

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

**AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DO REINÍCIO DE
ESCOAMENTO DE FLUIDOS DEPENDENTES DO
TEMPO EM TUBULAÇÕES**

LUCAS GARCIA PEREIRA

DISSERTAÇÃO

CURITIBA

2018

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

AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DO REINÍCIO DE
ESCOAMENTO DE FLUIDOS DEPENDENTES DO
TEMPO EM TUBULAÇÕES

LUCAS GARCIA PEREIRA

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

Orientador: Cezar Otaviano Ribeiro Negrão, Ph.D.

CURITIBA

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

P436a Pereira, Lucas Garcia
2018 Avaliação experimental do reinício de escoamento de
fluidos dependentes do tempo em tubulações / Lucas
Garcia Pereira.-- 2018.
1 arquivo de texto : PDF : 4,46MB

Texto em português, com resumo em inglês
Dissertação (Mestrado) - Universidade Tecnológica
Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Mecânica e de Materiais, Curitiba, 2018
Bibliografia: p. 105-109

1. Engenharia mecânica - Dissertações. 2. Engenharia
térmica. 3. Escoamento. 4. Materiais viscoelásticos.
5. Tixotropia. I. Negrão, Cezar Otaviano Ribeiro, orient.
II. Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Programa de
Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais.
III. Título.

CDD: Ed. 22 -- 620.1

Biblioteca Central da UTFPR, Câmpus Curitiba
Lucia Ferreira Littiere - CRB 9/1271

TERMO DE APROVAÇÃO DE DISSERTAÇÃO Nº 336

A Dissertação de Mestrado intitulada: **Avaliação experimental do reinício de escoamento de fluidos dependentes do tempo em tubulações**, defendida em sessão pública pelo Candidato **Lucas Garcia Pereira**, no dia 22 de novembro de 2018, foi julgada para a obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração: Engenharia Térmica, e aprovada em sua forma final, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais – PPGEM.

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Cezar Otaviano Ribeiro Negrão, Ph.D. - Presidente - UTFPR

Prof. Dr. Admilson Teixeira Franco - UTFPR

Prof^a. Dr^a. Mônica Feijó Naccache - PUC-RIO

A via original deste documento encontra-se arquivada na Secretaria do Programa, contendo a assinatura da Coordenação após a entrega da versão corrigida do trabalho.

Curitiba, 22 de novembro de 2018.

Carimbo e assinatura do Coordenador do Programa

RESUMO

PEREIRA, Lucas Garcia. **Avaliação experimental do reinício de escoamento de fluidos dependentes do tempo em tubulações**. 2018. 123 f. Dissertação de mestrado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2018.

Durante a produção de petróleo em águas profundas e ultraprofundas, o petróleo com alto teor de parafinas pode se gelificar em função de perdas de calor para o leito do oceano. Para reiniciar o escoamento do fluido gelificado são requeridas pressões superiores às usuais de operação, o que pode levar ao superdimensionamento dos dutos submarinos. Segundo a literatura, as propriedades desse gel são altamente dependentes do histórico térmico e de cisalhamento, e as pressões no reinício de escoamento são influenciadas principalmente pela dissipação viscosa, compressibilidade, tensão limite de escoamento e dependência temporal das propriedades do material gelificado. O objetivo do trabalho é avaliar experimentalmente os efeitos de viscosidade, viscoplasticidade e dependência temporal na intensidade e desenvolvimento das pressões de fluidos dependentes do tempo em tubulações. Com a intenção de simplificar o problema, são estudadas soluções de glicerina, Carbopol® e Laponita®, para que cada efeito seja avaliado separadamente e comparado. Os ensaios experimentais são realizados através de um aparato experimental, composta por longa tubulação helicoidal inserida em uma câmara térmica isolada. O aparato conta ainda com sistemas de refrigeração e aquecimento, além de dispositivos para controle e aquisição de dados. O presente estudo abrange as curvas de escoamento dos materiais, testes de reinício de escoamento por imposição de vazão, reinício de escoamento por imposição de pressão e imposição de patamares de vazão. Para glicerina foi evidenciado que a vazão no final da tubulação inicia após a formação de um gradiente de pressão uniforme logo no início dos experimentos, que aumenta até atingir regime permanente. Para os fluidos viscoplásticos as pressões internas da tubulação responderam com atraso ao aumento da pressão na entrada, de tal forma que um gradiente de pressão uniforme só é observado quando as pressões estão próximas do regime permanente. No material tixotrópico, foi observado que um gradiente de pressão uniforme se estabelece após os picos de pressão, coincidindo com o reinício do escoamento. Os resultados obtidos na unidade experimental foram comparados com resultados de simulações numéricas, apresentando boa concordância.

Palavras-chave: reinício de escoamento, viscoplástico, tixotropia, Laponita®, aparato experimental.

ABSTRACT

PEREIRA, Lucas Garcia. **Experimental analysis of the startup flow of time dependent fluids in pipelines**. 2018. 123 f. Master's thesis - Postgraduate Program in Mechanical and Materials Engineering, Federal University of Technology – Paraná. Curitiba, 2018.

During the production of oil in deep and ultra deep waters, petroleum with high paraffin content may, through heat transfer with the ocean bed, cool at low temperatures and form a gel structure with non-Newtonian characteristics. To restart the flow of the gelled fluid, pressures higher than usual are required, which can lead to overestimating of the underwater pipelines. According to the literature, the properties of this gel are highly dependent on the thermal and shear history, and the pressures at the restart of flow are influenced mainly by the viscous dissipation, compressibility, yield stress and temporal dependence of the properties of the gelled material. In order to simplify the studied problem, the objective of this work is to evaluate experimentally the effects of viscosity, viscoplasticity and temporal dependence on the intensity and development of the pressure of time dependent fluids in pipelines. For this purpose, solutions of glycerine, Carbopol® and Laponite®, are studied, allowing the comparison of each effect separately. The experimental tests are performed by an experimental apparatus, composed of a long helical pipe inserted in a thermally insulated chamber. The apparatus has also cooling and heating systems, as well as devices for data control and acquisition. This study covers the materials flow curves, flow startup with flow rate imposition, flow startup with pressure imposition and the imposition of flow rate steps. For glycerin results, it was noticed that at beginning of the experiments, the flow rate at the end of the pipeline starts to increase with the presence of a uniform pressure gradient, which increases until reaching steady state. The internal pressure for viscoplastic fluids had a delayed response to the increase in the inlet pressure, such that the uniform pressure gradient is observed only when the pressures are close to the steady state values. For the thixotropic material, it was verified that the uniform pressure gradient is established only after the pressure overshoot, coinciding with the flow startup. The results obtained with the experimental apparatus were compared to simulation work, showing good agreement.

Keywords: flow startup, viscoplastic, thixotropy, Laponite®, experimental apparatus.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Esquema de produção de petróleo e gás <i>offshore</i>	17
Figura 1.2 – Petróleo leve na fase líquida.	19
Figura 1.3 – Petróleo parafínico gelificado em temperatura abaixo à de cristalização.	19
Figura 2.1 – Ilustração representando o modelo viscoelástico de Maxwell.	23
Figura 2.2 – Comparativo de curvas de escoamento de alguns modelos de FNG e fluido newtoniano: (1) fluido newtoniano; (2) fluido pseudoplástico; (3) fluido de Bingham; (4) fluido Herschel-Bulkley pseudoplástico.	25
Figura 2.3 – Esquema simplificado ilustrando a desestruturação e reestruturação de um sistema tixotrópico: (a) material estruturado; (b) parcialmente desestruturado; (c) completamente desestruturado.	26
Figura 2.4 – Diferentes respostas da tensão com o tempo após variação súbita da taxa de cisalhamento: (a) queda abrupta de $\dot{\gamma}$; (b) material puramente viscoelástico; (c) material inelástico tixotrópico; (d) material viscoelástico e tixotrópico.	27
Figura 3.1 – Ilustração esquemática dos principais componentes da unidade experimental. ..	41
Figura 3.2 – Fotografia do interior da unidade experimental, em destaque: (a) bombas seringa, (b) reservatório interno, válvulas (c) V5, (d) V6, (e) V7, (f) tubulação principal em formato de helicóide, (g) linha de retorno com capilar e (h) conexão tipo “T”	44
Figura 3.3 – Evaporador e estrutura de fixação (a) e conjunto de resistências em paralelo (b).	46
Figura 3.4 – Transdutor (a) termopar (b) instalados na tubulação helicoidal.....	47
Figura 3.5 – Interface do programa no <i>LabVIEW</i>	49
Figura 4.1 – Ilustração esquemática do escoamento do fluido nos testes de curva de escoamento, imposição de patamares de vazão e reinício de escoamento por imposição de vazão.	58
Figura 4.2 – Abertura da conexão tipo “T” com o plano de referência ao fundo, mostrando o nível de Carbopol®, fotografado pela câmera.....	62
Figura 4.3 – Ilustração esquemática do escoamento do fluido nos testes de reinício de escoamento por imposição de pressão, indicando o sentido do escoamento nos casos com e sem reinício.	64

Figura 5.1 – Curvas de escoamento da glicerina a 25 °C (a) e 45 °C (b) medidas com o aparato experimental e reômetro.	67
Figura 5.2 – Curvas de escoamento do Carbopol® a 25 °C (a) e 5 °C (b) medidas pelo aparato experimental e reômetro.	70
Figura 5.3 – Curvas de escoamento do Carbopol® a 25 °C (a) e 5 °C (b) medidas com o aparato experimental e reômetro, utilizando a correção de escorregamento nos dados do aparato.	72
Figura 5.4 – Curvas de escoamento da Laponita® a 25 °C medidas com o aparato experimental e pelo reômetro.	73
Figura 5.5 – Imposição de patamares de vazão conforme 32,2 – 64,4 – 96,6 – 64,4 – 32,2 – 0 ml/min, para glicerina a 25 °C.....	75
Figura 5.6 – Imposição de patamares de vazão conforme 32,2 – 64,4 – 96,6 – 64,4 – 32,2 – 0 ml/min, para Carbopol® a 25 °C.....	76
Figura 5.7 – Imposição de patamares de vazão conforme 32,2 – 64,4 – 96,6 – 64,4 – 32,2 – 0 ml/min, para Laponita® a 25 °C.	78
Figura 5.8 – Reinício de escoamento da glicerina por imposição de vazão de 64,4 ml/min, para as temperaturas de 25 °C (a) e 45 °C (b).	80
Figura 5.9 – Pressão em função do comprimento, para os testes de reinício de escoamento de glicerina com vazão de 64,4 ml/min, nas temperaturas de 25 °C (a) e 45 °C (b).	81
Figura 5.10 – Reinício de escoamento da glicerina por imposição de vazão de 6,44 ml/min, para as temperaturas de 25 °C (a) e 45 °C (b).	82
Figura 5.11 – Reinício de escoamento de Carbopol® por imposição de vazão de 64,4 ml/min, para as temperaturas de 25 °C (a) e 5 °C (b).	84
Figura 5.12 – Reinício de escoamento de Carbopol® por imposição de vazão de 6,44 ml/min, para a temperatura de 25 °C.	85
Figura 5.13 – Pressão em função do comprimento, para os testes de reinício de escoamento com solução de Carbopol® a 25 °C, com vazões de 64,4 ml/min (a) e 6,44 ml/min (b).	87
Figura 5.14 – Reinício de escoamento de Laponita® por imposição de vazão de 6,44 ml/min, mostrando a evolução das pressões durante todo o teste (a) e nos segundos iniciais (b), a 25 °C.	88

Figura 5.15 – Reinício de escoamento de Laponita® por imposição de vazão de 64,4 ml/min, mostrando a evolução das pressões durante todo o teste (a) e nos segundos iniciais (b), a 25 °C.	89
Figura 5.16 – Pressão em função do comprimento, para os testes de reinício de escoamento com solução de Laponita® a 25 °C, com vazões de 64,4 ml/min (a) e 6,44 ml/min (b).	90
Figura 5.17 – Reinício de escoamento de Laponita® após 10 minutos de repouso, por imposição de vazão de 64,4 ml/min, mostrando a evolução das pressões durante todo o teste (a) e nos segundos iniciais (b), a 25 °C.	91
Figura 5.18 – Reinício de escoamento de Laponita® após 30 minutos de repouso, por imposição de vazão de 64,4 ml/min, mostrando a evolução das pressões durante todo o teste (a) e nos segundos iniciais (b), a 25 °C.	92
Figura 5.19 – Patamares de pressão aplicados ao Carbopol® na verificação de vazões candidatas a reiniciar o escoamento da amostra na tubulação helicoidal por imposição de pressão.	93
Figura 5.20 – Reinício de escoamento de Carbopol® por imposição de pressão, na qual não foi verificado o escoamento pela aplicação vazões 12,88 ml/min, para a temperatura de 25 °C. .	94
Figura 5.21 – Reinício de escoamento de Carbopol® por imposição de pressão, na qual foi verificado o escoamento pela aplicação de vazões de 14,49 ml/min (a) e 16,1 ml/min (b), para a temperatura de 25 °C.	95
Figura 5.22 – Comparação de resultados experimentais com simulação, para glicerina. Condições de contorno: imposição de vazão de 64,4 ml/min na entrada e pressão de saída a 0 bar.	97
Figura 5.23 – Comparação de resultados experimentais com simulação, para glicerina. Condições de contorno em (a): P1 na entrada e pressão de saída a 0 bar. Condições de contorno em (b): P1 e P4.	98
Figura 5.24 – Comparação de resultados experimentais com simulação, para Carbopol®. Condições de contorno: imposição de vazão de 64,4 ml/min na entrada e pressão de saída a 0 bar.	100
Figura 5.25 – Comparativo entre simulações do escoamento de um fluido newtoniano e o escoamento de um fluido viscoplástico que apresentam as mesmas viscosidades aparentes.	100

Figura B.1 – Processo de resfriamento até 5 °C: (a) regime transiente; (b) regime permanente.	112
Figura B.2 – Processo de aquecimento até 25 °C: (a) regime transiente; (b) regime permanente.	112
Figura B.3 – Processo de aquecimento até 45 °C: (a) regime transiente; (b) regime permanente.	113

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.2 – Sistemas da unidade experimental e seus principais componentes	50
Tabela 3.1 – Sistemas da unidade experimental e seus principais componentes	52
Tabela 4.1 – Resumo dos pré-testes para cada material	56
Tabela 4.2 – Vazões utilizadas e taxas de cisalhamento correspondentes	57
Tabela 4.2 – Patamares de vazão e sua duração	60
Tabela 4.5 – Quantidade de testes para cada material estudado em cada temperatura	65
Tabela 5.1 – Resumo das constantes obtidas nos ajustes das curvas de escoamento para Carbopol®	72
Tabela 5.2 – Resumo das constantes obtidas nos ajustes das curvas de escoamento para Laponita®	74
Tabela A.1 – Parâmetros e valores utilizados no cálculo do diâmetro médio.....	110
Tabela B.1 – Verificação de vazões da bomba.....	114
Tabela B.2 – Parâmetros medidos e valores de incerteza experimental.....	116
Tabela B.3 – Parâmetros calculados e valores de incerteza experimental absoluta e percentual	119

LISTA DE SÍMBOLOS

$\boldsymbol{\tau}$	Tensor tensão	[Pa]
$\boldsymbol{\gamma}$	Tensor deformação	[-]
$\dot{\boldsymbol{\gamma}}$	Tensor taxa de deformação	[s ⁻¹]
G	Módulo de elasticidade	[Pa]
τ	Tensão de cisalhamento	[Pa]
τ_w	Tensão de cisalhamento na parede da tubulação	[Pa]
τ_{reo}	Tensão calculada no reômetro	[Pa]
τ_{corr}	Tensão corrigida para geometria de placas paralelas	[Pa]
$\dot{\gamma}$	2ª invariante do tensor taxa de deformação	[s ⁻¹]
$\dot{\gamma}_{ap}$	Taxa de cisalhamento aparente	[s ⁻¹]
$\dot{\gamma}_{wr}$	Taxa de cisalhamento corrigida para reômetro capilar	[s ⁻¹]
$\dot{\gamma}_{reo}$	Taxa de cisalhamento medida no reômetro	[s ⁻¹]
$\dot{\gamma}_{corr-esc}$	Taxa de cisalhamento corrigida para escorregamento	[s ⁻¹]
V_x	Velocidade na direção x	[m/s]
r	Direção radial	[m]
η	Viscosidade	[Pa.s]
m	Índice de consistência	[Pa.s ⁿ]
n	Índice de lei de potência	[-]
μ_0	Viscosidade plástica	[Pa.s]
τ_0	Tensão limite de escoamento	[Pa]
T	Temperatura	[°C]
\bar{T}	Temperatura média	[°C]
ρ	Massa específica	[kg/m ³]

P	Pressão	[bar]
ΔP	Diferença de pressão	[bar]
ΔP_{1-4}	Diferença de pressão entre P1 e P4	[bar]
L	Comprimento	[m]
L_{1-4}	Comprimento entre os transdutores PT1 e PT4	[m]
L_{total}	Comprimento total da tubulação	[m]
L_{eq}	Comprimento equivalente do medidor de vazão	[m]
α	Compressibilidade isotérmica	[m.s ² /kg]
c	Velocidade de propagação da onda de pressão	[m/s]
D	Diâmetro	[mm]
Q	Vazão volumétrica	[ml/min]
Q_{pt}	Vazão volumétrica de pré-teste	[ml/min]
Q_{cis}	Vazão efetivamente cisalhada	[ml/min]
Q_{esc}	Vazão de escorregamento	[ml/min]
t	Tempo	[s]
t_{cis}	Tempo de cisalhamento de pré-teste	[s]
t_{rep}	Tempo de repouso de pré-teste	[s]
σ_x %	Desvio percentual	[-]
σ_x	Desvio padrão das medidas arbitrárias x	[-]
\bar{x}	Média aritmética das medidas arbitrárias x	[-]
$\Delta\%$	Diferença percentual	[-]
x_{reo}	Valor medido no reômetro	[-]
x_{ex}	Valor medido no aparato experimental	[-]

LISTA DE SIGLAS

FNG	Fluido newtoniano generalizado
TLE	Tensão limite de escoamento
PIV	Velocimetria por imagem de partículas
CERNN	Centro de Pesquisa em Reologia e Fluidos Não Newtonianos
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná
MV	Medidor de vazão
PT	Transdutor de pressão

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	17
1.1	Contexto	17
1.2	Descrição do problema	18
1.3	Objetivos.....	20
1.4	Estrutura do trabalho	21
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	22
2.1	Fundamentação teórica	22
2.1.1	<i>Fluidos viscoelásticos</i>	22
2.1.2	<i>Fluido newtoniano generalizado</i>	24
2.1.3	<i>Tixotropia</i>	26
2.2	Modelagem matemática.....	28
2.3	Estudos experimentais	31
2.3.1	<i>Petróleo</i>	32
2.3.1.1	<i>Petróleo – estudos reométricos</i>	32
2.3.1.2	<i>Petróleo – estudos envolvendo aparatos experimentais</i>	33
2.3.2	<i>Carbopol®</i>	35
2.3.2.1	<i>Carbopol® – estudos reométricos</i>	35
2.3.2.2	<i>Carbopol® – estudos envolvendo aparatos experimentais</i>	36
2.3.3	<i>Laponita®</i>	37
2.3.3.1	<i>Laponita® – estudos reométricos</i>	37
2.3.3.2	<i>Laponita® – estudos envolvendo aparatos experimentais</i>	38
2.4	Síntese do capítulo 2.....	38
3	DESCRIÇÃO DO APARATO EXPERIMENTAL	40
3.1	Sistema hidráulico	40
3.2	Sistema de refrigeração e aquecimento	45
3.3	Sistema de controle e aquisição de dados.....	46
3.4	Incertezas experimentais medidas e calculadas.....	50

3.5	Influência de fatores secundários nos resultados.....	51
3.6	Síntese do capítulo 3.....	51
4	METODOLOGIA.....	53
4.1	Materiais	53
4.2	Procedimentos experimentais	54
4.2.1	<i>Pré-testes</i>	55
4.2.2	<i>Avaliação da curva de escoamento</i>	56
4.2.3	<i>Imposição de patamares de vazão: subida e descida</i>	59
4.2.4	<i>Reinício de escoamento por imposição de vazão</i>	60
4.2.5	<i>Reinício de escoamento por imposição de pressão</i>	61
4.3	Síntese do capítulo 4.....	65
5	RESULTADOS	66
5.1	Resultados – Curva de escoamento	66
5.1.1	<i>Resultados – glicerina: curva de escoamento</i>	66
5.1.2	<i>Resultados – Carbopol®: curva de escoamento</i>	68
5.1.3	<i>Resultados – Laponita®: curva de escoamento</i>	73
5.2	Resultados – Imposição de patamares de vazão: subida e descida.....	75
5.2.1	<i>Resultados – glicerina: imposição de patamares de vazão</i>	75
5.2.2	<i>Resultados – Carbopol®: imposição de patamares de vazão</i>	76
5.2.3	<i>Resultados – Laponita®: imposição de patamares de vazão</i>	77
5.3	Resultados – Reinício de escoamento por imposição de vazão.....	78
5.3.1	<i>Resultados – glicerina: reinício de escoamento por imposição de vazão</i>	78
5.3.2	<i>Resultados – Carbopol®: reinício de escoamento por imposição de vazão</i>	82
5.3.3	<i>Resultados – Laponita®: reinício de escoamento por imposição de vazão</i>	87
5.4	Resultados – Reinício de escoamento por imposição de pressão	92
5.4.1	<i>Resultados – Carbopol®: reinício de escoamento por imposição de pressão</i>	92
5.5	Resultados – Comparação com simulações.....	96
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS	102
7	REFERÊNCIAS	105

APÊNDICE A: CÁLCULO DO DIÂMETRO INTERNO DA TUBULAÇÃO.....	110
APÊNDICE B: VERIFICAÇÃO DO APARATO EXPERIMENTAL	111
B.1 Verificação do controle de temperatura.....	111
B.2 Verificação da vazão imposta pelas bombas	113
B.3 Incertezas experimentais.....	115
APÊNDICE C: VERIFICAÇÃO DA INFLUÊNCIA DE FATORES SECUNDÁRIOS NOS RESULTADOS	120
C.1 Influência da pressão hidrostática.....	120
C.2 Influência da presença de TLE nas medições do transdutor	120
C.3 Influência da geometria helicoidal da tubulação	121

1 INTRODUÇÃO

1.1 Contexto

Recentemente, o Brasil vem superando mensalmente sua produção de petróleo e gás, oriunda majoritariamente da costa marítima (*offshore*), principalmente da Bacia de Campos (RJ) e da Bacia de Santos (SP). Esses resultados positivos foram alcançados, em parte, devido ao aumento na produtividade dos poços explorados nos reservatórios da região do pré-sal, que responderam por aproximadamente 30% do total de óleo e gás produzido em 2015 (Dias 2017). Atualmente, o petróleo explorado no pré-sal corresponde por mais de 50% do total produzido no Brasil (ANP 2018).

Os poços da região do pré-sal são considerados complexos, pois sua operação acontece em águas profundas e ultraprofundas, representando grande desafio tecnológico de exploração e produção (Petrobras 2017). A Figura 1.1 ilustra um esquema típico de produção de petróleo *offshore*, no qual o petróleo bruto é transportado por tubulações que o conectam do fundo do poço às plataformas, navios de produção e costa marítima.

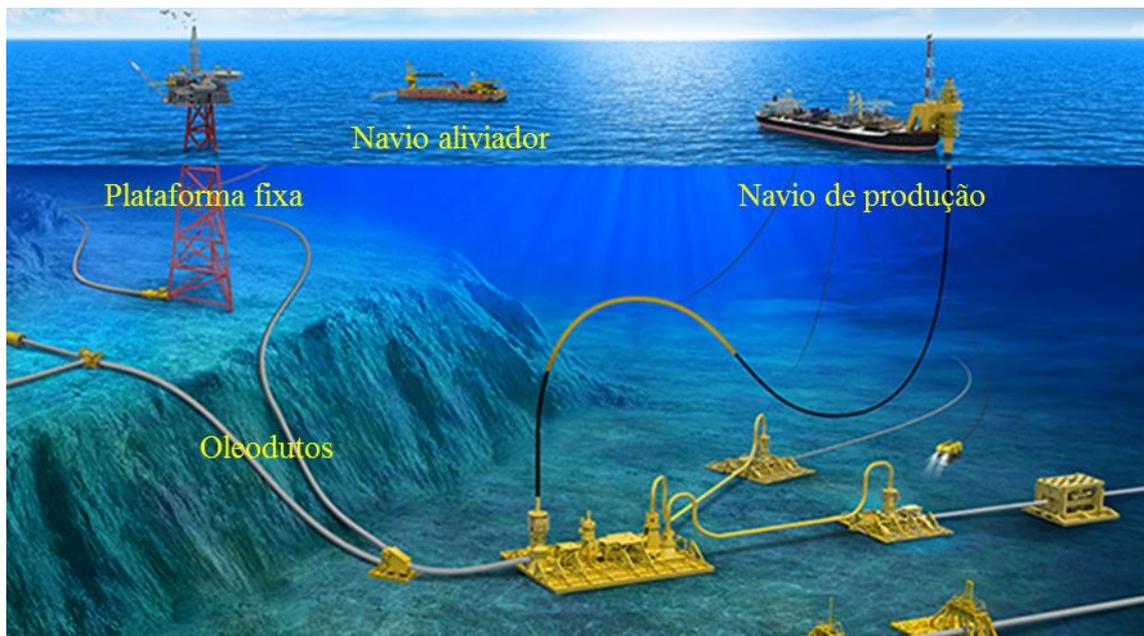


Figura 1.1 – Esquema de produção de petróleo e gás *offshore*.
Adaptado de Oil States Industries (2017).

Na condição de produção *offshore*, o petróleo bruto deixa o reservatório a aproximadamente 80 °C, e é transportado por linhas que estão em contato com o fundo do mar a aproximadamente 4 °C (Vieira 2008), fazendo com que a sua temperatura diminua durante o transporte (Azevedo e Teixeira 2003).

1.2 Descrição do problema

Até março de 2018, o petróleo produzido no país era composto em média por, 37,4% de compostos parafínicos (óleos leves), 48,9% de compostos naftênicos e 13,7% de óleos pesados (ANP 2018). Situações envolvendo a precipitação e deposição de parafinas são comuns em petróleos classificados como parafínico-naftênicos e estão entre as mais críticas da indústria de petróleo *offshore* (Azevedo e Teixeira 2003).

A diminuição da temperatura devido à troca de calor com o fundo do mar (4 °C) reduz a solubilidade de parafinas no petróleo. Cristais de parafina começam a se precipitar quando a temperatura de cristalização é atingida (Venkatesan et al. 2003). A presença dos cristais altera o comportamento do petróleo de newtoniano para não newtoniano. Isso é evidenciado por um aumento significativo de sua viscosidade, quando se atinge a temperatura de cristalização (Azevedo e Teixeira 2003). Além disso, a precipitação tende a ocorrer nas paredes internas do oleoduto e acarreta na diminuição do diâmetro útil da tubulação, gerando graves problemas operacionais, como falha nos equipamentos e redução na taxa de bombeamento, podendo inclusive entupir os dutos (Sanjay et al. 1995). Segundo Bagdat e Masoud (2015), a remediação desses problemas, somados às perdas na produção, resultam em prejuízos anuais de centenas de milhões de dólares.

Durante paralisações na produção, por razões emergenciais ou de manutenção, a parafina pode formar uma estrutura gelificada no interior da tubulação, que consiste em cristais de parafina dispostos em uma matriz viscosa (Davidson et al. 2004). Para retomar o escoamento é necessário romper a estrutura do gel, o que requer pressões de reinício superiores às usuais de operação (Wardhaugh e Boger 1987). A pressão mínima para a retomada de escoamento do petróleo é correlacionada com a tensão limite de escoamento do material, característica de fluidos viscoplásticos (Sestak et al. 1987). A compreensão dos fatores que influenciam na magnitude da pressão de reinício do escoamento é importante, pois quando superestimada pode

resultar em projetos de oleodutos demasiadamente robustos, o que poderia inviabilizá-los (Fossen et al. 2013).

Na Figura 1.2 é apresentada uma amostra de petróleo leve na fase líquida. A Figura 1.3 exemplifica uma amostra de petróleo parafínico gelificado, em temperatura abaixo à de cristalização. Nota-se que o material gelificado se difere muito do petróleo bruto na fase líquida, sendo muito mais consistente.



Figura 1.2 – Petróleo leve na fase líquida.
Fonte: Sandstrom (2014).



Figura 1.3 – Petróleo parafínico gelificado em temperatura abaixo à de cristalização.
Fonte: Andrade (2017).

Na forma gelificada, o petróleo parafínico apresenta uma série de características não newtonianas, como a elasto-visco-plasticidade e dependências temporal (Tarcha et al. 2015). A dependência temporal é observada quando a viscosidade diminui/aumenta com o tempo à

medida que um carregamento constante é imposto/retirado do óleo. A desestruturação do material leva a variações irreversíveis na viscosidade (Mendes et al. 2015).

Entende-se que as características não newtonianas citadas influem diretamente no reinício do escoamento e estão atreladas à quantidade, tamanho e forma dos cristais de parafina. Fatores estes que são determinados não somente pela composição do óleo, mas também pelo histórico térmico e de cisalhamento do material (Marchesini et al. 2012). Os históricos térmico e de cisalhamento podem ser estudados através de ensaios reológicos, modelagem matemática e aparatos experimental, variando-se os parâmetros: temperatura de teste (Wardhaugh e Boger 1987; Rosso 2014), taxa de resfriamento (Webber 2001; Visintin et al. 2005; Chen et al. 2006), temperatura inicial de resfriamento (Andrade et al. 2014; Rosso 2014), taxa de cisalhamento (Lin et al. 2011; Rosso 2014) e tempo de repouso antes do reinício do escoamento (Visintin et al. 2005; Lin et al. 2011; Luthi 2013). Estes parâmetros afetam a estrutura do gel, sendo importantes para compreender a resposta do material quando submetido a esforços mecânicos.

1.3 Objetivos

Conforme verificado na seção anterior, o petróleo gelificado apresenta alta viscosidade, que apresenta TLE e dependência temporal irreversível. Buscando reduzir a complexidade do problema estudado, o presente trabalho tem como objetivo comparar experimentalmente o reinício de escoamento de fluidos mais simples, que apresentem alguns dos efeitos observadas no petróleo gelificado. Para tanto, materiais de diferentes níveis de complexidade serão utilizados, partindo de um fluido altamente viscoso, para um gel viscoplástico e por último um tixotrópico.

Para estudar a influência dos efeitos viscoso será utilizada glicerina bidestilada, que se comporta como fluido newtoniano e apresenta variações consideráveis da viscosidade com a temperatura (Takamura et al. 2012). A tensão limite de escoamento (TLE) será estudada utilizando solução aquosa de Carbopol®, que tem comportamento próximo ao de um fluido viscoplástico ideal (Balmforth et al. 2014). Por fim, serão investigados materiais que apresentem TLE e sejam dependentes do tempo. Soluções aquosas de Laponita® são consideradas fluidos tixotrópicos (Labanda e Llorens 2006) e serão empregadas na avaliação da dependência temporal reversível nas pressões de reinício de escoamento.

Os ensaios experimentais verificaram aspectos quantitativos e qualitativos dos fluidos, e serão realizados através da unidade experimental utilizada por Rosso (2014), que foi adaptada para se obter melhor controle de temperatura e pressão. O comportamento dos materiais será investigado a partir do levantamento das curvas de escoamento, testes de reinício de escoamento por imposição de vazão/pressão e imposição de patamares de vazão.

1.4 Estrutura do trabalho

O capítulo 2 apresenta uma sucinta fundamentação teórica sobre fluidos não newtonianos e a revisão bibliográfica, cujo foco são trabalhos sobre reinício de escoamento de petróleo parafínico, fluidos viscoplásticos e fluidos tixotrópicos. Esta etapa da revisão se divide em estudos envolvendo modelagem matemática e estudos experimentais.

No capítulo 3 é descrita a unidade experimental, detalhando seus sistemas e componentes. No capítulo 4, os fluidos de trabalho, sua formulação e os procedimentos experimentais são abordados. Em seguida, no capítulo 5 são apresentados e discutidos os resultados obtidos. A dissertação encerra-se no capítulo 6 com as considerações finais e sugestões para trabalhos posteriores. No capítulo 7 são apresentadas as referências bibliográficas consultadas para a elaboração do trabalho.

O apêndice A traz o cálculo do diâmetro interno da tubulação. No apêndice B são verificadas as incertezas experimentais medidas e calculadas, as vazões impostas pelas bombas e a eficácia do controle de temperaturas na câmara. Ao final do trabalho, no apêndice C, são avaliadas as influências de fatores secundários nos resultados, como a geometria helicoidal da serpentina, a diferença de pressão hidrostática entre os transdutores e a presença de TLE influenciando na não transmissão de pressão no próprio transdutor.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Este capítulo está dividido em quatro seções principais. Na primeira, uma breve fundamentação teórica é apresentada focando em aspectos relevantes de fluidos não newtonianos. Em seguida é apresentada a revisão da literatura envolvendo a modelagem matemática do reinício de escoamento de petróleo parafínico e materiais tixotrópicos. Por último são apresentados trabalhos experimentais contemplando petróleo bruto, óleos formulados, soluções de Carbopol® e Laponita®, divididos em estudos reométricos e estudos em unidades experimentais.

2.1 Fundamentação teórica

2.1.1 Fluidos viscoelásticos

Segundo Macosko (1994), fluidos viscoelásticos são materiais complexos que exibem comportamento entre sólidos hookeanos e fluidos newtonianos. Sangue, maionese e tintas são exemplos desses materiais.

Um sólido hookeano ideal exhibe relação constante (G) entre o tensor tensão (τ) e o tensor deformação (γ), conforme mostra a lei de Hooke (Macosko 1994), apresentada na Equação (2.1):

$$\tau = G\gamma \quad (2.1)$$

em que G é o módulo de elasticidade. No caso dos fluidos newtonianos, a equação constitutiva que os representa é a lei da viscosidade de Newton (Macosko 1994). Esta equação estabelece relação entre o tensor de tensão de cisalhamento atuando no fluido e o tensor taxa de deformação ($\dot{\gamma} = d\gamma / dt$), tendo como constante de proporcionalidade a viscosidade dinâmica (η), que depende de pressão, temperatura e composição do material (Bird et al. 1987):

$$\tau = \eta\dot{\gamma} \quad (2.2)$$

Água, óleo e alguns gases são exemplos de fluidos newtonianos, que são a base da mecânica dos fluidos clássica (Macosko 1994).

A forma mais simples de se representar um fluido viscoelástico é através do modelo de Maxwell. Neste modelo, o material pode ser representado pela combinação de um elemento elástico (mola) e outro viscoso (amortecedor), nos quais a tensão aplicada é sentida simultaneamente pelos elementos. A deformação total sofrida pelo sistema em determinado intervalo de tempo é dada pela soma das deformações parciais de cada elemento. O modelo é ilustrado na Figura 2.1, indicando a associação em série entre o amortecedor viscoso e a mola elástica, além do tensor tensão aplicado ao sistema.

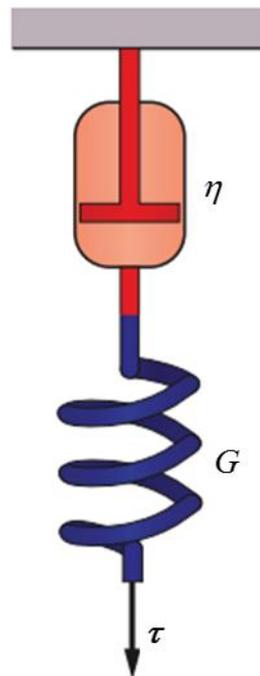


Figura 2.1 – Ilustração representando o modelo viscoelástico de Maxwell.

Adaptado de Osswald e Rudolph (2014).

Outros modelos também utilizam associações entre molas e amortecedores para representar materiais viscoplásticos. O modelo de Kelvin-Voigt, por exemplo, utiliza os mesmos dois elementos que o modelo de Maxwell, porém associados em paralelo. No caso de materiais mais complexos, que requerem a utilização de modelos elaborados, as associações são compostas por mais elementos, como o modelo de Jeffrey e o modelo de Maxwell generalizado (Osswald e Rudolph 2014).

2.1.2 Fluido newtoniano generalizado

Conforme Bird et al. (1987), fluido newtoniano generalizado (FNG) é um fluido que apresenta comportamento ideal, cuja viscosidade é função da taxa de deformação em regime permanente (regime permanente), sendo representado pela Equação (2.3):

$$\boldsymbol{\tau} = \eta(\dot{\gamma})\dot{\gamma} \quad (2.3)$$

na qual $\eta(\dot{\gamma})$ é a viscosidade aparente, dependente da 2ª invariante do tensor taxa de deformação, $\dot{\gamma}$. Salienta-se, porém, que o FNG não é capaz de representar efeitos de tensão normal e efeitos elásticos dependentes do tempo.

No caso de escoamento plenamente desenvolvido em tubulações, em coordenadas cilíndricas, a 2ª invariante do tensor taxa de deformação é dada por:

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial V_x}{\partial r} \quad (2.4)$$

em que V_x é a velocidade na direção axial (x) e r a direção radial.

O modelo de lei de potência é uma das equações constitutivas mais utilizadas para representar um FNG, cuja viscosidade aparente é representada por:

$$\eta(\dot{\gamma}) = m\dot{\gamma}^{n-1} \quad (2.5)$$

em que m é o índice de consistência e n o índice de lei de potência. O modelo de lei de potência pode representar fluidos pseudoplásticos e dilatantes. Fluidos pseudoplásticos apresentam sua viscosidade diminuindo com o aumento da taxa de cisalhamento ($n < 1$), enquanto que nos dilatantes a viscosidade cresce com o aumento da taxa de cisalhamento ($n > 1$). Para $n = 1$, o fluido retorna ao caso newtoniano.

A alternativa mais simples para representar fluidos viscoplásticos, que apresentam tensão limite de escoamento, é o modelo de Bingham. Neste modelo, também definido por dois parâmetros, o escoamento só ocorre quando a tensão de cisalhamento, τ , supera a TLE:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \infty & \text{se } |\tau| < \tau_0 \\ \mu_0 + \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} & \text{se } |\tau| > \tau_0 \end{cases} \quad (2.6)$$

neste caso μ_0 representa a viscosidade plástica e τ_0 representa a TLE. Quando $|\tau| > \tau_0$, o material passa a escoar como um fluido, com a tensão de cisalhamento dependendo linearmente da taxa (Bird et al. 1987).

O modelo de Herschel-Bulkley (HB) possui três parâmetros e surge da combinação entre os dois modelos anteriores (lei de potência e Bingham). O modelo representa fluidos pseudoplásticos ou dilatantes que apresentam TLE (Macosko 1994):

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \infty & \text{se } |\tau| < \tau_0 \\ m\dot{\gamma}^{n-1} + \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} & \text{se } |\tau| > \tau_0 \end{cases} \quad (2.7)$$

A Figura 2.2 apresenta os perfis de curvas de escoamento (gráfico da tensão de cisalhamento pela taxa de deformação em equilíbrio) para os principais fluidos citados anteriormente. A reta indicada pelo número 1 apresenta o comportamento de um fluido newtoniano típico. A curva 2 representa um fluido de lei de potência pseudoplástico, no qual o índice de lei de potência, n , é menor que a unidade. Ambas as curvas 3 e 4 caracterizam materiais viscoplásticos, sendo que a curva 3 ilustra um fluido de Bingham e 4, um fluido Herschel-Bulkley pseudoplástico.

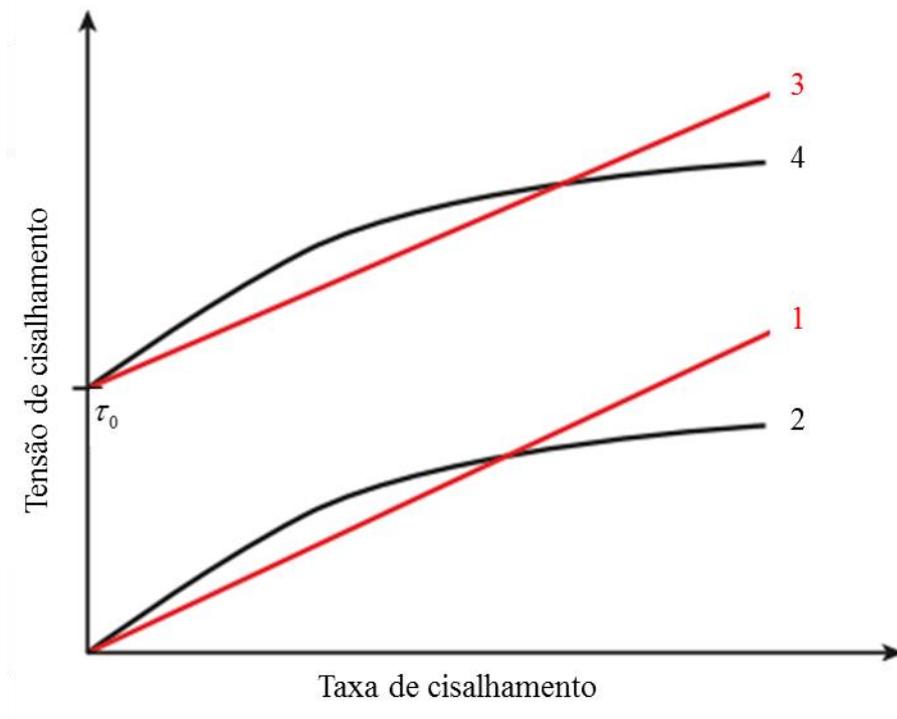


Figura 2.2 – Comparativo de curvas de escoamento de alguns modelos de FNG e fluido newtoniano: (1) fluido newtoniano; (2) fluido pseudoplástico; (3) fluido de Bingham; (4) fluido Herschel-Bulkley pseudoplástico.

Adaptado de Osswald e Rudolph (2014).

2.1.3 Tixotropia

Tixotropia é caracterizada pelo decréscimo contínuo na viscosidade com o tempo quando uma carga é imposta ao material em repouso, seguida pela recuperação da viscosidade com o tempo ao se retirar essa carga. Por definição estas variações de viscosidade são totalmente reversíveis. Pode-se citar os seguintes exemplos de materiais tixotrópicos sangue, alimentos e fluido de perfuração (Mewis e Wagner 2009).

O comportamento de um material tixotrópico pode ser entendido levando em consideração sua estrutura microscópica e seu histórico de cisalhamento. As forças de atração entre as partículas ou fibras do material, fazem com que estas se conectem e favorece a formação de conglomerados. Ao se impor uma taxa de cisalhamento ao material, há o rompimento parcial dessas ligações, resultando em conglomerados menores, reduzindo a viscosidade efetiva e facilitando o escoamento. Quando o cisalhamento cessa, o material volta a se estruturar (Barnes 1997). A Figura 2.3 ilustra, de forma simplificada, como ocorre a desestruturação (por cisalhamento) e a reestruturação (por repouso) em um sistema tixotrópico. O quadro (a) apresenta o material em sua condição estruturada, no quadro (b), o material parcialmente desestruturado (quebra do gel) e no quadro (c), completamente desestruturado, na qual fibras estão orientadas na direção do escoamento. Quando a solitação é removida, o material retorna à condição inicial.

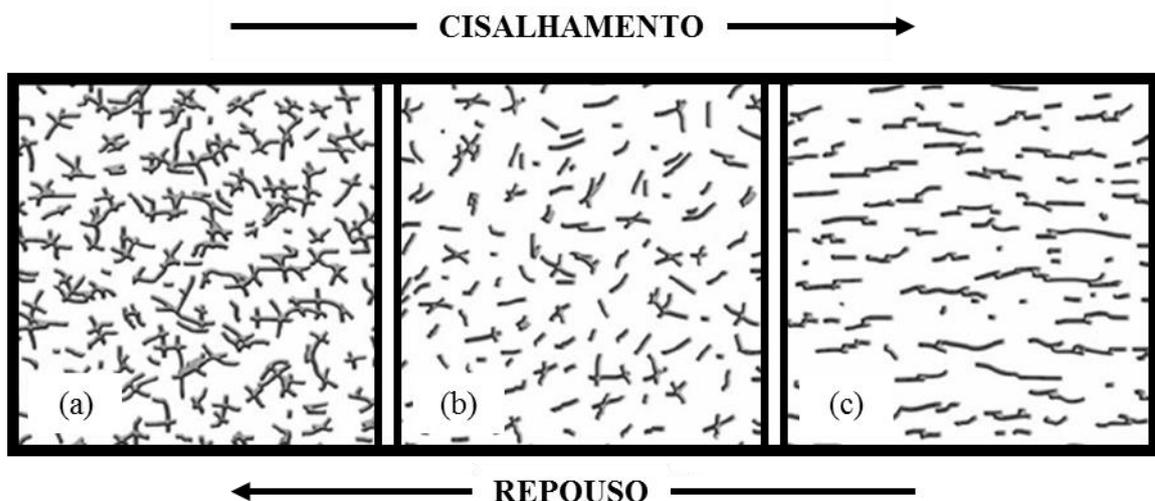


Figura 2.3 – Esquema simplificado ilustrando a desestruturação e reestruturação de um sistema tixotrópico: (a) material estruturado; (b) parcialmente desestruturado; (c) completamente desestruturado.

Adaptado de Paszkowski e Olsztyńska-Janus (2014).

A tixotropia é observada quando as escalas de tempo envolvidas na recuperação da microestrutura do material são longas (podendo levar horas) quando comparadas ao tempo característico do escoamento (Barnes 1997). Caso a recuperação da microestrutura ocorra rapidamente, o material é considerado pseudoplástico (Scott-Blair 1943 apud Barnes 1997).

De acordo com Mewis e Wagner (2009), a imposição de diferentes patamares de taxa de deformação de forma abrupta a uma amostra é o experimento mais adequado para determinar a existência de tixotropia. Neste procedimento, é monitorado o comportamento da tensão de cisalhamento (em função do tempo) até que esta atinja o equilíbrio. Na sequência, aumenta-se ou decresce-se subitamente a taxa de cisalhamento. Neste experimento, caso existam, podem ser observadas além da tixotropia, respostas viscoelásticas do material, conforme mostra a Figura 2.4. Em (a), é mostrada uma queda abrupta de taxa de cisalhamento em um material. A resposta de tensão com o tempo em um material viscoelástico é observada em (b), na qual a tensão tende lentamente ao valor de equilíbrio. Na Figura 2.4 (c), é mostrada a resposta de um material viscotixotrópico, no qual há uma queda instantânea da tensão. Conforme o material se estrutura, a tensão aumenta gradualmente para o equilíbrio. Em (d), pode-se notar a resposta de um material viscoelástico e tixotrópico, que combina os comportamentos vistos em (b) e (c).

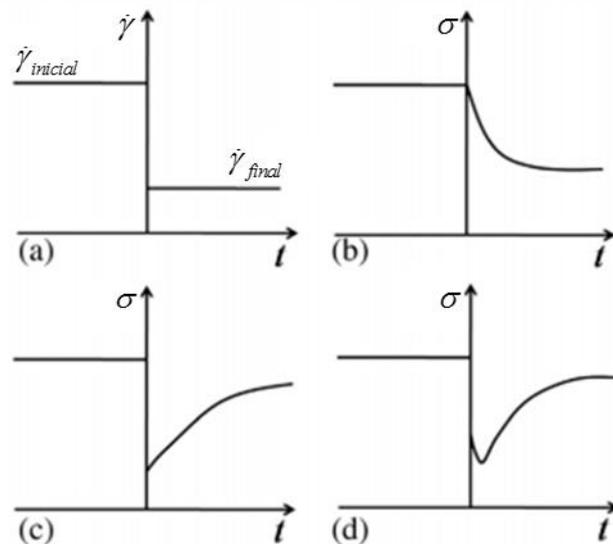


Figura 2.4 – Diferentes respostas da tensão com o tempo após variação súbita da taxa de cisalhamento: (a) queda abrupta de $\dot{\gamma}$; (b) material puramente viscoelástico; (c) material inelástico tixotrópico; (d) material viscoelástico e tixotrópico.

Adaptado de Mewis e Wagner (2009).

Após uma primeira execução do experimento há a possibilidade de se verificar a reversibilidade do sistema executando os testes com os patamares de taxa em ordem inversa. De forma análoga, alguns testes impõem diferentes patamares de tensão ao invés de taxa de cisalhamento (Mewis e Wagner 2009).

Outros indícios de tixotropia podem ser observados ao se executar o teste de reinício de escoamento. No teste de reinício, uma amostra (inicialmente em repouso) é submetida a uma taxa/tensão de cisalhamento constante. Após impor uma taxa constante, observa-se o crescimento abrupto da magnitude da tensão com o tempo até um valor máximo (*overshoot*), seguido pelo decaimento contínuo da tensão para o valor de equilíbrio (Mewis e Wagner 2009).

Estudar compostos tixotrópicos não é tarefa fácil, visto que podem surgir complicações causadas por sedimentação de partículas, heterogeneidades na composição e descaracterização permanente da amostra. Além disso, fenômenos como o deslizamento entre o fluido e a fronteira rígida da geometria comumente induzem erros experimentais (Stokes e Telford 2004; Uhlherr et al. 2005).

2.2 Modelagem matemática

Nesta seção é apresentada a revisão bibliográfica dos trabalhos envolvendo modelagem matemática e simulação numérica. Os trabalhos discutidos visam compreender melhor os parâmetros que influenciam o reinício de escoamento de petróleo parafínico e fluidos tixotrópicos.

Cawkwell e Charles (1987); Sestak et al. (1987); Chang et al. (1999) e Davidson et al. (2004) abordam o problema avaliando o deslocamento de petróleo parafínico gelificado por um fluido não gelificado. No trabalho de Sestak et al. (1987) é estudado o tempo de remoção do petróleo gelificado da tubulação. Em seu modelo, não constam os efeitos de inércia na equação da quantidade de movimento, porém são considerados efeitos de dependência temporal nas propriedades do material gelificado, cuja interface fixa não possibilita a mistura com o fluido de entrada. Com relação ao fluido de entrada, verifica-se que quanto menor sua viscosidade, menor o tempo para a remoção do petróleo do duto.

O trabalho de Cawkwell e Charles (1987) simula condições semelhantes às de Sestak et al. (1987), avaliando também a remoção de fluido tixotrópico da tubulação e considerando

efeitos de compressibilidade no petróleo, justificada pela presença de gases no material. Apesar de seu modelo considerar a compressibilidade, sendo um avanço em relação ao trabalho de Sestak et al. (1987), a solução foi obtida com uma malha numérica que pode ser considerada grosseira, com 8 nós na direção radial e 15 na direção axial.

Vinay et al. (2006) e Vinay et al. (2007) estudam o reinício do escoamento modelando o petróleo parafínico como fluido de Bingham e fracamente compressível. Em Vinay et al. (2006), o escoamento é considerado bidimensional e são avaliados diferentes valores para a compressibilidade. No caso de baixa compressibilidade, quase não há atraso na vazão da saída com a pressão atingindo rapidamente o valor de equilíbrio, após o reinício. Contudo, para alta compressibilidade, o reinício demora mais para acontecer, pois o material deve ser previamente comprimido. Vinay et al. (2007) modelam o escoamento como unidimensional, evidenciando a possibilidade do reinício ocorrer devido a pulsos de pressão, que desestruturam gradativamente o material. Os resultados foram considerados satisfatórios quando comparados ao trabalho de 2006. Wachs et al. (2009) deu continuidade ao estudo anterior e investiga numericamente a possibilidade de reiniciar o escoamento de fluido viscoplástico/tixotrópico impondo pressões inferiores à mínima necessária para superar a TLE:

$$\Delta P_{min} = \frac{4L\tau_0}{D} \quad (2.8)$$

em que ΔP_{min} é a diferença de pressão mínima de reinício, L o comprimento da tubulação, e D o diâmetro médio interno do duto. O modelo denominado de 1,5D utiliza a hipótese de que a velocidade axial é dependente das coordenadas axial e radial. Este modelo apresenta menor tempo computacional quando comparado ao bidimensional de Vinay et al. (2006) e ressalta que pressões inferiores às calculadas pela TLE podem reiniciar o escoamento devido aos efeitos de tixotropia e compressibilidade.

Ahmadpour e Sadeghy (2014) analisam o efeito da elasticidade do material, além da compressibilidade e tixotropia. Segundo os autores, quanto mais elástico o material, maior parcela de energia é despendida na deformação da microestrutura, o que atrasa o reinício. A compressibilidade, por sua vez, aumenta as chances do reinício ocorrer ao promover uma desestruturação mais intensa, porém os espaços vazios aumentam a dissipação da onda de pressão, o que leva a reinícios mais tardios. Neste modelo a tixotropia é representada através de uma escala de tempo de deformação da microestrutura e, quanto menor o valor desta escala, mais rápido o material se desestrutura, facilitando o reinício e resultando em maiores vazões.

O estudo de Kumar et al. (2014) modela o petróleo parafínico como tixotrópico e fracamente compressível. De acordo com os autores, a quebra do gel acontece conforme duas etapas. Na primeira, há a propagação da onda de pressão e se estabelece um gradiente de pressão não linear ao longo da tubulação. O material passa a se desestruturar progressivamente em decorrência deste gradiente, porém com velocidade inferior à da propagação da onda, resultando em um atraso. Neste modelo, a quebra do gel é função da deformação. Conforme a deformação aumenta, menos viscoso o material se torna e menor é a atenuação da onda de pressão. Em trabalho posterior, Kumar et al. (2015) verificaram a influência da temperatura do petróleo na propagação da onda e conseqüentemente no tempo para reinício de escoamento. O pré-aquecimento do material faz com que sua viscosidade decresça, reduzindo a dissipação viscosa e acelerando o reinício do escoamento.

Negrão et al. (2011) apresentam um modelo capaz de simular o reinício de escoamento de fluidos de perfuração. O escoamento é considerado unidimensional e compressível, sendo o material tido como viscoelastoplástico e tixotrópico. Ao comparar os resultados com um fluido newtoniano, um fluido de Bingham e um fluido viscoplástico tixotrópico, verificou-se que a elasticidade do material tem pouca influência no problema estudado. Os autores observam ainda, que quanto maior a compressibilidade do material, maior o pico de pressão no reinício.

Oliveira e Negrão (2015) propõem um modelo matemático bastante abrangente para o problema, que foi tratado como unidimensional, laminar e fracamente compressível. Avaliam duas condições na entrada: pressão constante e vazão constante. Para pressão constante observou-se o tempo necessário para o reinício do escoamento, já no caso de vazão constante, é observada a pressão máxima atingida. Seus resultados apontam a importância de duas escalas de tempo no escoamento, uma relacionada à propagação da onda de pressão e outra relacionada ao tempo de resposta do material. Quanto menor o tempo de resposta do material, mais rápido é o reinício do escoamento, que pode ocorrer logo após a onda de pressão chegar ao final da tubulação. No caso de imposição de pressão constante na entrada, se o tempo de resposta do material for alto em comparação ao de propagação da onda de pressão, a quebra do gel se dará progressivamente, conforme o efeito avalanche. A razão entre a inércia da onda de pressão e a dissipação viscosa também apresenta papel importante no estudo, pois, conforme esta razão diminui, maiores são os picos de pressão e mais atrasado é o fenômeno. Por fim, verifica-se ainda que quanto menor a vazão imposta na entrada do sistema, menores os picos de pressão observados.

Considerando fluidos tixotrópicos, Negrão et al. (2011) apresentam um modelo capaz de simular o reinício de escoamento de fluidos de perfuração. O escoamento é considerado unidimensional e compressível, sendo o material modelado como viscoelastoplástico e tixotrópico. Ao comparar os resultados entre fluido newtoniano, fluido de Bingham e fluido viscoplástico tixotrópico, verificou-se que aparentemente a elasticidade do material pouco influencia o reinício de escoamento destes materiais. Os autores observam ainda, que quanto maior a compressibilidade do material, maior o pico de pressão no reinício.

Os trabalhos de Mujumdar et al. (2002) e Labanda e Llorens (2006) modelam o comportamento de suspensões tixotrópicas. Em seu modelo, Mujumdar et al. (2002) considera separadamente as parcelas elásticas e viscosas da tensão, dependentes do tempo e de um parâmetro estrutural. Os resultados obtidos mostraram-se de acordo com testes oscilatórios realizados em suspensões cerâmicas. Labanda e Llorens (2006) basearam-se no modelo viscoelástico de Maxwell para criar um modelo que, alimentado com dados experimentais, prevê satisfatoriamente o comportamento de uma solução com 3% de Laponita® (em massa) submetida a ensaios reométricos.

A modelagem de fluidos estruturados também é realizada no trabalho de Souza Mendes (2011), que, baseado no modelo viscoelástico de Jeffreys, estuda o comportamento de materiais viscoelastoplásticos e tixotrópicos através de duas equações diferenciais, uma para a evolução do parâmetro estrutural e outra para a tensão de cisalhamento.

2.3 Estudos experimentais

Esta seção aborda os trabalhos experimentais de diversos autores que investigaram os efeitos dos históricos térmicos e de cisalhamento nas propriedades do petróleo parafínico gelificado, bem como as pressões necessárias para o reinício de escoamento. Além disso, é exibida a revisão dos estudos contemplando soluções aquosas de Carbopol® e Laponita®.

Em cada seção, constam estudos reométricos que avaliam as propriedades reológicas dos materiais e trabalhos que, através de aparatos experimentais, estudam o escoamento dos materiais em tubulações.

2.3.1 *Petróleo*

2.3.1.1 *Petróleo – estudos reométricos*

Conforme citado anteriormente, o petróleo parafínico gelificado apresenta propriedades dependentes dos históricos térmico e de cisalhamento. Sendo assim, uma série de estudos reométricos tem sido realizada ao longo dos anos visando esclarecer essa dependência.

Buscando compreender a influência do histórico térmico, diversos autores exploraram através de estudos reométricos o papel da temperatura final nas propriedades de óleos parafínicos (El-Gamal e Gad 1998; Chang et al. 2000; Visintin et al. 2005; Chen et al. 2006; Lin et al. 2011). Os autores concluem, de forma geral, que quanto menor a temperatura final do material, maior sua viscosidade, e mais resistente é a estrutura gelificada, conseqüentemente, maior a TLE. Chang et al. (2000) estuda um óleo formulado e avaliam a temperatura final como sendo o parâmetro de maior influência nas propriedades do material. O estudo é realizado através de microscopia para observar a microestrutura do material, na qual não se verificam mudanças após diferentes tempos de repouso da amostra em condição isotérmica.

A taxa de resfriamento é outro fator amplamente investigado (Rønningsen 1992; Chang et al. 2000; Webber 2001; Silva e Coutinho 2004; Visintin et al. 2005; Chen et al. 2006; Lee et al. 2008; Lin et al. 2011; Mendes et al. 2015). Segundo os autores, baixas taxas de resfriamento propiciam a formação de microestruturas mais resistentes. Esta resistência mais elevada se deve à acomodação dos cristais de parafina que, a baixas taxas de resfriamento, atingem dimensões maiores (Webber 2001). Já o trabalho de Andrade (2017) não observa a mesma tendência monotônica com a diminuição da taxa de resfriamento para o óleo formulado. O autor verifica que existe uma faixa de taxas de resfriamento que proporcionam maiores valores de tensão crítica para reiniciar o escoamento.

O cisalhamento durante o resfriamento é outro aspecto importante para a formação do gel, sendo abordado no estudo de Lin et al. (2011). Utilizando a geometria de cilindros concêntricos e microscopia, os autores observam que a resposta do material segue tendência contrária à do resfriamento estático, na qual menores taxas de resfriamento geram géis mais robustos. Neste caso, a imposição de taxas mais baixas de resfriamento durante o cisalhamento leva a estruturas mais frágeis, apresentando menor TLE. Os autores explicam que, ao resfriar lentamente, o material passa mais tempo sob efeito do cisalhamento, que inibe o crescimento

dos cristais de parafina, gerando cristais menores e portanto, diminuindo a resistência da microestrutura.

Visintin et al. (2005) e Luthi (2013) estudaram as tensões de reinício de escoamento de fluidos submetidos a diferentes tempos de repouso. A tendência observada é que quanto mais tempo a amostra passa inativa antes do escoamento, maior é a sua reestruturação e portanto, maiores as tensões de pico observadas. O trabalho de Visintin et al. (2005), porém, não demonstra variações na TLE para amostras que permanecem por mais de 4 horas em repouso, indicando que o material estaria completamente estruturado.

O estudo de Mendes et al. (2015) analisa as propriedades reológicas de óleo formulado e de petróleo parafínico escoando em regime transiente e permanente. Os autores verificam principalmente a presença de dois padrões de desestruturação do material no escoamento isotérmico. Uma desestruturação reversível ocorre quando o material é cisalhado a taxas inferiores às que tenha sido previamente submetido durante o resfriamento. Ao se estabelecer uma nova taxa máxima de cisalhamento, o material se desestrutura irreversivelmente, reduzindo significativamente a viscosidade e a TLE, indicando grande dependência do histórico de cisalhamento nesses materiais.

A ruptura do gel é o foco do trabalho de Tarcha et al. (2015), que submeteram o petróleo gelificado a testes de imposição de patamares crescentes de tensão de cisalhamento e de taxa de deformação, aplicação de tensão/taxa de cisalhamento constante e testes oscilatórios. Com base nos resultados, os autores concluem que o melhor parâmetro para caracterizar o reinício do escoamento seria a deformação crítica, que ocorre antes do material escoar. Esta grandeza, ao contrário da TLE, apresentou valores em um patamar praticamente constante, independentemente do teste aplicado.

2.3.1.2 Petróleo – estudos envolvendo aparatos experimentais

Esta subseção trata de trabalhos envolvendo petróleo parafínico e óleo formulado em aparatos experimentais. Estes trabalhos buscam replicar em laboratório condições similares às encontradas em campo.

Em Rønningesen (1992), o petróleo parafínico é estudado através de um circuito experimental e comparado com testes reológicos. O autor observa diferenças de cerca de 15%

entre os valores de TLE estimados nos dois experimentos e atribui essa diferença à distribuição não uniforme da pressão na tubulação. Este fenômeno também foi observado nos trabalhos de Borghi et al. (2003) e Luthi (2013).

Além de testes reométricos, o trabalho de Lee et al. (2008) é realizada também por meio de um aparato experimental. O estudo aborda o mecanismo de desestruturação do gel e o divide em duas etapas. A primeira etapa ocorre entre o gel e as paredes internas da tubulação, a outra ocorre devido à quebra das ligações da microestrutura do gel. El-Gendy et al. (2012) confirmam a hipótese de Lee et al. (2008) ao estudar um óleo formulado através de velocimetria por imagem de partículas (PIV), no qual observa inicialmente a quebra do gel próximo às paredes para só então prosseguir ao longo da tubulação.

El-Gendy et al. (2012) verificam ainda a dependência temporal das propriedades do óleo gelificado sob pressão (pressurizado) na tubulação. Foi verificado que após a gelificação, a pressão estabelecida na entrada da tubulação é transmitida em duas etapas. A primeira é quase imediatamente após a propagação da onda de pressão e a segunda, devido a um aumento gradativo relacionado à dependência temporal da estrutura. Os autores identificaram também a possibilidade de se reiniciar o escoamento do material impondo pressões inferiores às pressões mínimas calculadas pela TLE, porém o escoamento demora mais para atingir regime permanente.

Com relação à morfologia do material gelificado, os estudos de Fossen et al. (2013) e de Phillips et al. (2011) observaram que durante o resfriamento do petróleo parafínico ocorre o encolhimento da amostra e o surgimento de “vazios” preenchidos por gás no interior da tubulação. Estes espaços vazios alteram a compressibilidade do sistema e causam a queda de vazão. O encolhimento da amostra é indicado também pelos resultados de Magda et al. (2013), que ao resfriar o óleo de forma pressurizada, verificam um decaimento na pressão medida em seus transdutores quando o material atinge 20 °C.

Rosso (2014) investiga experimentalmente o reinício de escoamento de petróleo parafínico em tubulação helicoidal, que é longa o suficiente para que possam ser avaliados efeitos de compressibilidade no escoamento. A unidade experimental conta ainda com duas bombas tipo seringa, reservatório e banho térmico, contidos no interior de uma câmara térmica, para melhor controle da temperatura. Através de ampla bateria de experimentos, a autora avalia as pressões de reinício para diversas condições de histórico térmico e de cisalhamento. De forma geral, o estudo revela que quanto menor a temperatura de teste, maiores os picos de pressão observados. Ainda, que o tempo de repouso da amostra teve mais influência no pico de

pressão dos testes realizados sem cisalhamento em comparação aos testes com cisalhamento durante o resfriamento da amostra.

2.3.2 Carbopol®

O Carbopol® é um polímero sintético de ácido acrílico ligado à várias outras substâncias químicas (Poumaere et al. 2014). De acordo com Balmforth et al. (2014), soluções aquosas de Carbopol® são os materiais mais utilizados para representar fluidos viscoplásticos ideais, por serem alternativas econômicas, de fácil preparação e obtenção. Além disso, o material é transparente e os resultados obtidos apresentam boa reprodutibilidade.

2.3.2.1 Carbopol® – estudos reométricos

Poumaere et al. (2014) analisam sua solução de Carbopol® em um reômetro rotacional com geometria de placas paralelas. Os autores verificam que o material apresenta baixa tixotropia, desviando-se ligeiramente do comportamento de fluido viscoplástico ideal. Os testes com o reômetro revelaram ainda o escorregamento entre a amostra e a geometria lisa, caracterizado pela discrepância das tensões medidas a baixas taxas de cisalhamento entre geometrias lisas e ranhuradas.

O escorregamento entre o gel e a geometria é amplamente abordado por Aktas et al. (2014). Neste estudo, os autores utilizam um reômetro rotacional de controle de tensão e um reômetro capilar, ambos com seções transparentes para permitir a visualização do escorregamento entre amostra e geometria. Os dados do reômetro capilar possibilitaram o ajuste da curva de escoamento baseada na vazão que efetivamente estava sendo cisalhada (vazão total subtraída da vazão de escorregamento), que foi utilizada no cálculo do perfil analítico de velocidade e apresentou boa comparação com o perfil de velocidade observado experimentalmente.

Em Dinkgreve et al. (2017), utilizando a geometria cone-placa de superfícies ranhurada, os autores realizam uma série de testes com Carbopol® a fim de mostrar a influência do pré-cisalhamento na resposta do material. Seus resultados mostram que o início do escoamento do

fluido está associado à uma deformação crítica ao invés de uma tensão crítica, conforme exposto nos modelos de Bingham e Herschel-Bulkley.

2.3.2.2 Carbopol® – estudos envolvendo aparatos experimentais

Alguns dos trabalhos experimentais envolvendo Carbopol® abrangem principalmente os perfis de velocidade e o deslocamento do gel por outro fluido, a exemplo de Taghavi et al. (2012), que estuda o deslocamento de uma solução de Carbopol® por um fluido newtoniano em tubulação quase horizontal. Os autores verificam dois tipos de escoamentos característicos, um no qual o fluido newtoniano se desloca pelo centro da tubulação e outro no qual o fluido newtoniano avança pela parte inferior da tubulação, sendo que em ambos os casos são observados resíduos da solução de Carbopol® no interior da tubulação. Dando continuidade ao trabalho de Taghavi et al. (2012), Alba e Frigaard (2016) utilizam uma tubulação com maior inclinação, verificando que a velocidade terminal do fluido newtoniano depende mais da velocidade de entrada deste material, sendo menos influenciada pela inclinação do duto e pela TLE da solução de Carbopol®.

No estudo de Gaona Sierra et al. (2016), a solução de Carbopol® é empurrada por óleo newtoniano no interior de uma tubulação com superfícies internas ásperas, para evitar o escorregamento do fluido com as paredes. Os autores observaram respostas elásticas e pequena dependência temporal do material, evidenciadas por um atraso no reinício do escoamento e pela manifestação do efeito avalanche. Os resultados obtidos pela unidade experimental apresentaram boa comparação com as curvas de escoamento obtidas em testes reométricos.

Mitishita (2017) avalia experimentalmente a transmissão de pressão em soluções de glicerina e Carbopol® confinadas em tubulação helicoidal fechada. Além da tubulação principal, seu circuito hidráulico conta com uma tubulação de retorno que possibilita a pressurização do material confinado na serpentina. Os testes realizados com a solução de glicerina mostraram que a pressão é totalmente transmitida em fluidos newtonianos, permanecendo uniforme durante a pressurização. Para o gel de Carbopol®, a distribuição de pressão não é uniforme e à medida que a TLE do material é superada durante a pressurização do fluido, a pressão sobe gradativamente da entrada para a saída da serpentina. Quando o experimento atinge regime permanente é notado um gradiente de pressão negativo ao longo da tubulação, indicando que a pressão não foi completamente transmitida.

2.3.3 Laponita®

Laponita® é um silicato sintético composto por lítio, magnésio e sódio, cujas dimensões são da ordem de 10^{-9} m. Soluções desse material são comumente utilizadas para formular fluidos de perfuração por apresentar tixotropia e TLE (Taghipour et al. 2012). Essas propriedades se devem principalmente ao fato de, quando em meio aquoso, as partículas interagirem eletrostaticamente formando a estrutura conhecida como “castelo de cartas” (Escudier et al. 1995).

2.3.3.1 Laponita® – estudos reométricos

Escudier et al. (1995) estuda o comportamento de diversos fluidos através de testes reológicos, entre eles uma solução contendo 1,5% de Laponita® em massa. Os autores observam que ao impor uma carga de 15 Pa em uma amostra em repouso, a viscosidade de equilíbrio é atingida após cerca de 3000 segundos. Realizando o processo inverso, diminuindo rapidamente uma carga de 35 para 15 Pa a mesma viscosidade de equilíbrio foi alcançada após 3000 segundos, caracterizando a tixotropia da solução.

Com o objetivo de avaliar o tempo de repouso da amostra na estrutura do material, Bjørkevoll et al. (2003) avaliam os picos de tensão exibidos por amostras de Laponita® que ficaram em repouso por períodos de 30 segundos a 32 minutos. Os pesquisadores verificaram que quanto maior o período de repouso, maior o valor do pico inicial e maior o tempo necessário para que o escoamento atinja regime permanente.

Joshi et al. (2008) investigam não apenas o efeito do repouso da amostra, mas também da concentração de sal no meio. Em soluções nas quais a concentração de íons Na^+ é da ordem de 10^{-4} M ou inferior, as forças predominantes na estrutura são de repulsão e o material comporta-se como um sólido vítreo. Para concentrações acima de 10^{-4} M as forças de repulsão são neutralizadas, gerando um material com estrutura gelificada. O tempo de repouso da amostra também é avaliado por Labanda e Llorens (2008), Agoda-Tandjawa et al. (2016) e Dávila e d'Ávila (2017), que verificam o aumento do módulo elástico do material com o tempo. Além do tempo de repouso, Agoda-Tandjawa et al. (2016) observam que o módulo de armazenamento

aumenta em amostras com temperaturas mais elevadas e com maiores concentrações de Laponita®.

Soluções aquosas de Laponita® são conhecidas por, além da tixotropia, apresentar o fenômeno de *shear banding* (Ianni et al. 2008; Divoux et al. 2010; Martin e Thomas Hu 2012). Este fenômeno é caracterizado pela separação da amostra em duas regiões durante a imposição de cisalhamento, na qual uma região é cisalhada e a outra região permanece estática, se estruturando conforme o teste prossegue, fazendo com que a tensão calculada pelo reômetro seja subestimada (Divoux et al. 2016).

2.3.3.2 Laponita® – estudos envolvendo aparatos experimentais

Escudier e Presti (1996) estuda o material através de um *loop* experimental. Durante os experimentos, os autores visualizam o escoamento por meio de velocimetria laser. Ao comparar os resultados obtidos com o reômetro, verificaram-se valores significativamente maiores para a viscosidade e TLE, indicando que mesmo o material mais próximo da parede da tubulação não escoou tempo suficiente para atingir a condição de equilíbrio.

Corvisier et al. (2001) também estudam um circuito experimental e visualizam o escoamento, porém através da técnica de PIV, buscando compreender a influência das forças de repulsão e atração entre as partículas no desenvolvimento do perfil de velocidade. Verificam o abaulamento do perfil de velocidades na região central do duto, onde a taxa de deformação é menor, causado pela aglomeração de partículas. Os autores concluem que a força de adesão entre as partículas possui papel fundamental no desenvolvimento do escoamento, pois a escala de tempo na qual essa interação ocorre é muito maior que o tempo de relaxação do material escoando.

2.4 Síntese do capítulo 2

Este capítulo foi dividido em duas partes: fundamentação teórica e revisão bibliográfica. Primeiramente, foram apresentados conceitos de fluidos viscoelásticos e FNG, além de elucidar o conceito de tixotropia. Em seguida, os trabalhos que abrangem a modelagem matemática e simulação numérica do escoamento de petróleo parafínico e fluidos tixotrópicos foi

apresentada. Por fim, foram exibidos estudos tratando reometria e aparatos experimentais envolvendo os seguintes materiais: petróleo, soluções de Carbopol® e Laponita®. A partir da revisão bibliográfica, pode-se destacar as seguintes informações:

- a. O histórico térmico e de cisalhamento de um óleo parafínico determinam as propriedades do gel formado;
- b. Compressibilidade, viscosidade e dependência temporal são aspectos que devem ser considerados na previsão do escoamento do petróleo gelificado;
- a. Pressões inferiores às calculadas pela Equação (2.8), desde que aplicadas por intervalos de tempo suficientes, podem reiniciar o escoamento de fluidos gelificados;
- b. A desestruturação de materiais gelificados ocorre primeiro próximo às paredes internas da tubulação;
- c. Soluções de Carbopol® e Laponita® representam fluidos viscoplásticos, porém apenas soluções de Laponita® apresentam tixotropia relevante;
- d. Em fluidos viscoplásticos, a TLE impede a completa transmissão de pressão;
- e. Há escassez de trabalhos utilizando aparatos experimentais envolvendo Laponita®.

Como foi verificado na revisão da literatura, o petróleo parafínico gelificado apresenta comportamento bastante complexo, sendo difícil distinguir os efeitos presentes durante seu reinício de escoamento. Pode-se notar também que há uma carência de trabalhos que estudam o reinício de escoamento de géis de Carbopol® e soluções de Laponita® por meio de aparatos experimentais. Desta forma, como objetivo específico, espera-se contribuir com esta carência, utilizando procedimentos experimentais relativamente simples e que possam gerar resultados reprodutíveis, coerentes com os fenômenos físicos, a fim de comparar os efeitos de TLE e tixotropia durante o reinício de escoamento de materiais estruturados.

3 DESCRIÇÃO DO APARATO EXPERIMENTAL

A unidade experimental utilizada está instalada no Centro de Pesquisa em Reologia e Fluidos Não Newtonianos (CERNN) da UTFPR, versão modificada do aparato utilizado no trabalho de Rosso (2014). As modificações realizadas no dispositivo visaram promover melhor controle de temperatura durante os experimentos.

O aparato é composto, basicamente, por três sistemas: hidráulico, refrigeração/aquecimento e controle/aquisição. Na Figura 3.1 é mostrada uma ilustração esquemática identificando os principais componentes da unidade experimental. As descrições dos sistemas são detalhadas a seguir, cujos componentes estão referenciados na Figura 3.1.

3.1 Sistema hidráulico

Este sistema é constituído basicamente por duas bombas seringa, um reservatório de fluido, válvulas, linha de retorno e tubulação helicoidal, situados todos no interior de uma câmara térmica de 2,34 metros de comprimento, 1,42 metros de profundidade e 1,78 metros de altura. As paredes da câmara são feitas de placas de poliestireno com 100 mm de espessura, já as portas são feitas com placas de 50 mm, buscando manter a temperatura controlada e uniforme.

As bombas seringa são da marca Teledyne ISCO, modelo 500D, que atuam alternadamente ou continuamente por meio do controlador externo e do conjunto de válvulas. As bombas trabalham na faixa de 0,7 a 258 bar de pressão, alcançando vazões de 0,001 a 204 ml/min. As bombas possuem precisão de $\pm 0,5\%$ com relação à vazão, e volume morto de $4 \pm 0,020$ ml.

O reservatório de fluido é composto por dois tanques. O tanque interno tem capacidade de 12 L, conta ainda com um termopar extra e um agitador para homogeneizar a amostra, e é hermeticamente para prevenir a descaracterização do material. O reservatório interno é envolto por um tanque externo que armazena água e funciona como banho térmico, aquecendo a água através de resistências elétricas. No presente trabalho o banho térmico não foi utilizado.

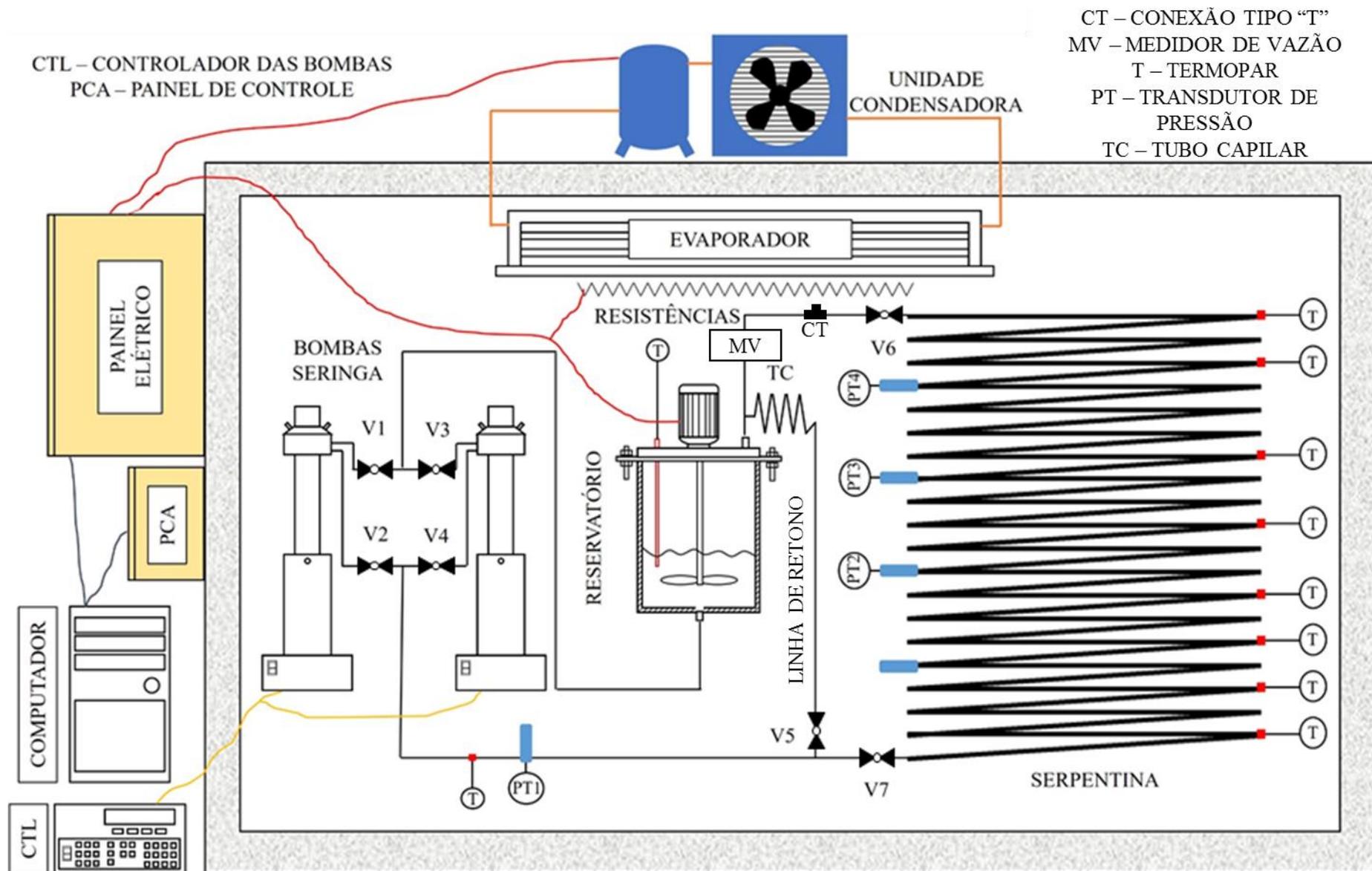


Figura 3.1 – Ilustração esquemática dos principais componentes da unidade experimental.

As válvulas V1 a V6 são do tipo esfera, com conexão roscada e acionamento pneumático, da marca Swagelok, feitas em aço inox 316. V1 e V3 controlam a alimentação das bombas, já V2 e V4 permitem o escoamento da bomba para a seção de testes, sendo todas do modelo SS- 83PS6. Essas quatro válvulas (V1, V2, V3 e V4) são operadas somente pelo controlador das bombas (CTL).

Considerando apenas a seção de testes (serpentina e linha de retorno), temos as válvulas V5, V6 e V7. As válvulas V5 e V6 também são da marca Swagelok, porém do modelo SS- 83PS8 e permitem o escoamento pela linha de retorno e o fechamento da saída da serpentina, sendo particularmente interessantes nos testes de reinício de escoamento por imposição de pressão. A válvula V7 é também uma válvula do tipo esfera, porém da marca HOKE, modelo 0722A5 e diferencia-se das demais por ter retorno por mola. Esta válvula, localizada na entrada da serpentina, possibilita a realização de outros testes, que não são tratados neste trabalho. Na condição padrão do sistema, a válvula V5 está sempre fechada, e as válvulas V6 e V7 sempre abertas.

A tubulação principal utilizada é feita em aço inox 306, tem 13,3 mm de diâmetro externo nominal e 10,3 mm de diâmetro interno (Rosso 2014). O diâmetro calculado, porém, foi de 10,0 mm (detalhado no apêndice A). A tubulação helicoidal tem diâmetro de espira de 750 mm (Rosso 2014) e cerca de 50,53 m de comprimento, nos quais estão disponíveis três tomadas de pressão (PT2, PT3 e PT4). A primeira tomada de pressão PT1 se localiza logo após as bombas, distando 21,74; 32,77 e 43,87 m de PT2, PT3 e PT4, respectivamente. Após PT4, há ainda 8,36 m de tubulação, que corresponde ao comprimento entre PT4 e V6. Imediatamente após V6, está instalada uma conexão tipo “T” (CT), que é utilizada para retirada de amostra da serpentina e na visualização do nível de fluido para determinado teste.

Para promover o controle indireto de pressão, o circuito conta com uma linha de retorno, cuja entrada é controlada por V5. Nesta linha foi instalado um tubo capilar (TC) de cobre com diâmetro interno de 2,03 mm, com comprimento de 2 metros. Sua aplicação é detalhada no capítulo 4.

Os principais componentes do sistema hidráulico e o interior do aparato experimental são retratados abaixo na Figura 3.2. Partindo do início do circuito hidráulico, têm-se as bombas, definidas por (a). Estas bombas são alimentadas pelo reservatório, mostrado em (b). As válvulas esfera V5, V6 e V7, estão indicadas por (c), (d) e (e), respectivamente. A válvula V5 regula a

abertura da linha de retorno, onde está instalado o tubo capilar, apontado em (g). A seção principal de teste, que é a tubulação helicoidal, é denotada por (f). Em (h) fica indicada a conexão tipo “T”.

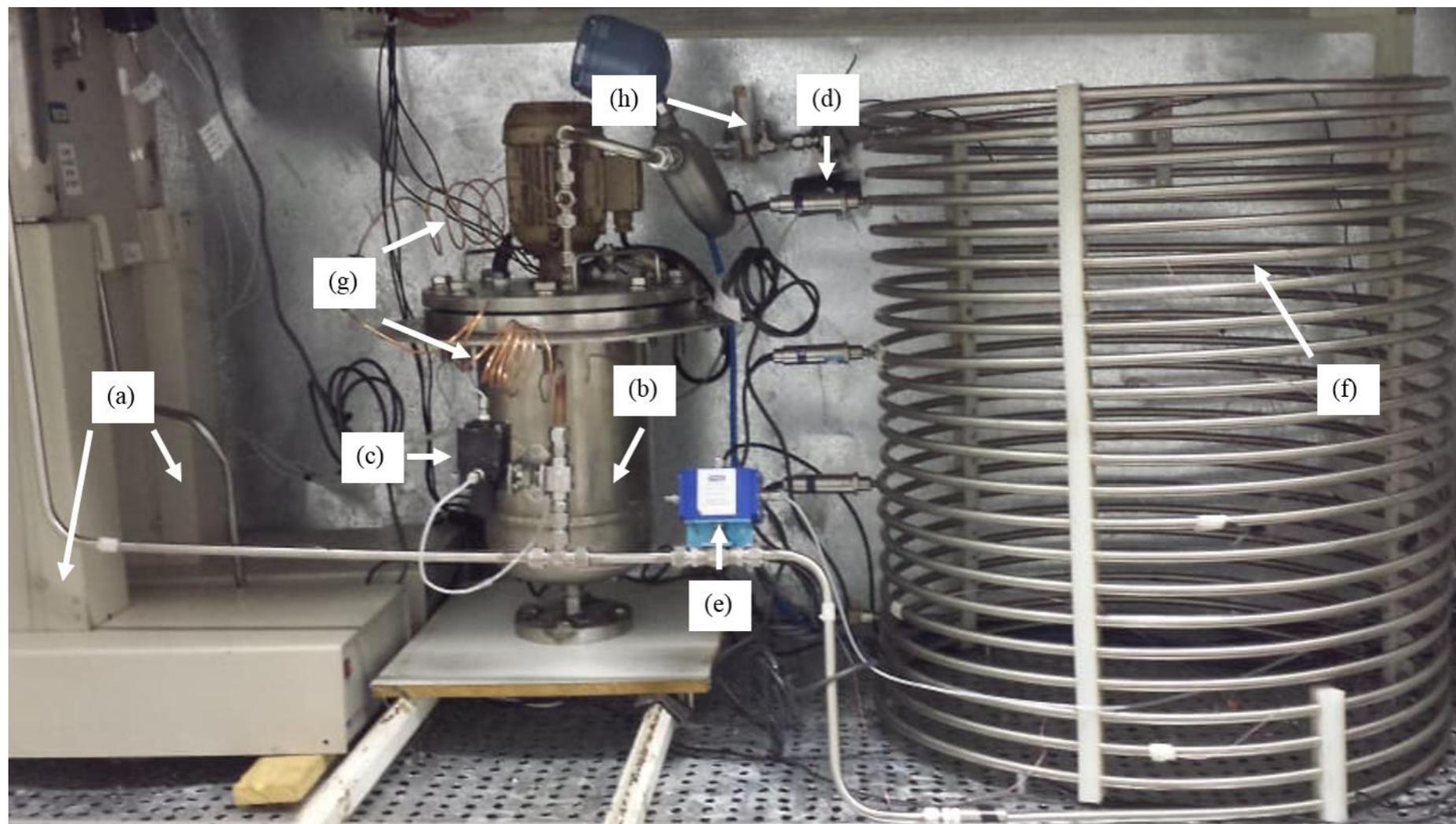


Figura 3.2 – Fotografia do interior da unidade experimental, em destaque: (a) bombas seringa, (b) reservatório interno, válvulas (c) V5, (d) V6, (e) V7, (f) tubulação principal em formato de helicoide, (g) linha de retorno com capilar e (h) conexão tipo “T”.

3.2 Sistema de refrigeração e aquecimento

O sistema de refrigeração e aquecimento é o responsável por impor e manter a câmara térmica na temperatura de interesse. A refrigeração é realizada pelo evaporador e pela unidade condensadora, cuja capacidade é controlada no inversor de frequência, que atua no compressor da unidade. O equilíbrio térmico na câmara é controlado pelo software *LabVIEW*, que alterna a atuação do inversor de frequências no compressor e o conjunto de resistências de aquecimento através de um controlador PID.

O evaporador é da marca Thermokey, modelo DFTC54RDE, e está instalado na parte superior da câmara, possuindo 1680 mm de comprimento, 768 mm de largura e 225 mm de altura, aproximadamente. O produto conta com cinco ventiladores axiais, que succionam o ar na parte inferior do evaporador e o distribuem nas laterais. A unidade condensadora é da marca Danfoss, modelo HCM 40, opera com fluido refrigerante R-22 e tem capacidade frigorífica de aproximadamente 8200 W.

Para o aquecimento são utilizadas 24 resistências do tipo mola de baixa inércia térmica, operando em 220 V. Cada resistência gera cerca de 500 W, totalizando 12000 W de potência. No interior da câmara térmica, o conjunto de resistências está instalado logo abaixo dos ventiladores do evaporador. Na Figura 3.3, são retratados o evaporador, juntamente com a estrutura de fixação, em (a), e as resistências elétricas, já montadas em paralelo, em (b).

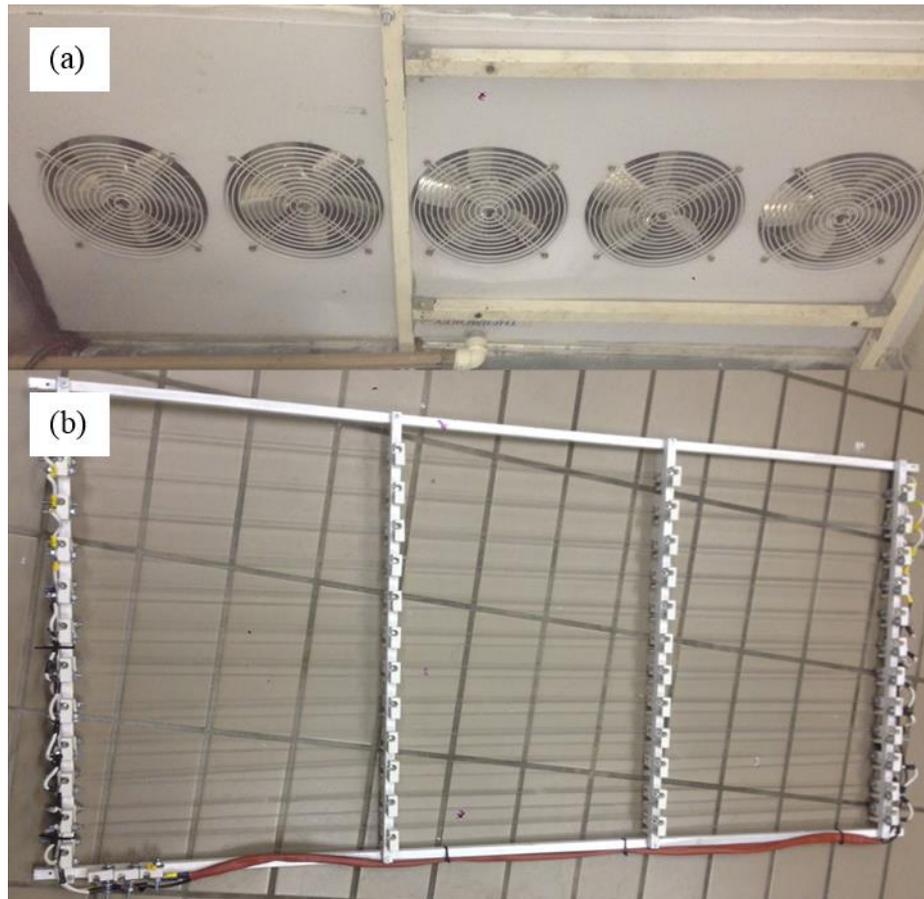


Figura 3.3 – Evaporador e estrutura de fixação (a) e conjunto de resistências em paralelo (b).

Visando aprimorar o sistema de refrigeração e aquecimento, foi instalado ainda um conjunto de chapas metálicas no interior da câmara. As chapas atuam direcionando o fluxo de ar de forma a manter a temperatura o mais uniforme possível dentro da câmara térmica.

3.3 Sistema de controle e aquisição de dados

Os componentes do sistema de controle e aquisição de dados são: termopares, transdutores de pressão, medidor de densidade e vazão do tipo Coriolis, placas de aquisição de dados, controlador da bomba, computador e o software *LabVIEW*.

Para avaliar as pressões são utilizados quatro transdutores, do fabricante HBM, modelo P3 Industrial Class, com faixas de 0 a 20 bar e precisão de 0,03 bar e taxa de aquisição de 500 Hz. Estes transdutores contam ainda com termoresistores embutidos, que permitem acompanhar a evolução da temperatura no interior da tubulação. No caso dos transdutores P3 Industrial Class, os termoresistores têm apenas dois fios, sendo pouco precisos na medição

do valor absoluto de temperatura. Ainda assim, esses dispositivos servem como uma referência para verificar a taxa de resfriamento e a estabilização da temperatura no interior da serpentina. Outro termoresistor independente é instalado no interior do reservatório para monitorar a temperatura interna do mesmo.

Ao todo são utilizados nove termopares tipo T, da marca Omega, modelo SA-1T. Estes dispositivos possuem superfície adesiva, que facilita a instalação. O tempo de resposta é de no máximo 0,3 segundo e os termopares são projetados para operar em temperaturas de $-66\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $177\text{ }^{\circ}\text{C}$, com limite padrão de erro de $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$. Um dos termopares é instalado imediatamente após o PT1, os demais estão espalhados equidistantes pela tubulação helicoidal e são indicados por “T” na Figura 3.1. O valor médio dos oito termopares espalhados ao longo da tubulação é tomado como a temperatura de teste. Um transdutor e um termopar, devidamente instalados, são mostrados na Figura 3.4.

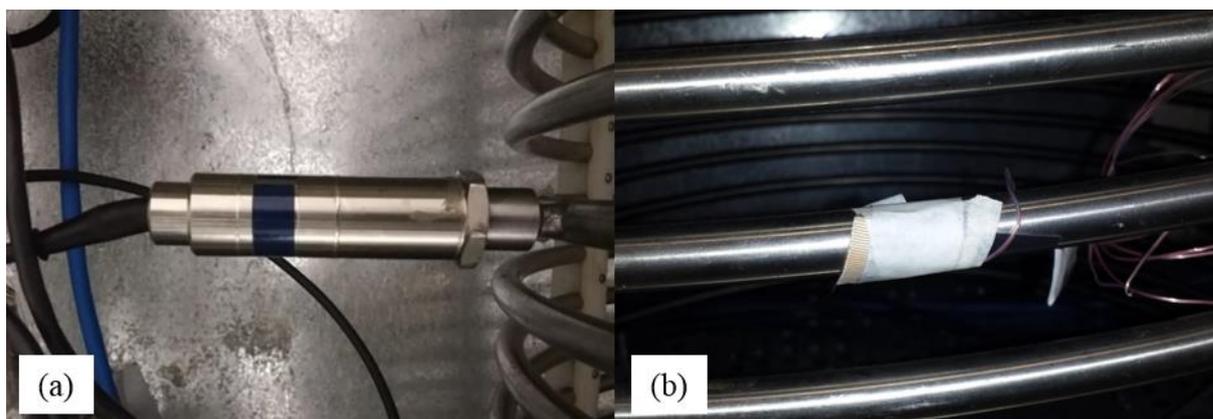


Figura 3.4 – Transdutor (a) termopar (b) instalados na tubulação helicoidal.

A unidade experimental possui medidor de vazão do tipo Coriolis (MV), do fabricante Micro Motion, modelo CMFS010M. Este equipamento tem uma taxa de aquisição de 20 Hz e é responsável por medir vazão e densidade, com precisões de $\pm 1,62\text{ ml/min}$ e $\pm 0,5\text{ kg/m}^3$, respectivamente. O medidor de vazão está instalado logo após a saída da tubulação helicoidal, e portanto, não mede a vazão da linha de retorno. Vale salientar que os dados de vazão são salvos junto aos dados de pressão, que são adquiridos a uma taxa de 500 Hz. Sendo assim, a taxa utilizada para a aquisição no medidor tipo Coriolis é a mesma dos transdutores de pressão, o que aumenta a amplitude dos sinais recebidos.

Os sinais enviados pelos transdutores, termopares e medidor de vazão são recebidos por placas de aquisição da fabricante National Instruments. No total, são quatro placas de entrada e duas placas de saída de sinais. Os modelos NI 9213 e NI 9237 recebem os sinais analógicos

dos termopares e transdutores, respectivamente. A placa NI 9217 capta as temperaturas medidas pelos termoresistores e a placa NI 9203 os dados de densidade e vazão volumétrica. Por sua vez, a placa NI 9265 controla a corrente enviada ao inversor que atua a unidade condensadora. O módulo de saída NI 9474 é responsável por enviar sinais digitais que ativam a desativam as resistências, o sistema de refrigeração, o agitador da bomba e as válvulas pneumáticas.

O dispositivo experimental conta ainda com uma câmera Logitech, modelo C920, instalada logo após a válvula V6, para que o escoamento seja detectado visualmente nos testes de reinício por imposição de pressão (detalhes no capítulo 4). Ainda, foi instalado um refletor de luz no interior da câmara, que tem como objetivo proporcionar a luminosidade necessária para o funcionamento adequado da câmera.

No software *LabVIEW* há uma interface onde pode-se atribuir a temperatura desejada para os testes, e monitorar variáveis como pressão, temperatura e vazão com o tempo. O programa é responsável ainda por controlar a atuação das válvulas V5, V6 e V7.

A interface do programa é mostrada a seguir na Figura 3.5. Na região inferior esquerda da interface, podem ser acompanhados os valores de temperatura medidos pelos termopares e termoresistores instalados na unidade experimental. Logo ao lado, pode-se configurar a temperatura de teste (em °C) no campo “temperatura desejada”, e pressionando o botão controle de temperatura. Ao lado, constam as correntes utilizadas no controle de temperaturas e os dados fornecidos pelo medidor de vazão, a vazão em ml/min e a densidade em kg/m³.

No centro da tela estão os comandos das válvulas V5, V6 e V7, que possibilitam que sejam atuadas individualmente ou simultaneamente, facilitando os procedimentos. Do lado direito, são exibidas as pressões instantâneas em cada transdutor. Na extremidade direita, estão os botões que permitem salvar os dados de teste de pressão e temperatura, e os comandos para reiniciar o contador (*timer*) e reiniciar os arquivos de resultados.

A parte superior da interface conta com dois gráficos, o da esquerda de temperatura e o da direita de pressão, ambos em relação ao tempo. Estes gráficos são importantes para se verificar o equilíbrio térmico na câmara e a condição de regime permanente no escoamento.

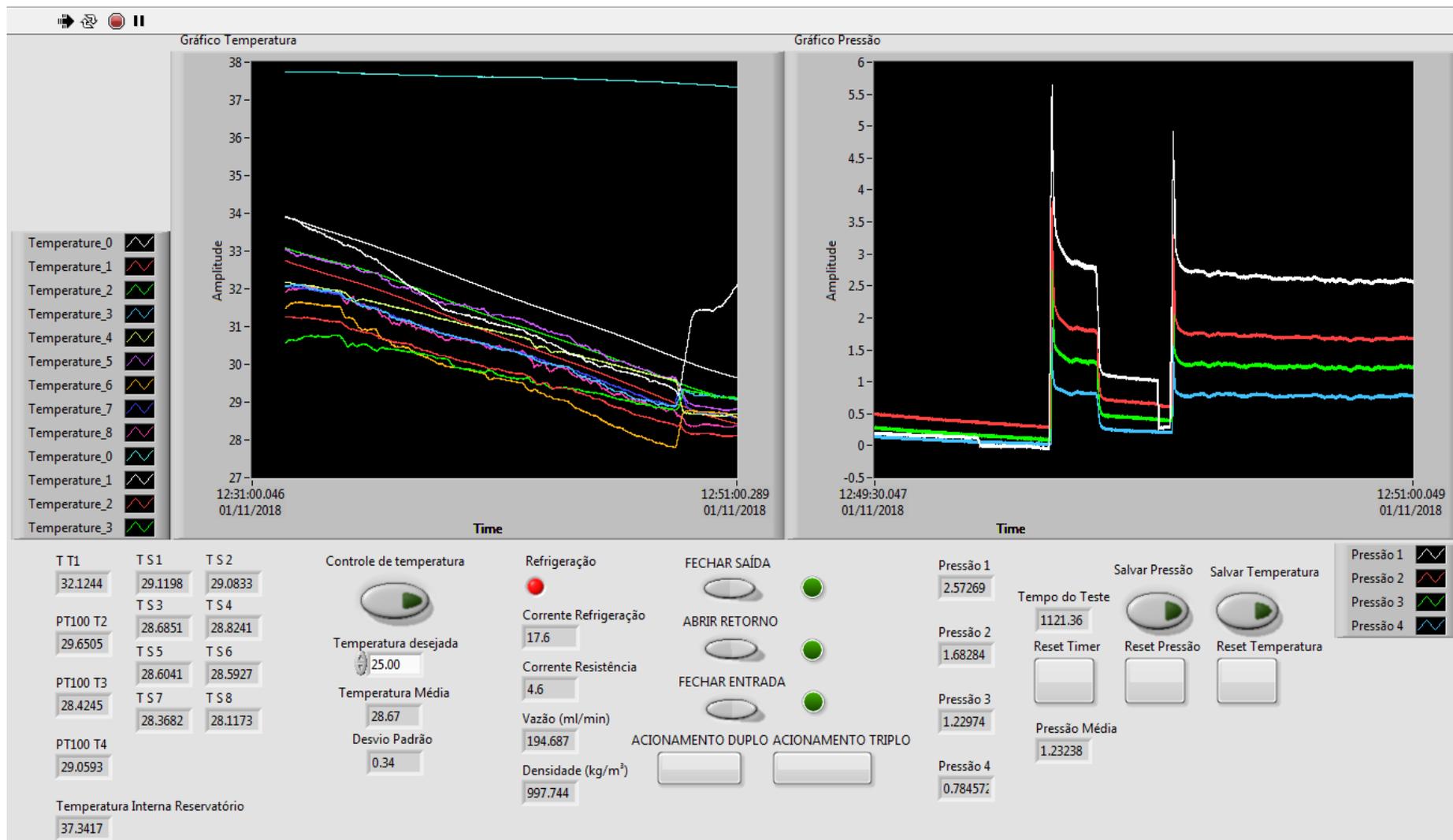


Figura 3.5 – Interface do programa no LabVIEW.

3.4 Incertezas experimentais medidas e calculadas

Nas seções anteriores foi apresentada a unidade experimental, que é capaz de controlar temperatura, vazão e pressão dos fluidos testados. Essas variáveis avaliadas têm seu intervalo de confiança com base nas incertezas experimentais envolvidas. Desta forma, as incertezas experimentais absolutas e percentuais (quando aplicáveis) das principais variáveis medidas e calculadas são mostradas na Tabela 3.2, evidenciando que a unidade experimental tem uma incerteza máxima considerada aceitável. Valores de pressão e diferença de pressão foram considerados 1,0 bar, sendo assim, conforme esses valores aumentam, a incerteza percentual é reduzida, o que também acontece para a tensão de cisalhamento calculada, sendo todos identificados pelo asterisco (*).

Tabela 3.2 – Sistemas da unidade experimental e seus principais componentes

Parâmetro	Valor [-]	Incerteza δx [-]	Incerteza % $\delta x/x$ [%]
Pressão (P)	1,0* bar	0,03 bar	3,00*
Diferença de pressão (ΔP_{1-4})	1,0* bar	0,04 bar	4,00*
Comprimento total da tubulação (L_{total})	50533 mm	13 mm	0,03
Comprimento de PT1 a PT4 (L_{1-4})	43868 mm	11 mm	0,03
Temperatura média (\bar{T})	-	1,0 °C	-
Densidade (ρ)	-	3,0 kg/m ³	<0,03
Diâmetro médio (D)	10,00 mm	0,04 mm	0,40
Tensão de cisalhamento (τ_w)	5,70* Pa	0,23* Pa	4,02*
Taxa de cisalhamento aparente ($\dot{\gamma}_{ap}$)	-	-	1,30
Viscosidade aparente (η)	-	-	4,20*

Os detalhes da metodologia utilizada nos cálculos de cada incerteza são exibidos no apêndice B.3.

3.5 Influência de fatores secundários nos resultados

Após a análise de incertezas, foram levantados alguns fatores secundários que porventura viessem a influenciar os resultados, como a pressão hidrostática, a não transmissibilidade de pressão no interior do transdutor devido à TLE e a geometria helicoidal da tubulação.

Os transdutores de pressão, por estarem instalados em alturas diferentes, irão apresentar diferenças de pressão hidrostática. Sendo assim, foi verificado que essa diferença é da mesma ordem de incerteza dos transdutores, o que não compromete os resultados.

Pelo fato de o Carbopol® não transmitir completamente a pressão e de, aparentemente essa não transmissão estar relacionada à presença de elevada TLE (Mitishita 2017), foi considerada a possibilidade de a pressão no interior da tubulação não ser a mesma medida pela membrana do transdutor. Após um simples cálculo de balanço de forças nas paredes internas do transdutor, supondo um comprimento e utilizando o diâmetro do orifício do equipamento, o valor calculado foi de 0,01 bar, que é inferior à incerteza do equipamento e portanto, não influencia significativamente nas medidas de pressão.

Por fim foi averiguada a influência da geometria helicoidal da tubulação, que gera um escoamento secundário devido à força centrífuga (Ghobadi et al. 2015). Através de correlações encontradas na literatura (Srinivasan et al. 1968; Manlapaz e Churchill 1980), pode-se concluir que, devido às baixas vazões, os escoamentos gerados na unidade experimental são compatíveis com escoamentos obtidos por meio de tubulações retas.

3.6 Síntese do capítulo 3

No capítulo 3 foi apresentada a unidade experimental, que permite de controlar temperatura, vazão e pressão dos fluidos testados. Além disso, foram mostrados os principais sistemas da unidade, explicando brevemente o funcionamento de cada um e as especificações técnicas de seus componentes.

Por fim, as incertezas experimentais das variáveis medidas e calculadas foram apresentadas, seguidas pela verificação da não influência da geometria helicoidal da serpentina, a diferença de pressão hidrostática e da presença de TLE nas medidas dos transdutores.

A Tabela 3.1 sumariza cada um dos sistemas apresentados no capítulo e cita seus componentes.

Tabela 3.1 – Sistemas da unidade experimental e seus principais componentes

Sistema	Componentes
Hidráulico	Bombas tipo seringa; Reservatório; Válvulas esfera; Linha de retorno capilar; Tubulação helicoidal.
Refrigeração e aquecimento	Evaporador; Unidade condensadora; Resistências elétricas; Chapas metálicas.
Controle e aquisição de dados	Termopares; Transdutores de pressão; Medidor de vazão do tipo Coriolis; Placas de controle e aquisição; Software <i>LabVIEW</i> .

4 METODOLOGIA

A primeira parte deste capítulo expõe de forma mais detalhada os fluidos de trabalho utilizados e sua formulação. A seção seguinte explica os procedimentos experimentais realizados no aparato.

4.1 Materiais

Para avaliar os efeitos viscosos foi utilizada a glicerina bidestilada, produto bastante acessível, encontrado em lojas de produtos químicos. O material foi utilizado puro, sem adição de água; candidato ideal para o estudo dos efeitos viscosos durante o reinício de escoamento, uma vez que sua viscosidade diminui uma ordem de grandeza na faixa de temperaturas entre 20 e 50 °C (Takamura et al. 2012). A quantidade utilizada foi de 12 L, que é suficiente para preencher a serpentina e manter a tubulação de retorno “afogada”, abaixo da linha de nível do reservatório interno.

A solução de Carbopol® empregada é composta de 96% em volume por gel clínico, da marca RMC, sendo o restante da amostra composto por biocida. A utilização desse aditivo se deve ao fato do gel se degradar facilmente pela ação de bactérias, diminuindo sua vida útil e descaracterizando o material com o tempo, conforme observado por Mitishita (2017). Foram preparados também 12 L dessa amostra, que foi agitada lentamente através de uma pá, para que fosse minimizada a formação de bolhas, por cerca de 10 minutos. Após a formulação do material, notou-se uma diminuição visível na consistência do gel, causada pela presença do biocida. Porém, testes reométricos comprovaram a existência de TLE, necessária para os estudos com este fluido.

Para verificar os efeitos de tixotropia foi formulada uma amostra de 1,5% (em massa) de Laponita® solubilizada em água de torneira. O material foi preparado seguindo procedimento semelhante ao descrito por Balvedi (2017). Inicialmente, 8668 mililitros de água foram colocados em um recipiente de 20 litros, no qual um agitador mecânico foi utilizado em sua rotação mínima e com seu eixo próximo às paredes do recipiente, evitando que a agitação intensa formasse bolhas. Após isso, foram acrescentados cerca de 132 gramas de

Laponita-RD® em pó, por cerca de 2 minutos, e a amostra continuou sob agitação por mais meia hora, até ser transferida ao reservatório.

A amostra de Laponita® foi preparada em 04/09/2018, tendo inicialmente aspecto muito semelhante ao da água. O material foi cisalhado diariamente no *loop* experimental para que fosse acompanhada sua evolução. Dezesete dias após sua formulação (no dia 21/09/2018), foi verificado que a solução já era capaz de gerar um escoamento com perdas de carga satisfatórias no dispositivo experimental, acima de 1 bar.

4.2 Procedimentos experimentais

Os testes previstos pelo trabalho envolvem a verificação das curvas de escoamento dos materiais, imposição de patamares de vazão, além do reinício de escoamento por imposição de vazão e pressão, que serão todos detalhados nesta seção. Vale salientar que, no presente trabalho, os procedimentos foram executados com as bombas operando independentes entre si. Foi utilizada esta configuração pois, no modo contínuo, a alternância entre uma bomba e outra gera pequenos picos de pressão que influenciariam na análise dos resultados. Para garantir reprodutibilidade, cada procedimento foi repetido três vezes, não sendo observados desvios significativos entre cada repetição.

Utilizando glicerina, os experimentos foram realizados a 25 °C e 45 °C, para que fosse comparado o mesmo fluido em viscosidades diferentes. Inicialmente pensava-se em realizar os testes a 5 °C e 25 °C, porém este fluido é facilmente super-resfriado, apresentando-se num estado vítreo, com respostas viscoelásticas (Möbius et al. 2010). Esse fato impede que a glicerina a 5 °C seja avaliada como fluido newtoniano, e, portanto, os testes comparativos foram realizados a 45 °C, que é uma temperatura que alterou razoavelmente a viscosidade do fluido e é facilmente alcançada e controlada pelo aparato experimental, sem danificar seus componentes.

Como o Carbopol® não apresentou o mesmo problema que a glicerina, as temperaturas de teste adotadas foram de 5 °C e 25 °C. Os testes envolvendo a solução de Laponita®, por sua vez, foram realizados apenas na temperatura de 25 °C.

4.2.1 Pré-testes

Antes de realizar qualquer teste, o sistema de climatização da unidade experimental é ligado para promover uma distribuição constante e uniforme de temperatura no interior da câmara. Para garantir o controle térmico durante os procedimentos são aguardados 30 minutos após a temperatura média da serpentina ser estabilizada. No caso da solução Laponita®, esse tempo de 30 minutos serve também para cisalhar a amostra, com uma vazão de 193,2 ml/min, buscando certificar que todo o fluido no interior da tubulação tenha um histórico de cisalhamento semelhante.

Após os procedimentos de climatização e pré-cisalhamento (no caso da Laponita®) são realizados os pré-testes, que têm como objetivo padronizar a distribuição inicial de pressão para todos testes com o mesmo fluido e proporcionar melhor repetibilidade nos experimentos. Os pré-testes consistem em um período de cisalhamento (t_{cis}) a certa vazão (Q_{pt}) seguido pela abertura das válvulas de controle das bombas (V1, V2, V3 e V4), que permanecem abertas durante o tempo de repouso (t_{rep}), comunicando o início da tubulação com o reservatório, que é fechado hermeticamente à pressão atmosférica. Em seguida, são fechadas as válvulas de entrada das bombas (V1 e V3). No caso da solução de Laponita®, o cisalhamento realizado no pré-teste tem como objetivo principal “zerar” o histórico de cisalhamento entre um teste e outro, buscando garantir que o fluido apresente o mesmo grau de estruturação ao início de cada procedimento.

No caso da glicerina e da Laponita®, as pressões se estabilizam rapidamente após a abertura das válvulas. Portanto, apenas 30 segundos são aguardados (t_{rep}) antes de se iniciar um teste. O gel de Carbopol®, por se tratar de um meio bastante dissipativo, leva cerca de 3 minutos para que as pressões se estabilizem. O critério de estabilização de pressão adotado é com base na pressão média medida pelos transdutores. Se esta pressão média oscilar menos de 0,5% durante 30 segundos, considera-se que as pressões atingiram regime permanente.

A Tabela 4.1 apresenta os procedimentos de pré-teste de acordo com cada material, após a estabilização da temperatura de teste, identificando os parâmetros selecionados.

Tabela 4.1 – Resumo dos pré-testes para cada material

Material	Q_{pt} [ml/min]	t_{cis} [s]	Abrir	t_{rep} [s]	Fechar
Glicerina	64,4	10	V1, V2, V3 e V4	30	V1 e V3
Carbopol®	64,4	10		180	
Laponita®	193,2	150		30	

4.2.2 Avaliação da curva de escoamento

O procedimento experimental para se verificar a curva de escoamento dos materiais, consiste em, após a estabilização da temperatura e realizados os pré-testes, impor diversas vazões e medir as pressões nos transdutores, utilizando somente os valores de regime permanente.

Partindo das pressões medidas, constrói-se a curva de escoamento do fluido, com os valores de tensão de cisalhamento na parede da tubulação (τ_w) em função da taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$). A tensão de cisalhamento é calculada com base no balanço de forças de pressão e de cisalhamento na parede da tubulação:

$$\tau_w = \frac{D\Delta P_{1-4}}{4L_{1-4}} \quad (4.1)$$

em que ΔP_{1-4} é a diferença de pressão entre os transdutores PT1 e PT4, L_{1-4} , a distância entre estes transdutores e D , o diâmetro médio interno da tubulação. A taxa de cisalhamento aparente, em função da vazão Q , é calculada pela seguinte expressão:

$$\dot{\gamma}_{ap} = \frac{32Q}{\pi D^3} \quad (4.2)$$

Levando-se em conta a faixa de vazões nas quais as bombas operam (0,001 à 204 ml/min), são apresentadas na Tabela Tabela 4.1 as vazões que serão utilizadas em todos os testes, juntamente com as taxas de cisalhamento aparentes correspondentes.

Tabela 4.2 – Vazões utilizadas e taxas de cisalhamento correspondentes

Vazão [ml/min]	Taxa de cisalhamento [s ⁻¹]
0,064	10 ⁻²
0,644	10 ⁻¹
6,440	1
32,200	5
64,400	10
128,800	20
161,000	25
193,200	30

O circuito hidráulico do aparato experimental é análogo a um reômetro capilar. Para os escoamentos neste tipo de equipamentos, a taxa de cisalhamento deve ser corrigida ($\dot{\gamma}_{wr}$) conforme a equação de Weissenberg-Rabinowitsch (Macosko 1994):

$$\dot{\gamma}_{wr} = \frac{\dot{\gamma}_{ap}}{4} \left(3 + \frac{d \ln Q}{d \ln \tau_w} \right) \quad (4.3)$$

em que $d \ln Q / d \ln \tau_w$ é a inclinação de $\ln Q$ como função de $\ln \tau_w$, para cada ponto. Para fluidos newtonianos a inclinação é igual a 1. Para os fluidos não newtonianos estudados, a função pode ser expressa por uma equação do tipo $d \ln Q = a(\ln \tau_w)^2 + b(\ln \tau_w) + c$, em que as constantes a , b e c são ajustadas para cada caso.

Durante o ensaio experimental para a obtenção dos valores de ΔP_{1-4} , a válvula na saída da serpentina (V6) permanece sempre aberta, e a válvula da linha de retorno (V5) permanece sempre fechada, de modo que o fluido escoe unicamente pela tubulação helicoidal. Os testes são realizados partindo da maior vazão (193,2 ml/min) para a menor vazão (0,064 ml/min). É importante destacar que tempo para o escoamento atingir regime permanente varia conforme a vazão imposta e o fluido utilizado.

Para a glicerina, serão levantadas as curvas a 25 °C e 45 °C. No caso do Carbopol® as temperaturas utilizadas foram 5 °C e 25 °C. Para a solução de Laponita® foi utilizada apenas a temperatura, de 25 °C.

O procedimento detalhado, após a estabilização de temperatura e ao final do tempo de repouso nos pré-testes, se dá conforme os tópicos:

- a. Configurar a vazão desejada e iniciar a gravação de dados 15 s antes do fim do tempo de repouso no pré-teste;

- b. Ligar a bomba na vazão configurada, ao término do pré-teste;
- c. Finalizar a gravação de dados ao verificar regime permanente nas pressões e vazões;
- d. Desligar a bomba.

Os passos detalhados no procedimento acima também são utilizados nos testes de reinício de escoamento por imposição de vazão, porém com enfoque no regime transitório.

A Figura 4.1 apresenta um esquema simplificado mostrando a configuração das válvulas e a direção do escoamento durante este procedimento, no qual a sigla MV representa o medidor de vazão e a sigla CT a conexão tipo “T”. As caixas verdes representam válvulas abertas (V6 e V7) e as caixas vermelhas as válvulas fechadas (V5).

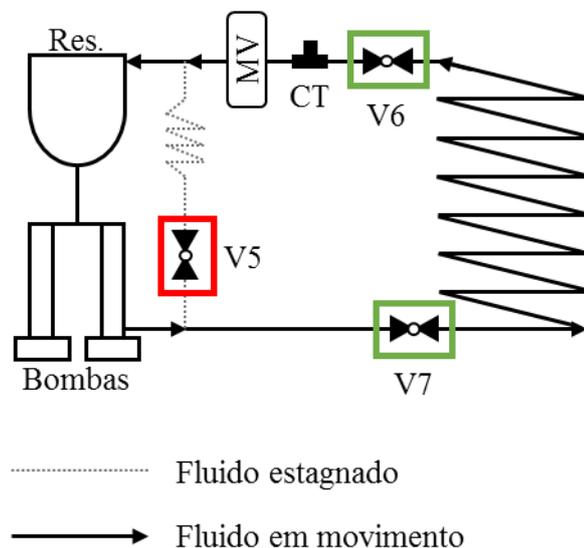


Figura 4.1 – Ilustração esquemática do escoamento do fluido nos testes de curva de escoamento, imposição de patamares de vazão e reinício de escoamento por imposição de vazão.

Considerando as vazões e temperaturas mencionadas anteriormente, e as repetições para cada vazão, os procedimentos para se levantar a curva do escoamento dos materiais resultam em 120 testes, 48 para a glicerina, 48 para o Carbopol® e 24 para a solução de Laponita. As curvas obtidas pela unidade experimental, poderão então ser comparadas com as curvas construídas a partir de resultados dos reômetros.

4.2.3 Imposição de patamares de vazão: subida e descida

Este procedimento consiste em, após a estabilização da temperatura e realizados os pré-testes, submeter os materiais a uma rampa de subida de vazão seguida por rampa de descida. Com base na configuração inicial de válvulas, em que V5 está fechada, V6 e V7 abertas, é imposta a seguinte sequência de vazões: 32,2 – 64,4 – 96,6 – 64,4 – 32,2 – 0 ml/min. Ao todo são 9 ensaios, 3 para cada fluido, realizados apenas na temperatura de 25 °C.

Conforme visto na seção 2.1.3, os autores Mewis e Wagner (2009) consideram este tipo de procedimento como o mais adequado para se verificar a presença de tixotropia em um material. Além disso, os resultados obtidos com este experimento são interessantes para se realizar uma comparação direta entre os materiais estudados.

A glicerina é submetida a cada patamar de vazão não nula por 75 segundos (totalizando 375 s), seguidos pelo patamar de vazão de 0 ml/min por aproximadamente 3 minutos, que demora mais para se estabilizar. Para os demais fluidos, cada patamar não nulo foi imposto por 60 segundos (totalizando 300 s), e na sequência, foi configurada vazão de 0 ml/min por 5 minutos adicionais. O esquema que representa a configuração das válvulas e a direção do escoamento é o mesmo mostrado na Figura 4.1.

Os passos para a aplicação do procedimento, após verificada a estabilização de temperatura e ao final do tempo de repouso nos pré-testes são indicados abaixo:

- a. Configurar a vazão de 32,2 ml/min e iniciar a gravação de dados 15 s antes do fim do tempo de repouso no pré-teste;
- b. Ligar a bomba na vazão de 32,2 ml/min, ao término do pré-teste;
- c. Alternar para os patamares seguintes, conforme vazão e duração indicados pela Tabela 4.2;
- d. Finalizar a gravação de dados, ao término do tempo de teste;
- e. Desligar a bomba.

Na Tabela 4.2 são mostrados os patamares de vazão aplicados a cada material, na ordem de utilização, indicando sua duração em segundos.

Tabela 4.2 – Patamares de vazão e sua duração

Material	Patamar 1 32,2 ml/min	Patamar 2 64,4 ml/min	Patamar 3 96,6 ml/min	Patamar 4 64,4 ml/min	Patamar 5 32,2 ml/min	Patamar 6 0,0 ml/min
Glicerina	75 s	180 s				
Carbopol®	60 s	300 s				
Laponita®	60 s	300 s				

4.2.4 Reinício de escoamento por imposição de vazão

Os testes de reinício de escoamento por imposição de vazão permitirão verificar a evolução das pressões com o tempo em cada fluido, possibilitando a comparação entre eles. O procedimento experimental para os testes de reinício por imposição de vazão é idêntico ao procedimento utilizado na obtenção de dados para avaliar a curva de escoamento do material (subseção 4.2.2), na qual as válvulas V6 e V7 permanecem abertas e V5 fechada, possibilitando que o escoamento ocorra exclusivamente pela tubulação helicoidal. A diferença neste caso é que o objeto de interesse do resultado é todo o período transitório do experimento, no qual serão verificadas as evoluções das pressões e vazões com o tempo.

Para todos os fluidos serão utilizadas duas vazões: 6,44 ml/min e 64,4 ml/min. O objetivo é comparar a influência da inércia do escoamento no tempo nas pressões de reinício. As temperaturas de teste são as mesmas descritas na seção 4.2.2.

Quanto à solução de Laponita® será avaliada ainda a influência do tempo de repouso nas pressões de reinício. Com esse objetivo, serão realizados dois testes adicionais, aumentando o tempo de repouso das amostras, na vazão de 64,4 ml/min. O primeiro teste adicional irá somar 9 minutos e 30 segundos ao tempo de repouso no pré-teste, totalizando 10 minutos de repouso. Um segundo ensaio irá aumentar ainda mais esse tempo de repouso, possibilitando a reestruturação do material por 30 minutos.

Somando os testes adicionais, têm-se 36 ensaios, sendo 12 com cada material. Deste total, 30 já foram contabilizados nos testes utilizados para levantar as curvas de escoamento de cada material. Tal como nas seções anteriores, a ilustração esquemática que representa a configuração das válvulas e o sentido do escoamento é apresentada na Figura 4.1, na qual o fluido escoar somente pela tubulação helicoidal, com V6 e V7 abertas e a linha de retorno fechada.

No procedimento geral que foi realizado com todos os fluidos, são adotados os mesmos passos utilizados no levantamento da curva de escoamento (seção 4.2.2). Para os testes adicionais, que aumentam o tempo de repouso total, utilizando somente com a solução de Laponita®, as etapas se dão conforme:

- a. Após o tempo de repouso regular no pré-teste, aguardar o tempo de repouso adicional (9 minutos e 30 s e 29 minutos e 30 segundos)
- b. Configurar a vazão em 64,4 ml/min e iniciar a gravação de dados 15 s antes do fim do tempo de repouso total;
- f. Ligar a bomba na vazão de 32,2 ml/min, ao término do tempo repouso total;
- e. Finalizar a gravação de dados ao verificar regime permanente nas pressões e vazões;
- f. Desligar a bomba.

4.2.5 Reinício de escoamento por imposição de pressão

O ensaio de reinício de escoamento por imposição de pressão é especialmente interessante para verificar a validade da Equação (2.8) em fluidos viscoplásticos, ou seja, se a diferença de pressão calculada pela tensão limite de escoamento, obtida através da curva de escoamento do material, realmente é a mínima para fazer com que o material escoe.

Nesse tipo de ensaio, as válvulas V5, V6 e V7 permanecem abertas, possibilitando o escoamento do fluido tanto através da linha de retorno quanto pela tubulação helicoidal. Desta forma, a pressão imposta na entrada da serpentina é controlada indiretamente, à medida que o fluido escoar pela linha de retorno. Portanto, para que o experimento tenha sucesso, é necessário que a linha de retorno se apresente como caminho preferencial para o escoamento do fluido, apresentando perda de carga menor que a da serpentina. Conforme é aumentada a vazão imposta pelas bombas, aumenta-se a pressão de entrada na tubulação helicoidal, até que seja verificado o escoamento.

Com relação à glicerina, por se tratar de um fluido newtoniano, qualquer vazão imposta pelas bombas será dividida entre a linha de retorno e a serpentina, não revelando nada de especial em relação ao fluido. Sendo assim, os testes foram apenas para o Carbopol®. Neste caso, o controle de pressão na linha de retorno foi realizado utilizando um tubo capilar de 2 metros de comprimento.

A ideia inicial era que o escoamento pela serpentina pudesse ser constatado por meio da vazão aferida pelo medidor de vazão tipo Coriolis, instalado após a saída em V6, porém a faixa de medição do equipamento não possibilita a detecção de vazões muito baixas, inferiores à 3 ml/min. Logo, optou-se por verificar o escoamento visualmente, por meio de uma câmera, instalada entre a válvula de saída (V6) e a conexão “T”, permitindo acompanhar a evolução do nível do fluido, caso este escoe pela serpentina. Atrás da abertura da conexão tipo “T” foi posicionado um plano quadriculado de referência, onde cada quadrado possui 2 mm de lado. Inicialmente, o Carbopol® foi submetido a 12 patamares de pressão, em um único procedimento. Com o resultado desse procedimento foram selecionadas três vazões que proporcionaram diferenças de pressões próximas às calculas pela TLE. Desta forma, um novo procedimento foi realizado, impondo essas vazões por tempo relativamente longos (~ 20 minutos), para que, visualmente, fosse verificado ou não o escoamento do material. Estes testes foram realizados apenas a 25 °C, que, por ser uma temperatura mais próxima da temperatura ambiente, facilitava na recuperação do controle de temperatura da câmara, que sofreu com constantes intervenções dos operadores, buscando ajustar a câmera ou nivelar e limpar o ponto de visualização do escoamento. A Figura 4.2 mostra a fotografia da conexão tipo “T” aberta, na qual pode-se observar o nível do fluido e, ao fundo, o plano quadriculado de referência.



Figura 4.2 – Abertura da conexão tipo “T” com o plano de referência ao fundo, mostrando o nível de Carbopol®, fotografado pela câmera.

Para o primeiro procedimento com o Carbopol® foram aplicados 12 patamares de vazão, por 90 s cada, partindo de 1,61 ml/min a 19,32 ml/min (incrementos de 1,61 ml/min). Sendo assim, foram verificadas que as vazões de 12,88, 14,49 e 16,1 ml/min geraram tensões de cisalhamento próximas das ajustadas pela curva de escoamento do material. O segundo procedimento então consiste em aplicar essas vazões por um longo período, verificando visualmente se as pressões impostas reiniciariam ou não o escoamento. Ao todo foram realizados 12 testes.

No caso da solução de Laponita®, os procedimentos testados não promoveram resultados satisfatoriamente reprodutíveis e portanto, não serão abordados no presente trabalho. A baixa perda de carga promovida nos tubos capilares (mesmo com 3,2 m) pode ter sido um dos fatores que colaborou para essa dificuldade. Ao promover uma baixa perda de carga, as bombas tiveram que operar em altas vazões (próximas a 100 ml/min) para atingir as pressões mínimas de escoamento, fazendo com que as bombas esvaziassem antes das pressões alcançarem regime permanente. Além disso, o fato do volume de fluido escoando na linha de retorno ser pequeno (~ 10 ml), somado à possibilidade de haver heterogeneidades ao longo da amostra, podem ter colaborado para o surgimento de oscilações nas pressões de escoamento na linha de retorno.

Na Figura 4.3 é apresentada a ilustração esquemática indicando o *setup* das válvulas e a direção do escoamento. Nota-se que, para pressões inferiores à pressão de reinício, o fluido ficará estagnado na serpentina.

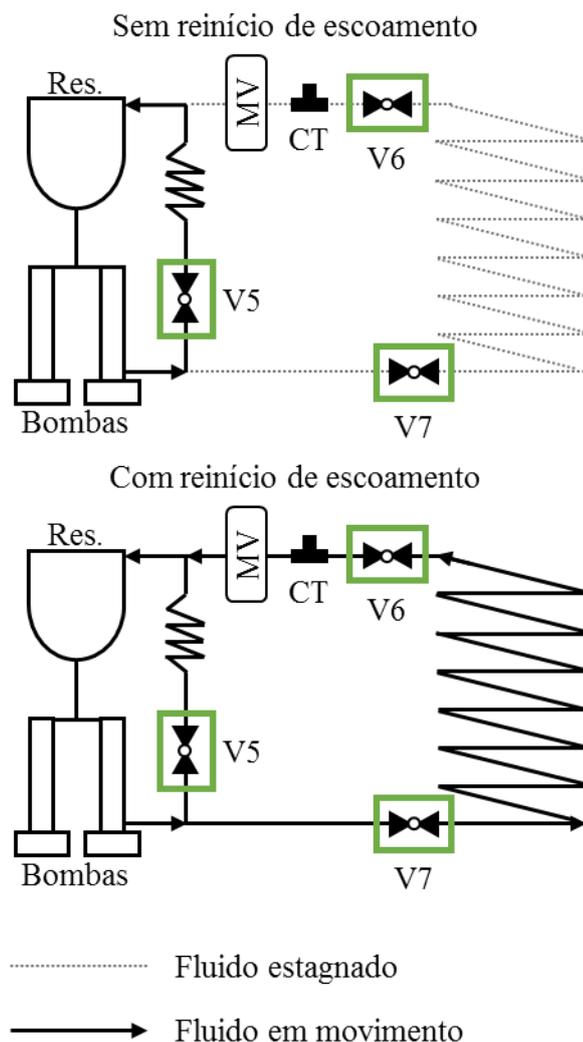


Figura 4.3 – Ilustração esquemática do escoamento do fluido nos testes de reinício de escoamento por imposição de pressão, indicando o sentido do escoamento nos casos com e sem reinício.

Os passos utilizados na aplicação dos procedimentos citados nesta seção são resumidos abaixo. Consistem em impor vazão (ou patamares de vazão) pela linha de retorno até que se verifique visualmente o escoamento através da conexão tipo “T”.

- a. Configurar a vazão inicial, abrir V5 e iniciar a gravação de dados 15 s antes do fim do tempo de repouso no pré-teste;
- b. Ligar a bomba na vazão configurada, ao término do pré-teste;
- c. Alternar para os patamares seguintes (quando for o caso), conforme vazão e duração indicados para cada material;
- d. Finalizar a gravação de dados, ao término do tempo de teste;
- e. Desligar a bomba.

4.3 Síntese do capítulo 4

No capítulo 4, conforme observado em trabalhos anteriores, foram determinados os fluidos utilizados nos testes, no caso a glicerina bidestilada, soluções de Carbopol® e Laponita®. Por fim, os testes que realizados no aparato foram expostos e seus procedimentos descritos, e estão quantificados na Tabela Tabela 4.2, totalizando 147 ensaios. Os números em parênteses indicam testes que já foram contabilizados na curva de escoamento.

Tabela 4.5 – Quantidade de testes para cada material estudado em cada temperatura

Tipo de teste	Glicerina	Carbopol®	Laponita®
Curva de escoamento	25 °C: 24	5 °C: 24	25 °C: 24
	45 °C: 24	25 °C: 24	
Imposição de patamares de vazão	25 °C: 3	25 °C: 3	25 °C: 3
Reinício de escoamento (vazão)	25 °C: (6)	5 °C: (6)	25 °C: 6 (6)
	45 °C: (6)	25 °C: (6)	
Reinício de escoamento (pressão)	-	25 °C: 12	-

5 RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados os resultados para cada fluido, em ordem crescente de complexidade. Inicialmente, na seção 5.1, são mostrados os resultados das curvas de escoamento obtidas no aparato em comparação com as levantadas no reômetro, para cada material. Na seção seguinte (5.2) são mostrados os resultados obtidos no teste de imposição de patamares de vazão. Em seguida, são expostos e discutidos os resultados utilizando o procedimento de reinício de escoamento por imposição de vazão, na seção 5.3. Por fim, a seção 5.4 apresenta os resultados de reinício de escoamento por imposição de pressão.

5.1 Resultados – Curva de escoamento

Neste capítulo será utilizado o conceito de desvio percentual ($\sigma_x \%$) para analisar a repetibilidade dos experimentos. A equação utilizada é:

$$\sigma_x \% = \frac{\sigma_x}{\bar{x}} \quad (5.1)$$

em que σ_x é o desvio padrão calculado entre as repetições e \bar{x} a média aritmética. Para verificar quão próximos estão os dados do aparato experimental com relação aos dados do reômetro, será utilizada a diferença percentual absoluta ($\Delta\%$), conforme:

$$\Delta\% = \frac{|x_{reo} - x_{ex}|}{x_{reo}} \quad (5.2)$$

em que x_{reo} é o valor medido no reômetro e x_{ex} o valor medido na unidade experimental.

5.1.1 Resultados – glicerina: curva de escoamento

Conforme proposto no capítulo 4, a apresentação e análise de resultados se inicia com a curva de escoamentos do material. No caso da glicerina bidestilada, os resultados obtidos foram comparados aos do reômetro da marca HAAKE, modelo MARS III, com geometria cone-placa.

As curvas de escoamento a 25 e 45 °C, realizadas na unidade experimental e no reômetro são mostradas na Figura 5.1. Todos os ajustes foram realizados pelo método dos mínimos quadrados.

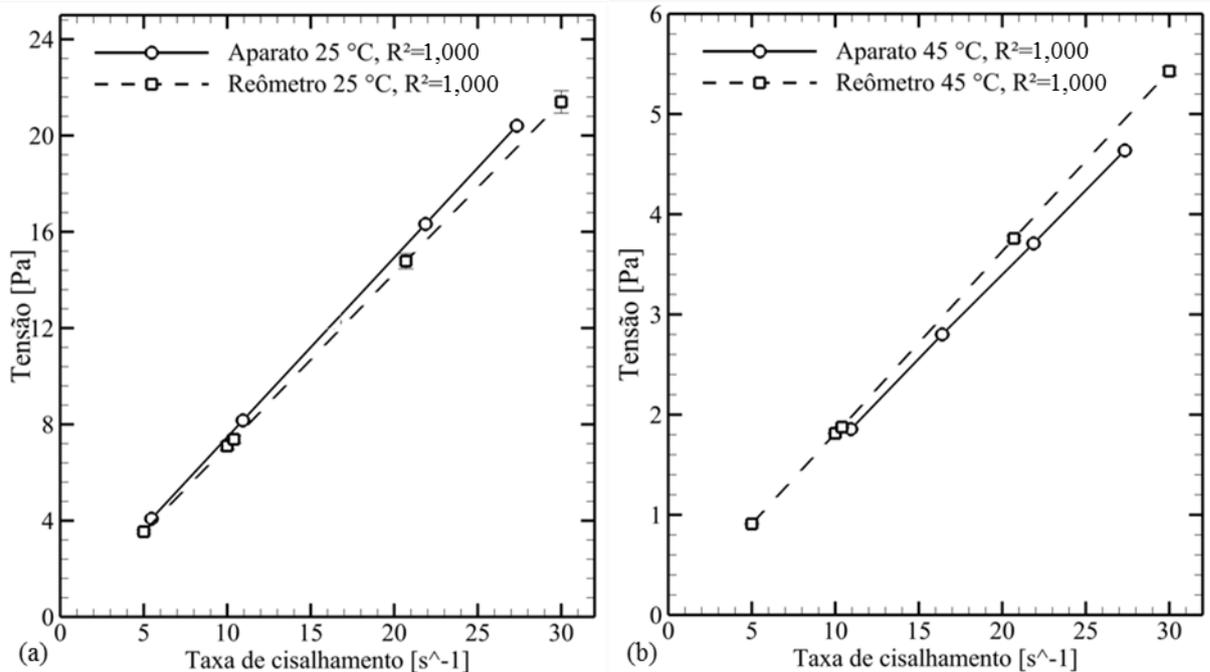


Figura 5.1 – Curvas de escoamento da glicerina a 25 °C (a) e 45 °C (b) medidas com o aparato experimental e reômetro.

A Figura 5.1 (a) mostra as curvas de escoamento a 25 °C. Neste caso, foram utilizados 4 pontos do aparato experimental, correspondentes às vazões de 32,2, 64,4, 128,8 e 161 ml/min. A vazão de 193,2 ml/min foi excluída pois as pressões geradas poderiam exceder o limite de pressão dos transdutores. Os pontos obtidos com vazões menores foram descartados por apresentarem diferenças de pressão muito baixas, o que gerava uma alta incerteza de medição. Estes quatro pontos utilizados, apresentaram um desvio médio de 0,05% entre as três repetições, com desvio máximo de 0,11% na vazão de 64,4 ml/min. Os desvios são tão baixos, que na escala utilizada, não é possível visualizar a barra de erros para os pontos obtidos com o aparato experimental. A reta ajustada para estes pontos apresentou coeficiente de determinação igual à unidade ($R^2 = 1,000$), o que confirma que o fluido é newtoniano, com viscosidade de aproximadamente 0,75 Pa.s.

Em comparação, foram utilizados 5 valores do reômetro, referentes às taxas de 5, 10, 10,4, 20,7 e 30 s⁻¹. Os valores obtidos no reômetro são ajustados perfeitamente por uma reta, que representa uma viscosidade de 0,71 Pa.s. Neste caso, o desvio percentual máximo ocorreu para a maior taxa de cisalhamento analisada (30 s⁻¹), com valor de 2,18%, na qual é possível se

verificar a barra de erro. Comparando os dois resultados de viscosidade, há uma diferença percentual de 5,6%.

Na Figura 5.1 (b) são mostradas as curvas de escoamento da glicerina a 45 °C. Assim como na Figura 5.1 (a), foram utilizados 4 pontos oriundos do aparato e 5 pontos do reômetro. Em ambos equipamentos, os pontos relativos às menores taxas apresentaram os maiores desvios, sendo de 0,36% no aparato e 0,88% no reômetro, evidenciando boa repetibilidade. Neste caso, as barras de erro também são muito menores que a escala das tensões.

As vazões utilizadas na confecção da curva de escoamento a 45 °C foram de 64,4, 128,8, 161 e 193,2 ml/min, as demais vazões foram excluídas, pois geraram incertezas de medição elevadas. Os dados medidos também se ajustaram perfeitamente a uma reta de tensão por taxa de cisalhamento, com viscosidade de 0,17 Pa.s nessa temperatura; uma ordem abaixo da viscosidade a 25 °C. Neste caso, a viscosidade obtida no reômetro foi de 0,18 Pa.s, que também resulta em uma diferença percentual de 5,6%.

Conforme apresentado na seção 3.4, a unidade experimental apresenta incertezas de medição de tensão de cisalhamento próximas de 5%. Sendo assim, ao se comparar as quatro curvas de escoamento, pode-se concluir que a unidade experimental está calibrada satisfatoriamente em relação ao reômetro, tanto para o controle de temperaturas quanto para as medições de pressão, visto que as diferenças percentuais entre os equipamentos estão na mesma ordem da incerteza do aparato.

5.1.2 Resultados – Carbopol®: curva de escoamento

Assim como para a glicerina, os testes reométricos para o Carbopol® foram realizados no reômetro HAAKE - MARS III, porém com a geometria de placas planas paralelas. Para obter os dados de tensão de cisalhamento por taxa de cisalhamento, o procedimento adotado foi a aplicação de rampa de taxas de cisalhamento decrescentes, de 100 a 0,02 s⁻¹, que foi utilizado pelo fato de o material responder rapidamente às tensões impostas, agilizando o teste. Os testes foram feitos utilizando duas geometrias diferentes: placas ranhuradas e placas jateadas. Os resultados com taxas de cisalhamento de até 1 s⁻¹ foram adquiridos com placas ranhuradas, que evitam o escorregamento da amostra com a geometria. Para as altas taxas foram realizados testes com placas jateadas, já que estas, evitam a formação de escoamentos secundários durante o cisalhamento. Os resultados com placas paralelas exigem a correção das tensões de

cisalhamento medidas, uma vez que a taxa de cisalhamento varia com o raio da placa (Macosko 1994).

$$\tau_{corr} = \tau_{reo} \left(3 + \frac{d \ln \tau_{reo}}{d \ln \dot{\gamma}_{reo}} \right) \quad (5.3)$$

em que τ_{corr} é a tensão corrigida, τ_{reo} é o valor de tensão fornecido pelo reômetro e $\dot{\gamma}_{reo}$ a taxa de cisalhamento medida no reômetro. Para os fluidos utilizados, $\ln \tau(\ln \dot{\gamma})$ foi ajustado como polinômio de segundo grau.

As curvas de escoamento obtidas para o Carbopol® são exibidas na Figura 5.2. Em (a), têm-se as curvas a 25 °C. Para o aparato experimental, o ponto de maior desvio percentual com relação à média dos valores foi utilizando a vazão de 0,064 ml/min, com 0,47%. No caso da reômetro, a taxa de 50 s⁻¹ teve um desvio percentual de 1,31%, denotando boa reprodutibilidade dos experimentos. Foram utilizados oito pontos do aparato experimental para as vazões de 0,064, 0,644, 6,44, 32,2, 64,4, 128,8, 161 e 193,2 ml/min. Estes valores foram ajustados pela equação de HB, através do método dos mínimos quadrados, e foram obtidos $\tau_0 = 23,4$ Pa, $m = 6,7$ Pa.sⁿ e $n = 0,44$, apresentando coeficiente de determinação igual a 0,997. Dos dados reométricos, nove pontos compuseram a curva de escoamento, ajustados por $\tau_0 = 24,8$ Pa, $m = 10,5$ Pa.sⁿ e $n = 0,38$. Pode-se notar que as curvas demonstram tendências similares, porém com diferença de tensão de cisalhamento praticamente constante nesse intervalo de taxas de cisalhamento, na qual a diferença percentual máxima entre os ajustes é de 16%, que é considerada alta, comparado aos dados obtidos para a glicerina.

Na Figura 5.2 (b) são mostradas as curvas de escoamento do Carbopol® a 5 °C, em que os pontos de menor repetibilidade são os mesmos do caso anterior, porém com desvio máximo (em relação à média do ponto) de 0,45% no aparato e 1,12% no reômetro, indicando também boa repetibilidade. Foram utilizados apenas sete valores para a curva do aparato, pois a vazão de 193,2 ml/min poderia exceder a pressão limite dos transdutores. Ambos ajustes apresentaram R² = 1. Para os dados do aparato, as constantes da equação de HB foram: $\tau_0 = 24,0$ Pa, $m = 8,2$ Pa.sⁿ e $n = 0,46$. As constantes para os dados do reômetro foram calculadas como sendo: $\tau_0 = 25,0$ Pa, $m = 12,4$ Pa.sⁿ e $n = 0,39$. É interessante notar que, para o reômetro, a temperatura teve pouca influência na TLE, e se manteve em aproximadamente 25 Pa, sendo m e n os parâmetros mais afetados pela temperatura.

Nota-se que as constantes obtidas pelo aparato e pelo reômetro a 5 °C, são da mesma ordem de grandeza. Porém o que se verifica na Figura 5.2 (b) é que os ajustes também expressam uma diferença de tensão de cisalhamento contínua ao longo da faixa de taxas de cisalhamento, com uma diferença percentual máxima de 15%, similar ao observado a 25 °C. Salienta-se ainda que nos dados obtidos pelo aparato, devido aos baixíssimos desvios, não foram plotadas as barras de erro.

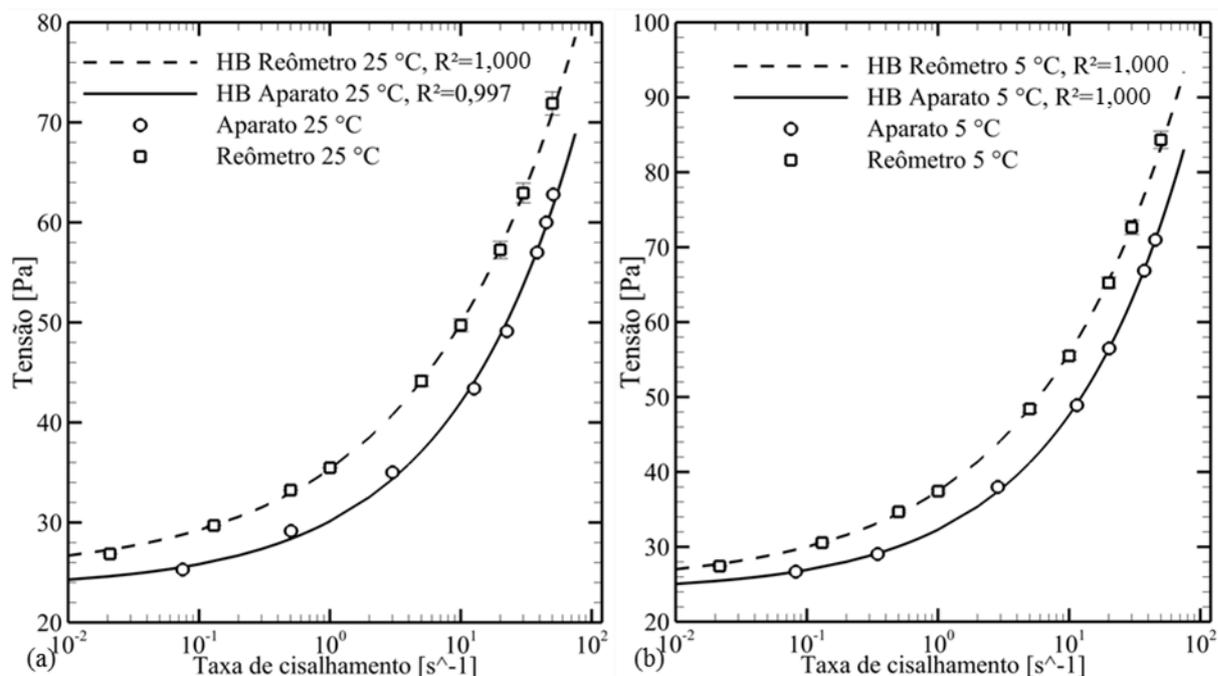


Figura 5.2 – Curvas de escoamento do Carbopol® a 25 °C (a) e 5 °C (b) medidas pelo aparato experimental e reômetro.

A revisão da literatura apontou o escorregamento entre o fluido e a superfície (geometria ou parede da tubulação) como um dos principais problemas no estudo do Carbopol®. Sabendo que a tubulação utilizada não possui nenhum recurso que previna o escorregamento, foi levantada a hipótese de escorregamento de fluido no interior da serpentina, não só a baixas como também a altas taxas de cisalhamento. Sendo assim, buscando correlacionar melhor os dados do aparato experimental com os do reômetro, foi utilizada uma correlação para corrigir os valores de taxa de cisalhamento. A correlação apresentada por Aktas et al. (2014), recalcula as taxas com base na vazão que efetivamente é cisalhada no interior do tubo, ou seja, a vazão total subtraída da parcela devido ao escorregamento:

$$Q_{cis} = Q - Q_{esc} = \left(\frac{\tau_w}{m}\right)^{\frac{1}{n}} \frac{\pi D^3}{8 \left(\frac{1}{n} + 1\right)} \left[\left(1 - \frac{\tau_0}{\tau_w}\right)^{\frac{1}{n} + 1} - \frac{2 \left(1 - \frac{\tau_0}{\tau_w}\right)^{\frac{1}{n} + 3}}{\left(\frac{1}{n} + 3\right)} - \frac{2 \left(1 - \frac{\tau_0}{\tau_w}\right)^{\frac{1}{n} + 2}}{\left(\frac{1}{n} + 2\right)} \frac{\tau_0}{\tau_w} \right] \quad (5.4)$$

em que Q é a vazão total imposta pela bomba, Q_{cis} , é a vazão cisalhada, Q_{esc} , a vazão devido a escorregamento, D , o diâmetro interno da tubulação e τ_w a tensão na parede da tubulação, calculada pela diferença de pressão. As constantes τ_0 , m e n são os valores ajustados para os dados do reômetro. Desta forma, as novas taxas de cisalhamento ($\dot{\gamma}_{corr-esc}$) são calculadas pela expressão:

$$\dot{\gamma}_{corr-esc} = \frac{32(Q - Q_{esc})}{\pi D^3} \left[3 + \frac{d \ln(Q - Q_{esc})}{d \ln \tau_w} \right] \quad (5.5)$$

As curvas de escoamento do aparato foram então corrigidas utilizando as taxas calculadas pela Equação (5.5), e são apresentadas nas Figura 5.3 (a) e (b). Após a correção, novos ajustes HB foram realizados e as seguintes constantes foram obtidas $\tau_0 = 25,1 \text{ Pa}$, $m = 9,4 \text{ Pa.s}^n$ e $n = 0,39$ a $25 \text{ }^\circ\text{C}$. No caso dos resultados a $5 \text{ }^\circ\text{C}$, as constantes obtidas foram $\tau_0 = 25,5 \text{ Pa}$, $m = 10,7 \text{ Pa.s}^n$ e $n = 0,41$. Com estes ajustes, os valores de tensão das correlações se aproximam ainda mais dos dados obtidos no reômetro, de tal forma que a diferença percentual máxima encontrada foi de 3,88% a $25 \text{ }^\circ\text{C}$ e de 1,76% a $5 \text{ }^\circ\text{C}$, reforçando ainda mais a hipótese de escorregamento nas paredes da tubulação.

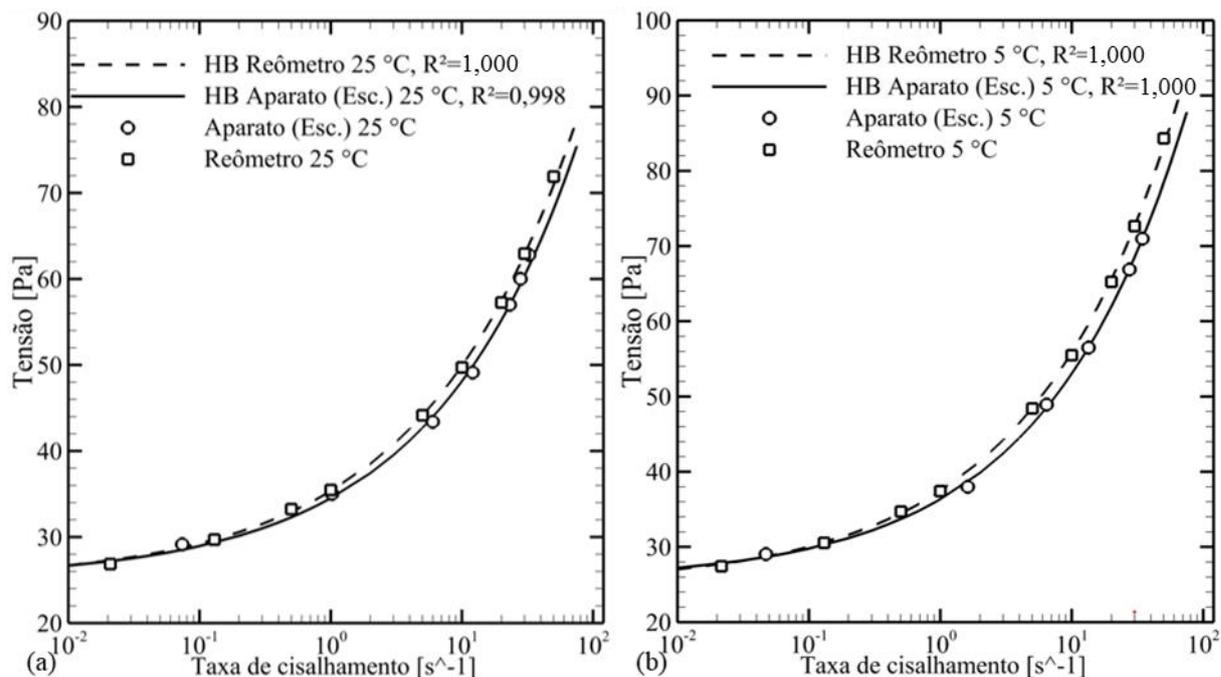


Figura 5.3 – Curvas de escoamento do Carbopol® a 25 °C (a) e 5 °C (b) medidas com o aparato experimental e reômetro, utilizando a correção de escorregamento nos dados do aparato.

Na Tabela 5.1, são resumidos os resultados obtidos nesta seção, apresentando as constantes ajustadas em cada situação, junto aos desvios percentuais máximos com relação aos dados reométricos.

Tabela 5.1 – Resumo das constantes obtidas nos ajustes das curvas de escoamento para Carbopol®

Método de medição	Temperaturas	τ_0 [Pa]	m [Pa.s ⁿ]	n [-]	$\Delta\%_{máx}$ [%]
Reômetro	25 °C	24,8	10,5	0,38	0
	5 °C	25,0	12,4	0,39	0
Aparato experimental	25 °C	23,4	6,7	0,44	15,95
	5 °C	24,0	8,2	0,46	14,94
Aparato experimental (corrigido)	25 °C	25,1	9,4	0,39	3,88
	5 °C	25,5	10,7	0,41	1,76

5.1.3 Resultados – Laponita®: curva de escoamento

Para comparação, a curva de escoamento da solução de Laponita® foi avaliada utilizando o reômetro Anton Paar, modelo MCR 702 TD. O controle de temperatura deste equipamento se dá por convecção forçada de ar, o que evaporaria a amostra. Sendo assim, optou-se por fazer o teste com o controle desligado, à temperatura ambiente, em uma média de 22,5 °C. Neste reômetro foi realizado apenas um teste de imposição de patamares de taxa de cisalhamento, devido à disponibilidade do equipamento e a longa duração deste teste. Este procedimento foi executado utilizando amostra retirada no mesmo dia dos experimentos feitos no aparato. Desta forma, a amostra testada em ambos dispositivos apresentava o mesmo grau de evolução. Pelo fato de não terem sido feitas repetições, esta análise reométrica pode ser considerada preliminar.

O procedimento utilizado para a avaliação da curva de escoamento foi a imposição de patamares crescentes de taxas de cisalhamento, com duração de 10 minutos cada. Foram utilizadas as taxas de 0,1, 0,5, 1, 5, 10, 30 e 50 s⁻¹, sendo que no aparato experimental foram utilizadas as vazões padrão determinadas na seção 4.2.2, a 25 °C. A geometria utilizada nesse caso foi a de placas paralelas jateadas. Durante o procedimento no reômetro, a câmara de visualização permaneceu fechada, para evitar ainda mais a evaporação da amostra, que se descaracteriza com facilidade quando exposta por longos períodos de tempo no ar. A Figura 5.4 mostra as curvas obtidas no reômetro e no aparato experimental.

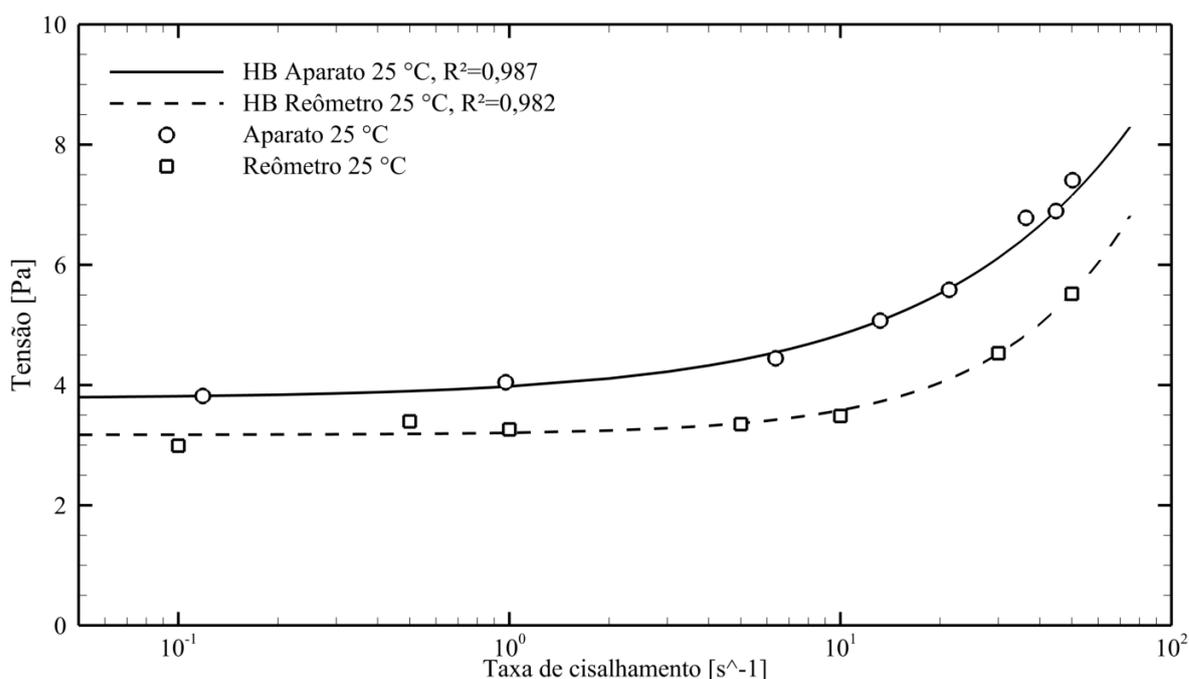


Figura 5.4 – Curvas de escoamento da Laponita® a 25 °C medidas com o aparato experimental e pelo reômetro.

Percebe-se que os valores, tanto no aparato quanto no reômetro, são bem menores que os obtidos para as mesmas vazões com o Carbopol®. Na curva avaliada com o aparato experimental, os desvios foram baixos, não sendo possível visualizar a barra de erros na escala apresentada. O valor de maior desvio percentual (com relação ao valor médio do ponto) foi de 1,52%, que ocorreu para a vazão de 0,064 ml/min. Como foi realizado apenas um teste reométrico, para a Laponita® não foi realizada a mesma análise estatística. Verifica-se que ambas curvas são ajustadas pela equação de HB, com coeficientes de determinação razoáveis, próximos de 0,990. De forma geral, nota-se que os valores obtidos no aparato são bem maiores que os obtidos no reômetro, chegando a uma diferença percentual máxima de 36,76%. Isso pode ocorrer devido ao fato do fluido talvez não escoar por tempo suficiente na serpentina para atingir o regime permanente. Em comparação, no reômetro a quantidade de amostra é muito menor (~ 1 ml) do que a que escoar na tubulação da unidade experimental, sendo cisalhada após várias e várias rotações da geometria, atingindo o equilíbrio mais facilmente. Outra hipótese que justificaria a discrepância entre os resultados é o fenômeno de *shear banding*, verificado em soluções de Laponita® por diversos autores (Ianni et al. 2008; Divoux et al. 2010; Martin e Thomas Hu 2012).

A Tabela 5.2 traz, resumidamente, as constantes obtidas para as duas curvas mostradas na Figura 5.4, com o valor de desvio máximo em relação à curva do reômetro. Nota-se que as constantes obtidas são bastante diferentes entre si, especialmente para a constante m obtida na curva do reômetro, que apresentou um valor de 0,03. Além disso, o índice de lei de potência n apresentou valor maior que 1, fazendo com que o material portanto, representasse um fluido dilatante, o que não foi observado no aparato experimental.

Tabela 5.2 – Resumo das constantes obtidas nos ajustes das curvas de escoamento para Laponita®

Método de medição	Temperaturas	τ_0 [Pa]	m [Pa.s ⁿ]	n [-]	$\Delta\%_{\text{máx}}$ [%]
Reômetro	22,5 °C	3,2	0,03	1,08	0
Aparato experimental	25 °C	3,8	0,20	0,72	36,76

5.2 Resultados – Imposição de patamares de vazão: subida e descida

5.2.1 Resultados – glicerina: imposição de patamares de vazão

Neste teste, as válvulas V6 e V7 permanecem abertas, com a linha de retorno permanentemente fechada (V5). As pressões obtidas por imposição da vazão são retratadas na Figura 5.5. Nota-se que o fluido é submetido a patamares de 75 s de vazão, na seguinte ordem: 32,2 – 64,4 – 96,6 – 64,4 – 32,2 ml/min. Ao final do último patamar, com vazão de 32,2 ml/min, a vazão é configurada como 0 ml/min, permanecendo neste valor até 600 s. Por se tratar de fluido newtoniano, as pressões envolvidas são diretamente proporcionais à vazão, como pode-se observar ao acompanhar P1 e as medidas do medidor de vazão Coriolis (MVC, em cinza) com o tempo. Verifica-se ainda, exceto em 0 ml/min, que as mudanças de um patamar para outro (pressão e vazão) ocorrem quase que imediatamente. Este teste revela ainda, mesmo que indiretamente, a completa transmissão de pressão na glicerina. Isto é evidenciado após a imposição de vazão nula ao final do teste, fazendo com que as medidas de todos os transdutores tendam juntas para 0 bar.

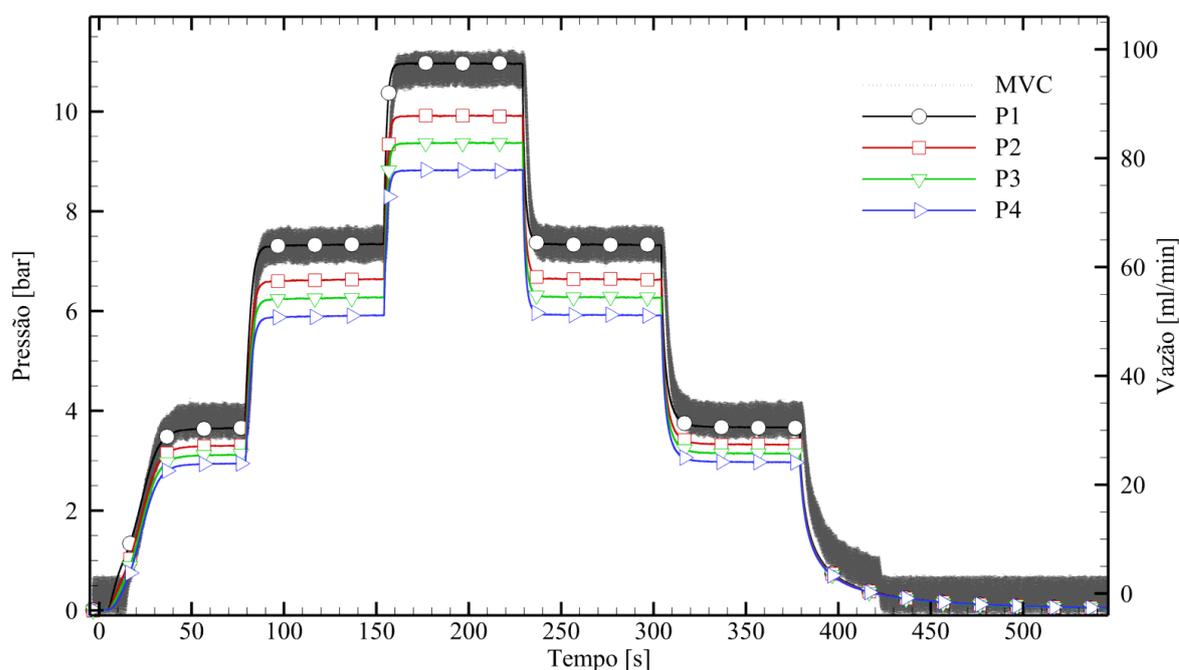


Figura 5.5 – Imposição de patamares de vazão conforme 32,2 – 64,4 – 96,6 – 64,4 – 32,2 – 0 ml/min, para glicerina a 25 °C.

5.2.2 Resultados – Carbopol®: imposição de patamares de vazão

Este procedimento é realizado da mesma forma que para a glicerina, na qual foram impostos os seguintes patamares de vazão: 32,2 – 64,4 – 96,6 – 64,4 – 32,2 ml/min, porém com duração de 60 s cada. No último patamar, a vazão é nula. O teste se encerra quando o tempo total atinge 600 s. A Figura 5.6 mostra que, assim como para glicerina, as mudanças de pressão entre um patamar e outro acontecem quase instantaneamente, com os valores se mantendo em equilíbrio durante a aplicação do patamar. É possível verificar também a dependência da viscosidade do material com a taxa de cisalhamento aplicada, uma vez que o aumento ou a diminuição das vazões não é acompanhado diretamente pela pressão. Por exemplo, na mudança do primeiro para o segundo patamar, a vazão é aumentada de 32,2 até 64,4 ml/min, porém a diferença de pressão cresce apenas de 7,44 para 8,43 bar. Para os fluidos newtonianos, a pressão, assim como a vazão, teria dobrado.

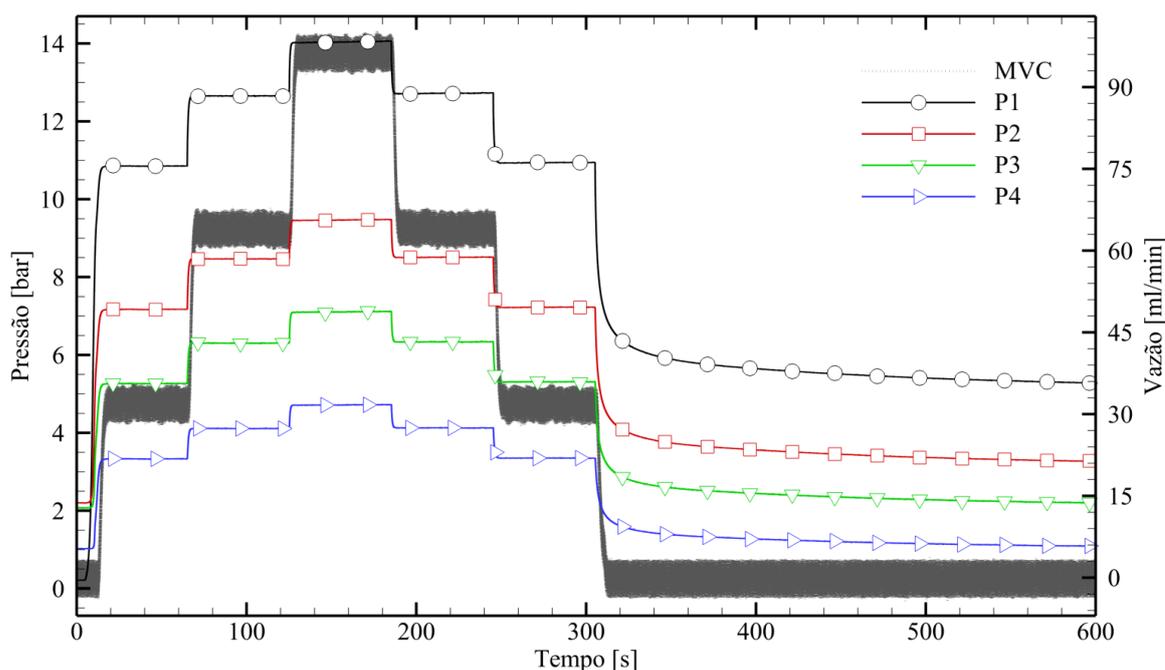


Figura 5.6 – Imposição de patamares de vazão conforme 32,2 – 64,4 – 96,6 – 64,4 – 32,2 – 0 ml/min, para Carbopol® a 25 °C.

A etapa final do experimento revela outro detalhe interessante. Na última mudança de patamar, ao se impor vazão nula, o gel se reestrutura e o medidor de vazão responde quase que imediatamente, indicando uma média de 0 ml/min. As pressões, porém, demoram para se estabilizar e tendem lentamente para uma distribuição não nula, que evidencia de que o material não transmite completamente pressão. Neste caso, as pressões verificadas ao final do teste

apresentaram uma tensão residual de 23,3 Pa, valor próximo do ajustado pela curva de escoamento do Carbopol® realizada na unidade experimental que foi de 23,4 Pa.

5.2.3 Resultados – Laponita®: imposição de patamares de vazão

A solução de Laponita® foi submetida a exatamente o mesmo teste que o Carbopol®, com os resultados apresentados na Figura 5.7. Nota-se que no início do teste, após o acionamento das bombas (aos 5 s), há um pico de pressão em P1, que alcança mais de 2,0 bar, que é acompanhado pelos demais transdutores. Após o pico, as pressões tendem ao valor de equilíbrio, evidenciando a dependência da viscosidade com o tempo. Ao dobrar a vazão para 64,4 ml/min, verifica-se outro pico nos transdutores, inferiores aos iniciais, pois a amostra já teve seu histórico de cisalhamento modificado. A mesma tendência é observada ao aumentar a vazão de 64,4 para 96,6 ml/min. A redução da vazão, no patamar seguinte, é acompanhada de um pico negativo, seguido do aumento gradual da pressão até o valor de equilíbrio. Conforme observado no Carbopol®, as pressões de equilíbrio não são diretamente proporcionais à vazão imposta, indicando também a dependência da viscosidade com a taxa de cisalhamento.

No patamar de vazão nula, nota-se que a vazão é reduzida imediatamente a zero. Conforme o material repousa, uma distribuição de pressão não nula vai se configurando, até que, aos 600 s, P1, P2, P3 e P4 sejam em média 0,41, 0,23, 0,16 e 0,11 bar, respectivamente. Essa distribuição final de pressão resulta em uma tensão de cisalhamento residual de 1,7 Pa, que é quase metade do valor ajustado pela curva de escoamento no aparato experimental. Essa diferença pode ser explicada pelo fato de o material ter sido cisalhado momentos antes, o que teria causado uma desestruturação parcial, aumentando a transmissão de pressão ao longo da tubulação, quando comparada aos 3,8 Pa obtidos na curva de escoamento.

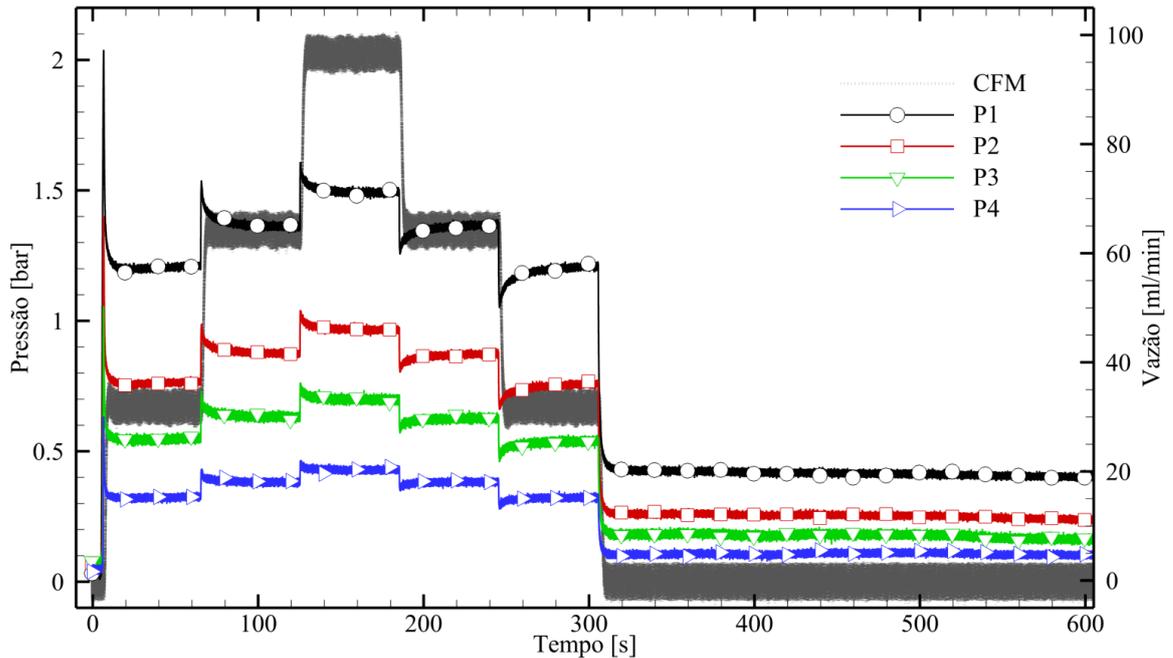


Figura 5.7 – Imposição de patamares de vazão conforme 32,2 – 64,4 – 96,6 – 64,4 – 32,2 – 0 ml/min, para Laponita® a 25 °C.

5.3 Resultados – Reinício de escoamento por imposição de vazão

Nesta seção são mostrados alguns dos resultados de reinício de escoamento por imposição de vazão. Relembrando, o procedimento consiste em impor a vazão desejada e forçar o material a escoar pela tubulação helicoidal, com a linha de retorno fechada. Durante o teste, são monitoradas pressão e vazão em função do tempo. Inicialmente serão apresentados os resultados para glicerina, seguindo para Carbopol® e Laponita®.

5.3.1 Resultados – glicerina: reinício de escoamento por imposição de vazão

Os resultados iniciais da glicerina para a vazão de 64,4 ml/min, a 25 e 45 °C, são mostrados nas Figura 5.8 (a) e (b). A princípio, antes do acionamento da bomba, a pressão em toda tubulação é 0 bar. A vazão inicial também nula é indicada pela sigla MVC nas legendas. No quadro interno da Figura 5.8 (a) pode-se notar que após a bomba ser ligada (aos 5 s), todas as pressões começam a subir imediatamente, porém com taxas diferentes, atingindo o valor de equilíbrio aos 31 s. A pressão de equilíbrio em PT1 é de 7,18 bar, seguida por 6,47 em PT2,

6,11 em PT3 e 5,75 em PT4, tornando as diferenças de pressões entre cada transdutor proporcionais à distância entre eles, como é de se esperar para o regime permanente.

É interessante notar que, a evolução de P1 durante o início da fase transiente do experimento se dá em três etapas. No quadro interno da Figura 5.8 (a), nota-se um aumento inicial de pressão até os 10 s, seguido de uma desaceleração até os 12 s, culminando em uma nova subida até os 15 s. Acredita-se que essas variações sejam causadas pelo medidor de vazão, que introduz uma contração ao final tubulação, e é responsável pela maior parte da perda de carga do escoamento, visto que P4 é de 5,75 bar e $\Delta P_{1-4} = 1,43$ bar. A presença do medidor de vazão explicaria também o fato de, após este começar a medir vazões não nulas, ou seja, após o fluido começar a ser comprimido na contração, PT4 ser o primeiro a registrar um aumento estável de pressão, seguido por PT3, PT2 e por último PT1. Isso ocorre pois PT1, PT2 e PT3 estão mais distantes do medidor de vazão e, portanto, levam mais tempo para reconhecer a alta perda de carga instaurada no final do circuito hidráulico. O medidor de vazão, no entanto, traz informações interessantes sobre o escoamento, ao permitir o acompanhamento da vazão com o tempo. Neste caso, o medidor revela que a vazão segue um perfil semelhante ao das pressões, iniciando valor não nulos aos 11 s e se estabilizando no valor de regime permanente aproximadamente ao mesmo tempo que as medições dos transdutores.

Na Figura 5.8 (b) são apresentadas as curvas de reinício a 64,4 ml/min porém a 45 °C. Neste caso, as pressões alcançadas são bem menores: 1,66 bar para P1, 1,50 bar para P2, 1,41 bar para P3 e 1,33 bar para P4. Ainda, o tempo decorrido para atingir o regime permanente foi de 28 s, mais rápido que a 25 °C, que demorou 31 s. Isto é esperado, visto que o material a 45 °C é menos viscoso e portanto, menos dissipativo. O quadro interno da Figura 5.8 (b) realça a evolução das pressões nos instantes iniciais do teste, na qual pode-se observar que o efeito causado pelo medidor de vazão no caso anterior é muito menos intenso a 45 °C, pois o perfil de pressões é mais linear e estável durante estes segundos. Pode-se notar ainda que o medidor tipo Coriolis começa a ler valores não nulos de vazão aproximadamente aos 8 s, indicando ainda mais contraste com o teste a 25 °C (aos 11 s). O fato de as medições de vazão estarem atrasadas com relação ao acionamento da bomba pode indicar compressibilidade no material.

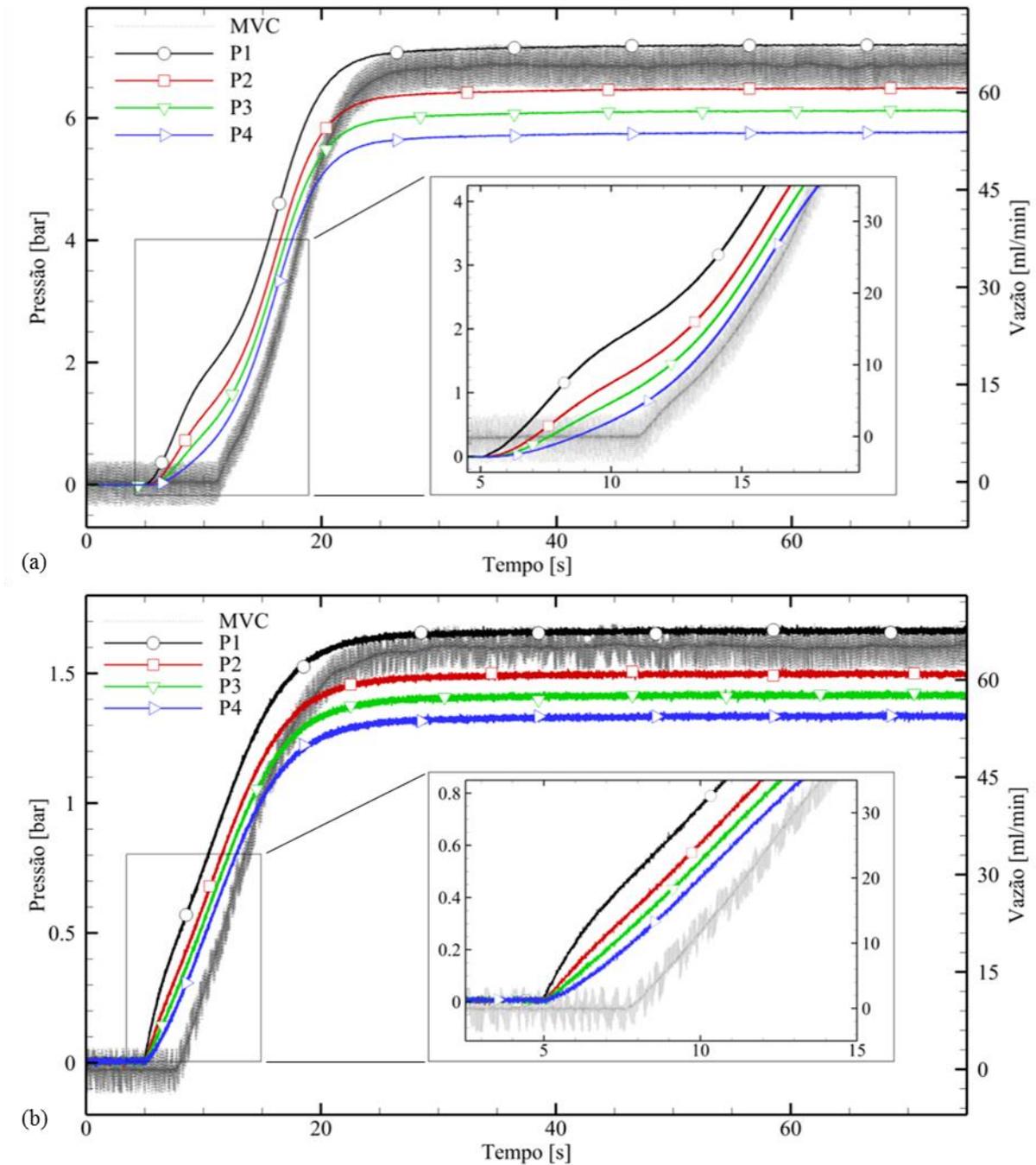


Figura 5.8 – Reinício de escoamento da glicerina por imposição de vazão de 64,4 ml/min, para as temperaturas de 25 °C (a) e 45 °C (b).

As Figura 5.9 (a) e (b) mostram a evolução das pressões ao longo da tubulação com o tempo. Observa-se que na Figura 5.9 (a) o tempo de medição de vazões não nulas coincide com a presença de um gradiente de pressão constante ao longo da tubulação, aos 11 s. Este resultado é esperado, pois a presença do gradiente uniforme indica que os efeitos de inércia do escoamento já não são relevantes e portanto, a vazão passa a ser medida ao final da tubulação. Na Figura 5.9 (b), verifica-se que a pressão em função do comprimento não forma exatamente

uma reta aos 8,75 s, tempo próximo no qual o medidor de vazão já afere vazões não nulas. Ainda assim, sabendo que a incerteza de medição da pressão é de 0,03 bar, pode-se considerar que o gradiente de pressão estabelecido é uniforme, e portanto, os efeitos de inércia são também desprezíveis após este tempo de teste.

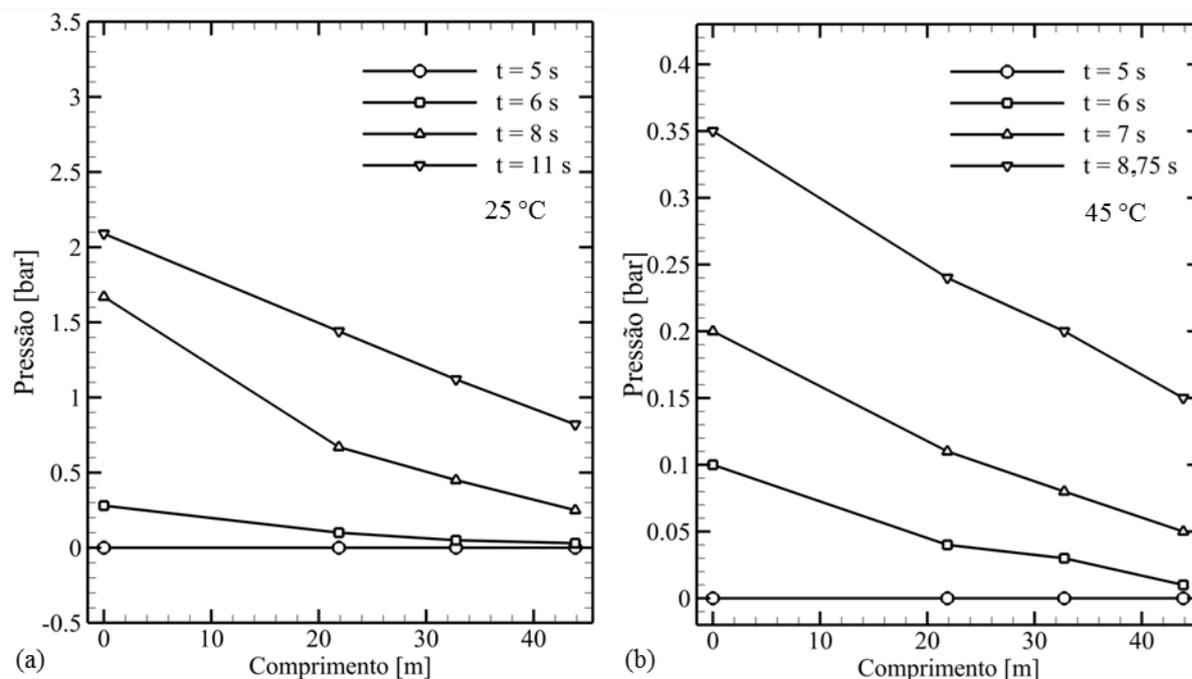


Figura 5.9 – Pressão em função do comprimento, para os testes de reinício de escoamento de glicerina com vazão de 64,4 ml/min, nas temperaturas de 25 °C (a) e 45 °C (b).

Nas Figura 5.10 (a) e (b) são apresentados os resultados para a vazão de 6,44 ml/min. Observa-se que a resposta das pressões é qualitativamente coerente com o esperado, visto que para vazões menores, ou seja, para inércias menores, demora-se mais para reiniciar e estabilizar o escoamento em regime permanente, devido à predominância dos efeitos dissipativos. Além disso, as pressões seguem um padrão de evolução semelhante ao verificado na Figura 5.8 (b), aumentando gradualmente até o valor de equilíbrio, que é atingido em cerca de 170 s a 25 °C e em 150 s a 45 °C. Nota-se ainda a diferença entre os tempos decorridos até a medição de vazões médias não nulas, sendo aproximadamente 55 s a 25 °C e cerca de 35 s a 45 °C, o que é esperável devido à diferença de viscosidades entre os fluidos. Não necessariamente estes tempos representam o exato momento em que o MV começa a ler vazões não nulas, pois a incerteza do equipamento é de $\pm 1,62$ ml/min. Sendo assim, vazões próximas desta incerteza não são considerados confiáveis.

Qualitativamente, pode-se perceber que as pressões máximas atingidas em cada caso são proporcionais às pressões avaliadas na Figura 5.8, aproximadamente 10 vezes menores, ou seja,

proporcionais à diminuição de 10 vezes da vazão, evidenciando a proporcionalidade típica de um fluido newtoniano. Neste caso, as pressões são tão baixas que se torna inviável uma análise do gradiente de pressão em função do comprimento, conforme feito na Figura 5.9.

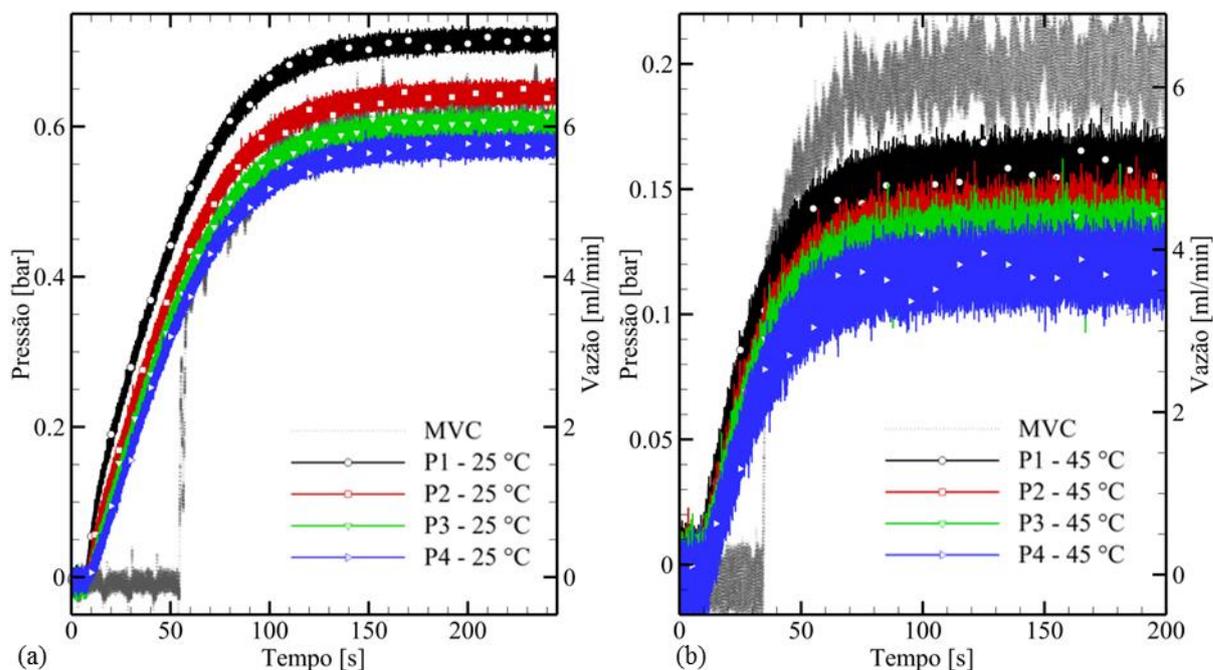


Figura 5.10 – Reinício de escoamento da glicerina por imposição de vazão de 6,44 ml/min, para as temperaturas de 25 °C (a) e 45 °C (b).

5.3.2 Resultados – Carbopol®: reinício de escoamento por imposição de vazão

A presente seção mostra os resultados obtidos para os testes de imposição de vazão utilizando gel clínico. Neste teste, o fluido é simplesmente forçado a escoar pela serpentina, com a linha de linha de retorno fechada (V5 fechada). O reinício de escoamento para a vazão de 64,4 ml/min é apresentado na Figura 5.11, nas temperaturas de 25 e 5 °C. Os resultados para 6,44 ml/min de vazão são mostrados na sequência, na Figura 5.12.

A Figura 5.11 (a) mostra a evolução temporal das pressões no gel a 25 °C. Nos segundos iniciais o perfil de pressões é não nulo e não homogêneo, verifica-se que as leituras são: 0,45 bar em PT1, 2,32 bar em PT2, 2,21 bar em PT3 e 1,15 bar em PT4. O perfil de pressões não linear é devido à não transmissão de pressão no material. Sabendo que durante o pré-teste as válvulas das bombas são abertas (V1, V2, V3 e V4), o circuito hidráulico é comunicado com o reservatório de fluido, que está à pressão ambiente. Como PT1 é o transdutor mais próximo do reservatório, o seu valor é o menor. Já PT2 e PT3 estão praticamente à mesma distância do

reservatório, com PT2 mais próximo do início e PT3 mais próximo do final da tubulação, e portanto, seus valores são semelhantes no início do teste. O transdutor PT4 está localizado a cerca de 10 m do reservatório e por isso indica uma pressão residual superior à P1.

Aos 5 s de teste, a bomba é acionada, fazendo com que P1 cresça rapidamente até seu valor máximo de 12,34 bar. Os demais transdutores não acompanham imediatamente esse aumento de pressão. Neste caso, P2 começa a aumentar no tempo de 5,40 s, P3 no tempo de 5,85 s e P4 aos 6,35 s. Este comportamento observado, no qual é verificado um atraso dos demais transdutores com relação à PT1, não é observado no reinício de escoamento da glicerina, em que todas as pressões aumentam quase que instantaneamente após o acionamento da bomba. Durante a etapa transiente do teste, pode-se ainda notar uma mudança na inclinação da pressão com o tempo. Esta variação na taxa de aumento da pressão é observada primeiro em PT4, depois em PT3, PT3 e finalmente em PT1. Suspeita-se que essa alteração no perfil de pressões ocorra conforme o material é comprimido pelo medidor de vazão, visto que as medições em todos transdutores tendem ao valor de equilíbrio imediatamente após vazões não nulas começarem a ser medidas, aos 8 s. É importante notar que vazões não nulas só são observadas apenas após o fluido estar quase completamente pressurizado.

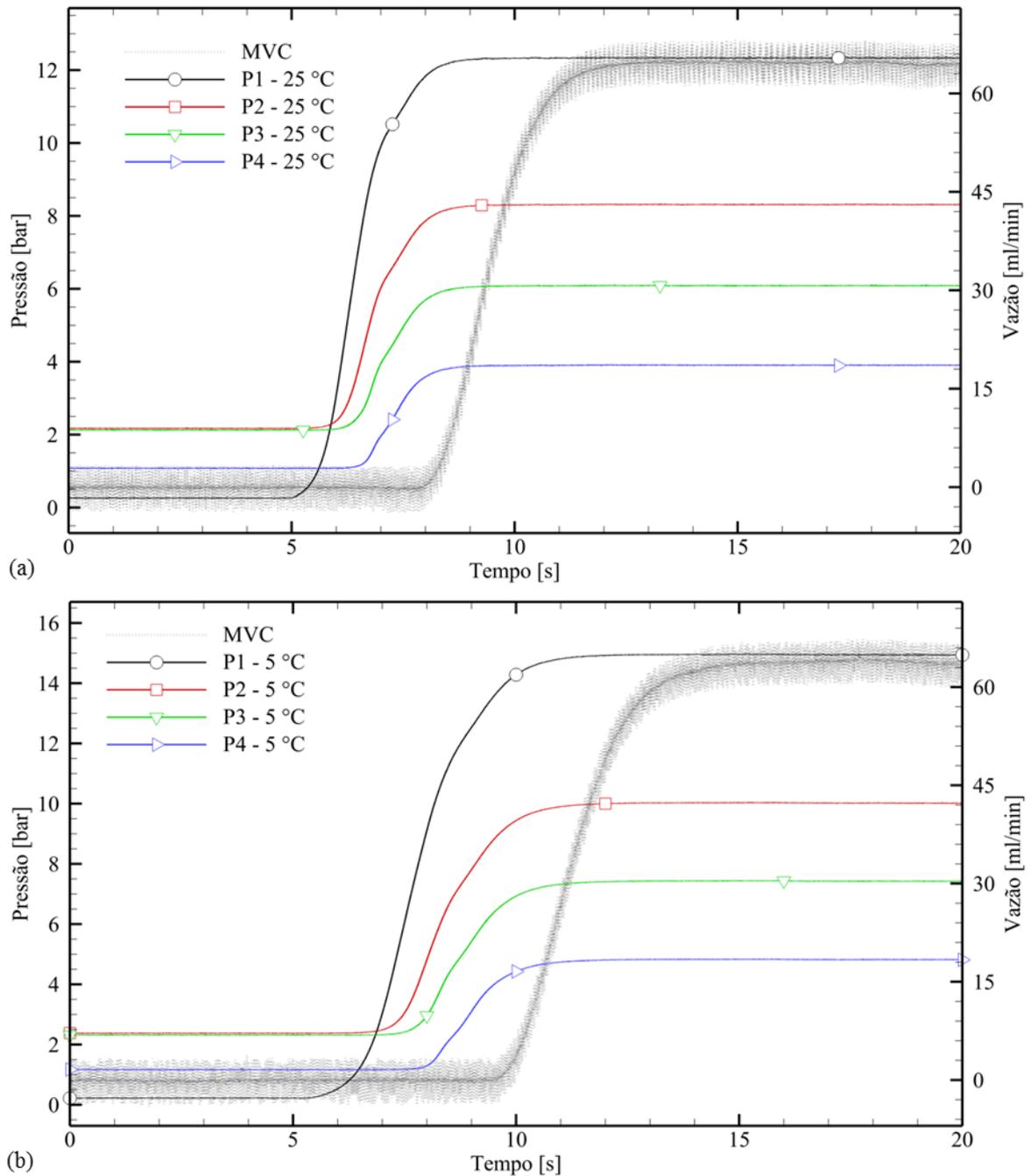


Figura 5.11 – Reinício de escoamento de Carbopol® por imposição de vazão de 64,4 ml/min, para as temperaturas de 25 °C (a) e 5 °C (b).

Na Figura 5.11 (a), o regime permanente da vazão é observado aos 13 s, aproximadamente 4 s após a estabilização das pressões. Nos testes com glicerina as pressões e a vazão se estabilizaram quase ao mesmo tempo. Outra comparação interessante que pode se fazer com os testes da glicerina é com relação à magnitude da perda de carga causada pelo medidor de vazão. Na glicerina, o equipamento era responsável por mais de 75% da perda de carga total observada no escoamento. No caso do Carbopol® o valor de P4 não é tão alto quando

comparado à pressão atmosférica, como para a glicerina. Isso ocorre pois o gel clínico apresenta pseudoplasticidade, ou seja, a sua viscosidade diminui quando o material escoar pela contração do medidor de vazão, que atua aumentando pontualmente a taxa de cisalhamento.

O comportamento do Carbopol® a 5 °C é mostrado na Figura 5.11 (b), sendo qualitativamente muito semelhante ao observado a 25 °C. As diferenças principais estão nas magnitudes de pressão e de tempo para que o escoamento atinja regime permanente, que são maiores que os valores medidos à 25 °C, como é de se esperar para um fluido mais dissipativo. Outra diferença está no perfil de aumento da vazão com o tempo, que é curiosamente paralela ao de P1.

De forma análoga aos testes com 64,4 ml/min, os resultados para vazão de 6,44 ml/min do Carbopol® a 5 °C foram qualitativamente idênticos aos realizados a 25 °C e portanto serão omitido da presente seção. Sendo assim, em seguida são mostradas na Figura 5.12 as curvas de pressão e vazão com o tempo, quando se impõe 6,44 ml/min a 25 °C.

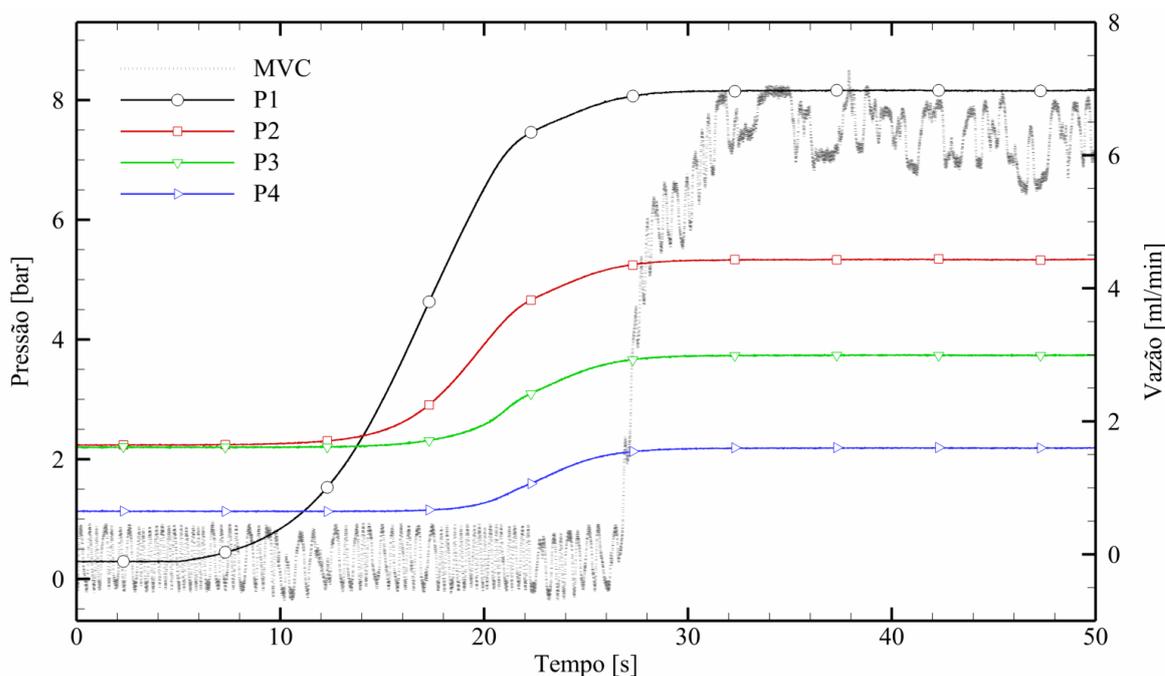


Figura 5.12 – Reinício de escoamento de Carbopol® por imposição de vazão de 6,44 ml/min, para a temperatura de 25 °C.

Como pode-se observar na Figura 5.12, os resultados de reinício de escoamento a 6,44 ml/min se assemelham ao que foi observado a 64,4 ml/min. Ao se comparar estes resultados com os da glicerina verifica-se que a magnitude das pressões medidas são bem mais significativas do que para a glicerina, cujos valores eram todos inferiores à 1,00 bar. Neste caso, por se tratar de um material viscoplástico, as pressões são comparativamente altas aos dos casos

com vazões 10 vezes maiores. Assim como para a glicerina a 6,44 ml/min, os dados da vazão foram tratados, conforme a taxa de aquisição do MV.

Note que, apesar do salto abrupto na vazão (aos 26 s), a vazão a partir dos 28 s tem uma evolução similar com a da pressão, o que foi observado nos casos das vazões mais altas. Além disso, constata-se novamente atrasos no aumento de P2, P3 e P4 em relação à P1, após a imposição de vazão. Assim como no caso anterior, as vazões atingem o equilíbrio com atraso em relação às pressões, e só se inicia após as pressões estarem próximas do regime permanente. Por se tratar de um escoamento com menor inércia, os efeitos dissipativos predominam no escoamento e a evolução das pressões é mais lenta, sendo possível notar mais facilmente que a pressurização dos transdutores ocorre em duas etapas, como pode ser visto na Figura 5.12. Após a bomba ser ligada, a magnitude de P1 aumenta suavemente, até cerca de 13 s, quando o fluido é pressurizado mais rapidamente até atingir o valor de equilíbrio. Essa taxa de pressurização inicial, mais suave, também pode ser observada nos testes a 64,4 ml/min, porém em um intervalo de tempo bem menor.

Uma possível causa desse efeito observado é a presença de efeitos elásticos no material, que explicariam também o fato de P2 aumentar muito suavemente até os 11 s, antes mesmo de P1 ultrapassá-lo. Outra hipótese é a presença de bolhas no material, que atuam aumentando a dissipação da onda inicial de pressão no fluido.

Nas Figura 5.13 (a) e (b) são apresentadas a pressão em função do comprimento da tubulação, em que cada curva indica o tempo do teste, no qual as pressões foram lidas. Neste caso serão avaliadas as pressões para os testes a 25 °C. O quadro (a) mostra os resultados para a vazão de 64,4 ml/min e o quadro (b) para a vazão de 6,44 ml/min. Comparando os dois casos, nota-se que para a vazão de 64,4 ml/min, o gradiente de pressão linear e uniforme é alcançado bem antes do que para a vazão de 6,44 ml/min, aos 7 s e 21 s, respectivamente. Esse fato é esperado considerando a vazão mais elevada. Ainda assim, conforme foi analisado anteriormente, o medidor de vazão só passa a indicar vazões médias não nulas aos 8 s para 64,4 ml/min e aos 26 s para 6,44 ml/min. Esse atraso pode ser explicado pelo fato de PT4 estar ainda a 10 m de distância do medidor de vazão, e portanto, não se sabe ao certo a magnitude da pressão no ponto imediatamente anterior ao equipamento. Sendo assim, esse atraso talvez represente o intervalo de tempo necessário para gerar um gradiente de pressão uniforme nos 10 m adicionais de tubulação após PT4.

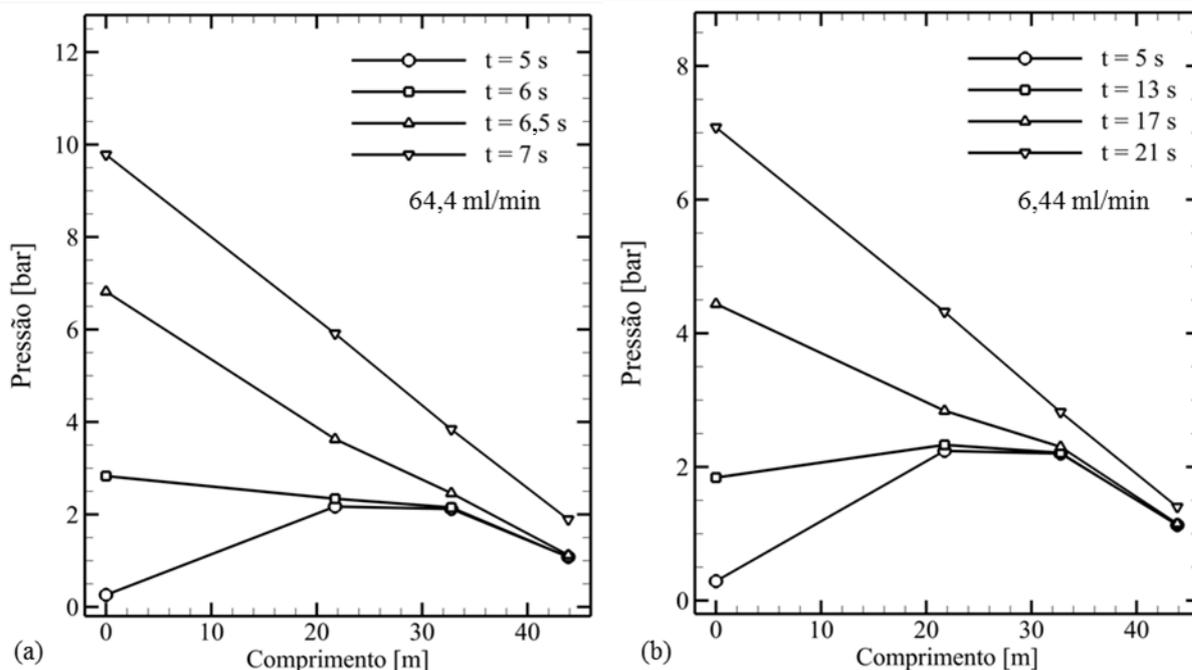


Figura 5.13 – Pressão em função do comprimento, para os testes de reinício de escoamento com solução de Carbopol® a 25 °C, com vazões de 64,4 ml/min (a) e 6,44 ml/min (b).

5.3.3 Resultados – Laponita®: reinício de escoamento por imposição de vazão

Nesta seção são analisados os resultados obtidos para os testes de reinício de escoamento por imposição de vazão com a solução de Laponita®. Na Figura 5.14 (a) é apresentada a curva de pressão em função do tempo, para vazão de 6,44 ml/min a 25 °C. Assim como para glicerina e Carbopol® nesta vazão, os dados de vazão foram filtrados conforme a taxa de aquisição do medidor de vazão.

Nos instantes iniciais há uma distribuição de pressões uniforme e não nula na tubulação. Conforme feito nos demais testes de reinício, a bomba é acionada aos 5 s, mas neste caso, são observados picos de pressão em todos os transdutores, o que não acontecia nos demais fluidos. Nota-se também que os picos de pressão são seguidos por um pico na vazão, até que os valores de pressão e vazão decaiam, conforme a estrutura do material atinge um novo grau de equilíbrio. Curiosamente, após os 16 s, as pressões voltam a aumentar lentamente, indicando certa reestruturação no material. Este aumento nas pressões é mínimo (cerca de 0,02 bar), e dura até os 40 s, quando o escoamento finalmente atinge regime permanente. Nesta condição, as pressões são P1 a 1,06 bar, P2 a 0,67 bar, P3 a 0,48 bar e P4 a 0,28 bar, valores muito inferiores aos verificados no Carbopol® para as mesmas condições.

A Figura 5.14 (b) mostra em detalhes os picos de pressão e vazão comentados anteriormente. É interessante observar que, apesar de os picos acontecerem praticamente no mesmo instante (11 s), o aumento de P4 é atrasado 3,5 s com relação ao aumento de P1. Este atraso entre P4 e P1 também foi verificado para o Carbopol®. Assim como no Carbopol®, as pressões P2 e P3 sobem ligeiramente após P1, o que também pode indicar a presença de efeitos elásticos no material.

Ainda na Figura 5.14 (b), verifica-se que vazões não nulas medidor de vazão ocorrem 0,5 s após os picos de pressão. Este pequeno atraso é esperado, uma vez que os picos de pressão indicam a queda abrupta da viscosidade do material, que promove o efeito avalanche, evidenciado pela aceleração do fluido através do medidor de vazão.

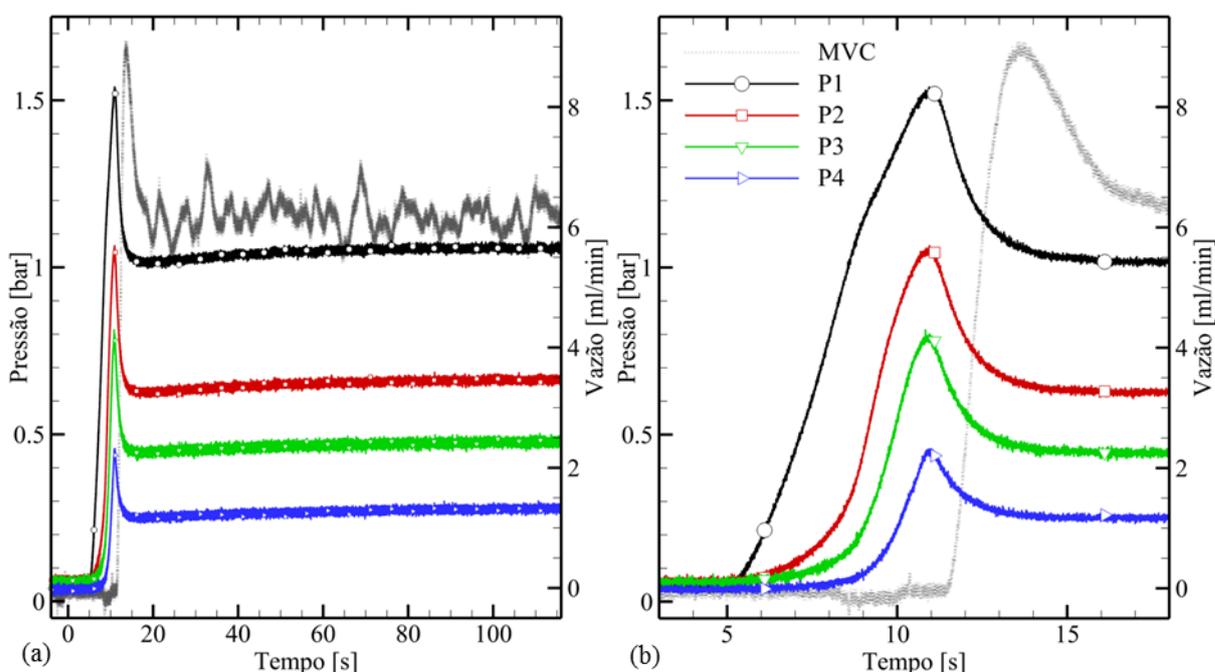


Figura 5.14 – Reinício de escoamento de Laponita® por imposição de vazão de 6,44 ml/min, mostrando a evolução das pressões durante todo o teste (a) e nos segundos iniciais (b), a 25 °C.

Na Figura 5.15 é mostrado o resultado do reinício de escoamento para uma vazão de 64,4 ml/min. Após o acionamento das bombas, verifica-se que a pressão máxima em P1 supera 2,50 bar, maior que o observado no caso anterior. Aos 15 s de teste, as pressões já atingem o valor de regime permanente, com P1 a 1,37 bar, P2 a 0,88 bar, P3 a 0,64 bar e P4 a 0,38 bar. Estas pressões representam um aumento de apenas 28% na tensão de cisalhamento quando comparadas à vazão anterior, que é 10 vezes menor.

No detalhe apresentado na Figura 5.15 (b), pode-se notar que o aumento de P4 é atrasado cerca de 0,5 s com relação a P1, tempo bem menor que o observado anteriormente. Neste caso,

os picos exibidos pelo material também acontecem antes quando comparado aos da vazão de 6,44 ml/min, apenas 0,9 s após ligadas as bombas. Porém, é interessante observar que, conforme para a vazão de 6,44 ml/min, as vazões começam a ser medidas 0,5 s após o tempo em que são identificados os picos de pressão.

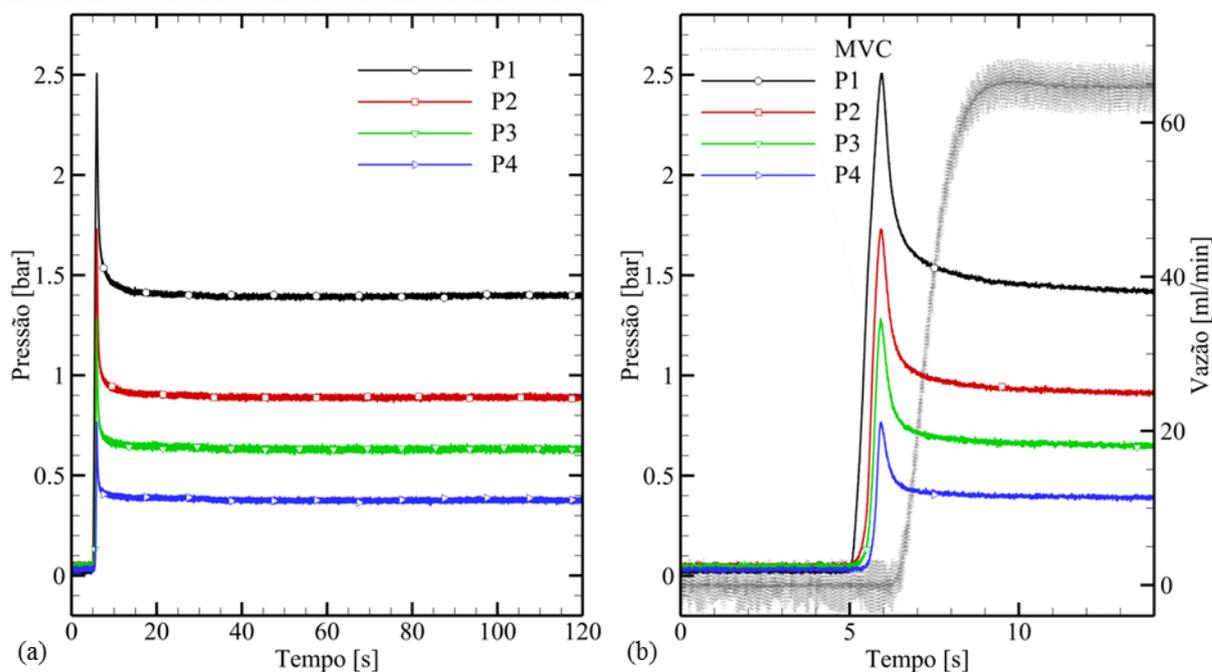


Figura 5.15 – Reinício de escoamento de Laponita® por imposição de vazão de 64,4 ml/min, mostrando a evolução das pressões durante todo o teste (a) e nos segundos iniciais (b), a 25 °C.

A seguir são apresentadas as evoluções das pressões em função do comprimento para alguns instantes de tempo dos testes anteriores. Na Figura 5.16 (a) são mostradas quatro curvas. Na primeira, que corresponde ao tempo de 5 s do teste, é mostrada a distribuição inicial de pressão. As pressões medidas nesse tempo variam de 0,03 bar a 0,06 bar, sendo portanto estatisticamente idênticas, considerando a incerteza de medição dos transdutores (0,03 bar). Após meio segundo, a pressão em PT1 sobe bruscamente, a pressão em PT2 e PT3 sobem pouco e a pressão em PT4 permanece inalterada. No instante em que o tempo de teste é 5,9 s ocorrem os picos de pressão. As pressões P1, P2 e P3 neste instante formam uma reta, mas P4 marca um valor inferior ao que alinharia todos transdutores. Finalmente, no instante de 6,4 s, verifica-se que as pressões são inferiores aos valores observados em 5,9 s. Nota-se também um gradiente de pressão constante ao longo de toda tubulação, indicando que a partir desse ponto os efeitos de inércia se tornam insignificantes. Como consequência, o medidor de vazão passa a indicar valores não nulos.

Considerando a Figura 5.16 (b), observa-se um padrão bastante similar. Inicialmente, há uma distribuição uniforme não nula de pressões. Em seguida, a bomba é acionada fazendo com que os valores de P1, P2 e P3 aumentem. Aos 11 s ocorre o pico de pressão, no qual a distribuição de P1, P2 e P3 com o comprimento formam uma reta, faltando apenas P4 para se verificar um gradiente de pressão uniforme ao longo da tubulação. Meio segundo as pressões aferidas formam uma reta em função do comprimento, indicando um gradiente de pressões constante ao longo da tubulação, que coincide com as medições não nulas de vazão.

Ao comparar as informações obtidas através da Figura 5.16 com os resultados de glicerina e Carbopol®, nota-se que, exceto pelo pico de pressão, a evolução das pressões com o comprimento na solução de Laponita® é similar ao que foi observado com Carbopol®, no qual o material só passa a escoar quando os valores de pressão se aproximam do regime permanente. No caso da glicerina verifica-se que após o acionamento das bombas, rapidamente se forma um gradiente de pressão uniforme ao longo da tubulação, que aumenta conforme o tempo passa, até que as pressões atinjam os valores de equilíbrio.

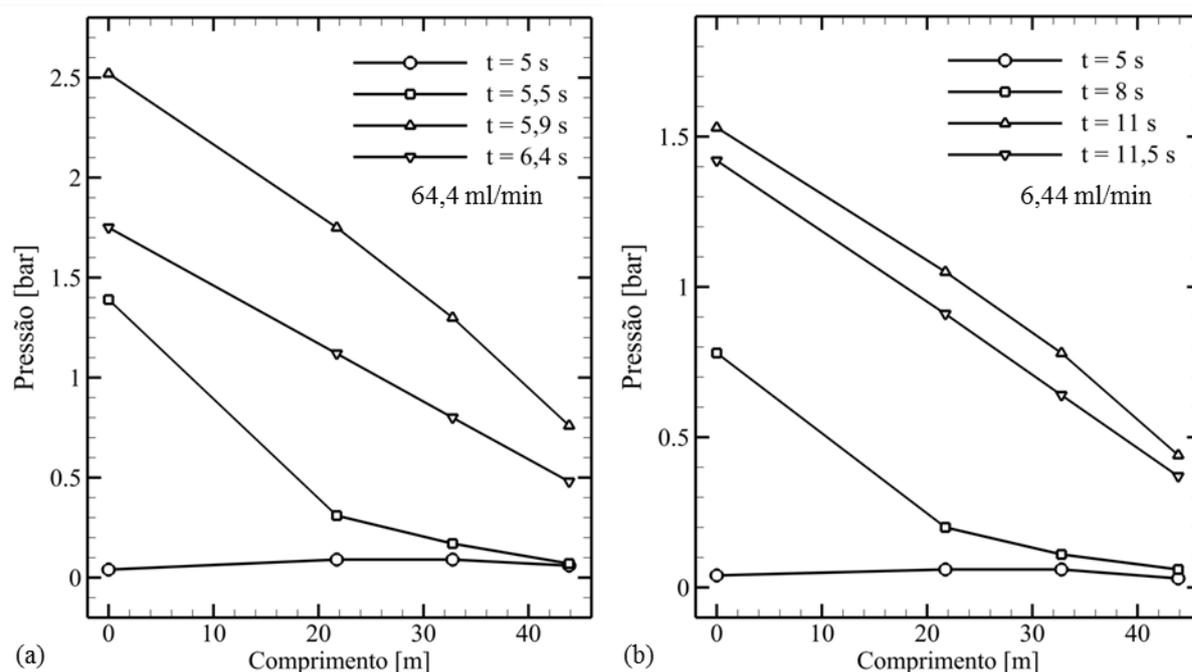


Figura 5.16 – Pressão em função do comprimento, para os testes de reinício de escoamento com solução de Laponita® a 25 °C, com vazões de 64,4 ml/min (a) e 6,44 ml/min (b).

Por fim são analisados os resultados de reinício de escoamento nos quais foi acrescentado um tempo de repouso durante o pré-teste. Nas Figura 5.17 e Figura 5.18 observa-se o mesmo padrão de escoamento exibido para os demais testes de reinício com a Laponita®, no qual há

um aumento em P1, seguido com certo atraso pelas demais pressões, até que atinjam o valor de pico e sejam medidas vazões não nulas. Ao verificar as pressões de reinício na Figura 5.17, verifica-se um pico de pressão de 4,2 bar, que é quase 70% maior que os 2,5 bar observados no caso anterior. O tempo de resposta do fluido também é mais lento, visto que o aumento em P4 é atrasado em 0,7 s com relação a P1. No caso anterior, este tempo foi de 0,5 s, verificado na Figura 5.15. Isto indica que a reestruturação do material durante o repouso atrasa o reinício de escoamento. Por fim, verifica-se que os picos de pressão ocorrem aos 6,2 s e a vazão começa a aumentar a partir dos 6,7 s.

Analisando o regime permanente, este procedimento leva cerca de 90 s a mais que o teste realizado no fluido sem repouso. Ainda assim, as pressões medidas ao final deste procedimento foram, em média, 8% superiores às do caso anterior, indicando que o material ainda estava se desestruturando durante o escoamento.

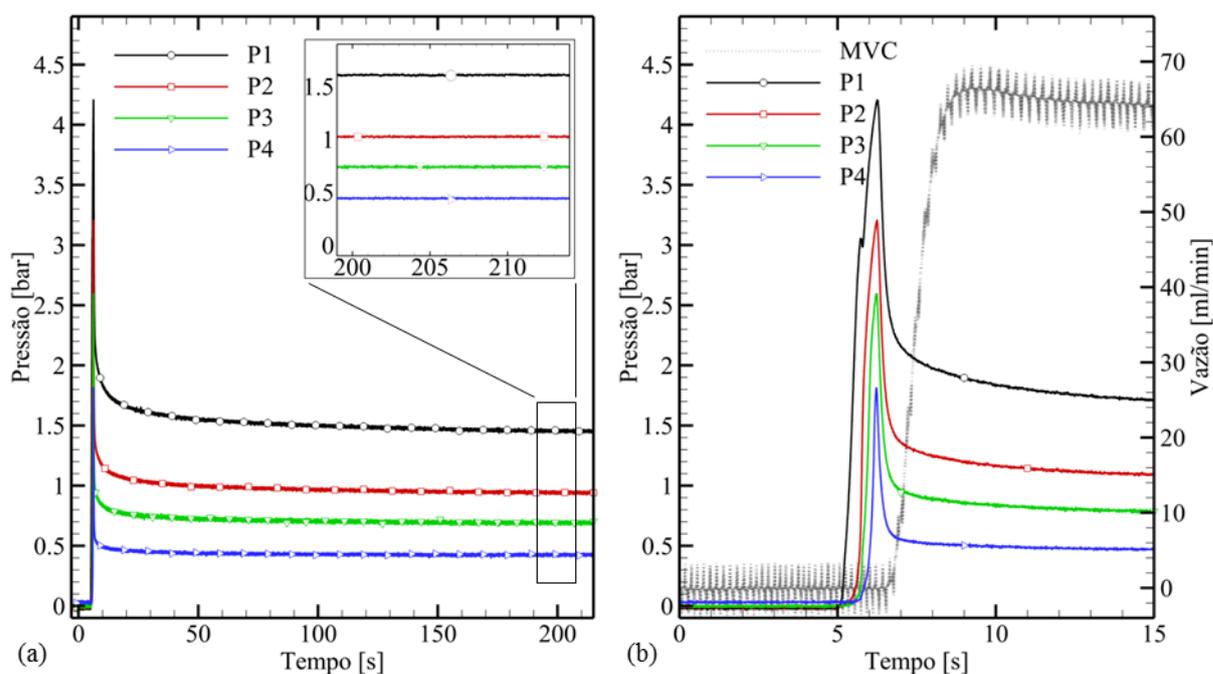


Figura 5.17 – Reinício de escoamento de Laponita® após 10 minutos de repouso, por imposição de vazão de 64,4 ml/min, mostrando a evolução das pressões durante todo o teste (a) e nos segundos iniciais (b), a 25 °C.

Na Figura 5.18 as discrepâncias causadas pelo tempo de repouso da amostra são ainda maiores. Ao final do teste, verifica-se que as pressões são 14% maiores do que as pressões de equilíbrio medidas para a amostra sem repouso adicional. No regime transitório, observam-se várias semelhanças entre este caso e o teste com 10 minutos de repouso total. O tempo de atraso entre o aumento de P1 e P4 foi praticamente o mesmo, cerca de 0,7 s. Os picos de pressão, por

sua vez, ocorreram aos 6,4 s, com a medição de vazão não nula se iniciando aos 6,9 s. Neste teste porém, o pico máximo de pressão observado foi de aproximadamente 5,0 bar.

Portanto, os testes desta seção evidenciam que o período de repouso de um material tixotrópico tem influência direta no tempo e na magnitude das pressões verificadas durante o reinício de escoamento do fluido. A elevação do tempo relativo entre o aumento de P1 e P4 foi verificada em ambos os testes mostrados nas Figura 5.17 e Figura 5.18, no qual constatou-se o atraso do reinício de escoamento. Para as pressões medidas, verifica-se que quanto mais tempo a amostra permanece na condição estática, maiores são os picos de pressão necessários para desestruturar o material.

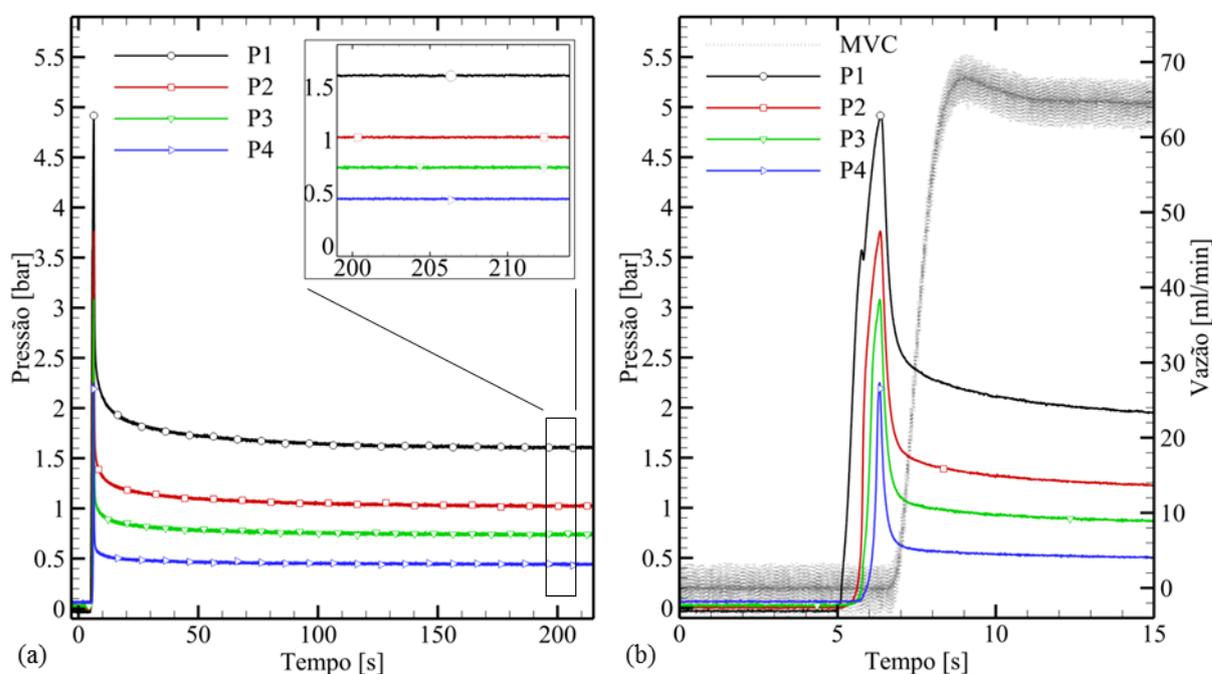


Figura 5.18 – Reinício de escoamento de Laponita® após 30 minutos de repouso, por imposição de vazão de 64,4 ml/min, mostrando a evolução das pressões durante todo o teste (a) e nos segundos iniciais (b), a 25 °C.

5.4 Resultados – Reinício de escoamento por imposição de pressão

5.4.1 Resultados – Carbopol®: reinício de escoamento por imposição de pressão

Conforme foi explicado na seção 4.2.5, o primeiro procedimento envolvendo o reinício por imposição de pressão no Carbopol® consiste em submetê-lo a patamares crescentes de pressão por 90 s. Neste procedimento, todas as válvulas da seção de testes permanecem abertas

(V5, V6 e V7) durante a duração do ensaio. Os resultados aqui apresentados foram obtidos apenas na temperatura de 25 °C, que era próxima da temperatura ambiente.

Os patamares foram controlados indiretamente ao promover aumentos graduais na vazão com o fluido escoando somente pela linha de retorno. Os testes foram realizados utilizando a conexão tipo “T” aberta instalada ao final da tubulação helicoidal, possibilitando eventualmente o escoamento da amostra. Iniciou-se com a vazão de 1,61 ml/min e, após 1000 s foi alcançada a vazão de 19,32 ml/min. A Figura 5.19 mostra a evolução das pressões no teste e nota-se que a pressão em PT4 quase não se altera com o tempo, com os demais transdutores (PT2 e PT3) respondendo fracamente aos incrementos da pressão P1.

Com base nas pressões impostas, foi verificado que nas vazões de 12,88, 14,49 e 16,1 ml/min, foram geradas tensões de cisalhamento na parede da tubulação de 22,9, 23,8 e 24,7 Pa, respectivamente. Por serem próximos aos da TLE ajustada com o aparato experimental, estes valores foram selecionados para um teste de longa duração, a fim de se verificar visualmente ou não o reinício de escoamento.

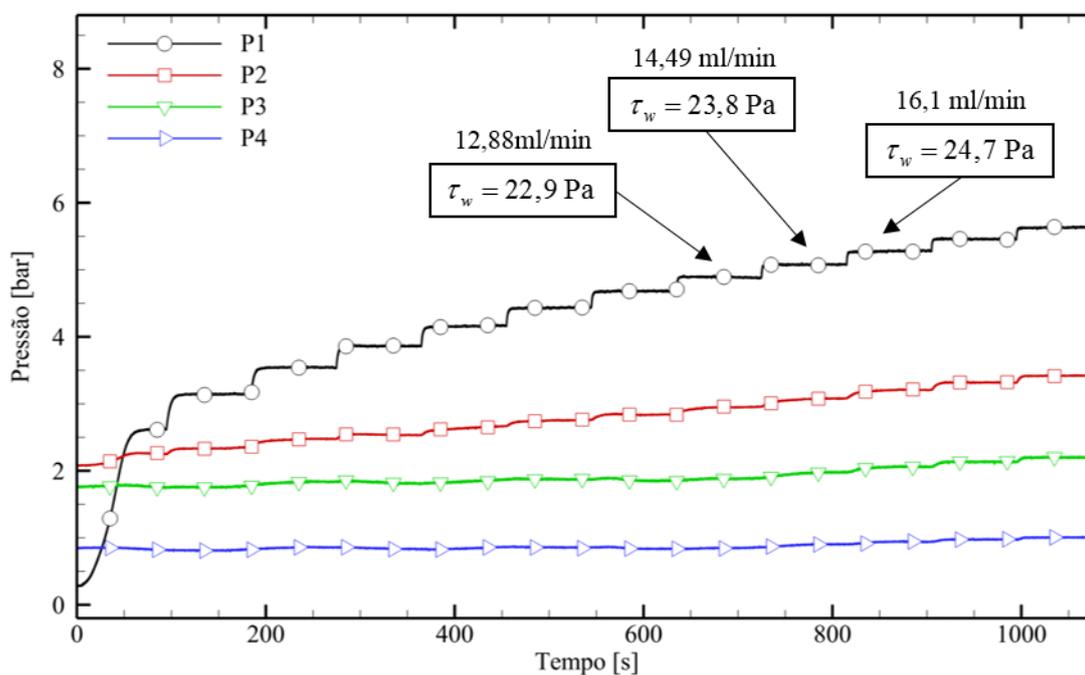


Figura 5.19 – Patamares de pressão aplicados ao Carbopol® na verificação de vazões candidatas a reiniciar o escoamento da amostra na tubulação helicoidal por imposição de pressão.

A seguir, são mostrados os resultados obtidos ao se aplicar as vazões selecionadas por longos intervalos de tempo, começando pela vazão de 12,88 ml/min, mostrada na Figura 5.20. Verifica-se que, antes de ligar a bomba (0 s), o nível do fluido na saída da conexão tipo “T” está praticamente rente à borda da conexão. Ao ligar as bombas, no tempo de 5 s, as pressões

atingem rapidamente o valor de equilíbrio, se mantendo estáveis durante todo o teste. Após 600 segundos, a mudança no nível de fluido é quase imperceptível, e as pressões continuam constantes. Ao final do teste em 1200 segundos, constata-se que o nível do fluido é levemente inferior ao do estado inicial, indicando que a tensão de cisalhamento de 22,9 Pa foi insuficiente para reiniciar o escoamento nesse intervalo de tempo, e que, parte da amostra pode ter evaporado ao longo do teste. Sendo assim, este resultado é coerente com o valor de 23,4 Pa para a TLE determinada pela curva de escoamento do aparato.

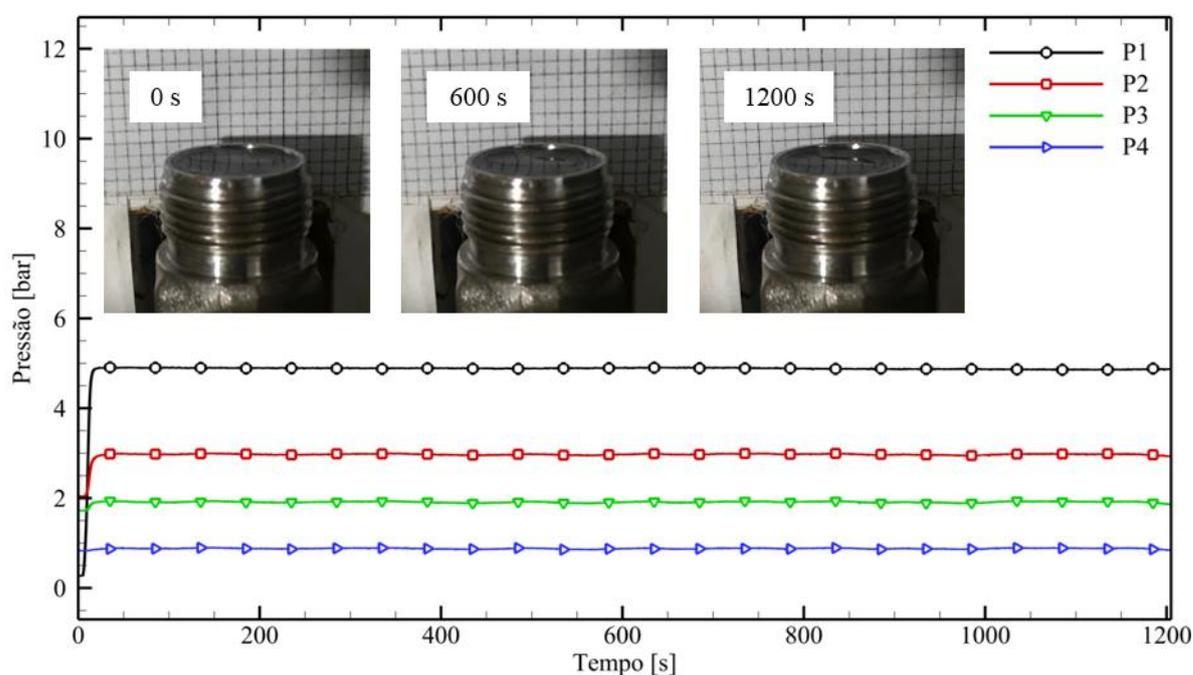


Figura 5.20 – Reinício de escoamento de Carbopol® por imposição de pressão, na qual não foi verificado o escoamento pela aplicação vazões 12,88 ml/min, para a temperatura de 25 °C.

Na figura seguinte (Figura 5.21), são apresentados os resultados obtidos com as vazões de 14,49 (a) e 16,1 ml/min (b). Em ambos casos, verifica-se boa estabilidade no controle da pressão imposta. Para a vazão de 14,49 ml/min, 600 s após o acionamento das bombas, nota-se que o nível do fluido na conexão aberta apresenta um leve abaulamento, que é ainda mais evidente no final do teste, a 1200 s, na qual a sombra do fluido é projetada no quadro de referência, indicando um leve acréscimo de 2 mm. Pode-se considerar que houve escoamento do material neste caso, onde a tensão na parede da tubulação é de 23,8 Pa durante todo o teste. Este valor é ligeiramente superior à TLE, confirmando que materiais viscoplásticos simples escoam apenas quando a tensão aplicada excede sua TLE.

Por fim a Figura 5.21 (b) mostra outro caso com escoamento da amostra, no qual a tensão de 24,7 Pa foi aplicada na parede interna da tubulação durante todo o experimento. Neste

experimento, é possível verificar um aumento significativo de P3 e P4 após o acionamento da bomba, o que não é observado com as vazões anteriores. Após 450 s já é possível visualizar um aglomerado de fluido saindo pela abertura da conexão. Conforme o material continua escoando, o acumulado de gel aumenta, alcançando cerca de 8 mm de altura. Sendo assim, o procedimento é encerrado no tempo de 900 s ao invés de 1200 s, para evitar derramamento de fluido no interior do aparato.

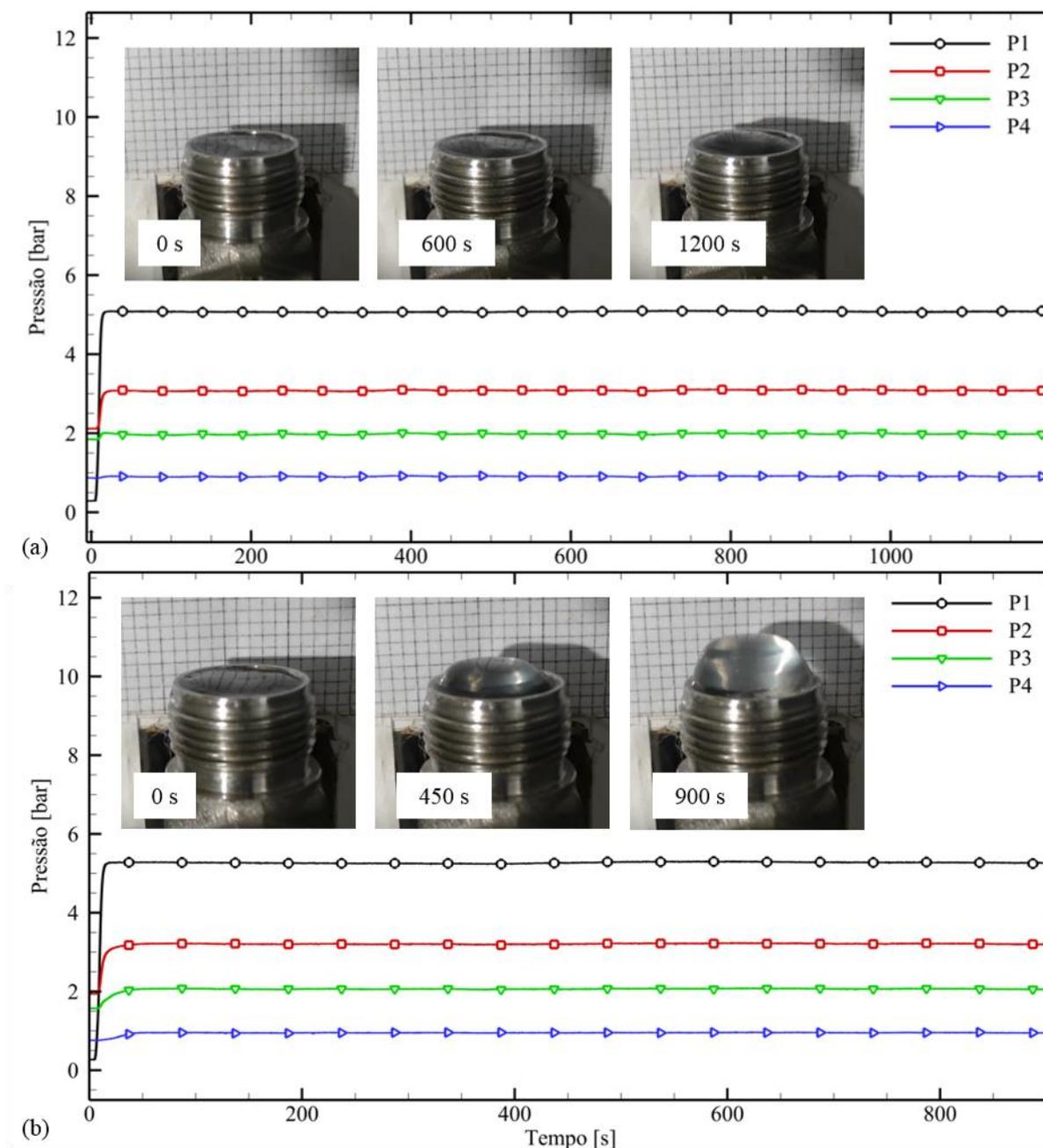


Figura 5.21 – Reinício de escoamento de Carbopol® por imposição de pressão, na qual foi verificado o escoamento pela aplicação de vazões de 14,49 ml/min (a) e 16,1 ml/min (b), para a temperatura de 25 °C.

5.5 Resultados – Comparação com simulações

Os resultados do modelo de Oliveira e Negrão (2015) foram comparados aos valores medidos no reinício de escoamento por imposição de vazão. O modelo assume as seguintes hipóteses para o problema: escoamento unidimensional, laminar, isotérmico e fracamente compressível numa tubulação horizontal. Além disso, considera-se que a tensão de cisalhamento varia linearmente com o raio. As equações que descrevem o escoamento são as equações da conservação da massa e da quantidade de movimento:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \rho \frac{\partial V}{\partial x} + V \frac{\partial \rho}{\partial x} = 0 \quad (5.6)$$

$$\rho \frac{\partial V}{\partial t} + \rho V \frac{\partial V}{\partial x} = -\frac{\partial P}{\partial x} - \frac{4}{D} \tau_w \quad (5.7)$$

em que ρ é a densidade do fluido, t é o tempo, V é a velocidade média na direção x , P , a pressão média na seção transversal, D o diâmetro médio da tubulação e τ_w , a tensão de cisalhamento na parede. Utiliza-se ainda o conceito de compressibilidade isotérmica (α), conforme:

$$\alpha = \frac{1}{\rho} \left. \frac{\partial \rho}{\partial p} \right|_T \cong \frac{1}{\rho c^2} \quad (5.8)$$

em que T é temperatura e c a velocidade de propagação da onda de pressão. Para a glicerina a 25 °C, foram utilizados os parâmetros $\rho = 1255 \text{ kg/m}^3$, $c = 1920 \text{ m/s}$ e $\eta = 0,7456 \text{ Pa.s}$. Por fim, utiliza-se um artifício para considerar a perda de carga causada pelo medidor de vazão na simulação. A perda de carga é contabilizada ao se utilizar um comprimento equivalente (L_{eq}).

Isso é feito com base no fato do gradiente de pressão ser constante:

$$\frac{\partial P}{\partial x} = \frac{\Delta P_{1-4}}{L_{1-4}} = \frac{P_4}{L_{eq}} \rightarrow L_{eq} = \frac{P_4}{\Delta P_{1-4}} L_{1-4} \quad (5.9)$$

sendo assim ΔP_{1-4} é a perda de carga relativa somente ao comprimento L_{1-4} . No caso, $(P_4 - 0)$ seria a perda de carga referente ao comprimento equivalente (L_{eq}), que representa a distância entre PT4 até o ponto imediatamente após o medidor de vazão. Portanto, o valor do comprimento total responsável pela perda de carga no sistema é calculado pela soma de L_{1-4} e L_{eq} .

Na Figura 5.22, são comparados os resultados de simulação para a vazão de 64,4 ml/min na entrada da tubulação, pressão nula na saída e temperatura 25 °C. Percebe-se que os valores de regime permanente estão muito próximos, já que a viscosidade utilizada foi a obtida pela curva de escoamento. No regime transitório, no entanto, a discrepância é grande. Na simulação, a resposta de pressão é muito mais rápida do que no experimento, sendo o equilíbrio atingido 10 s, muito antes do observado no experimento.

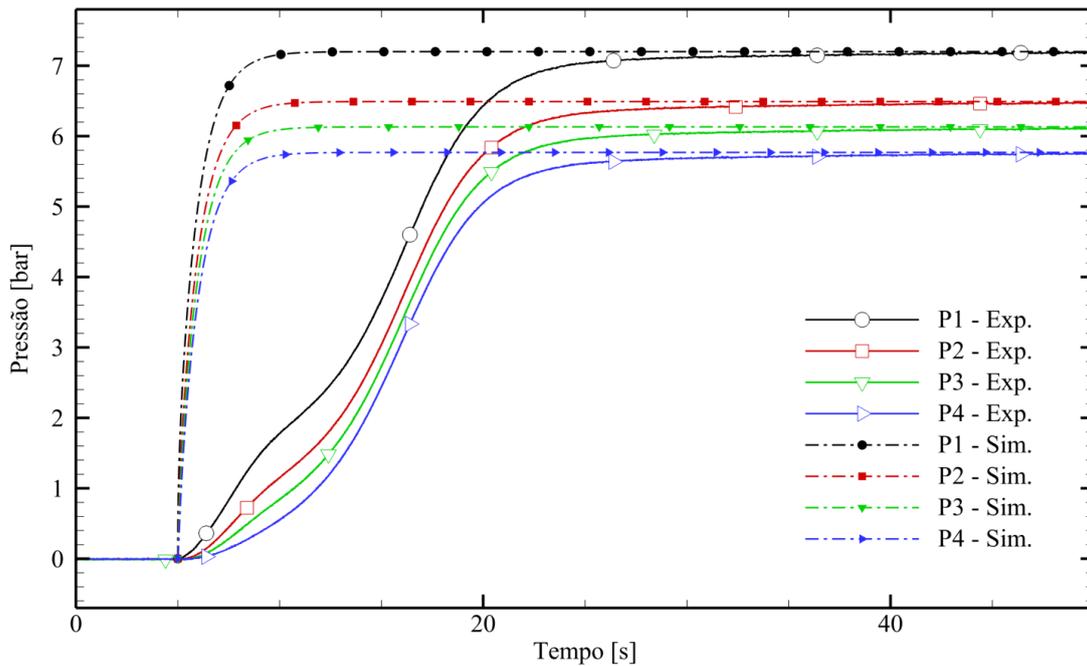


Figura 5.22 – Comparação de resultados experimentais com simulação, para glicerina. Condições de contorno: imposição de vazão de 64,4 ml/min na entrada e pressão de saída a 0 bar.

Buscando aproximar as tendências das curvas, foram impostas outras condições de entrada para a simulação. Na Figura 5.23 (a), a pressão experimental P1 é imposta como condição de contorno da simulação e pressão de saída nula. Neste caso, os resultados obtidos na simulação se aproximaram dos experimentais. Mesmo que, nos instantes iniciais as pressões simuladas se elevem mais rapidamente, as curvas se aproximam após aproximadamente 15 s.

Por fim, foi realizada uma última comparação, exibida na Figura 5.23 (b). Neste caso, as pressões P1 e P4 foram impostas como condições de contorno na simulação. Os resultados se aproximaram ainda mais. Sendo assim, pode-se considerar que os resultados experimentais foram utilizados com sucesso na calibração do modelo, que representou bem os fenômenos físicos observados experimentalmente. Estima-se que as diferenças entre as simulações iniciais e os experimentos sejam causadas principalmente pela presença do medidor de vazões, que cria uma alta perda de carga e influencia a evolução das pressões durante o escoamento.

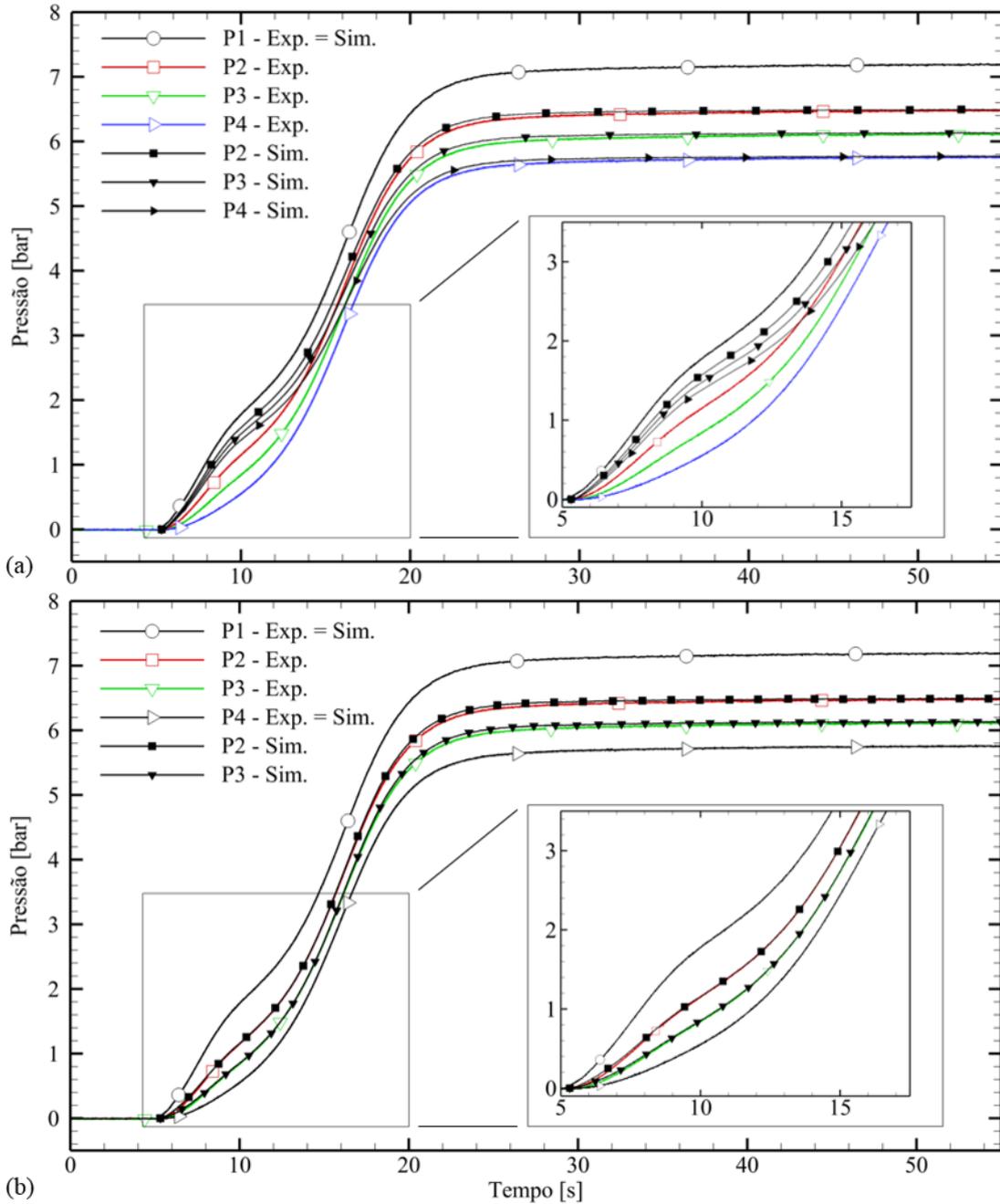


Figura 5.23 – Comparação de resultados experimentais com simulação, para glicerina. Condições de contorno em (a): P1 na entrada e pressão de saída a 0 bar. Condições de contorno em (b): P1 e P4.

Assim como foi feito para a glicerina, compara-se agora os resultados experimentais do Carbopol® com os da simulação. Neste caso, utilizou-se no modelo matemático a equação de HB com as constantes obtidas no aparato. A modelagem matemática utilizada é basicamente a mesma, com diferença na equação constitutiva para a tensão de cisalhamento. Neste caso, é utilizada a equação de HB, com as constantes $s \tau_0 = 23,4 \text{ Pa}$, $m = 6,7 \text{ Pa.s}^n$ e $n = 0,44$. Ainda, para o Carbopol®, foram utilizados $\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$ e $c = 1500 \text{ m/s}$. Os dados experimentais

foram retirados dos ensaios de reinício de escoamento por imposição de 64,4 ml/min de vazão, a 25 °C.

Conforme foi verificado nas simulações com a glicerina, o medidor de vazão acaba por influenciar muito o perfil de pressões durante a etapa transitória do experimento, o que aumenta as discrepâncias entre a simulação e os dados experimentais. Buscando isolar a influência do medidor de vazão na comparação dos resultados, optou-se por impor condições de contorno similares às utilizadas no caso anterior, na qual as pressões P1 e P4 foram impostas na entrada da tubulação e no comprimento correspondente à posição onde está instalado PT4 (L_{1-4}), respectivamente. Para representar ainda melhor o experimento, foi utilizada uma distribuição de pressão não uniforme e não nula nas simulações, conforme observado em todos experimentos utilizando Carbopol®.

A Figura 5.24 traz os resultados obtidos pela simulação ao se utilizar as condições mencionadas. Inicialmente, após o tempo de acionamento da bomba (5 s), nota-se que as pressões medidas experimentalmente começam a aumentar antes dos valores simulados, o que podem ser devido a deformações elásticas que porventura ocorram no material durante a pressurização. As pressões P2 e P3 simuladas começam a aumentar apenas aos 6,5 s e 7 s, respectivamente. Aos 7 s as pressões P2 simulada e experimental praticamente coincidem, o que ocorre aos 7,5 s para os valores de P3. Em regime permanente, a diferença percentual do valor simulado com relação ao experimental é de 2,0% e 0,8%, para P2 e P3, respectivamente. Desta forma, pode-se considerar que, com as condições de contorno apropriadas, o modelo matemático representa razoavelmente bem o reinício de escoamento do material.

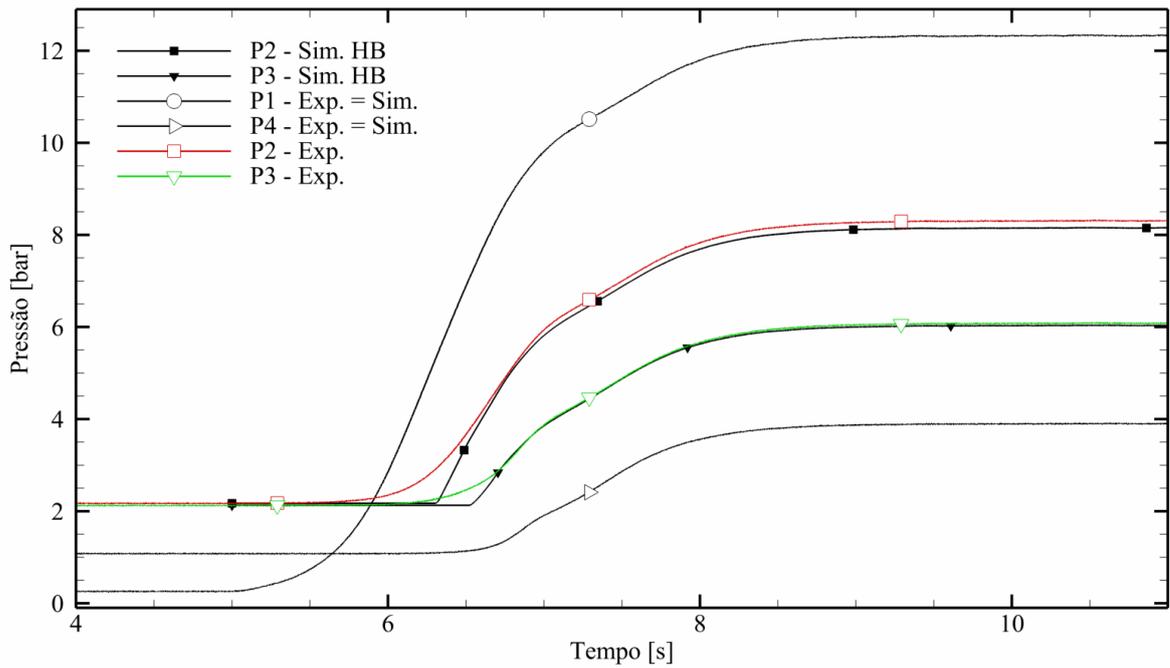


Figura 5.24 – Comparação de resultados experimentais com simulação, para Carbopol®. Condições de contorno: imposição de vazão de 64,4 ml/min na entrada e pressão de saída a 0 bar.

Por fim, na Figura 5.25 são comparadas as pressões de reinício para duas simulações, uma utilizando o mesmo fluido viscoplástico modelado na Figura 5.24 e outro com um fluido newtoniano que apresente a mesma viscosidade aparente. As condições de contorno são as mesmas utilizadas no caso anterior.

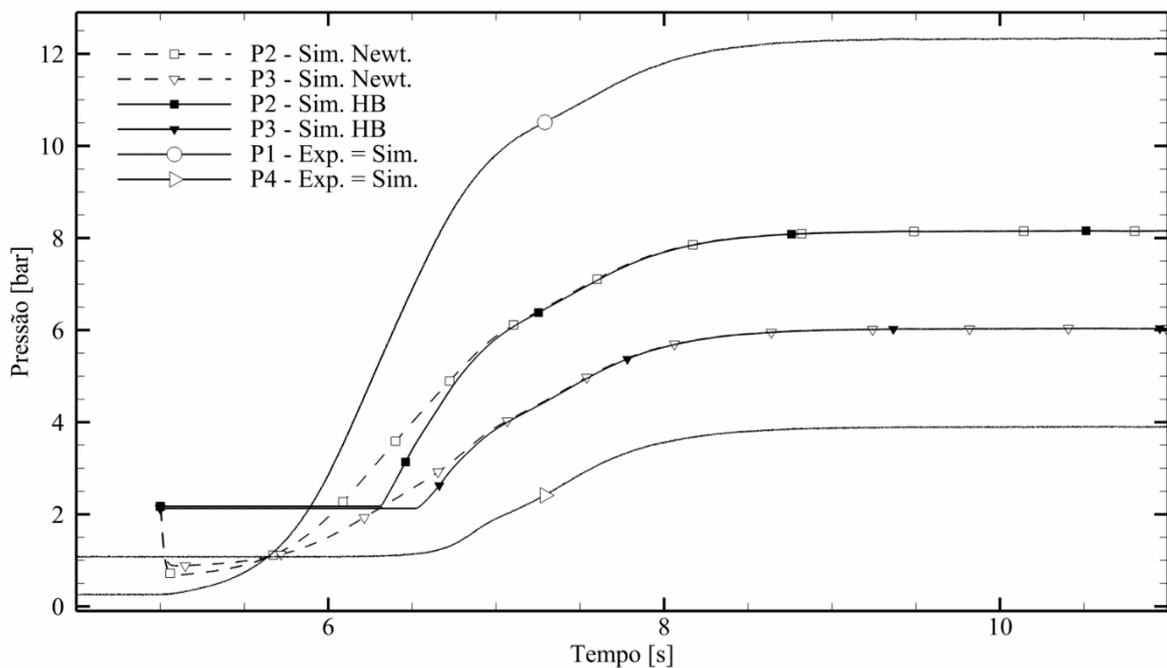


Figura 5.25 – Comparativo entre simulações do escoamento de um fluido newtoniano e o escoamento de um fluido viscoplástico que apresentam as mesmas viscosidades aparentes.

Neste caso, observa-se que após o início do teste, aos 5 s, as pressões P2 e P3 da simulação do fluido newtoniano caem imediatamente. Isso se deve ao fato de as pressões P1 e P4 serem transmitidas ao longo da tubulação, fazendo com que P2, que está mais próximo do transdutor PT1, apresente uma queda mais intensa que a observada em P3, que está mais próximo de PT4, no qual a pressão inicial é maior que P1. Conforme o material é pressurizado, P2 ultrapassa P3 e ambos continuam aumentando, de tal forma que a partir de 6 s, forma-se um gradiente de pressão uniforme na tubulação, de 0,087 bar/m. Este gradiente de pressão aumenta até seu valor máximo, quando as pressões atingem regime permanente. Em comparação, o fluido viscoplástico simulado só irá apresentar um gradiente de pressão uniforme ao longo da tubulação aos 7 s, apresentando um atraso em relação ao fluido newtoniano.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

No presente trabalho foi analisado e comparado o reinício de escoamento de três materiais com diferentes níveis de complexidade: glicerina bidestilada, soluções de Carbopol® e soluções de Laponita®. Os materiais foram utilizados no dispositivo experimental composto por longa tubulação em forma de helicóide inserida no interior de uma câmara controlada termicamente. As pressões na tubulação são medidas por quatro transdutores, que fazem as leituras de pressão geradas pelas vazões promovidas por duas bombas tipo seringa. Foi desenvolvida também uma metodologia para o levantamento das curvas de escoamento dos materiais, testes de imposição de patamares de vazão e reinício de escoamento por imposição de pressão.

As curvas de escoamento levantadas experimentalmente para os materiais foram comparadas com dados reométricos. No caso da glicerina foi obtida boa comparação entre as duas curvas de escoamento, demonstrando que a unidade experimental está calibrada em relação ao reômetro, tanto para vazões quanto para temperatura. Para o Carbopol®, a curva obtida no aparato apresentou valores inferiores aos medidos no reômetro, indicando o escorregamento entre o gel e as paredes internas da tubulação. Os dados foram corrigidos conforme as equações verificadas no trabalho de Aktas et al. (2014), resultando numa melhor comparação com os dados reométricos. Entretanto, para a solução da Laponita® não foi obtida uma boa comparação entre as curvas de escoamento, e foram levantadas hipóteses buscando justificar esta discrepância.

Os resultados obtidos com os testes de imposição de patamares de vazão evidenciaram características importantes dos fluidos. Na glicerina, foi observada a proporcionalidade entre as vazões e as pressões medidas, bem como a completa transmissão de pressão ao longo da tubulação. Tanto o Carbopol® quanto a Laponita®, demonstraram que não transmitem completamente a pressão, ao apresentarem tensões de cisalhamento residuais na parede da tubulação após findado o escoamento. Os testes também permitiram verificar de forma direta a natureza tixotrópica da solução de Laponita®, que apresentou picos de pressão e viscosidade dependente da vazão e do tempo, durante os procedimentos.

Ao realizar os testes de reinício de escoamento por imposição de vazão pode-se evidenciar que a compressibilidade dos materiais possui um papel importante na fase transiente dos experimentos, uma vez que o material não escoava imediatamente após o acionamento da bomba.

Foi verificado também que o material só passa a escoar através do medidor de vazão após um gradiente de pressão uniforme se estabelecer ao longo da tubulação. No caso da glicerina, o gradiente é formado rapidamente após o acionamento da bomba, e vai aumentando conforme o tempo até que as pressões e a vazão atinjam regime permanente. Verificou-se também que, principalmente para a glicerina, o medidor de vazão influencia não só a magnitude, mas também a evolução das pressões geradas no escoamento. Para o Carbopol®, foi verificado que o aumento nas pressões dos transdutores ao longo da tubulação é atrasado com relação ao transdutor PT1, instalado imediatamente após as bombas. Sendo assim, vazões não nulas só foram identificadas no material após as pressões alcançarem valores próximos aos de regime permanente, indicando um atraso na resposta da vazão do material com relação à evolução das pressões. Considerando a solução de Laponita®, que além de apresentar viscoplasticidade é também tixotrópica, o padrão de evolução das pressões em função do comprimento da tubulação com o tempo se apresentou similar ao do Carbopol®, exceto pela presença dos picos de pressão, típico desses materiais. Neste caso, a solução de Laponita® só passa a escoar após os picos de pressão, que precedem o estabelecimento do gradiente de pressão uniforme ao longo da tubulação.

Considerando apenas o Carbopol®, foram realizados testes de reinício de escoamento com imposição de pressão. Por meio deste ensaio, foi constatado visualmente que durante o tempo do teste, tensões inferiores à TLE ajustada pela curva de escoamento não foram suficientes para fazer o material escoar. Ao aumentar a tensão de cisalhamento aplicada em apenas 0,8 Pa, foi verificada uma alteração no nível de referência da amostra, indicando que o material havia escoado durante os 20 minutos do procedimento.

Por fim, os resultados obtidos para glicerina e Carbopol® nos testes de reinício por imposição de vazão foram comparados com simulações utilizando o modelo de Oliveira e Negrão (2015). Notou-se que para a glicerina, a imposição de P1 e P4 como condições de contorno resultou em boas comparações entre os dados experimentais e simulados. No caso do Carbopol® foi necessário ainda inserir a distribuição inicial de pressão não uniforme como condição de entrada. Os resultados das simulações com o Carbopol® apresentaram um pequeno atraso com relação ao dados experimentais, indicando que algum fenômeno físico não está sendo considerado no modelo para os instantes iniciais da simulação. Mesmo assim, após este atraso as curvas coincidem, ainda no começo do regime transitório, evidenciando boa concordância entre os dados.

Com relação a trabalhos futuros envolvendo o aparato experimental empregado, são feitas as seguintes sugestões:

- Utilização de soluções de Laponita® mais concentradas ou com diferentes concentrações de sal, a fim de produzir um material capaz de gerar perdas de carga maiores na aparato experimental;
- Realização de testes de reinício de escoamento Laponita® com tempos de repouso maiores dos que foram avaliados neste trabalho, buscando verificar qual seria o tempo mínimo capaz de promover a maior reestruturação do material;
- Instalação de uma tomada de pressão em um ponto imediatamente anterior ao medidor de vazão, para avaliar o gradiente de pressão ao longo de toda a tubulação, e não somente no trecho entre PT1 e PT4.

7 REFERÊNCIAS

- Agoda-Tandjawa G, Dieudé-Fauvel E, Baudez JC (2016) **Water dynamics and time-dependent structural changes of aqueous dispersions of Laponite: Linking water activity and rheology.** *Appl Clay Sci* 132–133:528–534.
- Ahmadpour A, Sadeghy K (2014) **Start-up flows of Dullaert-Mewis viscoplastic-thixoelectric fluids: A two-dimensional analysis.** *J Nonnewton Fluid Mech* 214:1–17.
- Aktas S, Kalyon DM, Marín-Santibáñez BM, Pérez-González J (2014) **Shear viscosity and wall slip behavior of a viscoplastic hydrogel.** *J Rheol* 58:513–535.
- Alba K, Frigaard IA (2016) **Dynamics of the removal of viscoplastic fluids from inclined pipes.** *J Nonnewton Fluid Mech* 229:43–58.
- Andrade DE V (2017) **Influência do histórico térmico na morfologia dos cristais de parafina e nas características reológicas de óleos parafínicos em baixas temperaturas.** Tese de Doutorado, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Brasil.
- Andrade DE V, da Cruz ACB, Franco AT, Negrão COR (2014) **Influence of the initial cooling temperature on the gelation and yield stress of waxy crude oils.** *Rheol Acta* 54:149–157.
- ANP (2018) **Pré-sal já responde por 54% da produção brasileira de petróleo e gás.** <<http://www.anp.gov.br/noticias/anp-e-p/4454-pre-sal-ja-responde-por-54-da-producao-brasileira-de-petroleo-e-gas>>. Acessado em: 22/09/2018.
- Azevedo LFA, Teixeira AM (2003) **A Critical Review of the Modeling of Wax Deposition Mechanisms.** *Pet Sci Technol* 21:393–408.
- Bagdat M, Masoud R (2015) **Control of Paraffin Deposition in Production Operation by Using Ethylene–TetraFluoroEthylene (ETFE).** In: Awang M, Negash BM, Md Akhir NA, Lubis LA (eds) *ICIPEG 2014*. Springer, Singapore, pp 13–22
- Balmforth NJ, Frigaard IA, Ovarlez G (2014) **Yielding to Stress: Recent Developments in Viscoplastic Fluid Mechanics.** *Annu Rev Fluid Mech* 46:121–146.
- Balvedi GAS (2017) **Avaliação reológica experimental do comportamento tixotrópico de uma solução de Laponita-RD®.** Trabalho de Conclusão de Curso, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Brasil.
- Barnes A (1997) **Thixotropy—a review.** *J Nonnewton Fluid Mech* 70:1–33.
- Bird RB, Armstrong RC, Hassager O (1987) **Dynamics of Polymeric Liquids, Volume 1: Fluid Mechanics**, 2nd ed. Wiley-Interscience
- Bjørkevoll KS, Rommetveit R, Aas B, Gjeraldstveit H, Merlo A (2003) **Transient Gel Breaking Model for Critical Wells Applications with Field Data Verification.** *SPE/IADC Drill Conf Exhib* 1–8.
- Borghi G-P, Corraera S, Merlini M, Carniani C (2003) **Prediction and Scaleup of Waxy Oil Restart Behavior.** *SPE J* 80259.
- Cawkwell MG, Charles ME (1987) **An improved model for start-up of pipelines containing gelled crude oil.** *J. Pipelines* 7:41–52.

- Chang C, Boger DV, Nguyen QD (2000) **Influence of Thermal History on the Waxy Structure of Statically Cooled Waxy Crude Oil**. SPE J 5:148–157.
- Chang C, Nguyen QD, Rønningsen HP (1999) **Isothermal start-up of pipeline transporting waxy crude oil**. J Nonnewton Fluid Mech 87:127–154.
- Chen S, Øye G, Sjoblom J (2006) **Characterization and rheological properties of waxy oils**. Annu. Trans. Nord. Rheol. Soc. 14:6.
- Corvisier P, Nouar C, Devienne R, Lebouché M (2001) **Development of a thixotropic fluid flow in a pipe**. Exp Fluids 31:579–587.
- Davidson MR, Nguyen QD, Chang C, Rønningsen HP (2004) **A model for restart of a pipeline with compressible gelled waxy crude oil**. J Nonnewton Fluid Mech 123:269–280.
- Dávila JL, d'Ávila MA (2017) **Laponite as a rheology modifier of alginate solutions: Physical gelation and aging evolution**. Carbohydr Polym 157:1–8.
- Dias HO (2017) **Boletim da Produção de Petróleo e Gás Natural**. 1–27.
- Dinkgreve M, Bonn D, Denn MM (2017) **“Everything flows?” Elastic effects on start-up flows of yield stress fluid**. Rheol Acta. doi: 10.1007/s00397-017-0998-z
- Divoux T, Fardin MA, Manneville S, Lerouge S (2016) **Shear Banding of Complex Fluids**. Annu Rev Fluid Mech 48:81–103.
- Divoux T, Tamarii D, Barentin C, Manneville S (2010) **Transient shear banding in a simple yield stress fluid**. Phys Rev Lett 104:1–4.
- Ekweribe C, Civan F, Su Lee H, Singh P (2009) **Interim report on pressure effect on waxy-crude pipeline-restart conditions investigated by a model system**. SPE Proj Facil Constr 4:61–74.
- El-Gamal IM, Gad EAM (1998) **Low temperature rheological behavior of Umbarka waxy crude and influence of flow improver**. Colloids Surfaces A Physicochem Eng Asp 131:181–191.
- El-Gendy H, Alcoutlabi M, Jemmett M, Deo M, Magda J, Venkatesan R, Montesi A (2012) **The propagation of pressure in a gelled waxy oil pipeline as studied by particle imaging velocimetry**. AIChE J 58:302–311.
- Escudier M., Presti F (1996) **Pipe flow of a thixotropic liquid**. J Nonnewton Fluid Mech 62:291–306.
- Escudier MP, Gouldson IW, Jones DM (1995) **Flow of shear-thinning fluids in a concentric annulus**. Exp Fluids 18:225–238.
- Fossen M, Øyangen T, Velle OJ (2013) **Effect of the pipe diameter on the restart pressure of a gelled waxy crude oil**. Energy and Fuels 27:3685–3691.
- Gaona Sierra A, Ribeiro Vargas P, Santiago Ribeiro S (2016) **Startup flow of elasto-viscoplastic thixotropic materials in pipes**. J Pet Sci Eng 147:427–434.
- Ghobadi M, Muzychka YS, Ghobadi M, Muzychka YS (2015) **A Review of Heat Transfer and Pressure Drop Correlations for Laminar Flow in Curved Circular Ducts**. Heat Transf Eng. doi: 10.1080/01457632.2015.1089735
- Ianni F, Di Leonardo R, Gentilini S, Ruocco G (2008) **Shear-banding phenomena and dynamical behavior in a Laponite suspension**. Phys Rev E - Stat Nonlinear, Soft Matter

Phys 77:1–6.

Industries OS (2017) **Subsea Pipeline Systems**. <<http://oilstates.com/subsea-pipeline-systems/>>. Acessado em:29/03/2017.

Joshi YM, Reddy GRK, Kulkarni AL, Kumar N, Chhabra RP (2008) **Rheological behaviour of aqueous suspensions of laponite: new insights into the ageing phenomena**. Proc. R. Soc. A 464: 469–489.

Kumar L, Lawrence C, Sjöblom J (2014) **Mechanism of pressure propagation and weakly compressible homogeneous and heterogeneous thixotropic gel breakage to study flow restart**. RSC Adv 4:27493.

Kumar L, Paso K, Sjöblom J (2015) **Numerical study of flow restart in the pipeline filled with weakly compressible waxy crude oil in non-isothermal condition**. J Nonnewton Fluid Mech 223:9–19.

Labanda J, Llorens J (2006) **A structural model for thixotropy of colloidal dispersions**. Rheol Acta 45:305–314.

Labanda J, Llorens J (2008) **Effect of aging time on the rheology of Laponite dispersions**. Colloids Surfaces A Physicochem Eng Asp 329:1–6.

Lee HS, Singh P, Thomason WH, Fogler HS (2008) **Waxy oil gel breaking mechanisms: Adhesive versus cohesive failure**. Energy and Fuels 22:480–487.

Lin M, Li C, Yang F, Ma Y (2011) **Isothermal structure development of Qinghai waxy crude oil after static and dynamic cooling**. J Pet Sci Eng 77:351–358.

Luthi IF (2013) **Waxy Crude Oil Characterization and Experimental Study of the Restart of a Line Blocked with Gelled Waxy Crude**. SPE Annu Tech Conf Exhib 1–11.

Macosko CW (1994) **Rheology: Principles, Measurements and Applications**. Wiley-VCH

Magda JJ, Elmadhoun A, Wall P, Jemmett M, Deo MD, Greenhill KL, Venkatesan R (2013) **Evolution of the pressure profile during the gelation and restart of a model waxy crude oil**. Energy and Fuels 27:1909–1913.

Manlapaz RL, Churchill SW (1980) **Fully Developed Laminar Flow in Helically Coiled of Finite Pitch**. Chem Eng Commun 7:57–58.

Marchesini FH, Alicke AA, De Souza Mendes PR, Ziglio CM (2012) **Rheological characterization of waxy crude oils: Sample preparation**. Energy and Fuels 26:2566–2577.

Martin JD, Thomas Hu Y (2012) **Transient and steady-state shear banding in aging soft glassy materials**. Soft Matter 8:6940–6949.

Mendes R, Vinay G, Ovarlez G, Coussot P (2015) **Reversible and irreversible destructuring flow in waxy oils: An MRI study**. J Nonnewton Fluid Mech 220:77–86.

Mewis J, Wagner NJ (2009) **Thixotropy**. Adv Colloid Interface Sci 147–148:214–227.

Mitshita RS (2017) **Avaliação experimental de fenômenos transitórios em tubulações preenchidas por fluidos viscoplásticos**. Dissertação de Mestrado, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Brasil.

Möbius M, Xia T, Saarloos W Van, Orrit M, Hecke M Van (2010) **Aging and Solidification of Supercooled Glycerol**. J. Phys. Chem. 114:7439–7444.

Mujumdar A, Beris AN, Metzner AB (2002) **Transient phenomena in thixotropic systems**. J

Nonnewton Fluid Mech 102:157–178.

Negrão COR, Franco AT, Rocha LL V (2011) **A weakly compressible flow model for the restart of thixotropic drilling fluids.** J Nonnewton Fluid Mech 166:1369–1381.

Oliveira GM de, Negrão COR (2015) **The effect of compressibility on flow start-up of waxy crude oils.** J Nonnewton Fluid Mech 220:137–147.

Osswald T, Rudolph N (2014) **Polymer Rheology: Fundamentals and Applications.** Hanser Gardner Publications.

Paszkowski M, Olsztyńska-Janus S (2014) **Grease thixotropy: evaluation of grease microstructure change due to shear and relaxation.** Ind Lubr Tribol 66:223–237.

Petrobras (2017) **Pré-Sal.** <<http://www.petrobras.com.br/pt/nossas-atividades/areas-de-atuacao/exploracao-e-producao-de-petroleo-e-gas/pre-sal/>>. Acessado em:27/03/2017.

Phillips DA, Forsdyke IN, Mccracken IR, Ravenscroft PD (2011) **Novel approaches to waxy crude restart : Part 1 : Thermal shrinkage of waxy crude oil and the impact for pipeline restart.** J Pet Sci Eng 77:237–253.

Poumaere A, Moyers-González M, Castelain C, Burghlea T (2014) **Unsteady laminar flows of a Carbopol® gel in the presence of wall slip.** J Nonnewton Fluid Mech 205:28–40.

Rønningsen HP (1992) **Rheological behaviour of gelled, waxy North Sea crude oils.** J Pet Sci Eng 7:177–213.

Rosso N (2014) **Análise experimental do reinício do escoamento de petróleo parafínico em tubulações.** Dissertação de Mestrado, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Brasil.

Sandstrom T (2014) **My History With Oil.** <<http://northamericanshalemagazine.com/articles/850/my-history-with-oil>>. Acessado em: 10/11/2018.

Sanjay M, Simanta B, Kulwant S (1995) **Paraffin Problems in Crude Oil Production And Transportation: A Review.** SPE Prod Facil 10:50–54.

Sestak J, Charles ME, Cawkwell MG, Houska M (1987) **Start-up of gelled crude oil pipeline.** J. Pipelines 6:15–24.

Silva JAL da, Coutinho JA (2004) **Dynamic rheological analysis of the gelation behaviour of waxy crude oils.** Rheol Acta 43:433–441.

Souza Mendes PR de (2011) **Thixotropic elasto-viscoplastic model for structured fluids.** Soft Matter 7:2471.

Srinivasan PS, Nadapurkar SS, Holland FA (1968) **Pressure Drop and Heat Transfer in Coils.** Chem Eng J 218:113–119.

Stokes JR, Telford JH (2004) **Measuring the yield behaviour of structured fluids.** J Nonnewton Fluid Mech 124:137–146.

Taghavi SM, Alba K, Moyers-Gonzalez M, Frigaard IA (2012) **Incomplete fluid-fluid displacement of yield stress fluids in near-horizontal pipes: Experiments and theory.** J Nonnewton Fluid Mech 167–168:59–74.

- Taghipour A, Lund B, Sandvold I, Opedal N, Carlsen I, Ytrehus JD, Skalle P, Saasen A (2012) **Experimental Study of Rheological Properties of Model Drilling Fluids**. Annual Transactions - The Nordic Rheology Society 20:303–310.
- Takamura K, Fischer H, Morrow NR (2012) **Physical properties of aqueous glycerol solutions**. J Pet Sci Eng 98–99:50–60.
- Tarcha BA, Bárbara BP, Soares EJ, Thompson RL (2015) **Critical quantities on the yielding process of waxy crude oils**. Rheol Acta 54:479–499.
- Taylor JR (1997) **An Introduction To Error Analysis: The Study Of Uncertainties In Physical Measurements**, 2 nd ed. University Science Books, Sausalito, California.
- Uhlherr PHT, Guo J, Tiu C, Zhang X-M, Zhou JZ-Q, Fang T-N (2005) **The shear-induced solid–liquid transition in yield stress materials with chemically different structures**. J Nonnewton Fluid Mech 125:101–119.
- Venkatesan R, Östlund JA, Chawla H, Wattana P, Nydén M, Fogler HS (2003) **The effect of Asphaltenes on the Gelation of Waxy Oils**. Energy and Fuels 17:1630–1640.
- Vieira LC (2008) **Estudo do efeito da pressão sobre o fenômeno de cristalização de parafinas de petróleo**. Tese de Doutorado, IMA, Universidade Federal do Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- Vinay G, Wachs A, Agassant JF (2006) **Numerical simulation of weakly compressible Bingham flows: The restart of pipeline flows of waxy crude oils**. J Nonnewton Fluid Mech 136:93–105.
- Vinay G, Wachs A, Frigaard I (2007) **Start-up transients and efficient computation of isothermal waxy crude oil flows**. J Nonnewton Fluid Mech 143:141–156.
- Visintin RFG, Lapasin R, Vignati E, D’Antona P, Lockhart TP (2005) **Rheological behavior and structural interpretation of waxy crude oil gels**. Langmuir 21:6240–6249.
- Wachs A, Vinay G, Frigaard I (2009) **A 1.5D numerical model for the start up of weakly compressible flow of a viscoplastic and thixotropic fluid in pipelines**. J Nonnewton Fluid Mech 159:81–94.
- Wardhaugh LT, Boger D V. (1987) **Measurement of the unique flow properties of waxy crude oils**. Chem. Eng. Res. Des. 65:74–83.
- Webber RM (2001) **Yield Properties of Wax Crystal Structures Formed in Lubricant Mineral Oils**. Ind Eng Chem Res 40:195–203.

APÊNDICE A: CÁLCULO DO DIÂMETRO INTERNO DA TUBULAÇÃO

Neste apêndice é detalhado o cálculo do diâmetro interno médio da tubulação helicoidal. Isso é necessário pois as principais variáveis calculadas, como τ e $\dot{\gamma}$, dependem desse diâmetro, que deve ser preciso para que as grandezas representem bem o problema estudado. Além disso, como será visto no apêndice seguinte, a incerteza experimental desse diâmetro é propagada para essas variáveis, sendo importante para garantir a credibilidade dos resultados.

Inicialmente, foi feita a tentativa de se calcular o diâmetro a partir do volume interno da serpentina, preenchendo-a com água. Porém, as espiras da tubulação são poucos inclinadas, dificultando que todo volume fosse coletado. Sendo assim, utilizando Carbopol® (por ser um gel consistente), uma nova abordagem foi proposta: medir a massa da tubulação com e sem fluido, para então com dados de densidade do fluido e comprimento total da serpentina, calcular o diâmetro médio. O cálculo do diâmetro médio se deu conforme a Equação (A.1):

$$D = \sqrt{\frac{m_{cpl}}{\rho_{cpl}\pi L_{total}}} = \sqrt{\frac{(m_{s+cpl} - m_s)}{\rho_{cpl}\pi L_{total}}} \quad (\text{A.1})$$

na qual m_{cpl} é a massa de Carbopol®, m_{s+cpl} representa a massa da tubulação preenchida somada à de Carbopol®, m_s a massa apenas da tubulação, ρ_{cpl} a densidade do Carbopol® e L_{total} o comprimento total da tubulação. Desta forma, o diâmetro médio calculado foi de 10,0 mm. Na Tabela A.1 são apresentados os valores medidos para cada parâmetro utilizado.

Tabela A.1 – Parâmetros e valores utilizados no cálculo do diâmetro médio

Parâmetro	Valor numérico
Massa da serpentina preenchida por Carbopol® (m_{s+cpl}) [kg]	31,73
Massa da serpentina (m_s) [kg]	25,76
Densidade do Carbopol® (ρ_{cpl}) [kg/m ³]	1000,4
Comprimento total da tubulação (L_{total}) [mm]	50533

APÊNDICE B: VERIFICAÇÃO DO APARATO EXPERIMENTAL

O objetivo deste apêndice é apresentar o controle de temperatura na câmara, certificar as vazões impostas pelas bombas e mostrar o cálculo das incertezas experimentais, evidenciando a confiabilidade do aparato experimental.

B.1 Verificação do controle de temperatura

Os testes de verificação do controle de temperatura são importantes para garantir que a unidade experimental consiga alcançar a temperatura média configurada em um tempo aceitável e com baixas oscilações. Serão apresentadas as curvas de temperatura em função do tempo, partindo da temperatura ambiente até que sejam alcançadas em equilíbrio as temperaturas de teste (5, 25 e 45 °C).

A Figura B.1 apresenta o gráfico de temperatura por tempo para o resfriamento da câmara até a temperatura média de 5 °C, onde são plotadas as medidas dos oito termopares em vermelho e dos três termoresistores em preto (com quadrados). Na Figura B.1 (a) pode-se observar que o sistema de refrigeração levou aproximadamente 50 minutos para ir da temperatura ambiente (~20 °C) até 5 °C, aplicando uma taxa de resfriamento praticamente constante durante este tempo, de aproximadamente 0,3 °C/min. O quadro Figura B.1 (b) mostra os últimos 5 minutos de teste, no qual as temperaturas estão em regime permanente. Nesse período, a temperatura média foi de 5,00 °C, o maior valor medido foi de 5,17 °C, o menor 4,72 °C e o desvio padrão foi de 0,12 °C, confirmando a eficácia do controle de temperatura para o resfriamento.

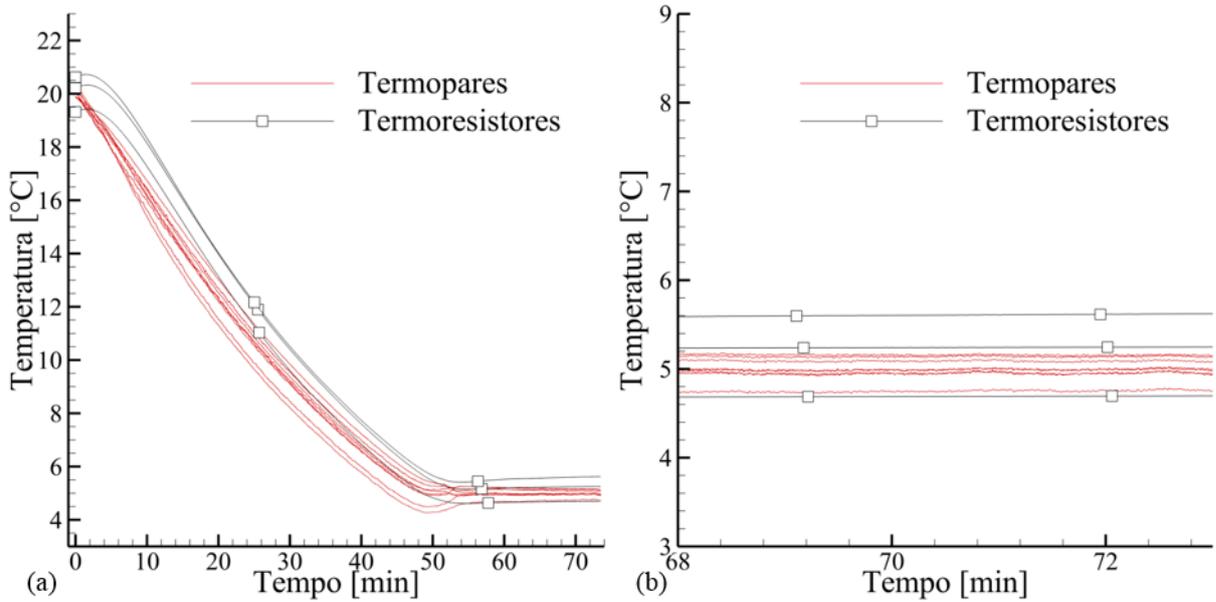


Figura B.1 – Processo de resfriamento até 5 °C: (a) regime transiente; (b) regime permanente.

O aquecimento até a temperatura de 25 °C, na qual a maioria dos testes são realizados, é mostrado na Figura B.2. Na Figura B.2 (a), partindo de 19 °C, nota-se que há um pico de temperatura aos 10 minutos do procedimento, mas após 5 minutos essa temperatura já se estabiliza e aos 20 o valor de teste é atingido, ainda que com pequenas oscilações. No quadro da Figura B.2 (b), já em regime permanente, a média foi de 25,00 °C, o valor máximo de 25,27 °C, o mínimo de 24,79 °C, com um desvio padrão de 0,13 °C, que demonstram bom controle da bancada neste patamar de temperatura.

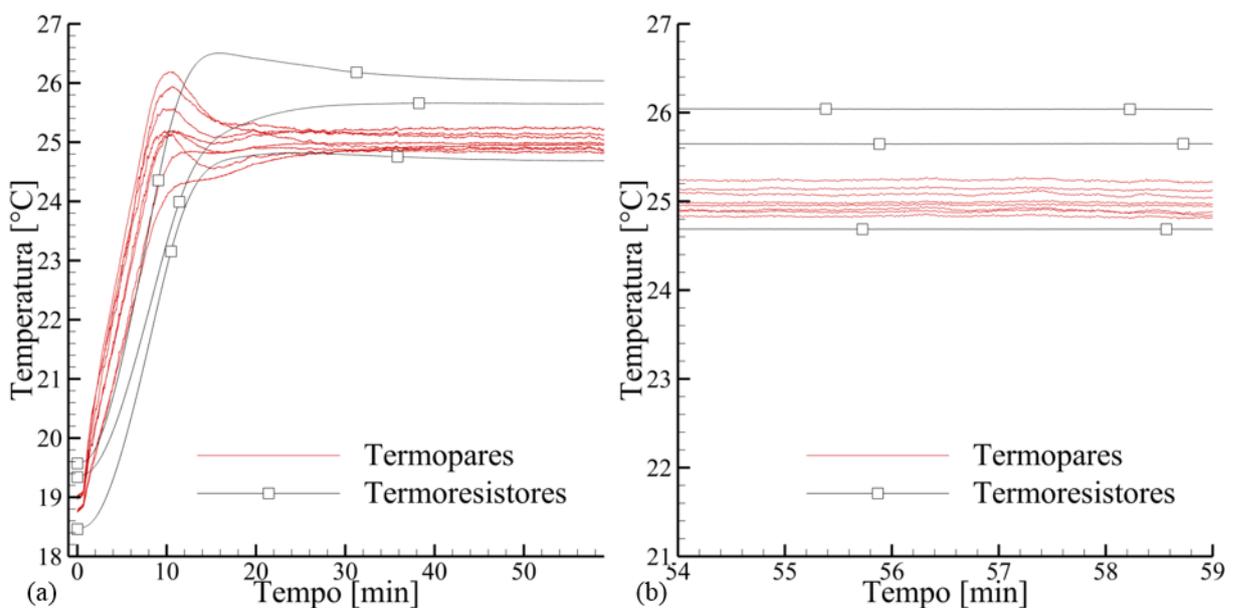


Figura B.2 – Processo de aquecimento até 25 °C: (a) regime transiente; (b) regime permanente.

Por fim, na Figura B.3, têm-se a verificação do controle a 45 °C. Partindo de 17 °C, o sistema de refrigeração demora aproximadamente 50 minutos para estabilizar as temperaturas em 45 °C, com taxa média de 0,63 °C. Neste caso, na Figura B.3 (a), também pode-se notar um pico de temperatura, aos 45 minutos, que logo é ajustado pelo controle PID do processo. No período em regime permanente, mostrado na Figura B.3 (b), as temperaturas de equilíbrio revelam controle razoavelmente satisfatório, pois têm-se uma média de 45,01 °C, com máximo de 45,40 °C, mínimo de 44,43 °C, e desvio padrão de 0,31°C. Por ser uma temperatura tão acima da temperatura ambiente, pode-se considerar que, mesmo apresentando uma alta amplitude nos valores, a unidade experimental controlou com sucesso a temperatura neste patamar.

Portanto, de forma geral, conclui-se que a unidade experimental é capaz de controlar satisfatoriamente temperaturas de 5, 25 e 45 °C na câmara térmica, atingindo esses valores médios com desvio aceitável dentro de um intervalo de tempo conveniente.

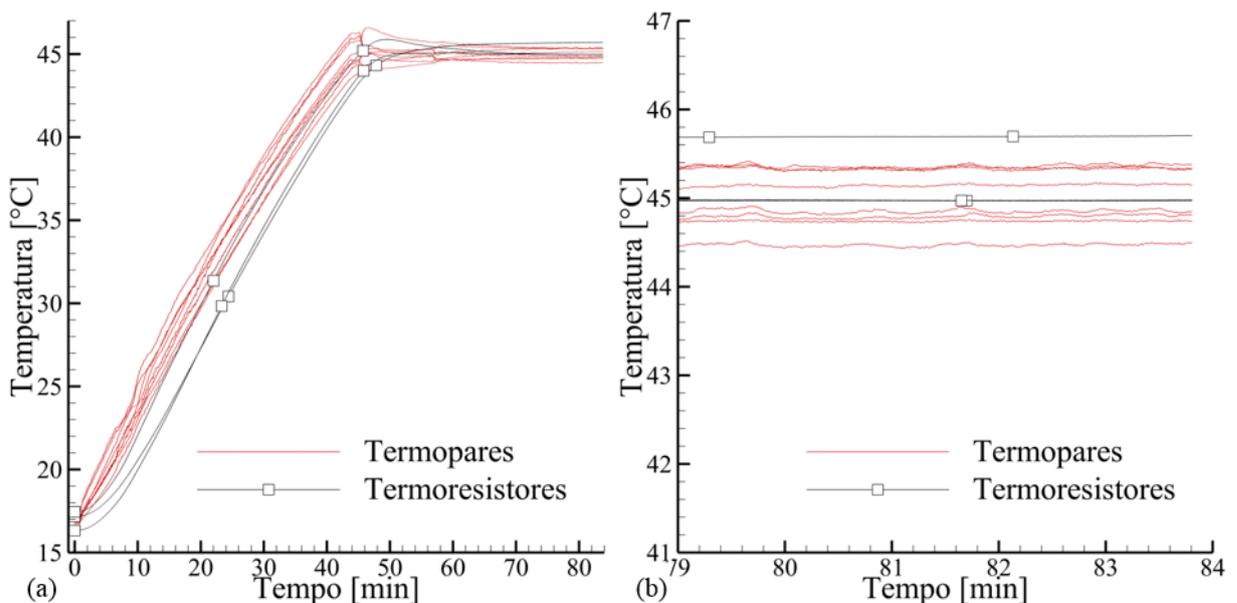


Figura B.3 – Processo de aquecimento até 45 °C: (a) regime transiente; (b) regime permanente.

B.2 Verificação da vazão imposta pelas bombas

Em complemento à constatação do controle de temperaturas foi realizada a verificação das vazões impostas pelas bombas seringa.

As bombas seringa instalados no laboratório, da marca Teledyne ISCO, modelo 500D, são bombas de deslocamento positivo, conhecidas por sua precisão em se tratando de controle

de vazão. Conforme suas especificações, a precisão é de 0,5% da vazão imposta, com uma ampla faixa de vazões de 0,001 a 204 ml/min. Isso faz com que estes equipamentos tenham custo razoavelmente elevado. Ainda assim, por terem ficado ociosas durante as reformas na unidade experimental foi feita a conferência das vazões. Para isso, as bombas foram preenchidas com água e, operando paralelamente, testadas em três vazões: 6,44, 64,4 e 128,8 ml/min. Salienta-se que o procedimento não foi realizado para vazões inferiores à 6,44 ml/min, pois, por serem vazões muito pequenas, requeriam um tempo de coleta muito grande, o que ocasionava a evaporação da amostra coletada.

Na vazão de 6,448 ml/min, recolheu-se fluido em um recipiente durante 2 minutos, pesando a massa de fluido coletado em uma balança analítica. Para as vazões de 64,4 e 128,8 ml/min o fluido foi coletado por apenas 30 segundos. Utilizando a densidade da água como 998 kg/m³ foram realizadas três medidas para cada vazão, utilizando como critério de incerteza o desvio percentual médio. As Equações (B.1) e (B.2) são utilizadas para calcular a vazão medida e o desvio percentual, respectivamente

$$Q_{med} = \frac{m_{med}}{\rho_{\text{água}} \Delta t} \quad (\text{B.1})$$

$$\Delta\%_{vaz} = \frac{|Q_{med} - Q_{bom}|}{Q_{med}} \quad (\text{B.2})$$

nas quais m_{med} é a massa medida, $\rho_{\text{água}}$ a densidade da água, Δt o intervalo de tempo, Q_{med} a vazão medida, Q_{bom} a vazão configurada nas bombas e $\Delta\%_{vaz}$ o desvio percentual. Os valores aferidos em cada repetição e o desvio percentual médio ($\bar{\Delta}\%_{vaz}$) são resumidos na Tabela B.1.

Tabela B.1 – Verificação de vazões da bomba

Q_{bom} [ml/min]	Q_{med1} [ml/min]	Q_{med2} [ml/min]	Q_{med3} [ml/min]	$\bar{\Delta}\%_{vaz}$ [%]
6,44	6,43	6,50	6,38	0,67
64,40	64,66	64,53	64,54	0,27
128,80	129,48	129,65	129,16	0,49

Os valores de desvio percentual médio para 64,4 ml/min e 128,8 estão dentro da faixa de incerteza das bombas, o que não acontece para a vazão de 6,44 ml/min. Ainda assim, pode-se

considerar que as bombas cumprem seu papel e entregam a vazão configurada adequadamente, pois os desvios percentuais calculados são satisfatoriamente pequenos.

B.3 Incertezas experimentais

Segundo Taylor (1997), o termo “erro”, utilizado no contexto científico, representa a incerteza atrelada a toda e qualquer grandeza medida. Essas incertezas, por mais cuidadoso que seja o procedimento, não podem ser completamente eliminadas. Sendo assim, o que se pode fazer é avaliar em que faixa estão situadas.

Erros experimentais são classificadas em dois tipos: sistemáticos e aleatórios. Os erros sistemáticos estão atrelados à precisão do instrumento de medição e não variam de teste para teste. Por sua vez, os erros aleatórios podem variar com cada repetição, sendo detectados por meio de uma análise estatística dos dados (Taylor 1997). Estes erros são causados, por exemplo, por ruídos elétricos atuando no sistema de aquisição ou erro de leitura humana, no caso de instrumentos analógicos. Considerando as duas fontes de erro, o valor da incerteza total de uma variável “ x ” (δx) pode ser calculada pela soma em quadratura dos valores das incertezas sistemática (δx_{sis}) e aleatória (δx_{ale}) (Taylor 1997).

$$\delta x = \sqrt{(\delta x_{sis})^2 + (\delta x_{ale})^2} \quad (\text{B.3})$$

Conforme citado, os erros aleatórios são verificados por meio de análise estatística dos dados. Sendo assim, alguns conceitos como a média aritmética (\bar{x}), desvio padrão (σ_x) e erro padrão ($\bar{\sigma}_x$) de uma variável “ x ” qualquer são apresentados:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^N x_i}{N} \quad (\text{B.4})$$

$$\sigma_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N}} \quad (\text{B.5})$$

$$\bar{\sigma}_x = \frac{\sigma_x}{\sqrt{N}} \quad (\text{B.6})$$

em que N é o total de medidas. Com base nos conceitos mostrados, o erro padrão é adotado como sendo representativo para a incerteza aleatória. Ou seja, a expressão que fornece a melhor estimativa para uma variável que apresenta apenas incertezas aleatórias, seria: $x = \bar{x} \pm \delta x_{ale}$, podendo ser reescrita como: $x = \bar{x} \pm \bar{\sigma}_x$ (Taylor 1997).

A Tabela B.2 traz as incertezas para os parâmetros medidos. O valor da incerteza sistemática foi utilizado como sendo a precisão do instrumento. A incerteza total teve seus valores arredondados conforme o menor número de algarismos significativos. Por isso, em alguns casos, este valor se iguala ao da incerteza sistemática e em outros ao da incerteza aleatória, como é o caso para medições com muito ruído elétrico.

Tabela B.2 – Parâmetros medidos e valores de incerteza experimental

Parâmetro	δx_{sis}	δx_{ale}	δ
Pressão [bar]	0,03	0,01	0,03
Temperatura [°C]	1,00	0,02	1,00
Densidade [kg/m ³]	0,5	3,0	3,0
Massa [kg]	0,01	0,02	0,02

Na Tabela B.2 as incertezas referentes às vazões das bombas e aos comprimentos medidos na serpentina foram ocultadas. A incerteza das bombas por ser dependente da vazão imposta, não tem um valor fixo, sendo 0,5% da vazão configurada. Os comprimentos utilizados no trabalho, por serem longos, foram medidos em trechos. Esses trechos foram aferidos com uma trena de resolução de 2 mm, e portanto, cada parcela tem uma incerteza de 1 mm. Sendo assim, os comprimentos são um parâmetro calculado, com sua incerteza dependendo do total de parcelas utilizadas para o cálculo.

Para avaliar a propagação de incertezas em uma grandeza calculada, considere a grandeza “ q ” função de n variáveis mensuráveis “ a_1, a_2, \dots, a_n ”. Se as incertezas dessas variáveis mensuráveis forem independentes, a incerteza de “ q ” (δq) será (Taylor 1997):

$$\delta q = \sqrt{\left(\frac{\partial q}{\partial a_1} \delta a_1\right)^2 + \left(\frac{\partial q}{\partial a_2} \delta a_2\right)^2 + \dots + \left(\frac{\partial q}{\partial a_n} \delta a_n\right)^2} \quad (\text{B.7})$$

em que $\partial q/\partial a$ é a derivada parcial de “ q ” com relação a uma variável qualquer “ a ” e δa é o valor da incerteza atrelada a essa variável.

Partindo de uma variável simples, como a diferença de pressão entre os transdutores PT1 e PT4, calculada por:

$$\Delta P = P_1 - P_4 \quad (\text{B.8})$$

Que totaliza de 0,04 bar de incerteza, calculada pela Equação (B.9):

$$\delta \Delta P = \sqrt{(\delta P_1)^2 + (-\delta P_4)^2} \quad (\text{B.9})$$

De forma similar para a massa utilizada no cálculo do diâmetro interno, que resulta numa incerteza de 0,03 kg, têm-se as equações:

$$m_{cpl} = m_{s+cpl} - m_s \quad (\text{B.10})$$

$$\delta m_{cpl} = \sqrt{(m_{s+cpl})^2 + (-\delta m_s)^2} \quad (\text{B.11})$$

O comprimento total da serpentina foi calculado pela soma de 163 parcelas, totalizando 13 mm de incerteza. Já a distância de PT1 até PT4 foi contabilizada utilizando a soma de 132 trechos, resultando em 11 mm de incerteza. Sendo assim:

$$\delta L_{total} = \sqrt{163(\delta l)^2} \quad (\text{B.12})$$

$$\delta L_{1-4} = \sqrt{132(\delta l)^2} \quad (\text{B.13})$$

em que δl é a incerteza de medição da trena utilizada.

No caso da temperatura média entre os oito termopares instalados na serpentina, a incerteza calculada se equivale à incerteza de um único termopar (± 1 °C), conforme:

$$\delta \bar{T} = \sqrt{\left(\frac{\delta T_1}{8}\right)^2 + \left(\frac{\delta T_2}{8}\right)^2 + \dots + \left(\frac{\delta T_8}{8}\right)^2} = \sqrt{8\left(\frac{\delta T}{8}\right)^2} = \delta T \quad (\text{B.14})$$

A incerteza calculada para diâmetro médio interno é de aproximadamente 0,04 mm, sendo dada pela expressão:

$$\delta D = \sqrt{\left(\frac{\delta m_{cpl}}{2\sqrt{m_{cpl}\rho_{cpl}\pi L_{total}}}\right)^2 + \left(\frac{-m_{cpl}\delta\rho_{cpl}}{2\rho_{cpl}\sqrt{m_{cpl}\rho_{cpl}\pi L_{total}}}\right)^2 + \left(\frac{-m_{cpl}\delta L_{total}}{2L_{total}\sqrt{m_{cpl}\rho_{cpl}\pi L_{total}}}\right)^2} \quad (\text{B.15})$$

Com base na incerteza calculada do diâmetro, pode-se agora estabelecer a incerteza relativa às tensões de cisalhamento que atuam na parede da tubulação, conforme a Equação (B.16). Neste caso, a incerteza depende também do valor da diferença de pressão (ΔP_{1-4}), que varia para cada caso. Por exemplo, para cada 1 bar de ΔP_{1-4} , a incerteza percentual da tensão na parede ($\delta\tau_w/\tau_w$) é de 4%. Para 5 bar, essa incerteza diminui cinco vezes (0,8%). Ou seja, à medida que os valores de ΔP_{1-4} aumentam, essa incerteza percentual da tensão diminui.

$$\delta\tau_w = \sqrt{\left(\frac{\Delta P_{1-4}\delta D}{4L_{1-4}}\right)^2 + \left(\frac{D\delta\Delta P_{1-4}}{4L_{1-4}}\right)^2 + \left(-\frac{D\Delta P_{1-4}\delta L_{1-4}}{4L_{1-4}^2}\right)^2} \quad (\text{B.16})$$

A taxa de cisalhamento aparente é outra grandeza cuja incerteza deve ser calculada. Como ela é dependente da vazão, da qual têm-se apenas a incerteza percentual, pode-se escrever a seguinte expressão:

$$\frac{\delta\dot{\gamma}_{ap}}{\dot{\gamma}_{ap}} = \sqrt{\left(\frac{\delta Q}{Q}\right)^2 + \left(\frac{-3\delta D}{D}\right)^2} \quad (\text{B.17})$$

que, substituindo os valores, resulta em 1,3%. Por fim, a viscosidade aparente, que depende dos valores de tensão de cisalhamento e taxa aparente. A incerteza da viscosidade aparente pode ser calculada por:

$$\frac{\delta\eta}{\eta} = \sqrt{\left(\frac{\delta\tau_w}{\tau_w}\right)^2 + \left(-\frac{\delta\dot{\gamma}_{ap}}{\dot{\gamma}_{ap}}\right)^2} \quad (\text{B.18})$$

utilizando o mesmo ΔP_{1-4} hipotético de 1 bar, têm-se uma incerteza percentual de 4,2%, que diminui conforme aumenta-se a diferença de pressão medida. A Tabela B.3 resume as incertezas calculadas nesta subseção, em valores absolutos e percentuais (quando aplicáveis). Os valores indicados com asterisco (*) foram calculados com $\Delta P_{1-4} = 1$ bar. Com base nos valores apresentados na Tabela B.3, conclui-se que as maiores incertezas estão relacionadas, a princípio, com os transdutores de pressão. Estas incertezas acabam se sobrepondo sobre as demais, como foi possível notar para a tensão de cisalhamento, em que as incertezas referentes

ao comprimento e ao diâmetro pouco influenciaram no valor final. Como consequência, a incerteza da viscosidade aparente, que depende da tensão e da taxa aparente, também apresentou valores na faixa dos 4%. Sendo assim, desde que os valores de ΔP_{1-4} sejam suficientemente altos, acima de 0,8 bar, pode-se garantir que a incerteza máxima atribuída à unidade experimental ficará em torno de 5%, que é um valor aceitável considerando a complexidade deste aparato.

Tabela B.3 – Parâmetros calculados e valores de incerteza experimental absoluta e percentual

Parâmetro	δx	$\delta x/x$ [%]
Diferença de pressão (ΔP_{1-4}) [bar]	0,04	4,00*
Massa de Carbopol® (m_{cpl}) [kg]	0,03	0,76
Comprimento total da tubulação (L_{total}) [mm]	13	0,03
Comprimento de PT1 a PT4 (L_{1-4}) [mm]	11	0,03
Temperatura média (\bar{T}) [°C]	1,0	-
Diâmetro médio (D) [mm]	0,04 mm	0,40
Tensão de cisalhamento (τ_w) [Pa]	0,23 Pa	4,02*
Taxa de cisalhamento aparente ($\dot{\gamma}_{ap}$) [s ⁻¹]	-	1,30
Viscosidade aparente (η) [Pa.s]	-	4,20*

APÊNDICE C: VERIFICAÇÃO DA INFLUÊNCIA DE FATORES SECUNDÁRIOS NOS RESULTADOS

Por fim, este apêndice traz a verificação da influência da pressão hidrostática e da TLE do Carbopol® nas medições de pressão. Ainda, é feita uma breve investigação da influência da geometria helicoidal da tubulação no escoamento.

C.1 Influência da pressão hidrostática

Conforme pode-se notar Figura 3.2, há um desnível entre os transdutores, visto que a serpentina é instalada com o eixo das espiras na vertical. A diferença de pressão de maior interesse no trabalho é ΔP_{1-4} , e portanto, será calculada a pressão hidrostática entre estes dois transdutores, utilizando glicerina (fluido de maior densidade). A diferença de altura entre esses transdutores foi medida como 25 cm, e a gravidade foi utilizada como sendo $9,8 \text{ m/s}^2$. Sendo assim:

$$\Delta P_{1-4hidro} = \rho_{gli} h_{1-4} g \quad (\text{C.1})$$

em que $\rho_{gli} = 1250 \text{ kg/m}^3$. Com base nesses valores, o valor calculado para a diferença de pressão hidrostática é de 0,03 bar, que é um valor da mesma ordem de incerteza da diferença de pressão entre os transdutores (0,04 bar). Desta forma, conclui-se que a diferença de altura entre os transdutores não influencia significativamente nas medidas de diferença de pressão entre PT1 e PT4.

C.2 Influência da presença de TLE nas medições do transdutor

Neste estudo foi verificado que fluidos que apresentam TLE não transmitem completamente pressão. Portanto, esta seção tem como objetivo estimar até que ponto esta não transmissão da tubulação para o transdutor pode influenciar na medição de pressão. Conforme

mostrado na Figura C.1, que indica um suposto comprimento em que a pressão do interior da tubuação não é transmitida até a membrana do transdutor.

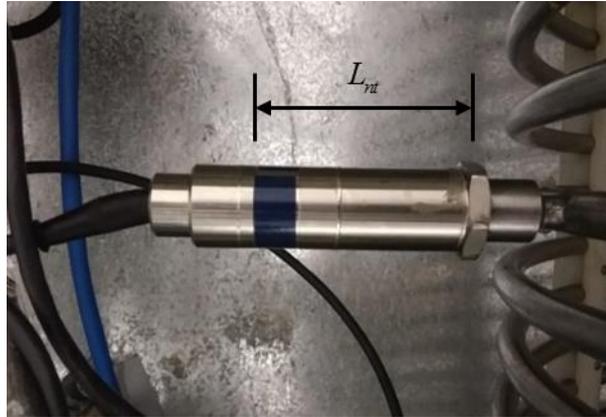


Figura C.1– Transdutor instalado, mostrando comprimento em que supostamente não há transmissão de pressão.

O orifício na ponta do transdutor tem 5 mm de diâmetro. Supondo que este orifício se estenda por 70 mm (L_{nt}), chegando até a membrana do transdutor, pode-se estimar a pressão não transmitida pelo balanço de forças na parede do transdutor, conforme:

$$\Delta P_{nt} = \frac{TLE_{máx} 4L_{nt}}{D_o} \quad (C.2)$$

em que $TLE_{máx}$ é a tensão limite de escoamento do Carbopol® à 5 °C (~ 25,5 Pa), D_o o diâmetro do orifício do transdutor e L_{nt} o comprimento de pressão não transmitida. Utilizando os valores citados, a diferença de pressão não transmitida resulta em 0,01 bar. Como no caso anterior, o valor calculado é inferior ao da incerteza da medida, pode-se concluir que a geometria do transdutor não atrapalha significativamente as leituras de pressão.

C.3 Influência da geometria helicoidal da tubulação

A principal seção de teste, buscando economizar espaço no interior da câmara térmica, foi construída em forma de helicóide. Nessa configuração, uma força centrífuga é imprimida durante todo o escoamento, que em altas vazões, ocasiona um escoamento secundário. Este escoamento secundário pode causar diferenças entre o perfil de velocidades do fluido em dutos helicoidais e o perfil de velocidades do fluido em dutos retos (Ghobadi et al. 2015).

Buscando quantificar a influência desse escoamento secundário, diversas correlações foram desenvolvidas. De forma geral, estas correlações se apresentam como uma razão entre os fatores de atrito do helicóide (f_h) e do tubo reto (f_r), sendo dependentes apenas do número de Dean (De). Esta variável é dependente do número de Reynolds (Re), do diâmetro médio da espira do helicóide (D_{eh}) e do diâmetro interno da tubulação (D), conforme a expressão (Ghobadi et al. 2015):

$$De = \sqrt{\frac{D}{D_{eh}}} Re \quad (C.3)$$

na qual o número de Reynolds é dado por:

$$Re = \frac{4\rho Q}{\pi D \eta} \quad (C.4)$$

O caso em que o número de Reynolds teve o maior valor foi durante os testes para verificação da curva de escoamento da glicerina a 45 °C, com densidade de 1229 kg/m³, viscosidade de 0,18 Pa.s e vazão de 193,2 ml/min. Para o diâmetro interno de 10 mm o valor de Reynolds máximo foi de 2,80, o que gera um número de Dean máximo de 0,32 para um diâmetro de espira de 750 mm. Foram encontradas apenas duas correlações de f_h / f_r , para números de Dean correspondentes, sendo a primeira proposta por Srinivasan et al. (1968):

$$\begin{aligned} \frac{f_h}{f_r} &= 1 \rightarrow De < 30 \\ \frac{f_h}{f_r} &= 0,419De^{0,275} \rightarrow 30 < De < 300 \\ \frac{f_h}{f_r} &= 0,1125De^{0,5} \rightarrow De > 300 \end{aligned} \quad (C.5)$$

que, neste caso retorna a unidade como razão entre os fatores de atrito. A segunda correlação foi proposta por Manlapaz e Churchill (1980):

$$\frac{f_h}{f_r} = \left\{ \left[1 - \frac{0,18}{\left(1 + \frac{1225}{De^2}\right)^{0,5}} \right]^2 + \left(1 + \frac{D}{3D_{eh}}\right)^2 \left(\frac{De}{88,33}\right) \right\}^{0,5} \quad (C.6)$$

que também resulta na unidade como resposta. Sendo assim, por meio de ambas correlações utilizadas, pode-se concluir que as medições feitas no aparato experimental estão no regime laminar, isentas da influência do escoamento secundário causado pela forma helicoidal da tubulação.