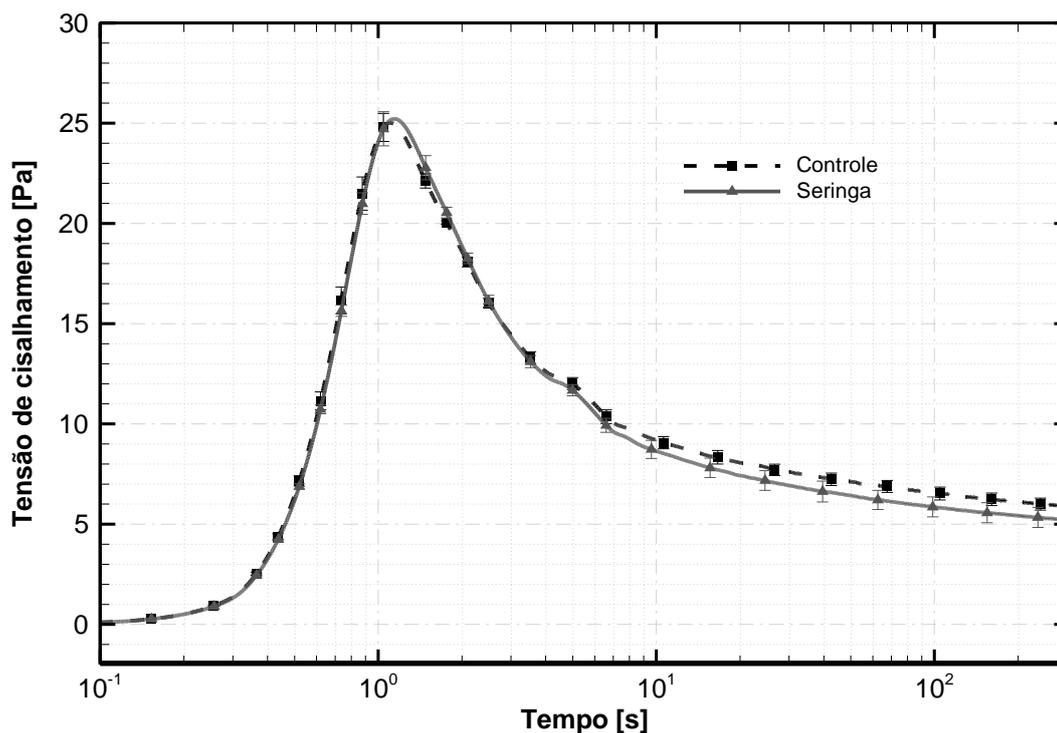


Figura 29 - Curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para testes com rampas e patamares de taxas de deformação com inserção de amostra com espátula e seringa

Fonte: Autoria própria

Tabela 9 - Análise de variância de um fator para as tensões de pico e final obtidas com inserção de amostra com espátula e seringa

Grandeza avaliada	Fonte da variação	F	F crítico
Tensão de pico	Entre grupos	0,024	7,709
Tensão final		6,542	7,709

Fonte: Autoria própria

Nota-se, a partir da avaliação da Tabela 9, que o fator F calculado é cerca de 320 vezes inferior ao fator F crítico para a ANOVA de um fator comparando as tensões de pico obtidas com inserção de amostra com espátula e seringa. Isso significa que essas grandezas são estatisticamente iguais a um nível de significância de 95%. A comparação da tensão final, por sua vez, indica que o fator F é cerca de 1,18 vezes inferior ao F crítico. Isso indica que as tensões finais também são estatisticamente iguais a um nível de significância de 95%, mas que as diferenças entre as tensões finais das duas condições de teste são maiores do que as

diferenças entre as tensões de pico das duas condições. Baseando-se nesses resultados, pode-se afirmar que o método de inserção de amostra não provoca nenhuma diferença estatística significativa no comportamento reológico do fluido de perfuração BR-MUL 117 para essas condições de teste.

4.1.4.3 Pré-cisalhamento

O pré-cisalhamento é um dos procedimentos de preparação de amostras que tem maior influência no comportamento reológico dos fluidos de perfuração. Conforme já apresentado no Capítulo 2, altas taxas de deformação impostas em geometrias com distribuição não homogênea de taxas de deformação podem levar à migração de partículas sólidas em suspensões não coloidais. Além disso, o simples cisalhamento das suspensões já induz a orientação dos sólidos ao longo das linhas de corrente, o que faz com que o material deixe de ser isotrópico. Esse fenômeno independe do tipo de geometria de medição utilizado: mesmo suspensões testadas em sensores do tipo cone-placa, que apresentam taxas de deformação constantes ao longo do raio do sensor, estão sujeitas a esse fenômeno, conforme demonstrado por Ponche e Dupuis (2005). Dessa forma, a utilização de um sensor cônico, o qual virtualmente possui uma distribuição homogênea de taxas de deformação ao longo do raio do sensor não eliminaria os efeitos oriundos do pré-cisalhamento em suspensões, mas tão somente os amenizaria.

Como a geometria de medição utilizada no procedimento de controle é a de placas paralelas ranhuradas, utiliza-se o mesmo sensor na avaliação dos efeitos do pré-cisalhamento. Dessa maneira, garante-se que as variações nos resultados desses tratamentos são oriundas do pré-cisalhamento realizado, e não das diferenças entre as geometrias de medição utilizadas. Foram testadas nove condições de pré-cisalhamento diferentes, combinando-se de forma fatorial três tempos de pré-cisalhamento – 60, 180 e 300 segundos – com três taxas de deformação: 50, 250 e 500 s^{-1} . Originalmente, pretendia-se utilizar uma taxa de 1000 s^{-1} ao invés de 500 s^{-1} , de forma a avaliar uma amplitude maior de taxas de deformação do que a que foi realizada. Todavia, observou-se que essa taxa era muito alta para o sensor tipo placa, fazendo com que uma grande quantidade de amostra fosse ejetada para fora do espaçamento de medição devido às intensas

forças centrífugas atuantes no material. A Figura 30 compara os perfis da amostra após o pré-cisalhamento a 500 s^{-1} (a) e 1000 s^{-1} (b), ambos com duração de 300 segundos. Quando se posiciona uma fonte de luz atrás do sensor, observa-se claramente a falta de amostra na condição de pré-cisalhamento mais intensa.

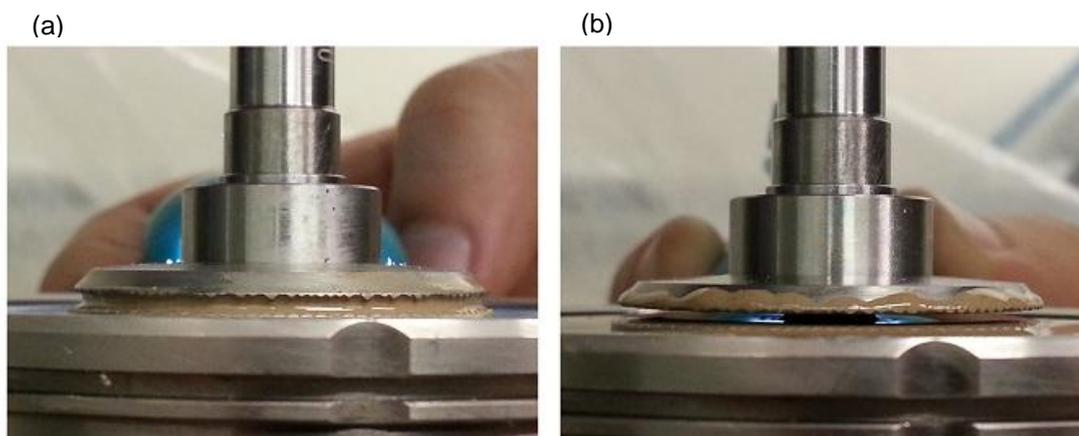


Figura 30 – Perfis das amostras do fluido BR-MUL 117 no reômetro após sofrerem pré-cisalhamento durante 300 segundos a 500 s^{-1} (a) e 1000 s^{-1} (b)

Fonte: Autoria própria

Quando se avaliam as curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para as nove condições de pré-cisalhamento, nota-se que o pré-cisalhamento possui influência significativa nos valores da tensão de pico e da tensão final. De maneira geral, quanto mais intenso o pré-cisalhamento, menores os valores de tensão de cisalhamento medidos para uma mesma taxa de deformação. Assim, o efeito do pré-cisalhamento é o *achatamento vertical* das curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo, conforme pode ser visualizado na Figura 31.

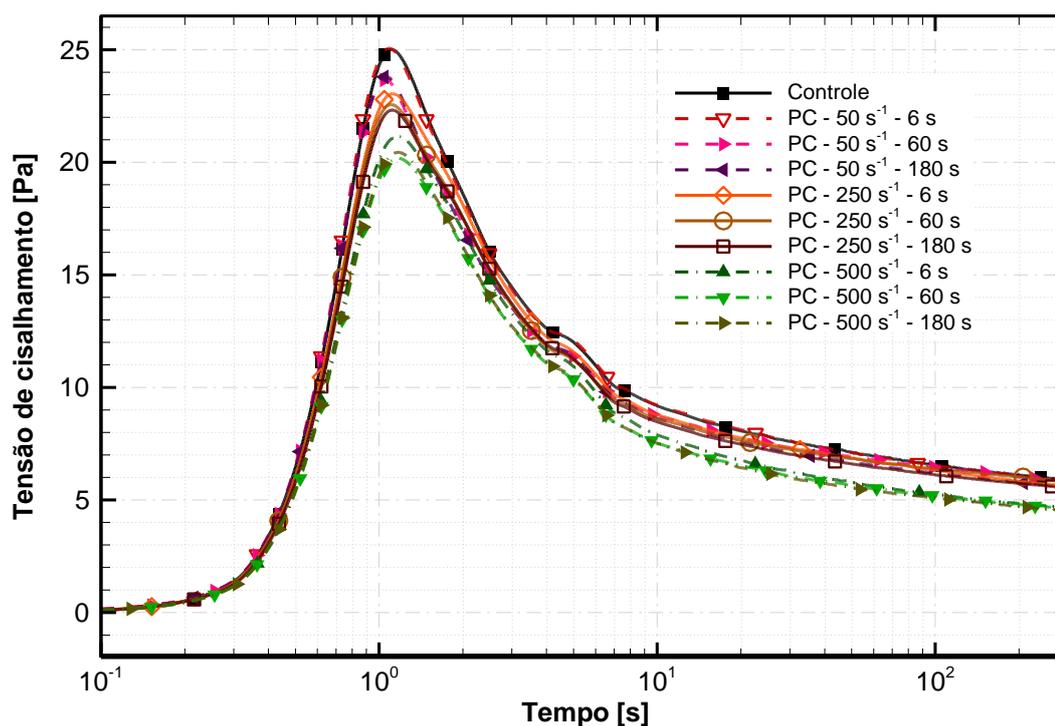


Figura 31 – Curvas de tensão de cisalhamento como função do tempo para os testes de controle e nove condições de pré-cisalhamento

Fonte: Autoria própria

A Figura 31 apresenta apenas as curvas médias de tensão de cisalhamento em função do tempo. Conforme já descrito no Capítulo 3, cada condição de teste foi repetida três vezes, e avalia-se as médias e os intervalos de confiança dos valores da tensão de cisalhamento para cada instante de tempo. Apresentam-se os valores médios juntamente com barras representando a magnitude do intervalo de confiança para o controle, para o tratamento de inserção de amostra com seringa bem como para todas as condições de pré-cisalhamento avaliadas na Figura 32. Dessa forma, percebe-se com maior nitidez o efeito do pré-cisalhamento na tensão de pico e na tensão final do fluido. Quanto mais intenso o pré-cisalhamento ao qual o fluido de perfuração é submetido, menores os valores da tensão de pico obtidos. Por outro lado, o efeito das condições de pré-cisalhamento nos valores da tensão final não é tão evidente como nas tensões de pico, sendo mais pronunciado apenas para os testes realizados com taxas de deformação de pré-cisalhamento de 500s^{-1} .

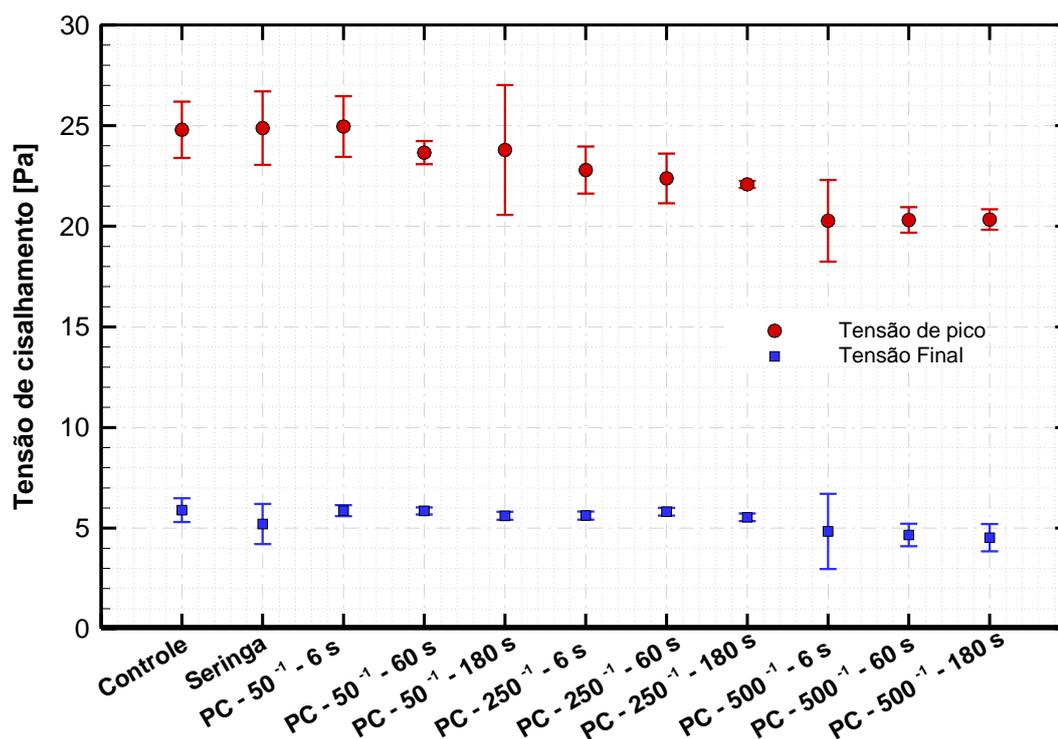


Figura 32 – Valores médios e magnitudes do intervalo de confiança das tensões de pico e final para as condições de controle, inserção de amostra com seringa e condições de pré-cisalhamento avaliadas

Fonte: Autoria própria

Entretanto, a simples avaliação visual da Figura 32 não é suficiente para que se meça com precisão o efeito do tempo e da taxa de deformação utilizados no pré-cisalhamento do material. Para atingir esse objetivo, lança-se mão de outra ferramenta estatística, a ANOVA de dois fatores. Esse procedimento é capaz de avaliar se existe alguma diferença estatística entre os valores médios de tensão de pico e de tensão final para as condições de pré-cisalhamento testadas, baseando-se nas dispersões dos dados ao redor de cada média. Maiores detalhes a respeito da ANOVA de dois fatores são apresentados no Capítulo 3 e no Apêndice C.

A Tabela 10 apresenta o resultado da ANOVA de dois fatores para as tensões de pico. Pode-se observar que o valor do parâmetro F para o tempo de pré-cisalhamento é inferior ao F crítico. Isso é um indicativo de que o tempo de pré-cisalhamento não causa diferenças estatísticas significativas nos valores médios das tensões de pico do material. Por outro lado, o valor de F para as diferentes taxas de deformação do pré-cisalhamento é cerca de 24 vezes superiores ao F crítico, o que

significa que pelo menos uma das médias avaliadas é estatisticamente diferente das demais quando se consideram as variações de taxa de deformação do pré-cisalhamento. Finalmente, a última linha da tabela indica que as interações entre o tempo e as taxas de deformação nas condições de pré-cisalhamento não causam diferenças estatísticas significativas nos valores médios das tensões de pico.

Tabela 10 - Resultado da ANOVA de dois fatores para a avaliação das tensões de pico nas nove condições de pré-cisalhamento testadas

Fonte da variação	F	F crítico
Tempo de pré-cisalhamento	1,656	3,555
Taxa de deformação do pré-cisalhamento	84,556	3,555
Interações entre tempo e taxa de deformação	1,319	2,928

Fonte: Autoria própria

Quando se utiliza o procedimento de comparação de médias de Tukey-Kramer, percebe-se que apenas as condições de pré-cisalhamento com taxas de deformação de 50 s^{-1} e tempos de 6, 60 e 180 segundos possuem tensões de pico estatisticamente iguais ao procedimento de controle. Todas as outras condições de pré-cisalhamento apresentaram médias estatisticamente diferentes do procedimento de controle, sem pré-cisalhamento. Isso é um resultado bastante interessante, pois indica que condições de pré-cisalhamento mais intensas – ou seja, com taxas de deformação maiores – modificam o comportamento reológico do material a ponto de alterar significativamente os valores da tensão limite de escoamento medida.

A Figura 33 representa os valores das médias das tensões de pico em função das taxas de deformação para os três tempos de pré-cisalhamento (a) e do tempo de pré-cisalhamento para as três taxas de deformação testadas (b). Nota-se que as tensões de pico sofrem grande influência da taxa de deformação utilizada no pré-cisalhamento, mas que o tempo de pré-cisalhamento não afeta tanto assim os valores obtidos para a tensão de pico, chegando a diferenças de 4,8% para o caso mais crítico. Entretanto, quando se comparam as tensões de pico em função do tempo de pré-cisalhamento para as diferentes taxas de deformação utilizadas, nota-se que as taxas de deformação fazem com que os valores obtidos para a tensão de pico sejam bastante diferentes entre si, chegando a diferenças de 23%.

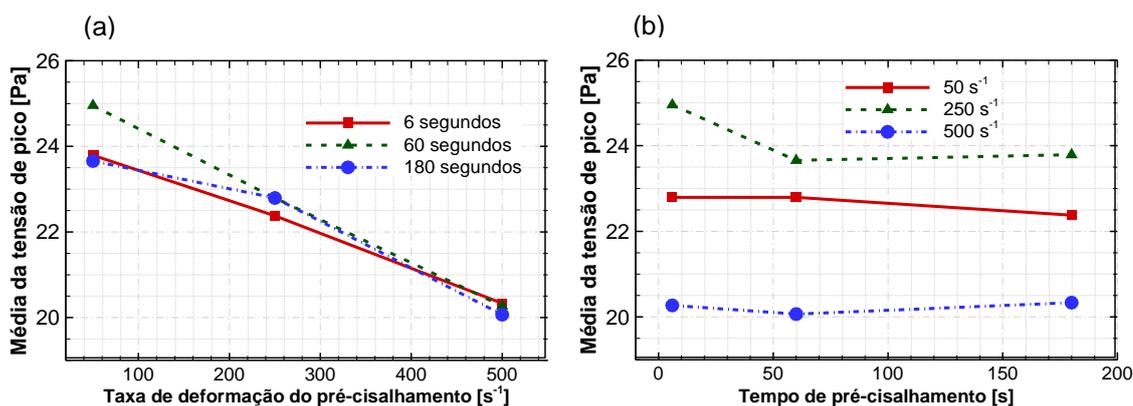


Figura 33 - Médias das tensões de pico para as diferentes condições de pré-cisalhamento em função da taxa de deformação do pré-cisalhamento (a) e do tempo de pré-cisalhamento (b)

Fonte: Autoria própria

Quando se observam os resultados obtidos para a tensão final apresentados na Tabela 11, nota-se que a influência do pré-cisalhamento nas tensões finais dos testes é bem menor do que na tensão de pico. O parâmetro F para o tempo de pré-cisalhamento é quase oito vezes menor do que o F crítico, indicando que todas as médias das tensões finais são estatisticamente iguais quando o tempo de pré-cisalhamento é variado. Quando se avalia a influência da taxa de deformação do pré-cisalhamento, nota-se que o parâmetro F é cerca de 12 vezes maior do que o F crítico, indicando que pelo menos uma das médias é estatisticamente diferente das demais. Finalmente, o parâmetro F é cerca de 3,5 vezes menor do que F crítico quando se avaliam as interações entre o tempo e a taxa de deformação na tensão final, indicando a ausência de diferenças significativas entre as médias quando se comparam a influência desses dois fatores.

Tabela 11 - Resultado da ANOVA de dois fatores para a avaliação das tensões finais nas nove condições de pré-cisalhamento testadas

Fonte da variação	F	F crítico
Tempo de pré-cisalhamento	0,449	3,555
Taxa de deformação do pré-cisalhamento	41,442	3,555
Interações entre tempo e taxa de deformação	0,833	2,928

Fonte: Autoria própria

As comparações de médias com o procedimento de Tukey-Kramer indicam que as únicas diferenças significativas entre as médias das tensões finais quando

comparadas com o procedimento de controle ocorrem nos testes com taxas de deformação de 500 s^{-1} e tempos de 6, 60 e 180 segundos, que são as condições com maiores taxas de deformação testadas. Isso está de acordo com os resultados da ANOVA de dois fatores realizada, que indica que a taxa de deformação do pré-cisalhamento é um fator muito mais influente nas tensões finais do que o tempo de pré-cisalhamento.

A Figura 34 apresenta os valores das médias das tensões finais em função das taxas de deformação para os três tempos de pré-cisalhamento (a) e do tempo de pré-cisalhamento para as três taxas de deformação testadas (b). Nota-se que as magnitudes dos efeitos do tempo e da taxa de deformação do pré-cisalhamento são bastante semelhantes. Todavia, percebe-se que ainda assim a taxa de deformação é mais significativa para os valores médios da tensão final do que o tempo de pré-cisalhamento. Enquanto a maior diferença percentual entre diferentes tempos de pré-cisalhamento é de 6,9% em (a), a maior diferença percentual entre diferentes taxas de deformação chega a 28% em (b).

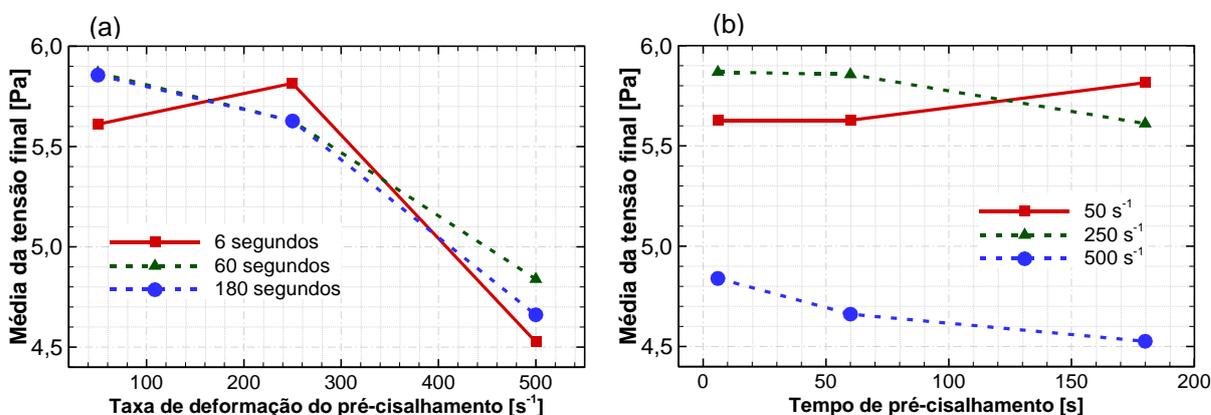


Figura 34 - Médias das tensões finais para as diferentes condições de pré-cisalhamento em função da taxa de deformação do pré-cisalhamento (a) e do tempo de pré-cisalhamento (b)

Fonte: Autoria própria

Essa variação nos valores da tensão de pico medida e da tensão final medidas é, muito provavelmente, resultado da migração de partículas sólidas induzidas pelo pré-cisalhamento. Não se pode afirmar com certeza que o pré-cisalhamento induziu a migração de sólidos porque o fluido de perfuração utilizado na execução desse

projeto é bastante opaco, e por esse motivo não foi possível utilizar as ferramentas de visualização de escoamento disponíveis no laboratório. A Figura 35 ilustra os fenômenos de migração de partículas sólidas e os seus efeitos na reometria de suspensões em sensores do tipo placas paralelas.

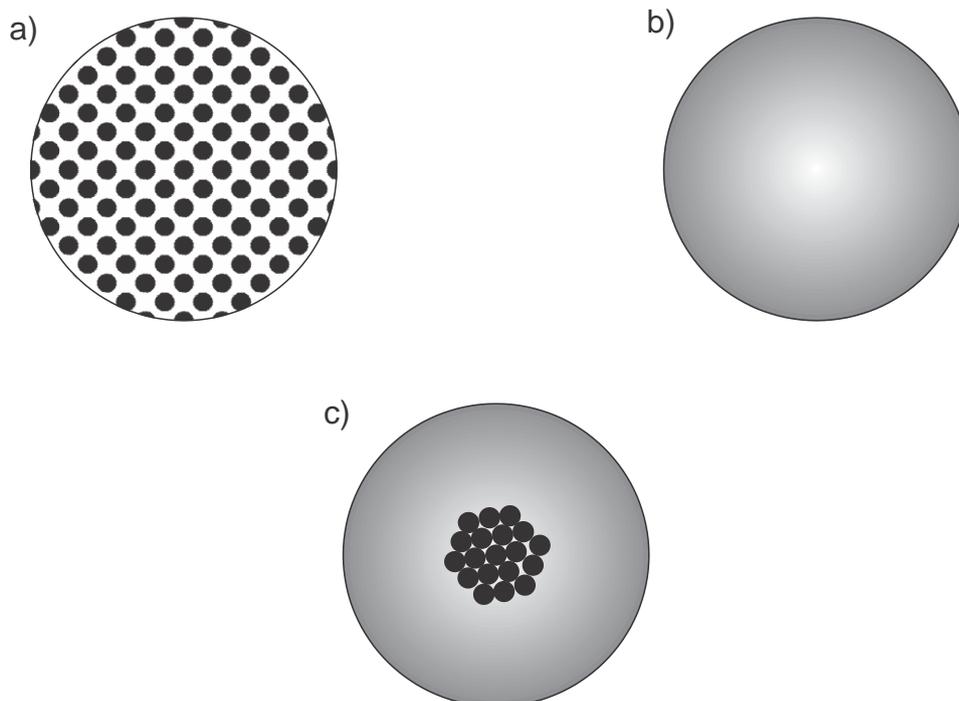


Figura 35 – Representação esquemática da distribuição homogênea de sólidos no espaçamento de medição (a), do gradiente de taxas de deformação numa geometria placa-placa (b) e da migração de sólidos resultante do gradiente de taxas de deformação (c)

Fonte: Autoria própria

No início do teste, antes do pré-cisalhamento, todas as partículas de bentonita se encontram homogeneamente dispersas na amostra, como mostrado em (a). Todavia, existe um gradiente de taxas de deformação ao longo do raio do sensor, como ilustrado em (b), em que as regiões com maiores taxas de deformação são representadas pelas cores mais escuras, enquanto que as zonas centrais com menores taxas de deformação atuantes são representadas pelas cores mais claras. Quando as partículas são submetidas a esse gradiente de taxas de deformação, ocorre um fluxo migratório de partículas em direção ao centro da geometria de

medição, aumentando a concentração de sólidos nessa região e diminuindo a concentração nas regiões mais externas do sensor, como mostrado em (c).

Conforme dedução apresentada no Apêndice A, a distribuição de taxas de deformação em uma geometria tipo placas paralelas é dada pela equação (18), na qual $\dot{\gamma}_R$ é a taxa de deformação no raio mais externo R , r é o raio no qual se deseja avaliar a taxa de deformação $\dot{\gamma}_r$, W é a velocidade angular e H é a altura do espaçamento de medição. Nota-se, a partir dessa equação, que o gradiente de taxas de deformação é linear ao longo do raio do sensor.

$$\dot{\gamma}_r = \frac{\dot{\gamma}_R r}{R} = \frac{rW}{H} \quad (18)$$

Como as taxas de deformação são mais intensas próximas à borda externa do sensor, o fluido que se encontra nessas regiões mais externas possui uma influência maior na viscosidade e, conseqüentemente, na tensão de cisalhamento medidas. A viscosidade é calculada a partir do torque medido, conforme a equação (19) deduzida no Apêndice A. Nessa equação, R é o raio externo do sensor, $\eta(\dot{\gamma}_R)$ é a viscosidade medida no raio externo do sensor e T é o torque medido pelo transdutor do reômetro.

$$\eta(\dot{\gamma}_R) = \frac{(T/2\pi R^3)}{\dot{\gamma}_R} \left[3 + \frac{d \ln(T/2\pi R^3)}{d \ln \dot{\gamma}_R} \right] \quad (19)$$

Percebe-se, dessa forma, que a viscosidade medida pelo reômetro leva em consideração a porção de fluido próxima às bordas do sensor, onde $r=R$. Assim, à medida que as partículas migram para as regiões centrais do sensor as porções mais próximas às bordas ficam com uma menor fração volumétrica e, conseqüentemente, apresentam menor viscosidade conforme descrito por Coussot (2005). Entende-se que esse seja o motivo pelo qual as tensões de cisalhamento medidas são menores quanto mais intenso o processo de pré-cisalhamento.

Conforme já descrito, não há evidências experimentais da ocorrência de migração de partículas no presente trabalho. Como o fluido de perfuração é muito opaco, não é possível visualizar o gradiente de concentração de partículas após o pré-cisalhamento. Todavia, foi possível observar um dos efeitos do gradiente de taxas de deformação na amostra. Como já citado, o fluido BR-MUL 117 tende a apresentar uma separação de fases líquido-líquido resultante da quebra da emulsão do óleo na matriz aquosa após algumas horas em repouso. Um ensaio de cisalhamento a longos tempos foi conduzido com o sensor tipo placa jateada, que não apresenta as ranhuras características da placa ranhurada. O fluido foi submetido a uma varredura oscilatória ao longo do tempo durante 32 horas, e ao final desse período um patamar de taxas de deformação de 50s^{-1} foi imposto durante 30 minutos. Os resultados desse ensaio não foram conclusivos, mas observou-se a separação de fases líquido-líquido e o acúmulo de óleo na região central da amostra, como pode ser observado na Figura 36. Essa mancha de óleo na região central é um indicativo de que as taxas de deformação nessa região são menores do que no resto da amostra e são suficientemente baixas para evitar a mistura do óleo com o resto do fluido, como ocorreu nas regiões mais próximas às bordas do sensor.

Os reômetros foram desenvolvidos para a avaliação de propriedades de fluidos não newtonianos homogêneos, e não para suspensões. Qualquer geometria de medição além do cone-placa apresenta gradientes de taxas de deformação, o que induz à migração de sólidos e à descaracterização estrutural da suspensão. Porém, a maior parte das suspensões não pode ser testada em geometrias tipo cone-placa porque essas geometrias exigem espaçamentos de medição muito pequenos para que se possa considerar que as taxas de deformação são constantes ao longo do raio do cone. Esses espaçamentos são tão pequenos (no caso dos sensores cônicos disponíveis no laboratório, chegam a 0,105 mm) que impedem que os fluidos de perfuração sejam testados por não satisfazerem a condição de um espaçamento de medição superior a 10 vezes o tamanho das maiores partículas em suspensão (MACOSKO, 1994; SCHRAMM, 1994).



Figura 36 – Amostra de fluido de perfuração BR-MUL 117 após ser submetida a uma varredura oscilatória ao longo do tempo com amplitude de deformações de 0,001 durante 32 horas seguida por um patamar de taxas de deformação de 50 s^{-1} durante 30 minutos

Fonte: Autoria própria

Mesmo que não seja possível provar experimentalmente que a migração de sólidos ocorre, é possível se afirmar por ora que os procedimentos de pré-cisalhamento realmente alteram o comportamento reológico de fluidos de perfuração. Por esse motivo, não é interessante que se utilize o pré-cisalhamento em ensaios reológicos feitos com fluidos de perfuração base óleo: se esse procedimento altera o comportamento do material, é mais interessante que se iniciem os testes com uma condição de homogeneidade estrutural conhecida. Assim, ratifica-se a informação predita por Mahaut et al. (2008) de que não se deve utilizar pré-cisalhamento em fluidos de perfuração.

Diversos autores recomendam o uso de pré-cisalhamento seguido por um tempo de repouso em fluidos tixotrópicos com o objetivo de atingir um estado inicial

controlável da estrutura do material (BARNES, 1997; COUSSOT et al., 2002). Nguyen e Boger (1985), Cloitre et al. (2000) e Derec et al. (2000), inclusive, utilizam o pré-cisalhamento em suspensões coloidais e não-coloidais em diversas geometrias de medição. Dessa forma, entende-se que o pré-cisalhamento é um procedimento amplamente difundido na comunidade científica. Todavia, esse processo deve ser utilizado com cautela, uma vez que se provou que as diferentes condições de pré-cisalhamento podem alterar o comportamento reológico do material.

4.1.5 Considerações finais sobre a metodologia de preparação de amostras de fluidos de perfuração

Após a análise dos resultados obtidos, pode-se concluir que alguns procedimentos realizados com as amostras de fluidos de perfuração base óleo influenciam de forma significativa os resultados obtidos. A geometria de medição mais adequada em termos de prevenção de escorregamento de amostras são as placas paralelas ranhuradas. Isso foi confirmado mais tarde, quando se realizaram repetições do procedimento de controle com outras geometrias de medição, e notou-se que de fato os resultados mais consistentes foram obtidos justamente com a placa ranhurada.

Também se observou através das varreduras oscilatórias ao longo do tempo que existe um intervalo finito de tempo no qual os valores do módulo elástico do material se encontram aproximadamente constantes. Dessa forma, para o fluido utilizado no presente trabalho, os ensaios de determinação da tensão limite de escoamento devem ser realizados dentro do intervalo entre 3000 e 5000 segundos para que se garanta que os efeitos de recuperação tixotrópica não sofrerão influência dos efeitos de separação de fases por sedimentação e por quebra de emulsão. Também foi possível observar uma relação entre as tensões de quebra de gel após diferentes tempos de repouso e a evolução do módulo elástico ao longo do tempo de repouso, com desvio máximo de cerca de 18%. O tempo de envelhecimento ótimo foi selecionado como 4200 segundos.

Quando se avaliam os efeitos do pré-cisalhamento, notou-se que esse procedimento tende a diminuir os valores medidos de tensão de cisalhamento quanto mais intensas as condições de pré-cisalhamento. Também se observou, através da ANOVA de dois fatores, que a taxa de deformação do pré-cisalhamento é um fator mais decisivo do que o tempo de pré-cisalhamento quando se avaliam os efeitos nas tensões de cisalhamento medidas. Uma hipótese foi proposta para explicar esse fenômeno: o pré-cisalhamento induz a migração de partículas sólidas para as regiões centrais da amostra, diminuindo os valores medidos da tensão de cisalhamento e da viscosidade dinâmica.

4.2 Avaliação da tensão limite de escoamento

A partir do momento em que se tem a metodologia para preparação de amostras de fluidos de perfuração bem definida, utiliza-se essa mesma metodologia para preparar as amostras a serem utilizadas em ensaios de avaliação da tensão limite de escoamento. Dois métodos principais serão estudados nessa seção: a construção de curvas de equilíbrio com posterior ajuste das equações de Bingham e de Herschel-Bulkley, e os testes de fluência múltipla.

4.2.1 Construção da curva de equilíbrio

Conforme já descrito no Capítulo 3, um dos métodos mais utilizados para a avaliação da tensão limite de escoamento dinâmica é a construção de curvas de equilíbrio a partir dos resultados com taxas de deformação constante. Quando uma taxa de deformação constante é aplicada em um material tixotrópico, espera-se que os valores medidos de tensão de cisalhamento e de viscosidade aparente diminuam com o tempo até entrar em regime permanente.

Todavia, observa-se que as tensões de cisalhamento não atingem um valor em regime permanente para o fluido BR-MUL 117 mesmo quando ele é submetido a tempos de cisalhamento tão longos quanto 58 horas. Notou-se, a partir de ensaios nos quais se monitorou o comportamento do fluido após longos tempos de cisalhamento, que a tensão de cisalhamento decresce continuamente até que, em determinado momento, passa a apresentar oscilações. Essas oscilações são mais intensas em testes nos quais a taxa de deformação do patamar é mais alta, e

passam a ser mais evidentes após cerca de 1000 segundos de cisalhamento, conforme pode ser observado na Figura 37.

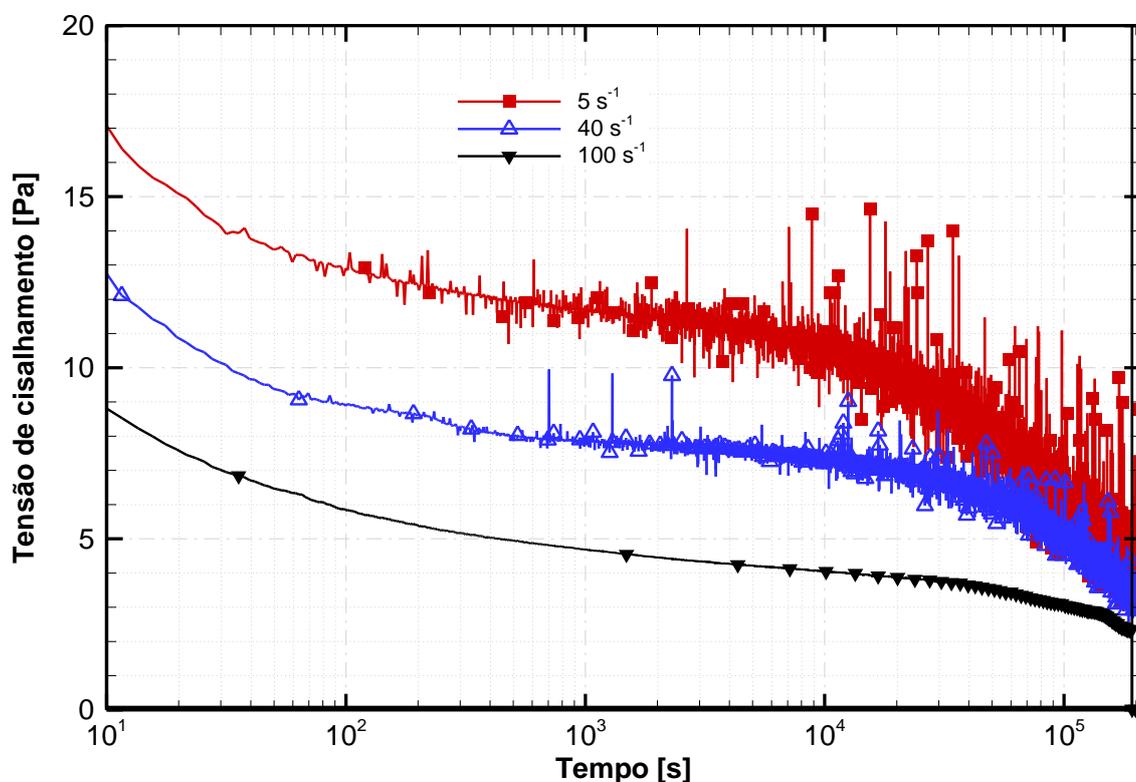


Figura 37 - Curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo para patamares de taxas de deformação de 5, 40 e 100 s⁻¹ ao longo de 58 horas

Fonte: Autoria própria

Mendes (2013) sugere que o decréscimo da taxa de deformação sob cisalhamento se deve à decantação de sólidos durante o teste. Outra hipótese para explicar esse fenômeno é a contínua migração de sólidos para as regiões centrais da amostra induzidas pelo cisalhamento constante, conforme discutido na seção 4.1.4.3. Uma evidência experimental para suportar essa hipótese é o acréscimo do gradiente de tensão de cisalhamento ao longo do tempo com o acréscimo da taxa de deformação imposta, conforme pode ser observado na Figura 37. Quanto maior a taxa de deformação imposta, mais intenso é o decaimento dos níveis de tensão após tempos acima de 10⁴ segundos.

É importante que se tenha em mente que os resultados dos testes com taxas de deformação constantes são utilizados para o levantamento da curva de

escoamento dinâmica do fluido de perfuração: cada par taxa de deformação aplicada-tensão de cisalhamento observada corresponde a um ponto da curva de escoamento. Entretanto, o decaimento contínuo da tensão de cisalhamento para uma taxa de deformação constante faz com que não se obtenha um único par tensão de cisalhamento/taxa de deformação, e sim valores distintos de tensão de cisalhamento para a mesma taxa de acordo com o tempo ao qual a amostra foi cisalhada. Assim, entende-se que a construção da curva de equilíbrio para fluidos de perfuração é mais complexa do que para outros materiais, uma vez que a curva de *equilíbrio* nesse caso depende do tempo ao qual as amostras foram submetidas às taxas de deformação constantes.

Tendo isso em vista, deve-se limitar o tempo ao qual os fluidos são cisalhados à janela de tempo hábil para ensaio discutida na seção 4.1.2. Naquela etapa do projeto, determinou-se que o módulo elástico do fluido BR-MUL 117 encontra-se aproximadamente estabilizado entre 3500 e 6000 segundos. Como o tempo de repouso ao qual os fluidos foram submetidos é o mesmo utilizado no procedimento de controle para preparação de amostras, 4200 segundos, restam 1800 segundos para os quais se pode garantir que o material encontra-se satisfatoriamente homogêneo. Dessa forma, limita-se o tempo de cisalhamento a 1800 segundos para os testes de patamares de taxas de deformação constantes para construir as curvas de equilíbrio. Avaliam-se os valores da tensão de cisalhamento após 300, 600, 900, 1200, 1500 e 1800 segundos para as seguintes taxas de deformação: 0,1; 0,5; 1; 5; 10 e 50 s⁻¹.

A Figura 38 apresenta as curvas de tensão de cisalhamento como função do tempo de cisalhamento para os testes de rampas com duração de cinco segundos e patamares de taxas de deformação às diferentes taxas avaliadas. Cada curva dessas é calculada com a média das três repetições realizadas com cada condição de teste. Nota-se que quanto maior a taxa de deformação final da rampa, menor é o tempo necessário para a quebra do gel. Observa-se que os valores de tensão de cisalhamento medidos decrescem continuamente ao longo dos 1800 segundos do patamar de taxas de deformação para todas as taxas de deformação avaliadas.

As tensões de pico observadas na Figura 38 podem ser interpretadas como uma medida da tensão limite de escoamento estática. A maior parte dos autores

recomenda que esse tipo de medição seja realizada com patamares de taxas de deformação de no máximo 10^{-2} s^{-1} (OVARLEZ e CHATEAU, 2008; YANG et al., 1986) por apresentar boa concordância com a tensão limite de escoamento medida em testes com controle de tensões de cisalhamento. Entretanto, mesmo que as taxas de deformação aplicadas nessa etapa do trabalho sejam significativamente maiores do que 10^{-2} s^{-1} , é possível entender os valores da tensão de pico – que variam com a taxa de deformação final da rampa – como estimativas da tensão limite de escoamento estática para essas condições. Até atingir o pico de tensões, a tensão de cisalhamento apresenta comportamento aproximadamente linear, o que indica que as tensões elásticas são predominantes da resposta do material. No momento em que se atinge o pico de tensões, as estruturas elásticas estão tão estiradas que não são mais capazes de suportar as deformações impostas, e o fluido passa a escoar e apresentar comportamento predominantemente viscoso. Isso está de acordo com a definição da tensão limite de escoamento estática, na qual os efeitos viscosos passam a ser mais significativos quando comparados aos elásticos.

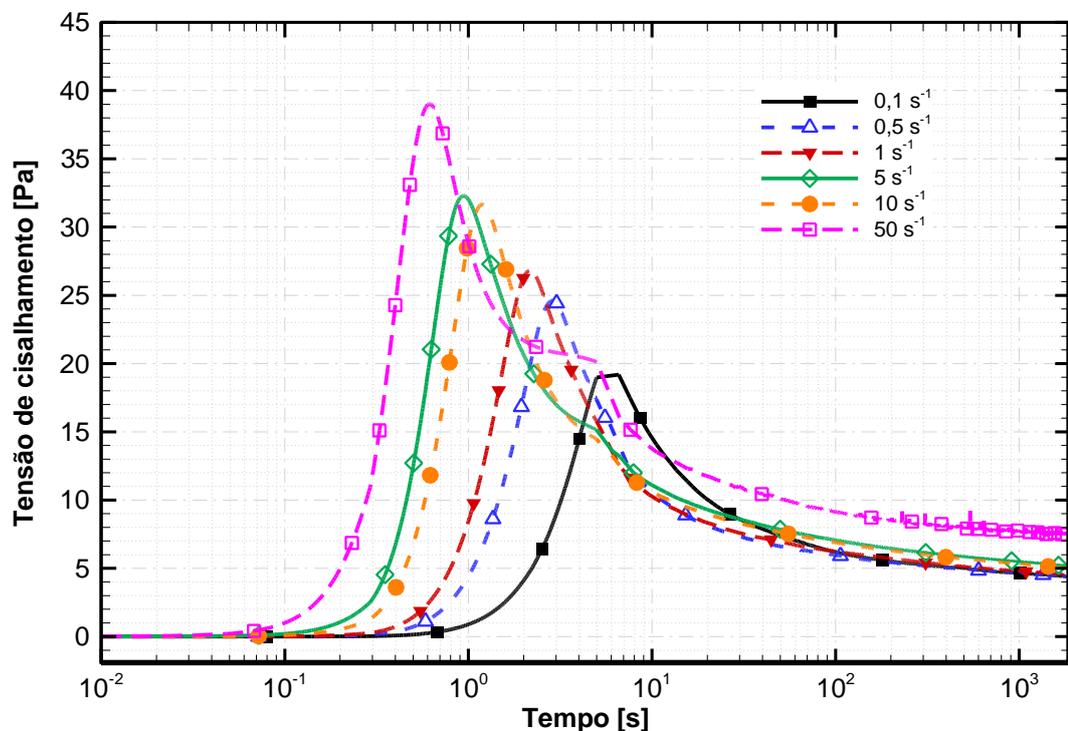


Figura 38 - Curvas de tensão de cisalhamento como função do tempo de cisalhamento para os testes de rampas e patamares de taxas de deformação com duração de 1800 segundos a diferentes taxas

Fonte: Autoria própria

Quanto menor a taxa de deformação final da rampa, menos abrupta é a excitação externa imposta ao fluido, e dessa forma as estruturas elásticas do material acabam tendo mais tempo de se acomodar em resposta à taxa imposta. Por essa razão, menores taxas de deformação finais da rampa atrasam o pico de tensão quando comparadas aos ensaios com maiores taxas de deformação. Por esse mesmo motivo, os valores dos picos de tensão acabam sendo menores para as menores taxas de deformação impostas: quanto mais rápido o aparecimento do pico de tensões, menor o tempo disponível para o relaxamento elástico de tensões de cisalhamento, e assim a intensidade do pico de tensões acaba sendo maior. Isso é um dos efeitos da dependência temporal dos efeitos elásticos: caso o experimento de determinação da TLE tenha uma escala de tempo diferente da escala de tempo característica da relaxação elástica do material, os valores observados para a TLE estática podem ser bastante divergentes. Esse fenômeno pode ser observado nessa série de experimentos, nos quais as tensões de pico variam de 19 Pa para a taxa de $0,1\text{s}^{-1}$ até 39 Pa para a taxa de 50s^{-1} .

Assim, nesse caso é importante apenas que se tenha em mente que os valores das tensões de pico representam a tensão necessária para a quebra de gel do material para cada valor final da rampa de taxas de deformação, e que são uma forma de se mensurar a tensão limite de escoamento estática nessas condições específicas. Como já foi discutido na revisão bibliográfica, a tensão limite de escoamento não é uma propriedade imutável do material, mas depende das condições estruturais do fluido e das características do teste utilizado para a sua determinação.

Também é interessante que se observe as curvas de tensão em função da deformação, apresentadas na Figura 39. Nota-se que as quebras de gel ocorrem com deformações entre 0,2 e 0,6, mas que o valor da deformação para a quebra do gel varia de acordo com a taxa de deformação final da rampa. Esse comportamento é diferente do observado por Andrade et al. (2013) e da Cruz et al. (2013), em que a quebra do gel ocorreu sempre à mesma deformação de 0,45 quando o fluido de perfuração BR-MUL 116 – que apresenta características semelhantes às do BR-MUL 117 - foi submetido a testes de rampas e patamares de taxas de deformação. Entretanto, é possível que a fonte de divergência dos resultados seja a metodologia

de preparação de amostras utilizada: os ensaios realizados no presente trabalho foram realizados com placas paralelas ranhuradas, sem pré-cisalhamento e com tempo de repouso suficiente para a total recuperação tixotrópica do material, enquanto que Andrade et al. (2013) e da Cruz et al. (2013) utilizaram placas jateadas, pré-cisalhamento intenso e com cinco minutos de repouso. Andrade et al. (2014) observaram que quebra do gel ocorre na mesma deformação crítica $\gamma = 0,56$ para testes com rampas de taxas de deformação de 0,1 e 5 s^{-1} com diferentes tempos de duração para o fluido BR-MUL 117, com sensores ranhurados, intenso pré-cisalhamento e cinco minutos de repouso. Deformações críticas para a quebra do gel também foram observadas por Hou (2012) em óleos parafínicos, que apesar de serem materiais diferentes dos fluidos de perfuração também apresentam características viscoelastoplásticas e dependentes do tempo.

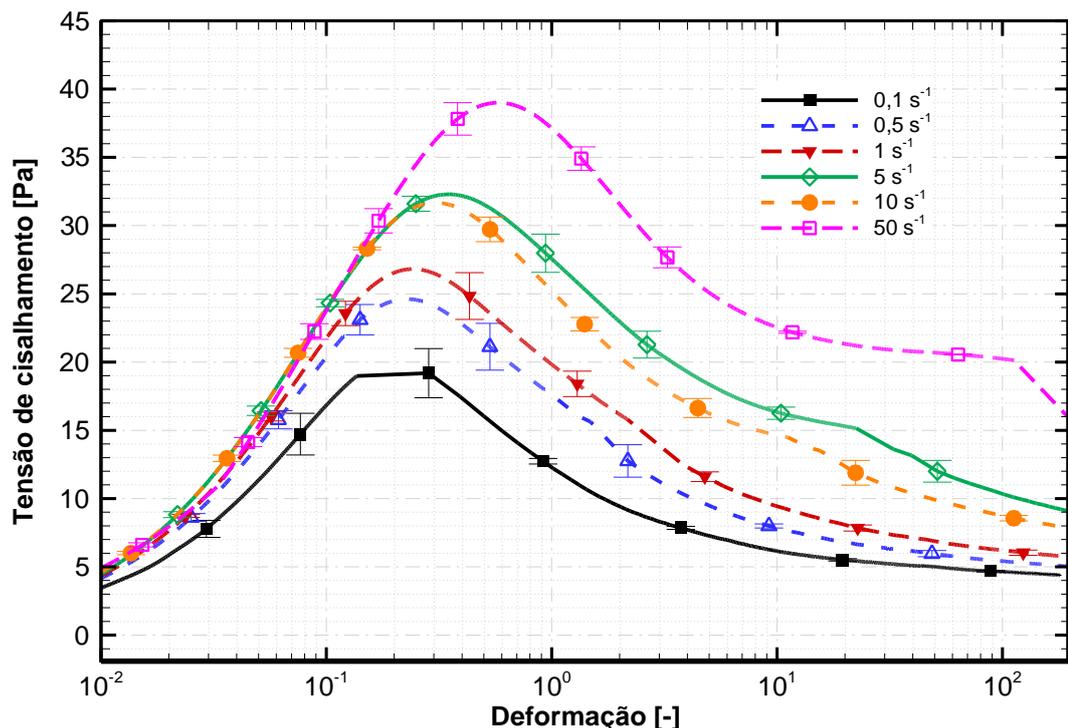


Figura 39 - Curvas de tensão de cisalhamento como função da deformação para os testes de rampas e patamares de taxas de deformação com duração de 1800 segundos a diferentes taxas

Fonte: Autoria própria

Quando se avaliam os valores da tensão de cisalhamento após diversos tempos de cisalhamento para as diferentes taxas de deformação testadas, é possível construir as curvas de equilíbrio do material para cada tempo de cisalhamento. Essas curvas são apresentadas na Figura 40, na qual se observa claramente que existe uma diferença considerável entre as curvas de *equilíbrio* para cada tempo de cisalhamento. Como cada condição de teste foi repetida três vezes, é possível avaliar se existe alguma diferença estatisticamente significativa entre as tensões de cisalhamento medidas para cada tempo de cisalhamento ao nível de significância de 95% através de uma ANOVA de um fator, cujos resultados são resumidos na Tabela 12.

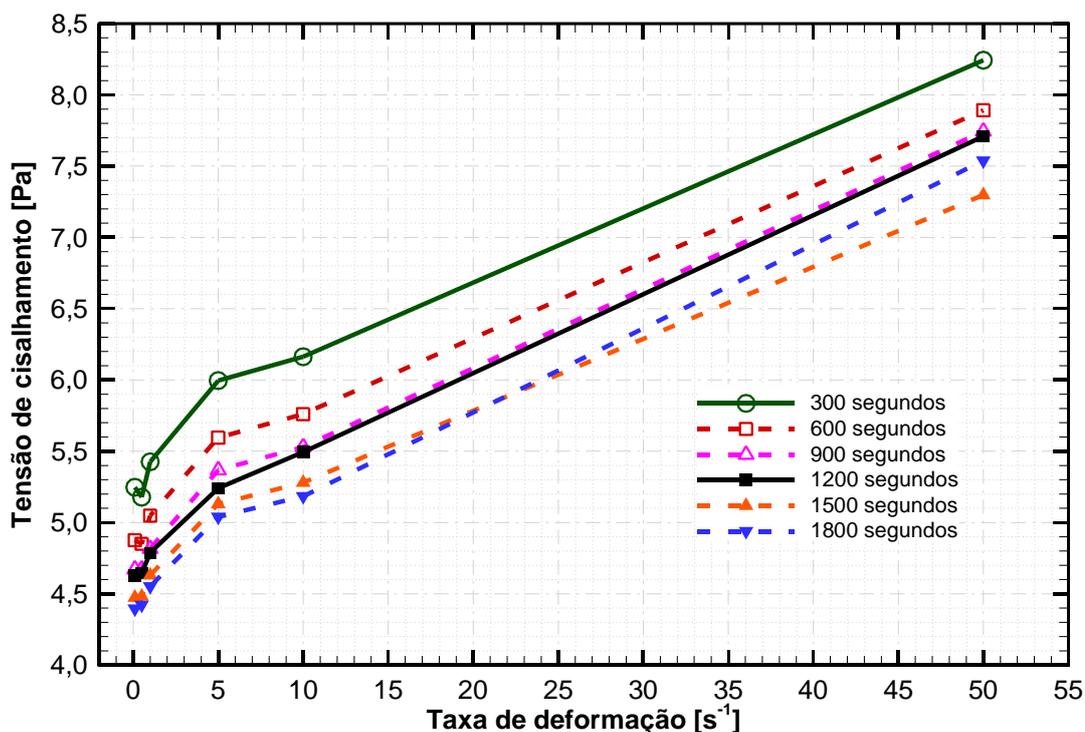


Figura 40 – Curvas de equilíbrio construídas a partir de valores de tensão de cisalhamento obtidos em patamares de taxas de deformação após diferentes tempos sob cisalhamento

Fonte: Autoria própria

Tabela 12 – Resultados da ANOVA de um fator realizada para comparar os valores de tensão de cisalhamento obtidos com diferentes taxas de deformação entre os tempos sob cisalhamento avaliados

Taxa de deformação	Fonte de variação	F	F crítico
0,1	Entre os tempos de cisalhamento	47,939	3,105
0,5		10,923	
1		12,460	
5		25,028	
10		15,743	
50		14,153	

Fonte: Autoria própria

Através da análise da Tabela 12, nota-se que os parâmetros F para todas as taxas de deformação testadas são superiores a F crítico. Conclui-se, dessa forma, que para todas as taxas de deformação testadas existe uma diferença estatisticamente significativa para os valores de tensão de cisalhamento medidos após os diferentes tempos de cisalhamento avaliados.

Nota-se que os fatores F para todas as taxas de deformação avaliadas são superiores ao F crítico, o que indica que pelo menos um dos valores de tensão de cisalhamento para cada taxa de deformação é estatisticamente diferente dos demais. De modo a avaliar quais pares de médias de tensão de cisalhamento são diferentes entre si, utiliza-se o procedimento de comparação de médias de Tukey-Kramer. Para cada patamar de taxa de deformação, comparam-se as tensões de cisalhamento medidas para cada tempo duas a duas, para verificar se as tensões medidas são estatisticamente iguais ou diferentes para patamar de taxas de deformação nos diferentes tempos avaliados em cada patamar. Como foram avaliadas seis taxas de deformação diferentes após seis intervalos de tempo, obtém-se 90 pares de tensões de cisalhamento comparáveis. Tendo em vista a dificuldade de se apresentar essa quantidade de resultados em forma numérica – foram realizadas 90 comparações - apresentam-se os resultados em forma gráfica na Figura 41.

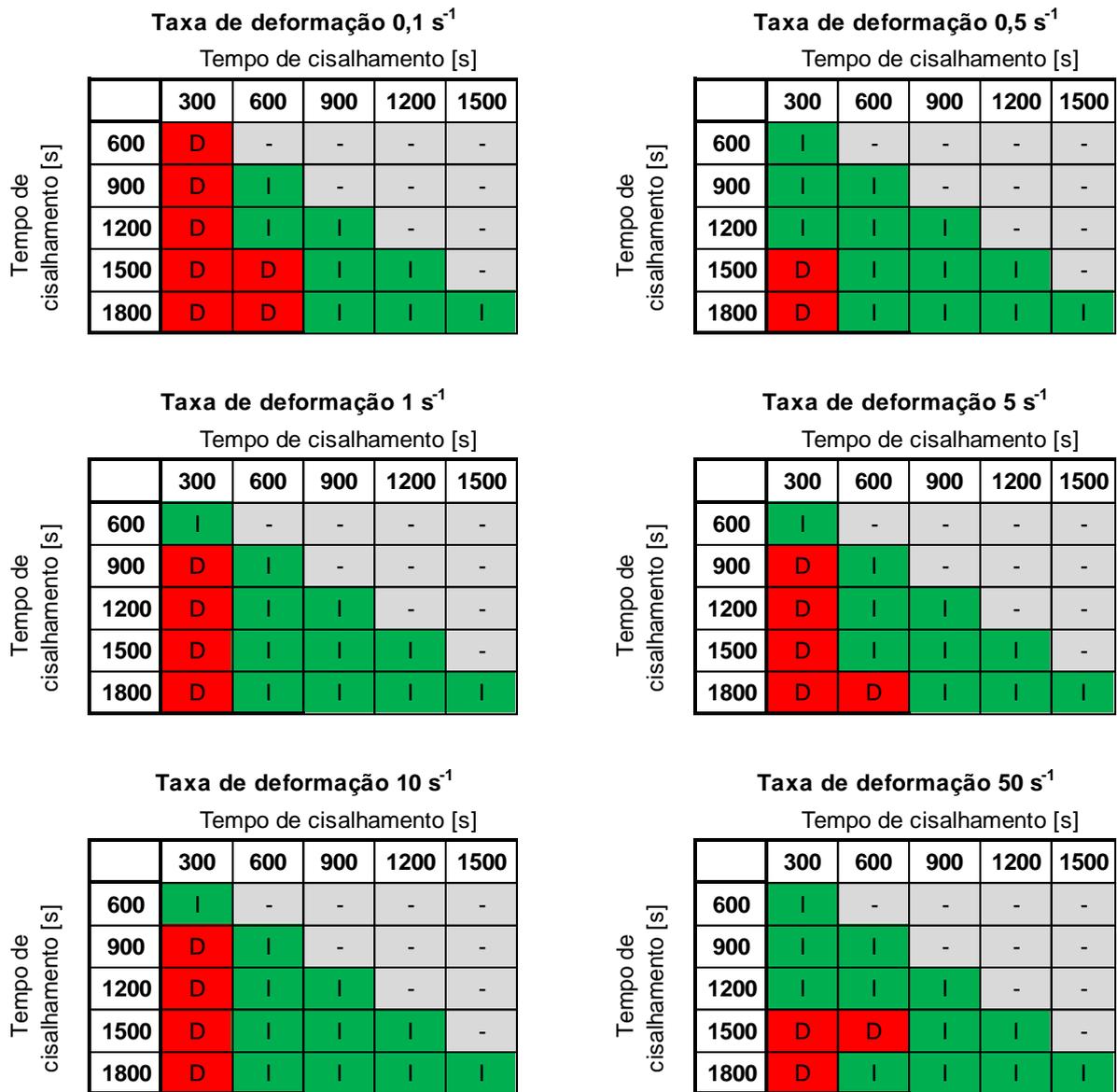


Figura 41 – Representação esquemática dos resultados das comparações de Tukey-Kramer realizadas entre pares de tensões de cisalhamento a diferentes tempos sob cisalhamento para cada patamar de taxas de deformação

Fonte: Autoria própria

Na Figura 41, cada patamar de taxa de deformação é representado por um dos seis quadros maiores, nos quais a primeira linha e a primeira coluna representam os tempos após os quais os valores da tensão de cisalhamento foram avaliados para cada taxa de deformação. Caso as médias das três repetições de cada ensaio sejam estatisticamente iguais para as comparações entre dois tempos distintos, o retângulo correspondente ao cruzamento entre os tempos de cisalhamento são representados

pela letra I. Caso as médias sejam diferentes, o retângulo é representado pela letra D. Percebe-se que, para todas as taxas de deformação avaliadas, o único tempo de cisalhamento que apresenta médias estatisticamente diferentes quando comparado com os outros tempos de cisalhamento é o de 300 segundos. Além disso, para todas as taxas de deformação avaliadas, tempos de cisalhamento iguais ou superiores a 1200 segundos apresentaram tensões de cisalhamento estatisticamente iguais quando comparados entre si. Isso indica que, ainda que os valores da tensão de cisalhamento continuem diminuindo após 1200 segundos de cisalhamento, essas diferenças não são estatisticamente significativas ao nível de significância de 95%.

A partir desses resultados, nota-se que o procedimento de controle adotado na metodologia para preparação de amostras de fluidos de perfuração deveria utilizar tempos de cisalhamento no patamar de taxas de deformação superiores a 900 segundos, quando na verdade se utilizou um tempo de 300 segundos. Essa informação só veio a ser conhecida após a realização da primeira etapa do projeto, e não se tinha conhecimento desse fato durante o planejamento dos experimentos. Também é interessante se observar que os valores da tensão de cisalhamento obtidos para tempos de cisalhamento de 900, 1200, 1500 e 1800 segundos de cisalhamento são estatisticamente iguais para as seis taxas de deformação avaliadas. Todavia, isso não significa que a tensão de cisalhamento entrou em regime permanente a partir de 900 segundos de cisalhamento imposto. Conforme já apresentado no início dessa seção, os valores de tensão de cisalhamento decrescem continuamente com o tempo de cisalhamento quando o fluido é submetido a uma taxa de deformação constante. Dessa maneira, as diferenças entre os valores de tensão de cisalhamento medidos entre 900 e 1800 segundos são diferentes, mas podem ser considerados estatisticamente iguais. Entretanto, o comportamento da tensão de cisalhamento após longos tempos de repouso é bastante claro, evidenciando a queda contínua da tensão. Uma grandeza não pode variar com o tempo para que se considere que ela entra em *regime permanente*.

Também é possível ajustar as equações de Bingham e Herschel-Bulkley para os dados apresentados. De forma análoga às curvas de equilíbrio obtidas, as curvas de Bingham e de Herschel-Bulkley apresentam comportamentos distintos para os diferentes tempos de repouso avaliados, conforme pode ser observado na Figura 42.

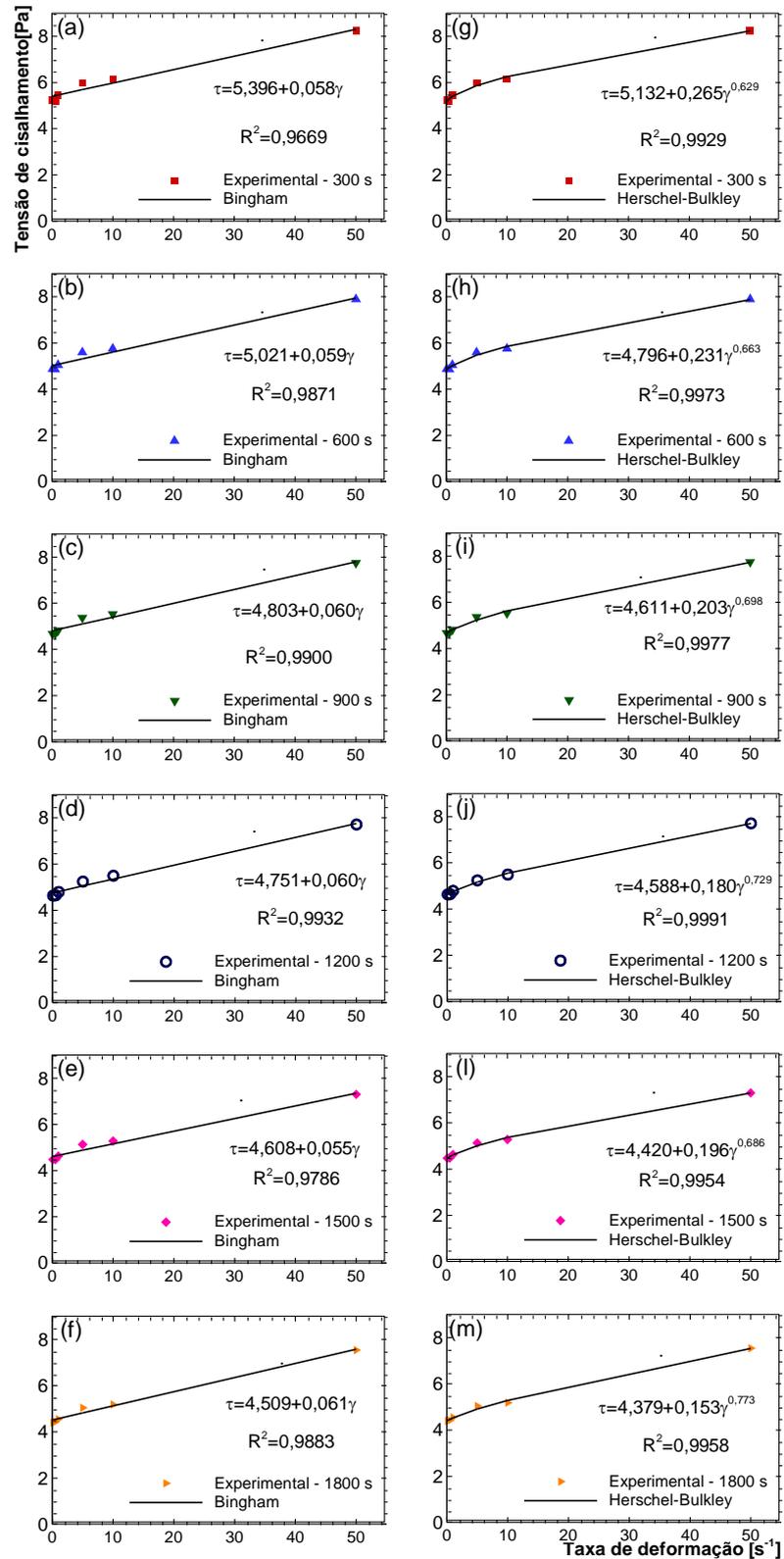


Figura 42 – Ajustes de curvas de Bingham após 300 (a), 600 (b), 900 (c), 1200 (d), 1500 (e) e 1800 (f) segundos de cisalhamento e de curvas de Herschel-Bulkley após 300 (g), 600 (h), 900 (i), 1200 (j), 1500 (l) e 1800 (m) segundos de cisalhamento

Fonte: Autoria Própria

Nota-se também que os valores de R^2 são satisfatórios para todas as curvas ajustadas: o menor valor de R^2 é de 0,9669 para o ajuste de Bingham após 300 segundos de cisalhamento, e o maior valor de R^2 é de 0,9991 para o ajuste de Herschel-Bulkley realizado após 1200 segundos de cisalhamento. Os ajustes das curvas e o cálculo dos valores de R^2 foram realizados com o *software* LabFit.

Percebe-se, em especial, que os valores da tensão limite de escoamento dinâmica – correspondente à extrapolação das curvas de Bingham e de Herschel-Bulkley para a taxa de deformação nula – variam de acordo com o tempo de cisalhamento utilizado nos patamares de taxas de deformação. Isso indica que a avaliação da TLE dinâmica para fluidos de perfuração base óleo é bastante relativa, uma vez que depende do tempo de cisalhamento utilizado. A Figura 43 a seguir ilustra os valores da tensão limite de escoamento dinâmica para as curvas de Bingham (a) e de Herschel-Bulkley (b) obtidas, juntamente com as funções potência ajustadas a esses dados através do método dos mínimos quadrados.

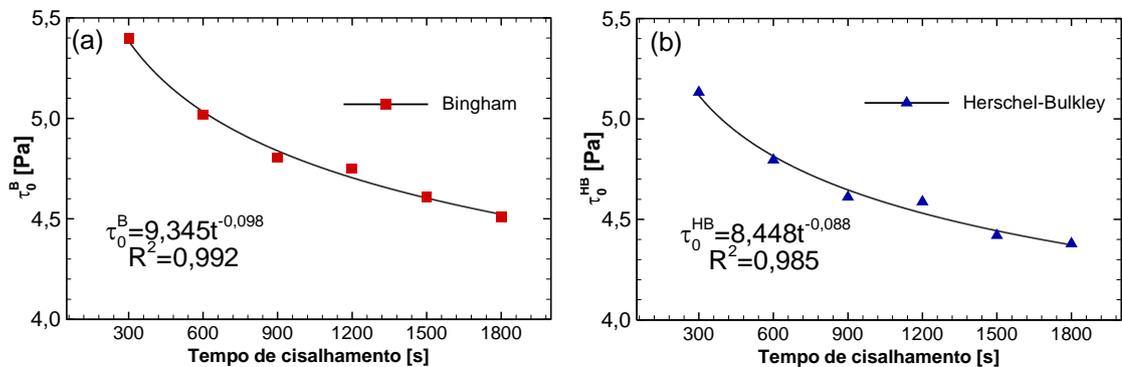


Figura 43 – Tensão Limite de Escoamento dinâmica em função do tempo de cisalhamento para os ajustes da equação de Bingham (a) e de Herschel-Bulkley (b)

Fonte: Autoria própria

A principal informação a ser extraída desses resultados é a seguinte: os valores da tensão limite de escoamento dinâmica avaliados com a construção de curvas de equilíbrio e ajustes das equações de Bingham e Herschel-Bulkley dependem do tempo de cisalhamento ao qual o fluido é submetido, mas a ordem de grandeza da tensão limite de escoamento é a mesma: entre 4 e 5,5 Pa. Para

aplicações práticas de engenharia, essas diferenças normalmente não são significativas. As diferenças percentuais entre os maiores e menores valores da TLE avaliados com os ajustes de Bingham e de Herschel-Bulkley são bastante semelhantes: 19,68% para o ajuste de Bingham e 19,20% para o ajuste de Herschel-Bulkley. Os resultados apresentados nessa seção assumem comportamento semelhante ao que foi predito por Coussot et al. (2002): a curva de escoamento em regime permanente de fluidos estruturados é fortemente afetada pela tixotropia desses materiais. Todavia, além da tixotropia, outros efeitos característicos de suspensões podem estar presentes no material, como a migração de partículas sólidas induzidas pelo cisalhamento (ABBOTT et al., 1991; CHOW et al., 1994; GADALA-MARIA e ACRIVOS, 1980; LEIGHTON e ACRIVOS, 1987; MERHI et al., 2005; SHAULY et al., 1998) e a decantação dinâmica de sólidos (COUSSOT, 2005).

Balmforth et al. (2014) argumentam que as equações de Bingham e de Herschel-Bulkley assumem que o material é isotrópico, que não há diferenças de tensões normais e que não existem efeitos elásticos ou de relaxação ao longo do tempo significativos. Como já descrito no Capítulo 2, fluidos de perfuração apresentam efeitos elásticos e o processo de cisalhamento induz um estado de anisotropia em suspensões como os fluidos de perfuração. Dessa forma, associar a tensão limite de escoamento dinâmica aos valores obtidos com os ajustes de Bingham e Herschel-Bulkley não é um procedimento de todo correto, apesar de ser o mais utilizado em aplicações práticas de engenharia.

Uma hipótese coerente para explicar o decréscimo da tensão de cisalhamento medida ao longo do tempo é associá-lo aos processos de migração radial de partículas no espaçamento de medição, já discutida nesse trabalho. Além disso, como descrito por Coussot (2005), o cisalhamento acelera a decantação dos sólidos em suspensão por diminuir a viscosidade devido ao cisalhamento do material e por quebrar o gel que inicialmente *segurava* as partículas sólidas em suas posições. Como o torque é medido no eixo do sensor, o qual entra em contato apenas com a região superior da amostra, o valor da tensão de cisalhamento medida tende a diminuir com a decantação dinâmica dos sólidos em suspensão induzida pelo cisalhamento: com a decantação, a fração volumétrica das regiões superiores da

amostra tende a ser menor do que nas regiões mais próximas à base inferior de medição, fazendo com que a viscosidade da região superior seja menor do que a da região inferior da amostra.

Não somente isso, mas o fato de o sensor entrar em contato apenas com a região superior da amostra faz com que se crie um gradiente vertical de taxas de deformação: a parcela superior apresenta taxas de deformação intensas por estar em contato com o sensor em movimento, enquanto que o fluido em contato com a placa de medição inferior se encontra em repouso e com taxas de deformação nulas. Dessa maneira, induz-se a migração vertical de sólidos das regiões com altas taxas de cisalhamento (a região superior da amostra) para as regiões com baixas taxas de deformação (a região inferior), aumentando ainda mais o fluxo descendente de sólidos e diminuindo ainda mais o valor da tensão de cisalhamento medida na região superior da amostra. Assim, o decaimento da tensão medida devido aos fenômenos tixotrópicos se soma a esse decaimento induzido pelos fluxos migratórios de partículas sólidas, fazendo com que se tenha a falsa sensação de uma tixotropia mais intensa do que a que realmente ocorre nos fluidos de perfuração.

Conforme já discutido anteriormente, esses fenômenos são característicos da reometria de suspensões e não podem ser evitados com a tecnologia atual. O que se pode fazer é avaliar a tensão limite de escoamento através de métodos que não necessitem necessariamente de taxas de deformação muito elevadas, de forma a minimizar os efeitos dos fluxos migratórios de sólidos. Um dos métodos mais eficientes para tanto é o de *fluência múltipla* (MAHAUT et al., 2008), que será abordado na próxima subseção.

4.2.2 Testes de fluência

A maior parte dos métodos de medição da tensão limite de escoamento dinâmica de fluidos - como a construção de curva de equilíbrio ou o uso de rampas descendentes de taxas de deformação – induzem taxas de deformação significativas no material. No caso dos fluidos de perfuração isso é particularmente problemático, uma vez que a migração de sólidos induzida pelo cisalhamento faz com que o comportamento reológico do material se modifique ao longo do teste, como já discutido anteriormente. Dessa forma, torna-se necessário que se avalie a TLE estática, ao invés da dinâmica, com o uso de métodos que não se baseiem na

imposição de taxas de deformação significativas. Dentre os métodos apresentados na literatura, destaca-se a fluência múltipla ou *creep*, uma vez que os resultados desse tipo de análise são os mais confiáveis em termos da tensão limite de escoamento medida (MENDES, 2013).

Conforme já discutido anteriormente, existe uma janela operacional de tempo limitada – entre 3000 e 6000 segundos - dentro da qual as propriedades do fluido BR-MUL 117 podem ser avaliadas com precisão levando em consideração a recuperação tixotrópica, a decantação de sólidos e possíveis outros efeitos dependentes do tempo. Como o tempo de repouso utilizado no presente trabalho é de 4200 segundos, a duração máxima dos patamares de tensão é de 900 segundos de forma a garantir que todos os testes sejam realizados com o fluido completamente reestruturado e com graus satisfatórios de homogeneidade estrutural. Foram utilizados patamares de tensão de cisalhamento de 7; 7,25; 7,35; 7,5; 7,6; 7,75; 8,5; 9 e 10 Pa, de forma a avaliar o escoamento do material após diferentes tempos de teste. As curvas de deformação em função do tempo são apresentadas na Figura 44.

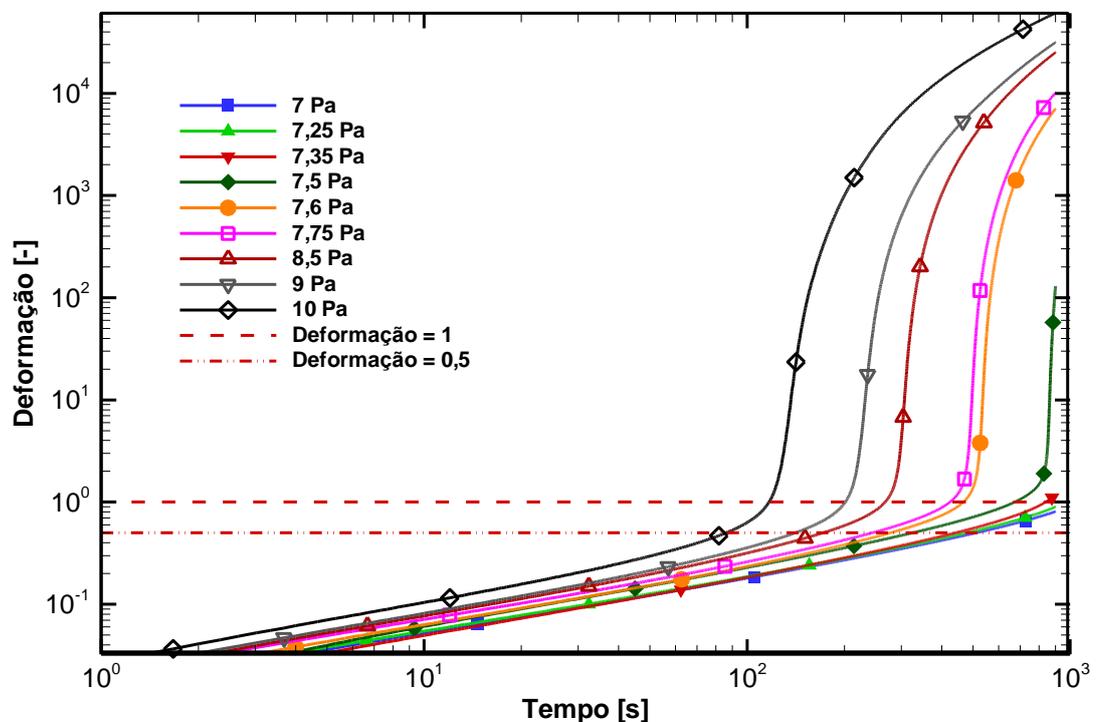


Figura 44 - Curvas de deformação em função do tempo para testes de fluência com patamares diversos de tensão de cisalhamento durante 900 segundos

Fonte: Autoria própria

Nota-se na Figura 44 que, dependendo do nível de tensão de cisalhamento aplicado, as curvas de deformação passam a apresentar um ponto de inflexão bastante pronunciado após diferentes intervalos de tempo, mas sempre a deformações entre 0,5 e 1. A compreensão física desse ponto de inflexão é intuitiva, e corresponde ao ponto em que o material passa a se deformar com uma taxa de deformação – ou seja, a derivada da curva de deformação em relação ao tempo – mais acentuada. Esse momento em que a deformação do fluido passa a variar com uma taxa mais acentuada corresponde à transição entre o regime elástico, no qual as deformações são aproximadamente lineares com relação ao tempo, para o regime viscoso, no qual não linearidades passam a ser observadas no comportamento da deformação. Isso é mais bem evidenciado nas curvas de taxa de deformação em função do tempo apresentadas na Figura 45.

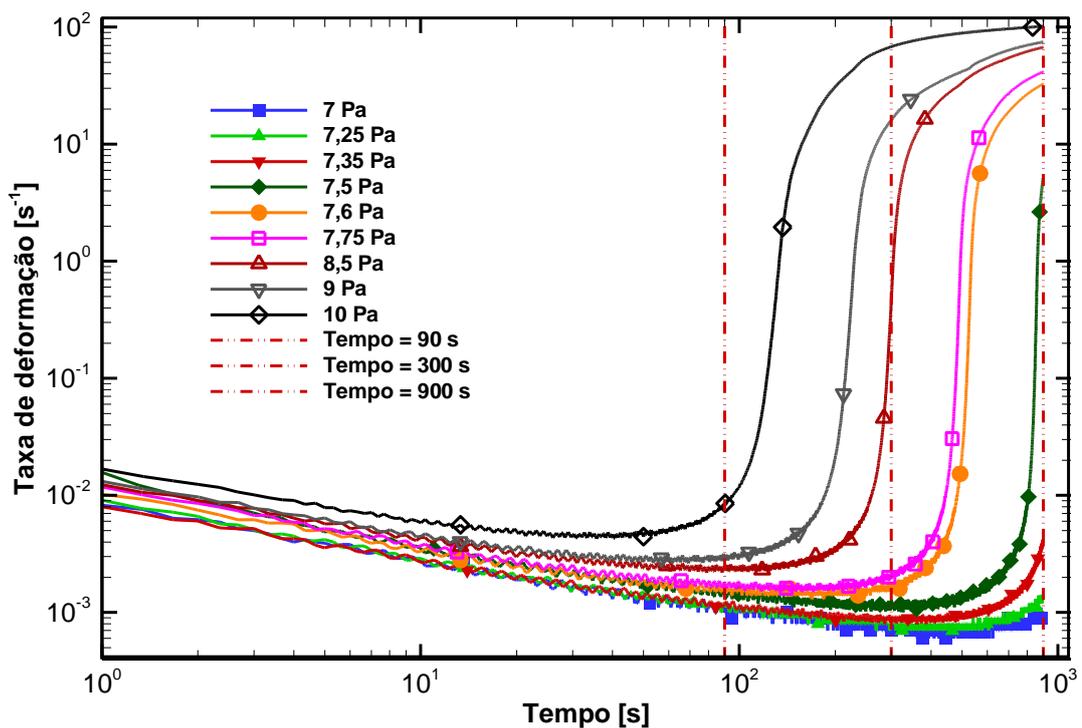


Figura 45 – Curvas de taxas de taxa de deformação em função do tempo para testes de fluência com patamares diversos de tensão de cisalhamento durante 900 segundos

Fonte: Autoria própria

Antes do momento em que as taxas de deformação passam a crescer para cada patamar de tensão, os valores da taxa de deformação são bastante reduzidos, da ordem de 10^{-3} a 10^{-2} s^{-1} . Essas taxas de deformação são tão pequenas que correspondem à deformação elástica do fluido, e são predominantes até o momento em que os efeitos viscosos passam a ser significativos e o fluido passa a escoar com taxas de deformação mais elevadas. Essa transição entre os regimes elástico e viscoso de escoamento pode ser compreendida como uma evidência do escoamento do material.

Observa-se, portanto, que a determinação da tensão limite de escoamento estática do fluido de perfuração depende da escala de tempo observada. Após os 900 segundos (15 minutos) avaliados, a TLE estática se encontra entre 7,35 e 7,5 Pa. Entretanto, caso fosse necessário avaliar a TLE após um intervalo de tempo menor, como 300 segundos (5 minutos), a tensão limite de escoamento se encontra entre 7,5 e 7,6 Pa, e após 90 segundos (3 minutos) a TLE é representada por algum valor entre 9 e 10 Pa. Dessa forma, entende-se que a definição da tensão limite de escoamento através de testes de fluência múltipla depende da escala de tempo na qual se observa o escoamento do material (BALMFORTH et al., 2014). Para intervalos de tempo menores, nos quais se exige uma resposta mais rápida do material, as tensões limite de escoamento são maiores, uma vez que o tempo disponível para o relaxamento da estrutura elástica do fluido é menor. Por outro lado, quando a duração dos ensaios é maior, a estrutura elástica do material tem mais tempo para se acomodar aos níveis de tensão aplicados e os valores medidos da TLE são menores. É necessário, portanto, que se especifique o tempo necessário para a execução dos ensaios de fluência para que os resultados da TLE estática medida tenham significado. Além disso, é importante que se verifique se os intervalos de tempo utilizados não são grandes demais a ponto de avaliar o comportamento reológico do fluido de perfuração quando os efeitos de decantação de sólidos passam a afetar os resultados obtidos. Isso pode ser feito através das varreduras oscilatórias ao longo do tempo apresentadas na seção 4.1.2. A tensão limite de escoamento medida pode não assumir um único valor caso o tempo característico das mudanças estruturais que ocorrem no fluido sejam da mesma ordem de grandeza da duração dos experimentos (COUSSOT et al., 2002).

Quando se comparam os valores da tensão limite de escoamento estática medida após 900 segundos com os testes de fluência com a TLE dinâmica após 900 segundos de cisalhamento apresentada na seção 4.2.1, nota-se que a TLE estática é de 7,4 Pa, enquanto as TLEs dinâmicas de Bingham e de Herschel-Bulkley são de 4,8 e 4,6 Pa, respectivamente. Isso evidencia que a tensão limite de escoamento estática é maior do que a dinâmica, conforme apresentado na literatura (BALMFORTH et al., 2014; CHAUDHURI et al., 2012; DIVOUX et al., 2011; OVARLEZ et al., 2013).

4.2.3 Considerações finais sobre a avaliação da tensão limite de escoamento

A partir da análise dos resultados dessa seção, pode-se concluir que os valores da TLE dinâmica e estática são diferentes, uma vez que a TLE estática normalmente assume valores maiores do que a TLE dinâmica. Além disso, provou-se que tanto os valores da tensão limite de escoamento obtidas a partir do ajuste de equações de Bingham e Herschel-Bulkley quanto os valores avaliados em testes de fluência dependem da escala de tempo do teste, de acordo com o que foi afirmado por Balmforth et al. (2014) e Coussot et al. (2002). As diferenças nas TLEs de Bingham e de Herschel-Bulkley avaliadas entre 300 e 1800 segundos chegam a quase 20%, e são previsíveis a partir do ajuste de funções potência. Também se desenvolveu uma breve análise da relação entre as tensões de pico para cada patamar de taxas de deformação e a tensão limite de escoamento estática. Concluiu-se que essas tensões de pico representam a tensão limite de escoamento estática do fluido de perfuração nas condições específicas do ensaio, apesar de serem diferentes da tensão limite de escoamento estática observada nos testes de fluência múltipla. Pode-se associar essa diferença às escalas de tempo dos experimentos, que influenciam os processos de relaxação das estruturas elásticas do fluido: os testes de rampas de taxas de deformação quebram o gel do fluido de perfuração num intervalo de tempo muito menor do que os testes de fluência, o que faz com que os valores da tensão de pico sejam maiores do que a TLE estática observada nos testes de fluência. Atribuiu-se esse efeito ao tempo necessário para a relaxação elástica do material, que é menor nos casos em que as rampas de taxas são mais inclinadas, levando a maiores picos de tensão de cisalhamento.

A determinação de uma tensão limite de escoamento *verdadeira* é difícil, uma vez que materiais viscoplásticos podem escoar com níveis de tensões bastante baixos, caso a escala de tempo do teste seja grande o suficiente para tanto (**BARNES, 1999**). Entretanto, outros autores questionam a afirmação de Barnes (1999) ao apresentar resultados de ensaios realizados com níveis baixos de tensões durante longos tempos, da ordem de dias, sem verificar a ocorrência de escoamento efetivo do material. Alguns materiais avaliados com essa metodologia foram soluções de carbopol (COUSSOT et al., 2006; DIVOUX et al., 2011; MØLLER et al., 2009), fluidos de perfuração (COUSSOT et al., 2002, 2006) e maionese (CATON e BARAVIAN, 2008; DA CRUZ et al., 2002). Dessa maneira, é importante que se tenha em mente durante a avaliação da TLE de materiais tixotrópicos que a relação entre a TLE e a tixotropia ainda está em discussão. Todavia, para aplicações práticas de engenharia, podem-se realizar os testes de fluência e de construção de curva de equilíbrio com duração equivalente aos processos relevantes pelos quais o fluido passa. Dessa forma, os valores medidos da tensão limite de escoamento estática e dinâmica através de testes de fluência e de construção de curvas de equilíbrio, respectivamente, representam satisfatoriamente os fenômenos de escoamento pelos quais o fluido passa em aplicações práticas.

5 CONCLUSÕES

No presente trabalho, foi desenvolvida uma metodologia para preparação de amostras de fluidos de perfuração base óleo em ensaios reométricos, a qual foi empregada em ensaios de determinação da tensão limite de escoamento dinâmica e estática. Inicialmente, realizou-se uma revisão bibliográfica de forma a compreender conceitos relacionados às propriedades reológicas de fluidos não newtonianos e conceitos específicos de reologia e reometria, como a definição da tensão limite de escoamento, métodos de medição da TLE, tipos de sensores utilizados em reometria e aspectos de reologia de suspensões, bem como uma síntese das propriedades reológicas de fluidos de perfuração.

A definição da metodologia para preparação e amostras envolveu um estudo do escorregamento de amostras em cada tipo de sensor disponível no laboratório, bem como uma avaliação da evolução da tixotropia e da decantação de partículas sólidas no fluido de perfuração BR-MUL 117. Determinou-se a partir de ensaios com rampas de taxas de deformação que a geometria mais adequada são as placas paralelas ranhuradas por não apresentar escorregamento de amostras ou travamento do rotor. A partir de cálculos analíticos utilizando a lei de Stokes para decantação de sólidos e de ensaios com varreduras oscilatórias ao longo do tempo, determinou-se que o melhor tempo de repouso para o fluido BR-MUL 117 é de 4200 segundos.

Também se observou que as tensões de quebra de gel apresentaram comportamento logarítmico com o tempo de repouso ao qual o material é submetido, e que esse comportamento foi qualitativamente semelhante ao do módulo elástico medido em varreduras oscilatórias com amplitude de deformações fixa. Através de um ajuste simples por normalização de curvas, notou-se que é possível prever os valores das tensões de quebra de gel após diversos tempos de repouso com precisão de 20%. O procedimento de controle foi validado através de métodos estatísticos, e notou-se que os intervalos de confiança para as tensões de pico e final são menores do que as incertezas de medição para essas mesmas grandezas.

A seguir, estudou-se a influência de três parâmetros importantes na preparação de amostras de fluidos de perfuração: a geometria de medição utilizada, o método

de inserção da amostra no reômetro e a realização de diferentes condições de pré-cisalhamento.

Concluiu-se a partir de análises estatísticas que a geometria de medição mais adequada é de fato a placa ranhurada, e que a inserção de amostras com seringa ou com espátula não induz modificações significativas na tensão limite de escoamento e na tensão final do fluido de perfuração BR-MUL 117. Além disso, provou-se que o pré-cisalhamento altera significativamente o comportamento reológico do material, sendo que a taxa de deformação do pré-cisalhamento é um parâmetro mais influente nos resultados do que o tempo de pré-cisalhamento utilizado. Propôs-se que essa modificação no comportamento do material é oriunda da migração de partículas sólidas na amostra, e dessa forma fortaleceu-se a afirmação feita por Mahaut et al. (2008) de que o pré-cisalhamento não deve ser utilizado em fluidos de perfuração com suspensões de partículas sólidas.

A metodologia para preparação de amostras desenvolvida foi constituída pelos processos adotados no procedimento de controle, mas sem a realização de pré-cisalhamento e com tempo de repouso de 4200 segundos para o fluido de perfuração BR-MUL 117. Para que se valide essa metodologia para outros fluidos de perfuração, é necessário que se desenvolva uma análise semelhante com outros fluidos, o que não foi realizado nesse projeto por limitações de tempo e de recursos.

Durante a avaliação da tensão limite de escoamento, utilizaram-se dois métodos distintos: a construção da curva de equilíbrio com ajustes de curvas de Bingham e Herschel-Bulkley para avaliar a TLE dinâmica, e os testes de fluência múltipla para avaliar a TLE estática. Notou-se que as tensões de cisalhamento não entram em regime permanente quando o fluido é submetido a taxas de deformação constante, mesmo após tempos de cisalhamento tão longos quanto 58 horas. Além disso, mostrou-se que as tensões limite de escoamento dinâmicas dependem do tempo de cisalhamento imposto tanto para as curvas de Bingham quanto para as de Herschel-Bulkley. Uma das formas de se avaliar a tensão limite de escoamento estática utilizados foi a avaliação dos picos de tensão em testes com rampas e patamares de taxas de deformação a diferentes taxas. Observou-se o tempo necessário para atingir o pico de tensões é menor quanto maior a taxa de deformação final da rampa, e que as quebras de gel não ocorrem todas na mesma

deformação. Durante a avaliação da TLE estática por testes de fluência múltipla, demonstrou-se que o valor da TLE depende da escala de tempo do teste, e que os valores da TLE estática são maiores do que os da TLE dinâmica.

Sugestões para trabalhos futuros

- Aprofundamento do estudo de migração de partículas sólidas em suspensões com matrizes não newtonianas, através do uso de um material de composição controlável como suspensões de esferas de vidro em carbopol;
- Desenvolvimento de uma metodologia para preparação de amostras para fluidos de perfuração base água;
- Estudo das diferenças entre os diferentes métodos de medição da tensão limite de escoamento com um material não tixotrópico, como o carbopol;
- Estudo da influência da concentração de partículas sólidas e da quebra de emulsão no comportamento dependente do tempo dos fluidos de perfuração base óleo.

REFERÊNCIAS

- ABBOTT, J. R. et al. **Experimental observations of particle migration in concentrated suspensions: Couette flow**. *Journal of Rheology* (1978-present), v. 35, n. 5, p. 773–795, 1991.
- ALDERMAN, N. J.; MEETEN, G. H.; SHERWOOD, J. D. **Vane rheometry of bentonite gels**. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, v. 39, n. 3, p. 291–310, 1991.
- ALEXANDROU, A. N.; CONSTANTINOU, N.; GEORGIU, G. **Shear rejuvenation, aging and shear banding in yield stress fluids**. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, v. 158, n. 1–3, p. 6–17, 2009.
- AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **Recommended Practice on the Rheology and Hydraulics of Oil-well Drilling Fluids**. API, 1995.
- AMORIM, L. V. et al. **Comportamento reológico de dispersões de argilas bentoníticas: efeitos do tipo de ferramenta, velocidade e tempo de agitação**. *Cerâmica*, v. 48, n. 308, p. 75–85, 2002.
- ANDRADE, D. E. V. et al. **Proposal of curve fitting for shear stress during gel breaking of thixotropic drilling fluids**. 22nd International Congress of Mechanical Engineering - COBEM, 2013.
- ANDRADE, D. E. V. et al. **Analysis of gel breaking of drilling fluid by means of controlled shear rate rheometric tests**. 15th Brazilian Congress of Thermal Sciences and Engineering, 2014.
- ANDRADE, E. N. DA C. **Viscosity and Plasticity**. W. Heffer, 1947.
- ANNIS, M. **High-Temperature Flow Properties of Water-Base Drilling Fluids**. *Journal of Petroleum Technology*, v. 19, n. 8, 1967.
- ARAL, B. K.; KALYON, D. M. **Effects of temperature and surface roughness on time-dependent development of wall slip in steady torsional flow of concentrated suspensions**. *Journal of Rheology* (1978-present), v. 38, n. 4, p. 957–972, 1994.
- ASTARITA, G. **Letter to the Editor: The engineering reality of the yield stress**. *Journal of Rheology* (1978-present), v. 34, n. 2, p. 275–277, 1990.
- BALMFORTH, N. J.; FRIGAARD, I. A.; OVARLEZ, G. **Yielding to Stress: Recent Developments in Viscoplastic Fluid Mechanics**. *Annual Review of Fluid Mechanics*, v. 46, n. 1, p. 121–146, 2014.
- BARNES, H. A. **Thixotropy—a review**. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, v. 70, n. 1–2, p. 1–33, 1997.

BARNES, H. A. **The yield stress—a review or “παντα ρει”—everything flows?** *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, v. 81, n. 1–2, p. 133–178, 1999.

BARNES, H. A.; HUTTON, J. F.; WALTERS, K. **An Introduction to Rheology.** Elsevier, 1989.

BARNES, H. A.; NGUYEN, Q. D. **Rotating vane rheometry — a review.** *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, v. 98, n. 1, p. 1–14, 2001.

BARNES, H. A.; WALTERS, K. **The yield stress myth?** *Rheologica Acta*, v. 24, n. 4, p. 323–326, 1985.

BERIS, A. N. et al. **Creeping motion of a sphere through a Bingham plastic.** *Journal of Fluid Mechanics*, v. 158, p. 219–244, 1985.

BIRD, R. B.; HASSAGER, O. **Dynamics of Polymeric Liquids: Fluid mechanics.** Wiley, 1987.

BLAIR, G. W. S. **A Survey of General and Applied Rheology.** Sir Isaac Pitman & Sons, 1949.

BRADY, J. F.; MORRIS, J. F. **Microstructure of strongly sheared suspensions and its impact on rheology and diffusion.** *Journal of Fluid Mechanics*, v. 348, p. 103–139, 1997.

BUTTON, S. T. **Metodologia para planejamento experimental e análise de resultados.** São Paulo: Universidade Estadual de Campinas, 2005.

CATON, F.; BARAVIAN, C. **Plastic behavior of some yield stress fluids: from creep to long-time yield.** *Rheologica Acta*, v. 47, n. 5-6, p. 601–607, 2008.

CHAPMAN, M. T. **Apparatus for and process of sinking wells. United States Patent n. 443069.** United States of America, 1890.

CHAUDHURI, P.; BERTHIER, L.; BOCQUET, L. **Inhomogeneous shear flows in soft jammed materials with tunable attractive forces.** *Physical Review E*, v. 85, n. 2, p. 021503, 2012.

CHENG, D. C.-H. **Yield stress: A time-dependent property and how to measure it.** *Rheologica Acta*, v. 25, n. 5, p. 542–554, 1986.

CHOW, A. W. et al. **Shear-induced particle migration in Couette and parallel-plate viscometers: NMR imaging and stress measurements.** *Physics of Fluids (1994-present)*, v. 6, n. 8, p. 2561–2576, 1994.

CLARKE, B. **Rheology of coarse settling suspensions.** *Trans. Inst. Chem. Eng.*, v. 45, n. 6, p. 251–256, 1967.

CLOITRE, M.; BORREGA, R.; LEIBLER, L. **Rheological Aging and Rejuvenation in Microgel Pastes.** *Physical Review Letters*, v. 85, n. 22, p. 4819–4822, 2000.

COUSSOT, P. et al. **Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids**. Journal of Rheology (1978-present), v. 46, n. 3, p. 573–589, 2002.

COUSSOT, P. **Rheometry of Pastes, Suspensions, and Granular Materials: Applications in Industry and Environment**. John Wiley & Sons, 2005.

COUSSOT, P. et al. **Aging and solid or liquid behavior in pastes**. Journal of Rheology (1978-present), v. 50, n. 6, p. 975–994, 2006.

COUSSOT, P.; ANCEY, C. **Rheophysics of pastes and suspensions**. EDP Sciences, Paris, 1999.

COUSSOT, P.; BERTRAND, F.; HERZHAFT, B. **Rheological Behavior of Drilling Muds, Characterization Using Mri Visualization**. Oil & Gas Science and Technology, v. 59, n. 1, p. 23–29, 2004.

DA CRUZ, A. C. B. et al. **Curve fitting for gel breaking of drilling fluids**. V Encontro Nacional de Hidráulica de Poços de Petróleo e Gás, 2013.

DA CRUZ, F. et al. **Viscosity bifurcation in granular materials, foams, and emulsions**. Physical Review E, v. 66, n. 5, p. 051305, 2002.

DA ROCHA, L. L. V. **MODELAGEM DO REINÍCIO DO ESCOAMENTO DE UM FLUIDO DE PERFURAÇÃO TIXOTRÓPICO**. Dissertação de Mestrado—Curitiba: Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2010.

DARLEY, H. C. H.; GRAY, G. R. **Composition and properties of drilling and completion fluids**. Fifth edition ed. Gulf Professional Publishing, 1988.

DE GENNES, P.-G. **Scaling concepts in polymer physics**. Cornell university press, 1979.

DE SOUZA, E. A.; ALVES, W. K. S.; MARTINS, A. L. **Fórum de reologia - V ENAHPE**. In: V ENAHPE. Teresópolis, 2013.

DEREC, C. et al. **Rheological characterization of aging in a concentrated colloidal suspension**. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IV - Physics, v. 1, n. 8, p. 1115–1119, 2000.

DEREC, C. et al. **Aging and nonlinear rheology in suspensions of polyethylene oxide-protected silica particles**. Physical Review E, v. 67, n. 6, p. 061403, 2003.

DESHPANDE, A. P.; KRISHNAN, J. M.; KUMAR, P. B. S. **Rheology of Complex Fluids**. Springer, 2010.

DIVOUX, T.; BARENTIN, C.; MANNEVILLE, S. **From stress-induced fluidization processes to Herschel-Bulkley behaviour in simple yield stress fluids**. Soft Matter, v. 7, n. 18, p. 8409–8418, 2011.

FOX, R. W.; MCDONALD, A. T.; PRITCHARD, P. J. **Introdução à mecânica dos fluidos**. LTC, 2010.

GADALA-MARIA, F.; ACRIVOS, A. **Shear-Induced Structure in a Concentrated Suspension of Solid Spheres**. *Journal of Rheology* (1978-present), v. 24, n. 6, p. 799–814, 1980.

GARRISON, A. D. **Surface chemistry of clays and shales**. *Trans. AIME*, v. 132, p. 191–204, 1939.

Haake RheoWin. Waltham, USA: Thermo Scientific, 2013.

HARDING, S. G. et al. **NMR velocity imaging of the flow behaviour of hyaluronan solutions**. *Carbohydrate Polymers*, v. 47, n. 2, p. 109–119, 2002.

HARTNETT, J. P.; HU, R. Y. Z. **Technical note: The yield stress—An engineering reality**. *Journal of Rheology* (1978-present), v. 33, n. 4, p. 671–679, 1989.

HERVET, H.; LÉGER, L. **Flow with slip at the wall: from simple to complex fluids**. *Comptes Rendus Physique*, v. 4, n. 2, p. 241–249, 2003.

HOU, L. **Experimental study on yield behavior of Daqing crude oil**. *Rheologica Acta*, v. 51, n. 7, p. 603–607, 2012.

HOUAISS, A.; VILLAR, M. DE S.; FRANCO, F. M. DE M. **Dicionário Houaiss da língua portuguesa**. 1. ed. Rio de Janeiro: Editora Objetiva, 2009.

HUYNH, H. T.; ROUSSEL, N.; COUSSOT, P. **Aging and free surface flow of a thixotropic fluid**. *Physics of Fluids* (1994-present), v. 17, n. 3, p. 033101, 2005.

ISO. **Guide to the expression of uncertainty in measurement**. GUM, , 2008.

JAMES, A. E.; WILLIAMS, D. J. A.; WILLIAMS, P. R. **Direct measurement of static yield properties of cohesive suspensions**. *Rheologica Acta*, v. 26, n. 5, p. 437–446, 1987.

KLEIN, B.; LASKOWSKI, J. S.; PARTRIDGE, S. J. **A new viscometer for rheological measurements on settling suspensions**. *Journal of Rheology* (1978-present), v. 39, n. 5, p. 827–840, 1995.

KRISHNAN, G. P.; BEIMFOHR, S.; LEIGHTON, D. T. **Shear-induced radial segregation in bidisperse suspensions**. *Journal of Fluid Mechanics*, v. 321, p. 371–393, 1996.

KÜCHENMEISTER, C.; NIJMAN, J. **HAAKE RheoStress 1 – Possible errors in viscosity measurements**. Thermo Fisher Scientific, 2012.

KÜCHENMEISTER, C.; OLDÖRP, K. **Application note V-248: Well prepared - Good results**. Thermo Fisher Scientific, 2011.

LARIBI, S. et al. **Comparative yield stress determination for pure and interstratified smectite clays**. *Rheologica Acta*, v. 44, n. 3, p. 262–269, 2005.

LARSON, R. G. **The Structure and Rheology of Complex Fluids**. OUP USA, 1999.

LEIGHTON, D.; ACRIVOS, A. **The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions.** *Journal of Fluid Mechanics*, v. 181, p. 415–439, 1987.

LEVINE, D. M.; BERENSON, M. L.; STEPHAN, D. **Estatística: teoria e aplicações : usando o Microsoft Excel em português.** Livros Técnicos e Científicos, 2008.

LIDDEL, P. V.; BOGER, D. V. **Yield stress measurements with the vane.** *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, v. 63, n. 2–3, p. 235–261, 1996.

LUCKHAM, P. F.; ROSSI, S. **The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions.** *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 82, n. 1–3, p. 43–92, 1999.

LUMMUS, J. L.; AZAR, J. J. **Drilling fluids optimization: a practical field approach.** PennWell Pub. Co., 1986.

LYONS, W.; CARTER, T.; LAPEYROUSE, N. J. **Formulas and Calculations for Drilling, Production, and Workover: All the Formulas You Need to Solve Drilling and Production Problems.** Gulf Professional Publishing, 2011.

MACOSKO, C. W. **Rheology: principles, measurements, and applications.** VCH, 1994.

MAGNIN, A.; PIAU, J. M. **Cone-and-plate rheometry of yield stress fluids. Study of an aqueous gel.** *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, v. 36, p. 85–108, 1990.

MAHAUT, F. et al. **Yield stress and elastic modulus of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids.** *Journal of Rheology (1978-present)*, v. 52, n. 1, p. 287–313, 2008.

MALVERN INSTRUMENTS. **Understanding yield stress measurements.** Malvern Instruments, , 2012.

MENDES, P. R. DE S. **Diretrizes para o programa de comparação interlaboratorial de caracterização reológica de um fluido de perfuração.** Rio de Janeiro: PUC-Rio, 2013.

MERHI, D. et al. **Particle migration in a concentrated suspension flowing between rotating parallel plates: Investigation of diffusion flux coefficients.** *Journal of Rheology (1978-present)*, v. 49, n. 6, p. 1429–1448, 2005.

MEWIS, J.; WAGNER, N. J. **Thixotropy.** *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 147–148, p. 214–227, 2009.

MØLLER, P. C. F.; FALL, A.; BONN, D. **Origin of apparent viscosity in yield stress fluids below yielding.** *EPL (Europhysics Letters)*, v. 87, n. 3, p. 38004, 2009.

MØLLER, P. C. F.; MEWIS, J.; BONN, D. **Yield stress and thixotropy: on the difficulty of measuring yield stresses in practice.** *Soft Matter*, v. 2, n. 4, p. 274, 2006.

MOONEY, M.; EWART, R. H. **The Conicylindrical Viscometer**. Journal of Applied Physics, v. 5, n. 11, p. 350–354, 1934.

MÖRTERS, P.; PERES, Y. **Brownian Motion**. Cambridge University Press, 2010.

MÜLLER-MOHNSEN, H.; WEISS, D.; TIPPE, A. **Concentration dependent changes of apparent slip in polymer solution flow**. Journal of Rheology (1978-present), v. 34, n. 2, p. 223–244, 1990.

NARUMI, T. et al. **Response of concentrated suspensions under large amplitude oscillatory shear flow**. Journal of Rheology (1978-present), v. 49, n. 1, p. 71–85, 2005.

NGUYEN, Q. D.; BOGER, D. V. **Thixotropic behaviour of concentrated bauxite residue suspensions**. Rheologica Acta, v. 24, n. 4, p. 427–437, 1985.

NGUYEN, Q. D.; BOGER, D. V. **Measuring the Flow Properties of Yield Stress Fluids**. Annual Review of Fluid Mechanics, v. 24, n. 1, p. 47–88, 1992.

OVARLEZ, G. et al. **On the existence of a simple yield stress fluid behavior**. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, Viscoplastic Fluids: From Theory to Application. v. 193, p. 68–79, 2013.

OVARLEZ, G.; CHATEAU, X. **Influence of shear stress applied during flow stoppage and rest period on the mechanical properties of thixotropic suspensions**. Physical Review E, v. 77, n. 6, p. 061403, 2008.

PETRI, H. M. **Calibration of viscometers**. [mensagem pessoal]. Mensagem recebida por <hans@reoterm.com.br>, 2012.

Petrobras. Disponível em: <<http://www.petrobras.com.br/pt/>>. Acesso em: 14 nov. 2013.

PONCHE, A.; DUPUIS, D. **On instabilities and migration phenomena in cone and plate geometry**. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, v. 127, n. 2–3, p. 123–129, 2005.

REEVES, T. J. **On-Line Viscosity Measurement Under Industrial Conditions**. Coal Preparation, v. 8, n. 3-4, p. 135–144, 1990.

SANDVOLD, I. **Gel Evolution in Oil Based Drilling Fluids**. Norwegian University of Science and Technology, Department of Petroleum Engineering and Applied Geophysics, 2012.

SANTOS, P. H. D. **Estudo teórico e experimental da aplicação de meios porosos cerâmicos em LHP e CPL**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica)—Florianópolis: UFSC, 2010.

SCHLUMBERGER, 2010. Disponível em: <<http://www.planetseed.com/home>>. Acesso em: 14 nov. 2013.

SCHRAMM, G. A. **A Practical Approach to Rheology and Rheometry**. Haake, 1994.

SCHURZ, J. **The yield stress — An empirical reality**. *Rheologica Acta*, v. 29, n. 2, p. 170–171, 1990.

SHAULY, A.; WACHS, A.; NIR, A. **Shear-induced particle migration in a polydisperse concentrated suspension**. *Journal of Rheology (1978-present)*, v. 42, n. 6, p. 1329–1348, 1998.

SIEROU, A.; BRADY, J. F. **Rheology and microstructure in concentrated noncolloidal suspensions**. *Journal of Rheology (1978-present)*, v. 46, n. 5, p. 1031–1056, 2002.

TANNER, R. I. **Engineering Rheology**. OUP Oxford, 2000.

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

WHORLOW, R. W. **Rheological techniques**. E. Horwood, 1980.

YAN, J.; JAMES, A. E. **The yield surface of viscoelastic and plastic fluids in a vane viscometer**. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, v. 70, n. 3, p. 237–253, 1997.

YANG, M.-C.; SCRIVEN, L. E.; MACOSKO, C. W. **Some Rheological Measurements on Magnetic Iron Oxide Suspensions in Silicone Oil**. *Journal of Rheology (1978-present)*, v. 30, n. 5, p. 1015–1029, 1986.

ZAMORA, M.; GROWCOCK, F.; SWACO, M. **AADE-10-DF-HO-40**. 2010.

APÊNDICE A – ASPECTOS EXPERIMENTAIS DE REOMETRIA

Ao se conduzir testes em reômetros, deve-se ter em mente que os sistemas de medição do equipamento não medem as grandezas utilizadas na análise dos dados de forma direta. De acordo com a geometria de medição utilizada, valores de rotação, deformação angular e de torque são convertidos em tensão de cisalhamento, deformação e taxa de deformação. Os testes com controle de taxas de deformação (CR) impõe uma velocidade angular ao sensor e medem a resposta em termos de torque. Já os testes com controle de tensões de cisalhamento (CS) impõe um torque e medem a resposta em termos de velocidade angular. A seguir, são apresentadas as conversões para se obter os valores de tensão de cisalhamento e de taxas de deformação em sensores tipos cone e placa.

A Figura 46 apresenta uma geometria de medição cônica em coordenadas esféricas com raio R , ângulo de inclinação ϑ_0 e velocidade angular W . As variáveis do sistema de coordenadas são apenas o raio r , que varia de 0 até R , e o ângulo polar θ , que varia de 0 até θ_1 , uma vez que a geometria é simétrica com relação à coordenada azimutal ϕ .

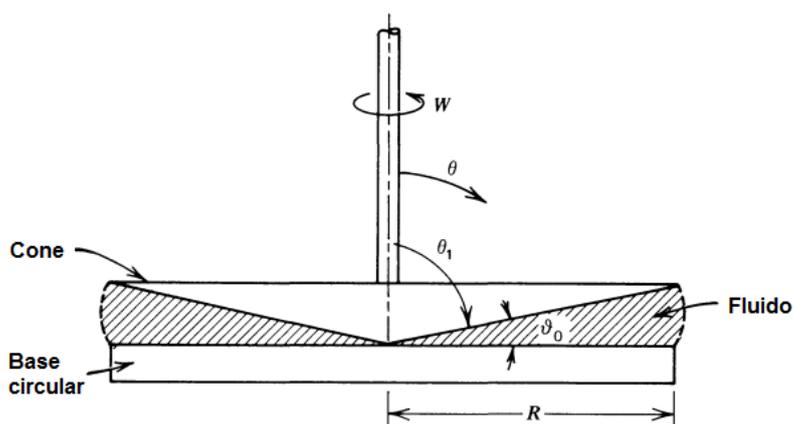


Figura 46 - Representação esquemática de geometria de medição cone-placa

Adaptado de Bird e Hassager (1987)

Assim, o perfil de velocidades pode ser aproximado pela equação (20), enquanto que a componente $\theta\varphi$ do tensor taxas de deformação pode ser obtida a

partir da equação (21). Percebe-se que a taxa de deformação é constante ao longo do raio do sensor, o que é uma característica bastante importante nos sensores cônicos.

$$v_{\phi} = Wr \left(\frac{(\pi/2) - \theta}{(\pi/2) - \theta_1} \right) \quad (20)$$

$$\dot{\gamma}_{\theta\phi} = \frac{\sin\theta}{r} \frac{\partial}{\partial\theta} \left(\frac{v_{\phi}}{\sin\theta} \right) = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial\theta} (v_{\phi}) = -\frac{W}{g_0} \quad (21)$$

O torque T necessário para manter a rotação é obtido a partir da integração do produto entre o braço de alavanca r e a força $\tau_{\theta\phi}|_{\theta=\pi/2} \cdot r dr d\phi$ ao longo da superfície do sensor, conforme a equação (22).

$$T = \int_0^{2\pi} \int_0^R \tau_{\theta\phi}|_{\theta=\pi/2} r^2 dr d\phi \quad (22)$$

Uma vez que a taxa de deformação é constante ao longo do raio do espaçamento, a tensão de cisalhamento $\tau_{\theta\phi}$ também é constante. Assim, a partir da equação (22), obtém-se a tensão de cisalhamento, equação (23).

$$\tau_{\theta\phi} = \frac{3T}{2\pi R^3} \quad (23)$$

Para se obter a viscosidade aparente η , basta dividir a tensão de cisalhamento pela taxa de deformação, atentando para a mudança de sinal, conforme a equação (24).

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau_{\theta\phi}}{-\dot{\gamma}_{\theta\phi}} = \frac{3Tg_0}{2\pi R^3 W} \quad (24)$$

Caso o reômetro seja capaz de medir o arrasto na placa de medição inferior, Υ , é possível calcular o primeiro coeficiente de tensões normais ψ_1 de acordo com a equação (25). Se, além disso, a distribuição de tensões locais ao longo da superfície do sensor $\pi_{\theta\theta}(r)|_{\theta=\pi/2}$, o segundo coeficiente de tensões normais ψ_2 pode ser determinado a partir da equação (26), na qual p_a é a pressão atmosférica.

$$\Psi_1 = \frac{2\Upsilon g_0^2}{\pi R^2 W^2} \quad (25)$$

$$\Psi_2 = \frac{1}{2} \left(-\frac{1}{\dot{\gamma}^2} \frac{\partial \pi_{\theta\theta}}{\partial \ln r} \Big|_{\theta=\pi/2} - \Psi_1 \right) = \frac{p_a - \pi_{\theta\theta}(R)}{\dot{\gamma}^2} \quad (26)$$

A Figura 47 apresenta uma geometria de medição tipo placa-placa em coordenadas cilíndricas, com raio R , altura de separação entre as placas H , simétrica em relação às coordenadas polares e submetida a uma velocidade angular W .

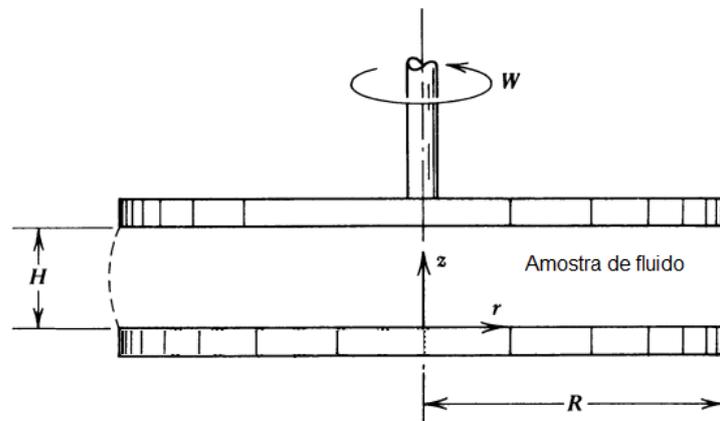


Figura 47 – Representação esquemática de geometria de medição tipo placas paralelas

Adaptado de Bird e Hassager (1987)

Bird e Hassager (1987) demonstram que o perfil de velocidades v_θ pode ser obtido conforme a equação (27), e que a taxa de deformação $\dot{\gamma}$ é função da coordenada radial r , conforme a equação (28).

$$v_\theta = \frac{rWz}{H} \quad (27)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\dot{\gamma}_R r}{R} = \frac{rW}{H} \quad (28)$$

O torque necessário para manter o disco superior em rotação é apresentado na equação (29).

$$T = 2\pi \int_0^R (-r\tau_{z\theta}) r dr = 2\pi \int_0^R \eta \dot{\gamma} r^2 dr = \frac{2\pi R^3}{\dot{\gamma}_R^3} \int_0^{\dot{\gamma}_R} \eta(\dot{\gamma}) \dot{\gamma}^3 d\dot{\gamma} \quad (29)$$

Devido às heterogeneidades impostas pelo escoamento sob torção a viscosidade não é uma função explícita do torque. Porém, é possível diferenciar esse último resultado em relação à taxa de deformação nas bordas da placa, $\dot{\gamma}_R$, utilizando-se a fórmula de Leibniz para diferenciações de integrais, equação (30), para se obter a viscosidade em função da taxa de deformação nas bordas da placa, equação (31).

$$\frac{d}{dt} \int_{a_1(t)}^{a_2(t)} f(x, t) dx = \int_{a_1(t)}^{a_2(t)} \frac{\partial f}{\partial t} dx + f(a_2, t) \frac{da_2}{dt} - f(a_1, t) \frac{da_1}{dt} \quad (30)$$

$$\eta(\dot{\gamma}_R) = \frac{(T/2\pi R^3)}{\dot{\gamma}_R} \left[3 + \frac{d \ln(T/2\pi R^3)}{d \ln \dot{\gamma}_R} \right] \quad (31)$$

Funções materiais em escoamento de cisalhamento em regime permanente

A partir da hipótese de que o tensor de tensões só depende do campo de escoamentos, pode-se dizer que a tensão de cisalhamento em regime permanente para um escoamento sob cisalhamento simples é função apenas da taxa de deformação $\dot{\gamma}$. Assim, a viscosidade aparente η é definida a partir da equação (32). Os coeficientes de tensões normais, Ψ_1 e Ψ_2 , bastante úteis na caracterização de fluidos viscoelásticos, são apresentados nas equações (33) e (34).

$$\tau_{yx} = -\eta(\dot{\gamma}) \dot{\gamma}_{yx} \quad (32)$$

$$\Psi_1(\dot{\gamma}) = -\frac{\tau_{xx} - \tau_{yy}}{\dot{\gamma}_{yx}^2} \quad (33)$$

$$\Psi_2(\dot{\gamma}) = -\frac{\tau_{yy} - \tau_{zz}}{\dot{\gamma}_{yx}^2} \quad (34)$$

Os coeficientes de tensões normais, Ψ_1 e Ψ_2 , juntamente com a viscosidade aparente η são chamados de funções viscométricas.

Funções materiais em escoamento de cisalhamento em regime transiente

O escoamento cisalhante oscilatório de baixa amplitude consiste na medição de respostas transitórias de uma amostra contida entre duas placas paralelas, em que a placa superior oscila com frequência ω . O perfil de velocidades será aproximadamente linear na direção vertical se $\omega\rho h^2 / 2\eta_0 \ll 1$, em que h é a distância entre as placas. Assim, a deformação e a taxa de deformação podem ser compreendidas conforme as equações (35) e (36), respectivamente, em que γ^0 é a amplitude de deformação nas oscilações e $\dot{\gamma}^0$ é a amplitude de taxas de deformação.

$$\gamma_{yx}(0, t) = \gamma^0 \sin \omega t \quad (35)$$

$$\dot{\gamma}_{yx}(t) = \gamma^0 \omega \cos \omega t = \dot{\gamma}^0 \cos \omega t \quad (36)$$

Quando submetidos a um regime oscilatório de baixas amplitudes de deformação, sólidos elásticos apresentam resposta em fase, ou seja, com ângulo de defasagem $\delta = 0$ com a excitação de deformações, enquanto que os fluidos newtonianos apresentam uma resposta defasada em $\delta = \pi / 2$. A resposta de fluidos viscoelásticos é intermediária entre os comportamentos de sólidos elásticos e de fluidos newtonianos, ou seja, com ângulos de defasagem dentro do intervalo $0 < \delta < \pi / 2$.

Quando se exprime a tensão de cisalhamento de fluidos viscoelásticos deve-se considerar a parcela elástica e a parcela viscosa do comportamento do material de acordo com o modelo de Maxwell. Assim, a tensão de cisalhamento é apresentada de acordo com a equação (37).

$$\tau_{yx} = \tau|_{elástica} + \tau|_{viscosa} = G\gamma_{yx} + \eta\dot{\gamma}_{yx} \quad (37)$$

Alternativamente, os termos do lado direito da equação (37) podem ser adaptados para o regime oscilatório, reescrevendo-se as equações (35) e (36), assumindo-se que a amplitude de deformações γ^0 é suficientemente pequena para que a tensão de cisalhamento seja linear com relação à taxa de deformação, conforme as equações (38) e (39) a seguir, em que $\Phi = (\pi / 2) - \delta$:

$$\tau_{yx} = -A(\omega)\gamma^0 \sin(\omega t + \delta) \quad (0 \leq \delta \leq \pi/2) \quad (38)$$

$$\tau_{yx} = -B(\omega)\dot{\gamma}^0 \sin(\omega t - \Phi) \quad (0 \leq \Phi \leq \pi/2) \quad (39)$$

Assim, reescrevem-se as equações (38) e (39) para explicitar as parcelas em fase e fora de fase da tensão de cisalhamento, conforme as equações (40) e (41). Nessas equações, definem-se quatro novas funções materiais: G' , G'' , η' e η'' .

$$\tau_{yx} = -G'(\omega)\gamma^0 \sin \omega t - G''(\omega)\gamma^0 \cos \omega t \quad (40)$$

$$\tau_{yx} = -\eta'(\omega)\dot{\gamma}^0 \cos \omega t - \eta''(\omega)\dot{\gamma}^0 \sin \omega t \quad (41)$$

Essas funções materiais se relacionam como componentes de vetores complexos, e dão origem ao módulo de elasticidade complexo G^* e à viscosidade complexa η^* , conforme pode ser observado nas equações (42) e (43).

$$A(\omega) = \sqrt{G'^2 + G''^2} = |G^*|, \quad \text{tg } \delta = G''/G' \quad (42)$$

$$B(\omega) = \sqrt{\eta'^2 + \eta''^2} = |\eta^*|, \quad \text{tg } \Phi = \eta''/\eta' \quad (43)$$

Uma vez que se tenha definido essas funções materiais, é importante que se compreenda o seu significado. Em um sólido elástico ideal, G' é igual ao módulo elástico hookeano G , e G'' é igual a zero, e para um fluido newtoniano, η' é equivalente à viscosidade newtoniana μ e η'' vale zero. Assim, $G' = \eta''\omega$ é conhecido como *módulo de armazenamento*, pois dá informações sobre o caráter elástico do fluido e da energia armazenada durante a deformação. Por outro lado, $G'' = \eta'\omega$ é conhecido como *módulo de dissipação*, pois dá informações a respeito do comportamento viscoso do fluido e da energia dissipada durante o ensaio oscilatório. A propriedade η' é denominada *viscosidade dinâmica* e representa a parcela viscosa da viscosidade complexa, enquanto que η'' é denominada *viscosidade de armazenamento* e representa a parcela elástica da viscosidade complexa. (BIRD e HASSAGER, 1987).

APÊNDICE B – AVALIAÇÃO DA INCERTEZA EXPERIMENTAL

Em trabalhos experimentais, é comum que se observe a ocorrência de erros de medição durante a realização dos ensaios. A análise de incerteza é uma ferramenta matemática utilizada para quantificar a validade dos dados e a sua precisão. Os erros de medição experimental podem ser classificados em duas categorias principais: erros fixos ou sistemáticos são aqueles que causam repetidas medições erradas da mesma quantidade em cada medição. Erros aleatórios ou não repetitivos, por sua vez, são aqueles que são diferentes para cada leitura e, por isso, não podem ser eliminados. A análise de incerteza é uma técnica que visa quantificar o erro aleatório provável nos resultados (FOX et al., 2010).

A estimativa de incerteza de medições experimentais consiste em três etapas principais:

1. Estimativa do intervalo de incerteza para cada quantidade medida;
2. Definição do limite de confiança em cada medição;
3. Análise da propagação da incerteza nos resultados calculados a partir dos dados experimentais.

De acordo com a norma ISO (2008), o objetivo de uma medição é inferir um valor ao mensurando, ou seja, à grandeza que se deseja avaliar. Dessa forma, deve-se ter em mente que uma medição experimental não representa o valor absoluto daquela grandeza, uma vez que depende da definição do mensurando, do método de medição utilizado e da precisão dos equipamentos utilizados. A análise de incerteza pode ser realizada de duas formas: tipos A e B. A incerteza tipo A baseia-se na repetição exaustiva de experimentos, de forma a obter uma quantidade de resultados suficiente para inferir uma distribuição de probabilidades normal aos resultados e avaliá-los com níveis de confiabilidade previamente definidos. Em experimentos de engenharia, é comum que se utilizem intervalos de confiabilidade da ordem de 95%.

O cálculo da incerteza tipo A exige a realização de numerosos ensaios, de forma a obter uma quantidade de amostras suficiente para que a distribuição discreta de probabilidades *t de Student* seja bastante próxima da distribuição contínua normal ou Gaussiana. Santos (2010) sugere a realização de 40 ensaios

para o cálculo da incerteza devida aos erros de repetitividade u_{Re} . Todavia, a duração média de cada ensaio nesse trabalho é de uma hora e 30 minutos, o que torna a realização de tantos ensaios inviável. Por esse motivo, o cálculo da incerteza tipo A foi realizado com base nos resultados disponíveis para as repetições realizadas com o procedimento de controle ao longo da execução desse trabalho. O cálculo da incerteza tipo A pode compreendido através das equações (44), (45) e (46).

$$\bar{T} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n T_k \quad (44)$$

$$s(T) = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (T_k - \bar{T})^2}{n-1}} \quad (45)$$

$$u_{\text{Re}} = \frac{s(T)}{\sqrt{n}} \quad (46)$$

Nessas equações, n é o número de repetições realizadas do procedimento de controle, equivalente a 14, T_k são os valores medidos do mensurando T , \bar{T} é a média aritmética da amostra e $s(T)$ é o desvio padrão da amostra. A incerteza tipo A deve ser calculada para os três parâmetros avaliados nesse trabalho: tensão de pico, tensão em regime permanente e deformação na tensão de pico.

A análise da propagação de incerteza nos cálculos é um processo que visa avaliar a influência da incerteza de cada parâmetro experimental nos resultados obtidos, e compreende a incerteza tipo B. A incerteza tipo B é bastante útil nos casos em que a extensa amostragem estatística é de difícil realização ou muito dispendiosa, uma vez que é obtida a partir de dados numéricos fornecidos pelos fabricantes dos equipamentos em uso. É importante salientar que a incerteza do tipo B é tão confiável quanto a incerteza do tipo A, principalmente quando essa última é baseada em um pequeno número de amostras testadas (SANTOS, 2010). Ao contrário da incerteza tipo A, que supõe distribuições de probabilidade normais ou gaussianas, as distribuições de probabilidades utilizadas na estimativa de incerteza tipo B são usualmente do tipo retangulares, uma vez que se supõe que a probabilidade de um valor estar compreendido dentro de um determinado intervalo é

a mesma para todos os valores compreendidos dentro desse intervalo. Quando o erro estimado de um equipamento é fornecido pelo fabricante, deve-se dividir o erro por um fator típico de cada distribuição de probabilidade. O fator de distribuições normais é 1, enquanto que o fator utilizado em distribuições retangulares é $\sqrt{3}$ (ISO, 2008).

Supondo que diversas medições das variáveis independentes x_1, x_2, \dots, x_n são feitas, que a incerteza relativa de cada quantidade medida é estimada como u_i , e que as medições são usadas para calcular um resultado R para o experimento, é possível analisar como os erros nas variáveis independentes propagam-se no cálculo do resultado. A incerteza relativa em R provocada pelas incertezas das variáveis independentes pode ser avaliada a partir da equação (47) (FOX et al., 2010).

$$u_R = \pm \left[\left(\frac{x_1}{R} \frac{\partial R}{\partial x_1} u_1 \right)^2 + \left(\frac{x_2}{R} \frac{\partial R}{\partial x_2} u_2 \right)^2 + \dots + \left(\frac{x_n}{R} \frac{\partial R}{\partial x_n} u_n \right)^2 \right]^{1/2} \quad (47)$$

A incerteza tipo B, assim como a incerteza tipo A, deve representar um intervalo referente ao resultado da medição que compreenda uma grande fração da distribuição de valores que pode ser associada ao mensurando (SANTOS, 2010). Para tanto, multiplica-se a incerteza tipo B calculada através da equação por um fator oriundo de uma distribuição de probabilidades discretas *t de Student*. É comum, em experimentos de engenharia, trabalhar com intervalos de confiabilidade de 95%. Avaliando-se os valores críticos de *t* em uma distribuição *t de Student* com probabilidades acumuladas, conforme apresentado por Levine et al. (2008), percebe-se que para áreas da cauda superior da distribuição de 2,5%, o valor crítico de *t* para grandes números de amostras é de aproximadamente 2. O valor crítico de *t* é referenciado na norma ISO (2008) como um fator de abrangência *k*. Dessa forma, a incerteza expandida ($U_{95\%}$), que representa a faixa de abrangência na qual pode-se ter 95% de certeza de que um valor medido se encontra, é representada de acordo com a equação , na qual o valor de u_R é obtido pela equação (48). Para elevados números de graus de liberdade, o fator de abrangência $k_{95\%}$ é igual a 2 para níveis de confiança de 95% (ISO, 2008).

$$U_{95\%} = k_{95\%} u_R \quad (48)$$

No caso do reômetro Haake MARS III, a grandeza calculada é a viscosidade aparente η , que depende da rotação aplicada Ω , do torque aplicado M_D e dos parâmetros geométricos A e M , que são característicos de cada geometria de medição e informados pelo fabricante. A viscosidade aparente em função desses parâmetros pode ser avaliada pela equação (49) (KÜCHENMEISTER e NIJMAN, 2012).

$$\eta = \frac{AM_D}{M\Omega} \quad (49)$$

Todavia, a grandeza física avaliada ao longo desse trabalho é a tensão de cisalhamento, e não a viscosidade aparente. Dessa maneira, pode-se adaptar a equação (49) para que se possa exprimi-la em função da tensão de cisalhamento, conforme a equação (50). Ao avaliar essa equação, deve-se ter em mente que a taxa de deformação é uma grandeza física calculada a partir da rotação do sensor, e dessa forma sua incerteza de medição não precisa ser levada em conta no o cálculo da incerteza tipo B.

$$\tau = \frac{AM_D}{M\Omega} \dot{\gamma} \quad (50)$$

Assim, substituindo-se as variáveis independentes Ω , M_D , A e M , a incerteza tipo A calculada pela equação (46) e a equação (50) na equação (47) obtém-se a relação para calcular a incerteza de medição da tensão de cisalhamento, equação (51).

$$u_\tau = \pm \left[\left(\frac{\partial \tau}{\partial \tau_{Re}} u_{Re} \right)^2 + \left(\frac{A}{\tau} \frac{\partial \tau}{\partial A} u_A \right)^2 + \left(\frac{M}{\tau} \frac{\partial \tau}{\partial M} u_M \right)^2 + \left(\frac{M_D}{\tau} \frac{\partial \tau}{\partial M_D} u_{M_D} \right)^2 + \left(\frac{\Omega}{\tau} \frac{\partial \tau}{\partial \Omega} u_\Omega \right)^2 \right]^{1/2} \quad (51)$$

Resolvendo-se as derivadas parciais, chega-se à equação (52), que apresenta a incerteza combinada u_τ devido à incerteza tipo A devido à repetitividade de

resultados e às incertezas tipo B oriundas das incertezas do equipamento de medição.

$$u_r = \pm \left[(u_{Re})^2 + (u_A)^2 + (u_M)^2 + (u_{M_D})^2 \right]^{1/2} \quad (52)$$

É importante salientar que a equação representa a incerteza de medição em termos percentuais. Caso se deseje exprimir a incerteza em termos absolutos, é necessário que se tenha conhecimento do valor medido para o torque a cada ponto, e então cada ponto de das curvas de viscosidade obtidas apresentaria um valor diferente de incerteza. Por esse motivo, a incerteza tipo B apresentada nessa seção será expressa em termos percentuais, e não absolutos.

As incertezas dos parâmetros geométricos A e M são de $\pm 0,5\%$ (KÜCHENMEISTER e NIJMAN, 2012), e as incertezas da rotação aplicada Ω e do torque aplicado M_D também são de $\pm 0,5\%$. Na equação , eliminou-se a derivada parcial relativa à contribuição da rotação Ω uma vez que o fabricante não fornece a resolução da rotação medida, mas apenas a resolução do torque medido equivalente a $10^{-9} Nm$. Após calcular as incertezas tipo B, u_A , u_M e u_{M_D} , é necessário que se faça o cálculo da incerteza combinada u_r para cada uma das três grandezas estudadas nesse trabalho: tensão de pico, tensão em regime permanente e deformação na tensão de pico. Os cálculos resumidos das incertezas de medição para essas três grandezas são apresentados na Tabela 13, na Tabela 14 e na Tabela 15, respectivamente. Pode-se notar que a incerteza de medição expandida com confiabilidade de 95% para a tensão de pico é de $\pm 3,713\%$, para a tensão em regime permanente é $\pm 5,506\%$ e para a deformação na tensão de pico é $\pm 15,959\%$.

Tabela 13 - Resumo da incerteza tipo B calculada para a tensão de pico do procedimento de controle no reômetro HAAKE MARS III

Componente da incerteza	Fonte de incerteza	Tipo de distribuição	Valor da incerteza (%)	Divisor	Incerteza padrão (%)
u_{Re}	Repetitividade	Normal	1,788	1,000	1,788
u_A	Parâmetro geométrico A	Retangular	0,5	$\sqrt{3}$	0,289
u_M	Parâmetro geométrico M	Retangular	0,5	$\sqrt{3}$	0,289

u_{M_D}	Torque medido M_D	Retangular	0,5	$\sqrt{3}$	0,289
u_τ	Incerteza combinada	-	normal	-	1,857
$U_{95\%}$	Incerteza expandida	-	Normal	-	3,713

Fonte: Autoria própria

Tabela 14 - Resumo da incerteza tipo B calculada para a tensão em regime permanente do procedimento de controle no reômetro HAAKE MARS III

Componente da incerteza	Fonte de incerteza	Tipo de distribuição	Valor da incerteza (%)	Divisor	Incerteza padrão (%)
u_{Re}	Repetitividade	Normal	2,707	1,000	2,707
u_A	Parâmetro geométrico A	Retangular	0,5	$\sqrt{3}$	0,289
u_M	Parâmetro geométrico M	Retangular	0,5	$\sqrt{3}$	0,289
u_{M_D}	Torque medido M_D	Retangular	0,5	$\sqrt{3}$	0,289
u_τ	Incerteza combinada	-	normal	-	2,753
$U_{95\%}$	Incerteza expandida	-	Normal	-	5,506

Fonte: Autoria própria

Tabela 15 - Resumo da incerteza tipo B calculada para a deformação na tensão de pico do procedimento de controle no reômetro HAAKE MARS III

Componente da incerteza	Fonte de incerteza	Tipo de distribuição	Valor da incerteza (%)	Divisor	Incerteza padrão (%)
u_{Re}	Repetitividade	Normal	7,964	1,000	7,964
u_A	Parâmetro geométrico A	Retangular	0,5	$\sqrt{3}$	0,289
u_M	Parâmetro geométrico M	Retangular	0,5	$\sqrt{3}$	0,289
u_{M_D}	Torque medido M_D	Retangular	0,5	$\sqrt{3}$	0,289
u_τ	Incerteza combinada	-	normal	-	7,980
$U_{95\%}$	Incerteza expandida	-	Normal	-	15,959

Fonte: Autoria própria

Por outro lado, também se deve levar em consideração que erros humanos e de controle de temperatura também podem ter influência significativa no valor medido da viscosidade aparente. Quando essas contribuições são avaliadas, é

razoável que se assumam incertezas de medição de $\pm 3\%$ para sensores cilíndricos e de $\pm 5\%$ para geometrias cone-placa e placas paralelas (PETRI, 2012).

APÊNDICE C - CONCEITOS DE ESTATÍSTICA

Por se tratar de um trabalho experimental, é importante que se tenha conhecimento das técnicas estatísticas de avaliação de resultados e de planejamento de experimentos existentes na literatura. Essa seção apresenta os principais conceitos de estatística utilizados no desenvolvimento do trabalho.

População, amostra, média e desvio-padrão

De acordo com Levine et al. (2008), uma população é constituída por todos os itens ou elementos em relação aos quais se deseja chegar a uma conclusão, enquanto que uma amostra corresponde à parcela da população que é selecionada para que se desenvolva uma análise. No caso dos experimentos realizados, a população consiste em todos os infinitos possível resultados para um determinado experimento, enquanto que a amostra é formada pelos experimentos realizados para fins de análise.

Para uma determinada amostra de n elementos x_i , a média aritmética \bar{x} é descrita pela equação (53), a variância S^2 é dada pela equação (54) enquanto que o desvio padrão da amostra S é dado pela equação (55).

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (53)$$

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1} \quad (54)$$

$$S = \sqrt{S^2} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (55)$$

Intervalo de confiança

Em estatística, é importante que se compreenda as diferenças entre estimativas de ponto e estimativas de intervalo de confiança. As estimativas de ponto são representadas por valores únicos e absolutos, e representam de forma satisfatória as estatísticas inferidas a partir da população quando se conhece todos os valores

possíveis da população em questão. Todavia, as estimativas de intervalo de confiança correspondem a uma extensão de valores construídos em torno das estimativas de ponto, e são construídas de forma a se conhecer a probabilidade de que o parâmetro não conhecido da população seja encontrado em algum lugar dentro do intervalo (LEVINE et al., 2008).

Quando o desvio padrão da população σ é desconhecido, pode-se estimar o intervalo de confiança para a média aritmética de acordo com a equação (56), na qual $t_{\alpha/2}$ representa o valor crítico correspondente a uma probabilidade de cauda superior de $\alpha/2$ a partir de uma distribuição *t de Student*, com $n-1$ graus de liberdade, sendo n o número de elementos da amostra.

$$\bar{x} - t_{\alpha/2} \frac{S}{\sqrt{n}} \leq \bar{x} \leq \bar{x} + t_{\alpha/2} \frac{S}{\sqrt{n}} \quad (56)$$

Para níveis de confiança de 95%, os valores de $t_{\alpha/2}$ para $n=3$, $n=6$, $n=9$ e $n=12$ experimentos são apresentados na Tabela 16.

Tabela 16 - Valores críticos de $t_{\alpha/2}$ para nível de significância de 95%

Número de experimentos	Número de graus de liberdade	$t_{\alpha/2}$
3	2	4,3027
6	5	2,5706
9	8	2,3060
12	11	2,2010

Adaptado de: Levine et al. (2008)

Análise de variância

A análise de variância, ou ANOVA (do inglês *Analysis of Variance*) é uma técnica estatística utilizada para avaliar diferenças entre as médias aritméticas de um conjunto de grupos, baseando-se nas dispersões dos dados de cada um desses grupos ao redor das respectivas médias. Por esse motivo, a análise de variância é bastante útil para que se avaliem as diferenças entre médias de valores coletados de experimentos, uma vez que as médias aritméticas podem ser algebricamente diferentes, mas estatisticamente iguais caso as dispersões dos dados entre as respectivas médias sejam grandes o suficiente para tal.

O teste estatístico utilizado para comparar as médias em uma ANOVA segue uma *distribuição F*, com nível de significância definido pelas características do problema em análise. No caso de experimentos de engenharia, é comum que se trabalhe com níveis de significância de 95%. Os graus de liberdade do numerador e do denominador, que são parâmetros de entrada para o teste *F* depende do número de grupos testados *c* e do número de valores dentro de cada grupo, *n*. No caso dos experimentos realizados nesse trabalho, o número de grupos é dado pelas condições experimentais testadas enquanto o número de valores dentro de cada grupo é dado pelas repetições de cada condição experimental testada.

A análise de variância também pode ser realizada para que se compare a influência de dois ou mais fatores nas médias aritméticas, constituindo assim a análise de variância de múltiplos fatores - também conhecida como modelo fatorial. Nesse caso, dois ou mais fatores são combinados de forma que se avalie a influência de cada um deles nas médias aritméticas dos experimentos. No caso dos ensaios realizados para avaliação da influência do pré-cisalhamento na tensão de pico e na tensão em regime permanente, os dois fatores variados são o tempo de pré-cisalhamento e a taxa de deformação utilizada nos procedimentos de pré-cisalhamento. Maiores detalhes a respeito da análise de variância de múltiplos fatores são descritos por Levine et al. (2008).

O resultado de uma análise de variância de um ou de múltiplos fatores fornece apenas a informação de que existe ou não ao menos uma média aritmética dentro dos grupos testados que difere das outras médias aritméticas. Para que se saiba exatamente quais são as médias que diferem das demais, é necessário que se realize um teste estatístico conhecido como procedimento de múltiplas comparações de Tukey-Kramer. Esse procedimento estabelece um intervalo crítico ao redor da média aritmética de um dos grupos testados, de forma que se a média do outro grupo testado tenha uma diferença absoluta menor do que o intervalo crítico, considera-se que as médias são estatisticamente iguais. Caso a diferença entre as médias seja maior do que o intervalo crítico, diz-se que as médias são estatisticamente diferentes. O teste de Tukey-Kramer baseia-se em uma distribuição de probabilidades acumuladas de Student, com nível de significância definido pelo tipo de experimento realizado. Em estudos de engenharia, considera-se que o nível

de significância utilizado é de 95%. Maiores detalhes a respeito do procedimento de Tukey-Kramer são descritos por Levine et al. (2008).

