

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

ROQUE MARTINS DUARTE JUNIOR

**AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DO REINÍCIO DE ESCOAMENTO DE SOLUÇÃO
AQUOSA DE LAPONITA® RD**

DISSERTAÇÃO

CURITIBA

2020

ROQUE MARTINS DUARTE JUNIOR

**AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DO REINÍCIO DE ESCOAMENTO DE SOLUÇÃO
AQUOSA DE LAPONITA® RD**

DISSERTAÇÃO

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

Orientador: Prof. Cezar Otaviano Ribeiro Negrão, Ph.D.

Co-orientador: Prof. Eduardo Matos Germer, Dr.

Co-orientador: Tainan Gabardo dos Santos, Ms.

CURITIBA

2020

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

Duarte Junior, Roque Martins

Avaliação Experimental do reinício de escoamento de solução aquosa de Laponita® RD [recurso eletrônico] / Roque Martins Duarte Junior. -- 2020.

1 arquivo texto (117 f.) : PDF ; 20,1 MB.

Modo de acesso: World Wide Web

Título extraído da tela de título (visualizado em 1 jun. 2020)

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, 2020

Bibliografia: f. 98-103.

1. Engenharia mecânica - Dissertações. 2. Engenharia do petróleo. 3. Indústria petrolífera. 4. Petróleo - Transporte. 5. Nanocompósitos (Materiais). 6. Materiais compostos. I. Negrão, Cezar Otaviano Ribeiro. II. Germer, Eduardo Matos. III. Santos, Tainan Gabardo Miranda dos. IV. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais. V. Título.

CDD: Ed. 23 – 620.1

Biblioteca Central da UTFPR, Câmpus Curitiba

Bibliotecário: Adriano Lopes CRB-9/1429

TERMO DE APROVAÇÃO DE DISSERTAÇÃO Nº 383

A Dissertação de Mestrado intitulada: **Avaliação Experimental do reinício de escoamento de solução aquosa de Laponita® RD**, defendida em sessão pública pelo Candidato **Roque Martins Duarte Junior**, no dia 31 de março 2020, foi julgada para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica E De Materiais, área de concentração: Engenharia Térmica, linha de pesquisa: Mecânica dos Fluidos, e aprovada em sua forma final, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica E De Materiais.

BANCA EXAMINADORA:

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

Prof. Dr. Admilson Teixeira Franco - UTFPR

Dr. Diogo Elias da Vinha Andrade - 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, **31 de março 2020**.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente à minha família, especialmente aos meus pais, Roque e Eliane, pelo amor, dedicação e perseverança. Minha irmã, Aline, pela amizade e inspiração.

Ao prof. Cezar Negrão pelos ensinamentos, orientação, confiança, competência e profissionalismo. Ao prof. Eduardo Germer pela orientação, incentivo e suporte.

Aos engenheiros pesquisadores, técnicos e alunos de IC do CERNN pelo auxílio direto e indireto na realização deste trabalho, especialmente ao Tainan, Lucas, Esther, Giovani, Fábio, Flávia, Diogo e Nézia.

Aos meus amigos de Curitiba que sempre estiveram presentes, garantindo momentos de diversão e alegria durante as etapas difíceis.

À UTFPR pela formação e, ao CERNN pela estrutura fornecida para realização deste trabalho. À Petrobras pelo suporte financeiro durante os anos de pesquisa.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior -Brasil (CAPES).

“Nenhuma grande descoberta jamais foi feita sem um palpite ousado”.

(Isaac Newton)

RESUMO

Durante a produção *offshore*, os reservatórios de petróleo podem alcançar até 7.000 metros de profundidade em relação à superfície do mar. A pressão e a temperatura do petróleo nessas condições podem atingir valores de 100 MPa e 150 °C, respectivamente, enquanto o leito marinho encontra-se a aproximadamente a 4 °C. Durante a produção e o transporte de petróleo até a costa, que ocorre através de oleodutos, o petróleo fica sujeito a altos gradientes de temperatura. A diferença de temperatura causa o resfriamento do óleo, provocando a cristalização dos cristais de parafina, o que pode acarretar na gelificação do óleo na tubulação. O óleo gelificado apresenta comportamento não newtoniano como viscoplasticidade, elasticidade, dependência temporal e do histórico de cisalhamento. Para reiniciar o escoamento do material gelificado é necessário impor pressões superiores às pressões utilizadas na produção, e se forem muito elevadas podem danificar as tubulações e causar problemas econômicos e ambientais. Compreender a influência das variáveis reológicas durante o reinício é tarefa difícil devido a complexidade do petróleo. Portanto com o objetivo de investigar experimentalmente a influência da dependência temporal (tixotropia) sobre o fenômeno de reinício de escoamento foi utilizado um material tixotrópico, que consiste numa solução aquosa de Laponita[®] RD com concentração de 2% em massa. Para avaliar o comportamento do material foram realizados os ensaios de curva de escoamento, patamares com imposição de vazão e pressão, reinício de escoamento com imposição de vazão, com aplicação de diferentes tempos de repouso e de visualização. Os ensaios foram realizados na unidade experimental composta por uma longa tubulação helicoidal (serpentina), inserida numa câmara térmica isolada. Por meio da curva de escoamento foi possível caracterizar o comportamento reológico de fluido viscoplástico no regime permanente. No teste de patamares de vazão foi confirmado a dependência no histórico de cisalhamento do material. Posteriormente, no reinício com imposição de vazão com diferentes tempos de repouso foi demonstrado que o aumento do tempo de repouso atrasa o reinício e aumenta os picos de pressões atingidos. Nos ensaios de reinício com imposição de vazão com visualização e patamares com imposição de pressão foi verificado que a mínima tensão que o material escoar é próxima à tensão limite de escoamento (TLE) obtida através da curva de escoamento. Por fim, foi constatado que o aumento do tempo de repouso e do envelhecimento da Laponita[®] induziu o surgimento de quebras parciais da estrutura gelificada durante o teste de reinício de escoamento.

Palavras-chave: Laponita[®], reinício de escoamento, tixotropia, unidade experimental.

ABSTRACT

During crude oil production, oil reservoirs can reach up to 7,000 meters of depth. The oil pressure and temperature in these conditions can reach up values of 100 MPa and 150 °C, respectively, while the seabed is approximately at 4 °C. Thus, during the production and transportation of crude oil from these reservoirs to the shore, which occurs through pipelines, the oil is subject to high temperature gradients. This temperature difference causes the oil to cool down, causing the crystallization of the paraffin crystals and, consequently, the oil gels in the pipeline. Under these conditions, the oil has a non-Newtonian behavior such as viscoplasticity, elasticity, temporal and shear history dependence. In order to restart the flow of the gelled material, it is necessary to impose higher pressures than the ones used during production. If the pressures are too high, the pipelines may be damaged causing economic and environmental problems. Understanding the influence of each rheological parameter during the startup is a difficult task due to the complexity of the oil. Therefore, in order to experimentally investigate the influence of the time dependence (thixotropy) on the flow startup phenomenon, it was used a model thixotropic material, which consists in an aqueous solution of Laponite[®] RD with a concentration of 2 wt%. To evaluate the material behavior the following tests were performed: flow curve, flow rate and pressure steps, flow startup with different resting times and visualization by flow rate imposition. The tests were carried out in a laboratory-scale flow loop with a long helical pipeline placed in a thermally insulated chamber. Through the flow curve it was possible to characterize the rheological behavior of a shear thinning yield-stress fluid in the steady-state regime. The flow rate steps test confirmed the dependence on the shear history of the material. Besides that, the flow startup demonstrated that the increase in the resting time delays the restart and increases the overshoot pressure reached. In the flow startup test with visualization and in the pressure steps, it was verified that the minimum stress that the material flows is similar to the yield-stress obtained through the flow curve. Finally, it was observed that an increase in the resting time and aging of Laponite[®] induced the appearance of partial breaking in the gelled structure during the flow startup tests.

Keywords: flow startup, laboratory-scale flow loop, Laponite[®], thixotropy.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1 – Representação de plataformas marítimas offshore. | 20 |
| Figura 2 – Ilustração da deposição de parafina na tubulação durante o transporte de petróleo da bacia para a superfície. | 21 |
| Figura 3 – Comportamento das curvas de escoamento para fluido newtoniano e fluidos newtonianos generalizados. | 26 |
| Figura 4 – Distinção entre as respostas de tensão para diferentes materiais devido à redução súbita da taxa de deformação. a) redução da taxa de deformação; b) material viscoelástico; c) material tixotrópico inelástico; e d) material viscoelástico tixotrópico. | 28 |
| Figura 5 – Comportamento da resposta da tensão de cisalhamento no teste de reinício com imposição de taxa de deformação constante. | 29 |
| Figura 6 – Comparação entre os perfis de velocidades utilizando reômetro. Considerando no reômetro o escoamento a) homogêneo e b) com bandas de cisalhamento. | 31 |
| Figura 7 – Componentes da unidade experimental do CERNN. | 42 |
| Figura 8 – Representação esquemática da unidade experimental. | 43 |
| Figura 9 – Linha de desvio composta pelo calipar e válvula V5. | 45 |
| Figura 10 – Resistências elétricas e ventiladores da evaporadora. | 46 |
| Figura 11 – Unidade condensadora. | 47 |
| Figura 12 – Termopar adesivo na serpentina. | 48 |
| Figura 13 – Transdutor de pressão P3 Industrial Class de 20 bar da fabricante HBM. | 48 |
| Figura 14 – Interface do software LabVIEW. | 50 |
| Figura 15 – Sequência das sub-etapas dos pré-testes A e B. | 56 |
| Figura 16 – Esquema de configuração para: os pré-testes, os testes de curva de escoamento, o reinício de escoamento com imposição de vazão com diferentes tempos de repouso, patamares por imposição de vazão e patamares por imposição de pressão. A linha representa locais em que há escoamento do fluido, ea linha tracejada onde não há escoamento. | 58 |
| Figura 17 – Mangueira acoplada a conexão “T” para permitir a visualização do reinício do escoamento. | 64 |

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 18 – Ilustração do teste de reinício de escoamento por imposição de vazão com visualização. a) Material na serpentina não escoo; b) Material da serpentina escoo. A linha contínua representa onde há escoamento do fluido, e a linha tracejada onde não há escoamento. | 65 |
| Figura 19 – Evolução da viscosidade aparente da Laponita® desde a formulação no dia 26/02/2019. a) Amostra de Laponita® avaliada por 210 dias. Neste período foram realizadas duas baterias de testes, a primeira indicada pela b) Laponita A e a segunda pela c) Laponita B. | 68 |
| Figura 20 – Curva de escoamento da amostra de Laponita A obtida no reômetro e na unidade experimental no dia 28/05/2019. As barras indicam o desvio padrão das triplicatas dos ensaios. | 70 |
| Figura 21 – Curva de escoamento da amostra da Laponita B realizada no reômetro e na unidade experimental no dia 31/07/2019. A curva de escoamento é dividida em três (I, II e III) regiões de escoamento distintas para a unidade experimental e duas (i e ii) para o reômetro. As linhas que interligam os pontos experimentais são exibidas somente para indicar o comportamento das curvas, e não representam nenhum ajuste. | 71 |
| Figura 22 – Comparação entre os patamares de imposição de vazão de 64,4 – 193,2 – 64,4 ml/min com 30 s de repouso. São apresentados quatro curvas que foram obtidas ao longo de seus meses. | 74 |
| Figura 23 – Evolução da pressão medida nos quatro transdutores P1, P2, P3 e P4 na serpentina no dia 11/06/2019. a) Patamar de imposição de vazão de 64,4 – 193,2 – 64,4 ml/min; b) <i>Zoom</i> dos primeiros 13 s de teste. | 75 |
| Figura 24 – Evolução da distribuição de pressões no regime transiente até o permanente medidas nos quatro transdutores da serpentina. a) Perfil de pressão ao longo da serpentina; b) Regime transiente do primeiro nível (64,4 ml/min) do patamar de 64,4 – 193,2 – 64,4 ml/min. | 76 |
| Figura 25 – Distribuição de pressões ao longo do comprimento da serpentina durante a pressurização da solução de Carbopol a 3 bar, 5°C. | 77 |
| Figura 26 – Patamares de vazão A, B e C apresentados a partir do transdutor P1. a) Comparação entre os resultados dos patamares; b) Picos de pressão correspondente à vazão volumétrica de 193,2 ml/min dos três patamares. | 78 |
| Figura 27 – Variação da viscosidade aparente em regime permanente em relação à taxa de deformação aparente. | 79 |
| Figura 28 – Patamar de descida por imposição de pressão de 6,7 a 3,7 bar. a) Curvas de pressão dos cinco transdutores de pressão; b) Curva de tensão de cisalhamento entre P1 e P4. | 81 |

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figura 29 – Pressão em função do comprimento ao longo da serpentina, para diferentes níveis de pressão. | 82 |
| Figura 30 – Evolução das curvas de pressões no reinício de escoamento da Laponita A com 30 s de repouso para vazão volumétrica de: a) 6,44 ml/min; e b) 64,4 ml/min. | 83 |
| Figura 31 – Evolução das curvas de pressões no reinício de escoamento da Laponita B com 30 s de repouso para vazão volumétrica de: a) 6,44 ml/min; e b) 64,4 ml/min. | 84 |
| Figura 32 – Influência da imposição de diferentes vazões volumétricas sobre as pressões no regime transiente e permanente. As curvas de pressões são referentes ao transdutor 1 (P1) somente. Ensaio dos testes com as amostras de a) Laponita A; e b) Laponita B. | 85 |
| Figura 33 – Influência de diferentes tempos de repouso sobre as pressões na região transiente da Laponita A. Ensaio com vazão de: a) 6,44 ml/min; b) 64,4 ml/min. As curvas de pressão são referentes somente ao transdutor P1. | 87 |
| Figura 34 – Influência de diferentes tempos de repouso sobre as pressões na região transiente da Laponita B. Ensaio com vazão de: a) 6,44 ml/min; b) 64,4 ml/min. As curvas de pressão são referentes somente ao transdutor P1. | 88 |
| Figura 35 – Comportamento das pressões durante o reinício de escoamento com tempo de repouso de 30 min e 1 hora utilizando a Laponita B para vazão volumétrica de a) 6,44 ml/min; b) 64,4 ml/min. | 89 |
| Figura 36 – Reinício de escoamento por visualização por imposição de vazão volumétrica para 32,2 e 35,42 ml/min. a) Evolução das pressões nos quatro transdutores P1, P2, P3 e P4; b) Evolução da tensão de cisalhamento entre P1 e P4. | 91 |
| Figura 37 – Imagens do reinício de escoamento para a vazão volumétrica de 35,42 ml/min. a) Volume no início do teste quando a bomba é acionada; b) Fluido se deslocando no regime permanente; c) Deslocamento de 4 mm; d) Deslocamento de 10 mm; e) Deslocamento de 28 mm; f) Vazamento de fluido fora da mangueira. | 92 |
| Figura 38 – Distribuição de temperatura ($T=25\text{ }^{\circ}\text{C}$) dos termopares e termoresistores dentro da unidade experimental durante cisalhamento da amostra na vazão volumétrica de 0,064 ml/min. | 110 |
| Figura 39 – Comportamento das tensões de cisalhamento da curva de escoamento da 1ª bateria (Laponita A) de testes obtidos para: a) Reômetro; b) Unidade experimental. | 114 |

Figura 40 – Comparação da tensão de cisalhamento. a) Reômetro taxa de 5 s^{-1} e aparato experimental de $3,5 \text{ s}^{-1}$; b) Reômetro taxa de 100 s^{-1} e aparato experimental de $103,3 \text{ s}^{-1}$116

Figura 41 – Comportamento das tensões de cisalhamento da curva de escoamento da 2ª bateria (Laponita B) de testes obtidos para: a) Reômetro; b) Unidade experimental.....117

LISTA DE TABELAS

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tabela 1 – Dimensão da tubulação helicoidal | 44 |
| Tabela 2 – Incertezas medidas e calculadas da unidade experimental | 51 |
| Tabela 3 – Vazões com as respectivas taxas de deformação aparente. | 60 |
| Tabela 4 – Testes de patamares de imposição de vazão..... | 61 |
| Tabela 5 – Testes de patamares de descida por imposição de pressão..... | 62 |
| Tabela 6 – Testes de reinício de escoamento com imposição de vazão com diferentes tempos de repouso. | 63 |
| Tabela 7 – Descrição dos objetivos dos testes..... | 66 |
| Tabela 8 – Constantes do Ajuste de Herschel-Bulkley. | 70 |
| Tabela 9 – Magnitude das pressões de pico e do tempo para o pico ocorrer | 85 |
| Tabela 10 – Magnitude das pressões de pico e de regime permanente com o tempo do pico. | 89 |
| Tabela 11 – Parâmetros do cálculo do diâmetro médio..... | 104 |
| Tabela 12 – Incertezas das variáveis. | 106 |
| Tabela 13 – Incertezas total e percentual..... | 109 |
| Tabela 14 – Comportamento das tensões de cisalhamento nos instrumentos experimentais..... | 115 |

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolos romanos:

| | | |
|---------------|-------------------------------------------------------------|----------------------|
| h_{1-4} | Altura entre transdutor 1 e 4 | [m] |
| L | Comprimento | [m] |
| L_{total} | Comprimento total da serpentina | [m] |
| L_{1-4} | Comprimento entre transdutor 1 e 4 | [m] |
| D | Diâmetro | [m] |
| $D_{med-hel}$ | Diâmetro médio de uma helicoide da serpentina | [m] |
| r | Direção radial | [m] |
| f_{hel} | Fator de atrito na tubulação helicoidal | [-] |
| f_{reto} | Fator de atrito na tubulação reta | [-] |
| g | Gravidade | [m/s ²] |
| m | Índice de consistência | [Pa.s ⁿ] |
| n | Índice de lei de potência | [-] |
| D_n | Número de Dean | [-] |
| m_s | Massa da serpentina | [kg] |
| m_{s+lap} | Massa da serpentina preenchida com Laponita [®] RD | [kg] |
| G | Módulo de elasticidade | [Pa] |
| \bar{y} | Média aritmética | [-] |
| P | Pressão | [bar] |
| T | Temperatura | [°C] |
| \bar{T} | Temperatura média | [°C] |
| t | Tempo | [s] |
| t_{rep} | Tempo de repouso | [s] |
| Q | Vazão volumétrica | [m ³ /s] |
| V_x | Velocidade na direção x | [m/s] |

Símbolos gregos:

| | | |
|------------------|-----------------------------------------|-------|
| ΔP | Diferença de pressão | [bar] |
| ΔP_{min} | Diferença de pressão mínima de reinício | [bar] |

| | | |
|----------------------|----------------------------------------------|----------------------|
| σ | Desvio padrão | [-] |
| $\bar{\sigma}$ | Erro padrão | [-] |
| δ_x | Incerteza de uma variável x | [-] |
| δ_x / x | Incerteza percentual de uma variável x | [%] |
| ρ | Massa específica | [kg/m ³] |
| ρ_{lap} | Massa específica da Laponita [®] | [kg/m ³] |
| $\dot{\gamma}$ | Taxa de deformação | [s ⁻¹] |
| $\dot{\gamma}_{ap}$ | Taxa de deformação aparente | [s ⁻¹] |
| $\dot{\gamma}_{w-r}$ | Taxa de deformação de Weissenberg-Rabinovith | [s ⁻¹] |
| τ | Tensão de cisalhamento | [Pa] |
| τ_w | Tensão de cisalhamento na parede | [Pa] |
| τ_0 | Tensão limite de escoamento | [Pa] |
| $\dot{\gamma}$ | Tensor taxa de deformação | [s ⁻¹] |
| τ | Tensor tensão | [Pa] |
| η_{ap} | Viscosidade aparente | [Pa.s] |
| μ | Viscosidade dinâmica | [Pa.s] |
| μ_0 | Viscosidade plástica | [Pa.s] |

LISTA DE SIGLAS

| | |
|-------|----------------------------------------------------------|
| CERNN | Centro de Pesquisa em Reologia e Fluidos Não Newtonianos |
| CTL | Controlador das bombas |
| FNG | Fluido newtoniano generalizado |
| HB | Herschel-Bulkley |
| RP | Regime permanente |
| TIAC | Temperatura inicial de aparecimento de cristal |
| TLE | Tensão limite de escoamento |
| PIV | Velocimetria por imagem de partículas |

SUMÁRIO

| | | |
|----------|----------------------------------------------------------------|-----------|
| 1 | INTRODUÇÃO | 19 |
| 1.1 | CONTEXTO | 19 |
| 1.2 | DESCRIÇÃO DO PROBLEMA | 20 |
| 1.3 | OBJETIVOS | 22 |
| 1.4 | ESTRUTURA DO TRABALHO | 23 |
| 2 | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 24 |
| 2.1 | FLUIDOS NÃO NEWTONIANOS | 24 |
| 2.1.2 | Tixotropia | 27 |
| 2.1.3 | Bandas de Cisalhamento | 29 |
| 2.2 | REVISÃO DA LITERATURA | 31 |
| 2.2.1 | Simulação Numérica | 32 |
| 2.2.2 | Estudos Experimentais | 34 |
| 2.2.2.1 | Petróleo e óleo formulado | 35 |
| 2.2.2.2 | Laponita [®] RD | 37 |
| 2.3 | OBJETIVOS ESPECÍFICOS | 39 |
| 2.4 | SÍNTESE DO CAPÍTULO | 39 |
| 3 | DESCRIÇÃO DA UNIDADE EXPERIMENTAL | 41 |
| 3.1 | SISTEMAS DA UNIDADE EXPERIMENTAL | 41 |
| 3.1.1 | Sistema Hidráulico | 41 |
| 3.1.2 | Sistema de Refrigeração e Aquecimento | 46 |
| 3.1.3 | Sistema de Controle e Aquisição de Dados | 47 |
| 3.2 | INCERTEZAS EXPERIMENTAIS MEDIDAS E CALCULADAS | 51 |
| 3.3 | VERIFICAÇÃO DA UNIDADE EXPERIMENTAL | 52 |
| 3.4 | SÍNTESE DO CAPÍTULO | 52 |
| 4 | MATERIAIS E MÉTODOS | 54 |
| 4.1 | FLUIDO DE TRABALHO | 54 |
| 4.2 | TESTES EXPERIMENTAIS | 55 |
| 4.2.1 | Evolução da Viscosidade Aparente da Laponita [®] RD | 56 |
| 4.2.2 | Curva de Escoamento | 58 |
| 4.2.2.1 | Reômetro | 59 |
| 4.2.2.2 | Unidade experimental | 59 |
| 4.2.3 | Patamares de Subida e Descida por Imposição de Vazão | 60 |
| 4.2.4 | Patamares de Descida por Imposição de Pressão | 61 |
| 4.2.5 | Reinício de Escoamento por Imposição de Vazão | 62 |
| 4.2.6 | Reinício de Escoamento por Imposição de Vazão com Visualização | 63 |
| 4.3 | SÍNTESE DO CAPÍTULO | 65 |
| 5 | RESULTADOS | 67 |
| 5.1 | EVOLUÇÃO DA VISCOSIDADE APARENTE | 67 |

| | | |
|----------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 5.2 | CURVA DE ESCOAMENTO | 69 |
| 5.3 | PATAMARES DE VAZÃO | 72 |
| 5.4 | PATAMARES DE PRESSÃO | 80 |
| 5.5 | REINÍCIO DE ESCOAMENTO POR IMPOSIÇÃO DE VAZÃO | 82 |
| 5.5.1 | Reinício de escoamento com e sem quebra parcial da estrutura | 82 |
| 5.5.2 | Reinício de escoamento com diferentes vazões volumétricas | 84 |
| 5.5.3 | Reinício de escoamento com diferentes tempos de repouso | 87 |
| 5.5.4 | Reinício de escoamento por imposição de vazão com visualização | 90 |
| 5.6 | SÍNTESE DO CAPÍTULO | 93 |
| 6 | CONSIDERAÇÕES FINAIS | 95 |
| 6.1 | SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS | 96 |
| | REFERÊNCIAS | 98 |
| | APÊNDICE A – CÁLCULO DO DIÂMETRO INTERNO DA TUBULAÇÃO | 104 |
| | APÊNDICE B – PROPAGAÇÃO DE INCERTEZAS | 105 |
| | APÊNDICE C – ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DE FATORES SECUNDÁRIOS NOS RESULTADOS EXPERIMENTAIS | 110 |
| C.1 | CONTROLE DE TEMPERATURA DENTRO DA UNIDADE EXPERIMENTAL | 110 |
| C.2 | INFLUÊNCIA DA PRESSÃO HIDROSTÁTICA | 111 |
| C.3 | INFLUÊNCIA DA GEOMETRIA HELICOIDAL SOBRE O ESCOAMENTO | 111 |
| | APÊNDICE D – COMPARAÇÃO ENTRE AS CURVAS DE TENSÕES QUE COMPÕEM AS CURVAS DE ESCOAMENTO | 113 |

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONTEXTO

O petróleo é um recurso energético não renovável muito difundido na sociedade, sendo importante nos setores de transportes e indústria, além de ser matéria prima para fabricação de plásticos, solventes, fertilizantes, borrachas sintéticas, entre outros (Petrobras, 2017). A nível mundial é esperado que derivados de petróleo e gás natural atendam 80% da demanda energética mundial na próxima década (IEA, 2017). No Brasil, entre 1970 e 2015, o petróleo supriu mais de 25% da oferta interna de energia, o que mostra a importância desse produto para a população (IEA, 2016).

A busca por novas reservas de petróleo fez com que a exploração *offshore*¹ alcançasse águas cada vez mais profundas. Sandrae e Sandrae (2007) argumentam que a produção de petróleo em águas profundas (400 – 1500 m) e ultraprofundas (>1500 m) tem aumentado, como consequência da diminuição de produção em águas rasas. De acordo com o relatório de produção de petróleo da ANP (2019) de setembro, a produção de petróleo *offshore* foi responsável por aproximadamente 96,5% de toda produção do Brasil naquele mês. Há ainda tendência para os próximos anos que a produção em águas profundas e ultraprofundas atenda a maior parte da demanda energética e isto deve-se às recentes descobertas de petróleo em campos *offshore* que correspondem a cerca de 150 milhões de barris de óleo, enquanto que nas reservas *onshore* correspondem a somente 25 milhões de barris (Chala *et al.*, 2018).

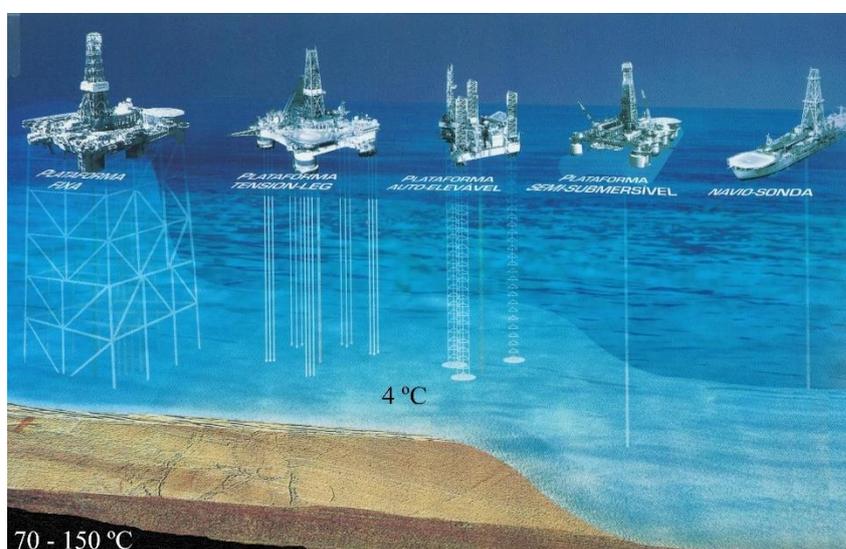
A exploração em águas ultraprofundas ampliou a produção de petróleo de modo não convencional, e como consequência aumentou a produção de petróleo parafínico (Li *et al.*, 2015), ou seja, petróleo cuja composição possui predominância de parafina. Calcula-se que das reservas mundiais de petróleo cerca de 20% seja petróleo parafínico (Kumar *et al.*, 2015). Zílio e Pinto (2002) estimam que a composição do petróleo brasileiro pode ser de até 90% de parafina. Devido ao elevado conteúdo de parafina na composição, o transporte de petróleo parafínico no leito do oceano é tarefa desafiadora e custosa. Sabe-se que as parafinas de alto peso molecular, i.e., n-parafina com cadeia linear e iso-parafina com cadeia ramificada são uma das principais responsáveis por problemas de garantia de escoamento encontradas durante a produção e transporte desse tipo de petróleo (de Souza-Mendes e Thompson, 2012).

¹ Os termos *offshore* e *onshore* são relacionados as atividades (prospecção, perfuração e exploração) de exploração petrolífera que ocorrem em alto mar e em terra, respectivamente.

1.2 DESCRIÇÃO DO PROBLEMA

A camada do pré-sal no litoral do Brasil se estende de Santa Catarina ao Espírito Santo, com até 200 quilômetros de largura, e profundidade de até mais de 7.000 metros em relação à superfície do mar (Pré-sal Petróleo, 2017). Os reservatórios do pré-sal alcançam elevadas temperaturas, na faixa de 70 a 150 °C, e pressões, de 50 a 100 MPa. Por outro lado, as tubulações que transportam o petróleo dos poços ficam imersas no leito marinho, com temperatura de aproximadamente 4 °C (Venkatesan *et al.*, 2005). A Figura 1 mostra a representação de diferentes plataformas *offshore* em alto mar, com destaque para as temperaturas no leito do mar e no poço de petróleo.

Figura 1 – Representação de plataformas marítimas offshore.



Adaptado de Petrobras (2017).

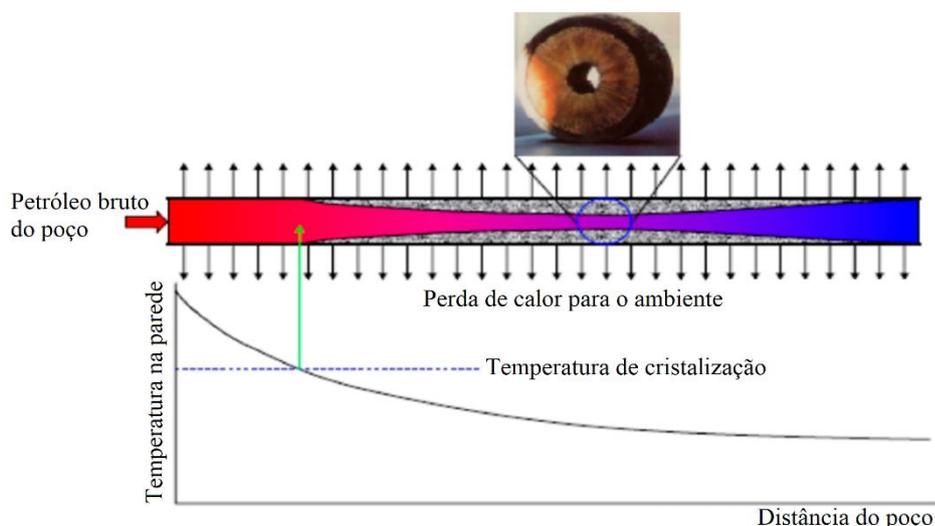
Devido à troca de calor no leito marítimo, a temperatura do petróleo transportado se reduz, e conseqüentemente, ocorre drástica diminuição da solubilidade dos hidrocarbonetos presentes no óleo. Durante o resfriamento na linha de produção, o petróleo passa pelas seguintes mudanças: precipitação de parafina, deposição de parafina na parede da tubulação e gelificação (Chala *et al.*, 2018). A precipitação inicia quando o petróleo atinge temperatura inferior à temperatura de cristalização². A contínua precipitação provoca a deposição de parafina ao longo das paredes da tubulação, que pode resultar no bloqueio total do oleoduto caso o processo de deposição não seja controlado, ou eliminado através da limpeza da linha pela utilização de *pig*, por exemplo.

Na Figura 2 está ilustrado a deposição de parafina ao longo de um oleoduto, indicando o início da deposição quando a temperatura da parede está abaixo da temperatura de cristalização do

² Temperatura de cristalização é a temperatura em que se inicia a precipitação de cristais de parafina no petróleo parafínico (Andrade, 2017).

petróleo. Nestas condições, o comportamento do fluido muda de newtoniano para não newtoniano (Venkatesan *et al.*, 2005), aumentando a viscosidade do petróleo. Isso foi corroborado por Andrade (2015), que relatou o aumento de cem vezes na viscosidade de uma amostra de petróleo brasileiro, conforme a temperatura foi reduzida de valores acima da cristalização até 4 °C. Além disso, o acúmulo de cristais de parafina sobre a superfície interna dos oleodutos reduz a área útil da tubulação, ocasionando incremento na perda de carga e a diminuição da produção de petróleo.

Figura 2 – Ilustração da deposição de parafina na tubulação durante o transporte de petróleo da bacia para a superfície.



Adaptado de Lee *et al.* (2008).

Outro inconveniente da combinação das parafinas e de baixas temperaturas é a gelificação do petróleo dentro da tubulação. Esse processo é caracterizado pela estruturação dos cristais para a formação do óleo gelificado, e pode ocorrer em eventuais paradas de produção de petróleo. Destaca-se que para o petróleo gelificar basta a concentração de 0,5% em massa de parafina precipitada no óleo (Yao *et al.*, 2016).

Para desestruturar o petróleo gelificado e reiniciar o escoamento é necessário impor elevadas pressões de bombeio (Magda *et al.*, 2013), que são superiores às pressões usuais de operação. A aplicação de uma pressão muito elevada pode danificar a tubulação, e causar vazamentos de petróleo e possíveis problemas ambientais (e.g. contaminação de oceano e destruição da fauna marinha). Vale ressaltar que o alto investimento requerido para utilização de tubulações mais robustas pode inviabilizar projetos (Fossen *et al.*, 2013). Dessa forma, é importante compreender as variáveis reológicas que influenciam no processo de reinício de escoamento para estimar adequadamente a magnitude das pressões requeridas nesse processo.

Além disso, o óleo gelificado exhibe várias características não newtonianas, como: viscoplasticidade, elasticidade, e comportamento dependente do tempo, dos históricos térmico e de cisalhamento (Tarcha *et al.*, 2015). A intensidade dessas características dependem da composição, peso molecular, quantidade de parafina e asfalto presentes na estrutura gelificada, e ainda de aditivos para melhorar o escoamento, complicando ainda mais a determinação do comportamento do petróleo durante o reinício do escoamento.

Com a intenção de compreender como as variáveis reológicas influenciam no processo de reinício de escoamento de petróleo parafínico, o Centro de Pesquisa em Reologia e Fluidos Não Newtonianos (CERNN) construiu uma unidade experimental com tubulação. Inicialmente, Rosso (2014) estudou a influência do histórico térmico e de cisalhamento utilizando uma amostra de petróleo parafínico fornecida pela empresa Petrobras. Entretanto, as características não newtonianas do petróleo gelificado dificultaram a análise do reinício, posto que é difícil isolar a influência de um comportamento de resposta específico durante o escoamento já que o petróleo possui uma combinação de efeitos devido a elasticidade, viscoplasticidade, dependência no histórico térmico, de cisalhamento e temporal. Assim, uma alternativa foi investigar fluidos mais simples que apresentem somente as características reológicas desejadas. Retomando o trabalho de Rosso (2014), Pereira (2018) analisou separadamente a influência de fluidos puramente viscosos utilizando glicerina bidestilada, a viscoplasticidade através de solução de Carbopol, e deu início ao estudo da dependência temporal utilizando uma solução aquosa de Laponita[®]. Desta forma, este trabalho propõe aprofundar a análise do reinício de escoamento utilizando solução de Laponita[®] mais concentrada. Posteriormente, em trabalhos futuros pretende-se avaliar a dependência temporal irreversível utilizando óleo formulado, para então finalmente retornar ao petróleo parafínico.

1.3 OBJETIVOS

O objetivo do trabalho é estudar o reinício de escoamento de solução aquosa de 2% em massa de Laponita[®] RD que apresenta dependência temporal (tixotropia). Para realização do estudo foi utilizada uma unidade experimental construída para esta finalidade. Tal unidade consiste em uma tubulação helicoidal de 50 m acoplada a duas bombas hidráulicas, inseridas numa câmara térmica que permite o controle da temperatura do sistema. Os ensaios consistem em pressurizar o fluido e medir as pressões necessárias durante o reinício do escoamento.

Os objetivos específicos do trabalho estão descritos no final do Capítulo 2, na Subseção 2.3.

1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO

No Capítulo 1 foi contextualizado o problema de reinício de escoamento de petróleo parafínico gelificado que ocorre durante eventuais paradas de produção de petróleo em águas ultraprofundas. Além disso, destacou-se o objetivo do presente trabalho. No Capítulo 2 serão apresentados alguns conceitos fundamentais sobre fluidos não newtonianos e suas características reológicas, e também a revisão bibliográfica acerca de reinício de escoamento de materiais gelificados. A revisão será dividida em modelagem matemática/simulação e trabalhos experimentais, abrangendo tanto os estudos reológicos quanto estudos em unidades experimentais realizados em tubulações.

A unidade experimental é descrita no Capítulo 3, onde são apresentados separadamente os componentes dos sistemas, hidráulico, de refrigeração e aquecimento, e de controle e aquisição de dados. Em seguida no Capítulo 4 descreve-se a formulação da solução aquosa de Laponita[®] RD e os testes experimentais de curva de escoamento, reinício de escoamento por imposição de vazão e pressão que foram realizados. No Capítulo 5 apresenta-se os resultados experimentais obtidos, comentando sobre a explicação física e reológica do comportamento do fluido durante o regime transiente e permanente. O Capítulo 6 encerra a dissertação com as considerações finais e as sugestões de trabalhos futuros. Posterior a isto, apresenta-se as referências bibliográficas e os apêndices.

No APÊNDICE A é detalhada a metodologia do cálculo do diâmetro interno médio da serpentina. No APÊNDICE B mostram-se os cálculos de incerteza atrelados à unidade experimental, enquanto no APÊNDICE C calcula-se a influência de fatores secundários sobre os resultados experimentais. Por fim, no APÊNDICE D discute-se a comparação das respostas de tensão obtidas no reômetro e na unidade experimental.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo está dividido em duas seções principais. A primeira seção descreve conceitos fundamentais sobre fluidos não newtonianos, tixotropia e o fenômeno de bandas de cisalhamento. A segunda seção apresenta a revisão de trabalhos da literatura sobre reinício de escoamento, sendo dividida em trabalhos de simulação numérica e modelagem matemática, e de estudos experimentais em reômetro e em unidades experimentais com tubulação.

2.1 FLUIDOS NÃO NEWTONIANOS

Sob o ponto de vista mecânico, os fluidos podem ser classificados em newtonianos e não newtonianos. Bird *et al.* (1987) apresentam a relação linear entre a tensão de cisalhamento e taxa de deformação, referente a representação de fluidos newtonianos dada por:

$$\boldsymbol{\tau} = \mu \dot{\boldsymbol{\gamma}} \quad (1)$$

no qual $\boldsymbol{\tau}$ é o tensor tensão de cisalhamento, μ é a viscosidade dinâmica e $\dot{\boldsymbol{\gamma}}$ é o tensor de taxa de deformação. Alguns exemplos de fluidos newtonianos são a água, óleos vegetais e leite. A viscosidade dinâmica depende da pressão, temperatura e composição do material (Bird *et al.*, 1987). Já os fluidos mais complexos com viscosidade variável, i.e. que apresentam relação não linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação, são chamados de não newtonianos. Exemplos de fluidos não newtonianos são amido de milho, sangue, fluido de perfuração e petróleo.

Os fluidos não newtonianos são separados em três categorias distintas, de acordo com Chhabra e Richardson (2008).

- i) Fluidos puramente viscosos (ou ainda Fluido Newtoniano Generalizado - FNG): apresentam viscosidade aparente independente do tempo. Podem ser subdivididos em: pseudoplástico, dilatante e viscoplásticos. Na próxima subseção será detalhado mais sobre FNG e as suas respectivas correlações.
- ii) Fluidos com viscosidade aparente dependentes do tempo: fluido tixotrópico e reopético. Fluidos tixotrópicos são caracterizados pela redução da viscosidade quando há a imposição de carga sob o material, e ao cessar a imposição, a viscosidade do material é recuperada. De modo inverso, fluidos reopéticos apresentam aumento da viscosidade durante a imposição de carga, e recuperam a viscosidade ao cessar a imposição.
- iii) Fluidos viscoelásticos: possuem características combinadas de sólido elástico e de fluido viscoso, ou seja, o material apresenta recuperação elástica parcial após sofrer deformação.

2.1.1 Fluido Newtoniano Generalizado

A representação do comportamento dos fluidos não newtonianos puramente viscosos não dependentes do tempo é dada pela correlação que define a viscosidade como dependente da taxa de deformação ($\dot{\gamma}$), sendo denominada fluido newtoniano generalizado (FNG) (Bird *et al.*, 1987).

$$\tau = \eta(\dot{\gamma}) \dot{\gamma} \quad (2)$$

em que $\eta(\dot{\gamma})$ é a viscosidade aparente. A taxa de deformação durante o escoamento em tubulação horizontal plenamente desenvolvido em coordenadas cilíndricas pode ser calculado pelo 2ª invariante do tensor taxa de deformação., dado por:

$$\dot{\gamma} = \left| \frac{\partial V_x}{\partial r} \right| \quad (3)$$

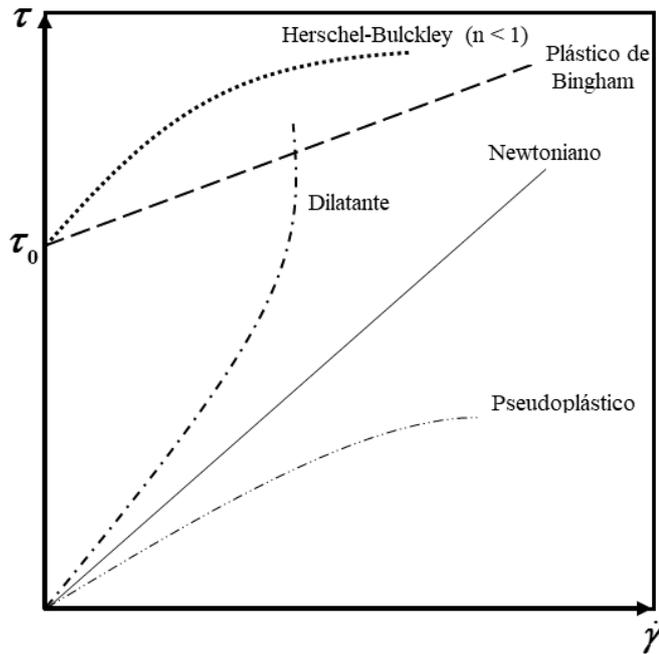
no qual V_x representa a velocidade na direção axial e r , a direção radial. Há vários modelos que foram elaborados para representar a dependência da viscosidade aparente em relação à taxa de deformação, tais como: modelo de Lei de Potência, modelo de Bingham e modelo de Herschel-Bulkley (HB).

A viscosidade aparente do modelo de Lei de Potência é representada pela Equação 4, em que m é o índice de consistência e n o índice de lei de potência. Dependendo do valor de n , o modelo pode representar diferentes tipos de fluidos, sendo fluido newtoniano para $n=1$, fluido pseudoplástico para $n < 1$ e dilatante para $n > 1$. Fluidos pseudoplásticos exibem redução da viscosidade com o aumento da taxa de deformação, de modo oposto fluidos dilatantes exibem aumento de viscosidade com o aumento da taxa de deformação (Bird *et al.*, 1987).

$$\eta(\dot{\gamma}) = m\dot{\gamma}^{n-1} \quad (4)$$

A comparação entre os comportamentos de fluidos newtonianos e não newtonianos em regime permanente é representado pela Figura 3, por meio da curva de escoamento (tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação). Na Figura 3 está destacado o comportamento dos fluidos pseudoplástico e dilatante, além dos modelos de Plástico de Bingham e de Herschel-Bulkley que serão apresentados a seguir.

Figura 3 – Comportamento das curvas de escoamento para fluido newtoniano e fluidos newtonianos generalizados.



Fonte: Autoria própria.

O modelo de Bingham é utilizado para retratar o comportamento da viscosidade aparente de fluidos viscoplásticos, também chamados de plásticos de Bingham. Estes fluidos apresentam tensão limite de escoamento (TLE) τ_0 , ou seja, só escoam quando a tensão de cisalhamento imposta sobre o fluido for superior a TLE, caso contrário o fluido se comporta como sólido. De acordo com Bird *et al.* (1987), a viscosidade neste caso é representada por:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \infty, & |\tau| < \tau_0 \\ \mu_0 + \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}}, & |\tau| \geq \tau_0 \end{cases} \quad (5)$$

na qual μ_0 representa a viscosidade plástica e τ é a tensão de cisalhamento. Como mostrado na Figura 3, a viscosidade aparente de fluidos viscoplásticos aumenta linearmente com a taxa de deformação.

A partir da combinação dos modelos de Lei de Potência e de Bingham foi elaborado o modelo de Herschel-Bulkley. Assim, o modelo de HB pode representar o comportamento de fluidos pseudoplásticos ou dilatantes que possuam tensão limite de escoamento (Makosko, 1994), por meio da Equação 6.

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \infty, & |\tau| < \tau_0 \\ m^{n-1} + \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}}, & |\tau| \geq \tau_0 \end{cases} \quad (6)$$

Nesta seção foram apresentados alguns dos modelos matemáticos desenvolvidos que são capazes de representar as relações entre a tensão e a taxa de deformação para fluido newtoniano generalizado. Porém, estes modelos não abrangem fluidos com dependência temporal. A próxima seção tratará de fluidos dependentes do tempo, especificamente tixotrópicos.

2.1.2 Tixotropia

A tixotropia é definida como o decréscimo contínuo da viscosidade em relação ao tempo quando o material é submetido à taxa de deformação constante. De modo contrário, quando a solitação é retirada há a subsequente recuperação da viscosidade. (Mewis e Wagner, 2009). O decréscimo e a recuperação da viscosidade são características atreladas à fluidos tixotrópicos que podem se desestruturar ou estruturar, respectivamente.

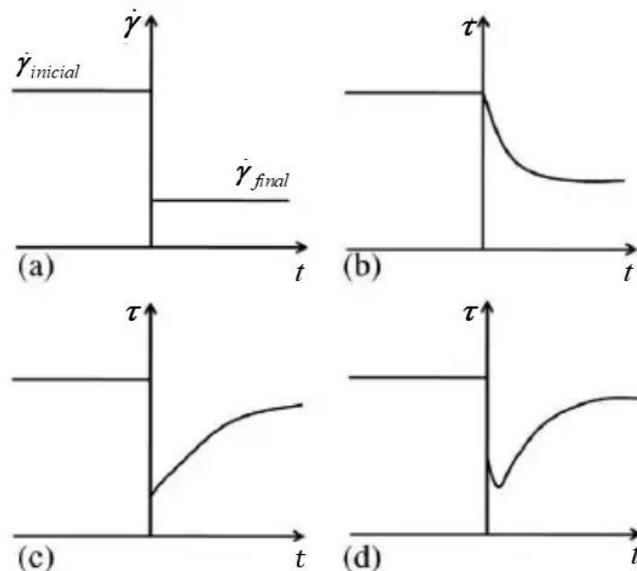
Durante o cisalhamento, a estrutura microscópica do fluido tixotrópico é rompida, causando a quebra da estrutura em partículas menores ou ainda em partículas individuais, o que reduz a viscosidade do fluido e facilita o escoamento. Após cessar o cisalhamento, as forças de atração entre as partículas da estrutura se religam, causando a reestruturação do material. Esta reorganização da estrutura é interpretada como um processo cooperativo e lento (Willenbacher, 1996).

Na revisão sobre tixotropia realizada por Mewis e Wagner (2009) discute-se sobre os ensaios experimentais em que o comportamento tixotrópico fica bem evidente: i) curva de histerese; ii) patamares crescentes e decrescentes de taxa de deformação ou de tensão de cisalhamento; iii) teste de reinício de escoamento; iv) fluência (no inglês, *creep*) e; v) teste oscilatório com baixa amplitude. A seguir, será dado enfoque nos testes de patamar de taxa de deformação e de reinício, posto que ambos ensaios serão realizados no trabalho. A diferença entre os testes é que no patamar de taxa de deformação, como o próprio nome indica, impõem-se mais de uma taxa, podendo ser de modo crescente ou decrescente. Enquanto no teste de reinício, aplica-se somente uma taxa de deformação constante durante a duração do ensaio.

O teste de patamar de taxa de deformação decrescente consiste em impor determinada taxa de deformação constante por um período de tempo e então reduzi-lá, observando como a tensão responde em relação ao tempo. Ao reduzir abruptamente a taxa de deformação pode-se diferenciar

o comportamento tixotrópico dos comportamentos viscoelástico e viscoelástico tixotrópico, vide Figura 4.

Figura 4 – Distinção entre as respostas de tensão para diferentes materiais devido à redução súbita da taxa de deformação. a) redução da taxa de deformação; b) material viscoelástico; c) material tixotrópico inelástico; e d) material viscoelástico tixotrópico.

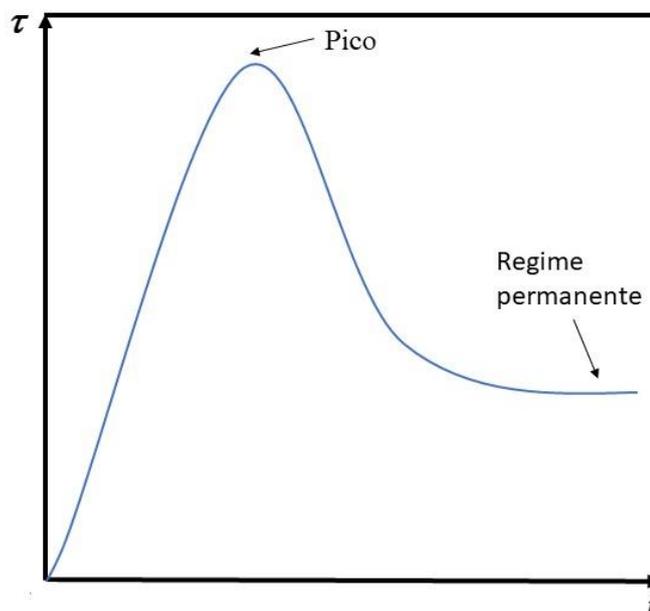


Adaptado de Mewis e Wagner (2009).

Analisando a Figura 4a, nota-se que ao reduzir instantaneamente a taxa de deformação, a tensão do material viscoelástico reduz lentamente em direção ao regime permanente, como mostrado na Figura 4b. Já para fluido inelástico tixotrópico (Figura 4c) a tensão de cisalhamento cai imediatamente com a redução da taxa de deformação, e em seguida aumenta até atingir o regime permanente devido à reestruturação do material. Por fim na Figura 4d, o material viscoelástico tixotrópico possui comportamento combinado dos dois casos anteriores, ou seja, a tensão de cisalhamento diminui com a redução da taxa de deformação, porém com atraso devido à resposta da parte elástica, e então volta a subir em direção ao regime permanente devido a recuperação do material.

Para realizar o teste de reinício de escoamento, inicialmente o material deve permanecer em repouso sem cisalhamento pelo tempo de repouso estipulado pelo ensaio, e em seguida impõem-se uma taxa de deformação ou tensão de cisalhamento constante pelo tempo de duração do teste. Considerando a imposição de taxa de deformação constante, a resposta observada é o aumento abrupto da tensão de cisalhamento até que o pico de tensão seja atingido, seguido da redução lenta da tensão em direção ao regime permanente (Mewis e Wagner, 2009). O comportamento da resposta de tensão no teste de reinício explicado acima está demonstrado na Figura 5.

Figura 5 – Comportamento da resposta da tensão de cisalhamento no teste de reinício com imposição de taxa de deformação constante.



Fonte: Autoria própria.

Frequentemente, durante o cisalhamento de fluidos tixotrópicos há o surgimento de instabilidades no escoamento, e como consequência pode ter a formação de bandas de cisalhamento (Paredes *et al.*, 2011). Quando este fenômeno ocorre no reômetro, as tensões de cisalhamento medidas são subestimadas (Divoux *et al.*, 2015), dificultando na análise das propriedades reológicas do material (Larson e Wei, 2019). Portanto, com o objetivo de compreender melhor o surgimento das bandas de cisalhamento no escoamento foi necessário realizar a seguinte revisão sobre o tema.

2.1.3 Bandas de Cisalhamento

O fenômeno de bandas de cisalhamento (do inglês *shear banding*) é caracterizado pela formação de uma ou mais camadas de fluido com diferentes taxas de deformação que surgem durante o escoamento supostamente homogêneo (Martin e Hu, 2012). Uma hipótese para o formação das bandas de cisalhamento foi apresentado por Divoux *et al.* (2013), em que os autores concluem que o surgimento desse fenômeno é dependente do tempo de reestruturação do material.

Alguns estudos apontam que o surgimento de bandas de cisalhamento ocorrem abaixo de uma taxa de deformação crítica do material (Willenbacher, 1996; Coussot *et al.*, 2002; Paredes *et al.*, 2011; Martin e Hu, 2012). A taxa de deformação crítica é definida como a mínima na qual o escoamento é homogêneo. Ou seja, em regiões com taxa de deformação acima da crítica, o fluido

escoa e em regiões abaixo dessa taxa, a amostra fica estática e se reestruturando (Martin e Thomas Hu, 2012; Divoux *et al.*, 2015).

Analisando a formação de bandas de cisalhamento em ensaios reômetrícos de *creep* utilizando a geometria *vane*, Willenbacher (1996) reparou que somente a região onde há rotação (próxima ao *vane*) havia deformação do fluido (solução aquosa de Laponita[®]), enquanto que o restante do material estava estático sem cisalhamento. Puisto *et al.* (2015) observaram que ao aumentar o espaçamento nos ensaios reométricos (Couette cilindros concêntricos) houve o surgimento de bandas de cisalhamento de forma mais preponderante do que em espaçamentos menores.

Normalmente, avalia-se a curva de escoamento do fluido para verificar se existe o fenômeno de bandas de cisalhamento no escoamento em regime permanente. A curva de escoamento é a relação entre a tensão de cisalhamento e a da taxa de deformação em regime permanente. Caso a curva de escoamento apresente comportamento não monotônico, especificamente na região de baixas taxas de deformação, há indicativo de instabilidades no escoamento, e conseqüentemente conclui-se que está ocorrendo bandas de cisalhamento (Coussot *et al.*, 2002; Pignon *et al.*, 1996; Divoux *et al.*, 2013). O modo oposto, se o comportamento observado da curva de escoamento é monotônico, assume-se que o escoamento é estável.

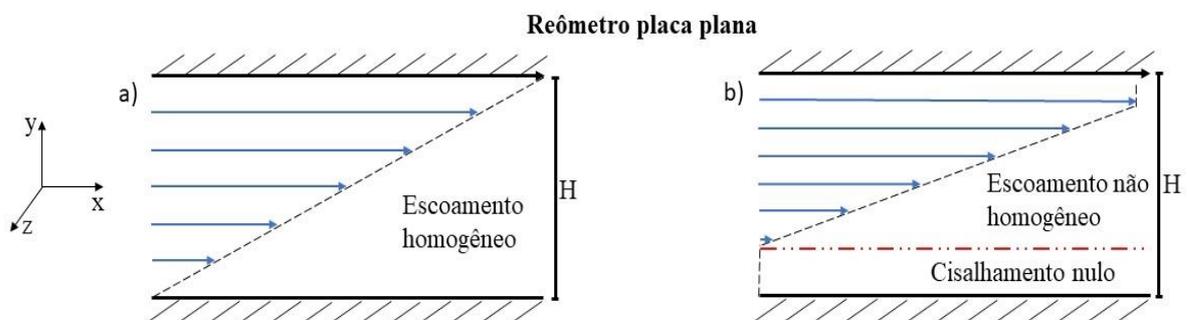
Martin e Hu (2012) constataram o aparecimento de bandas de cisalhamento transientes, que surgiam logo após o teste de reinício de escoamento e então desapareciam, à medida que o fluido alcançava uma taxa de deformação uniforme. Como foi ressaltado por Martin e Hu (2012), materiais tixotrópicos possuem uma taxa de deformação crítica abaixo da qual não há escoamento estável. Além disso, vale destacar que pode haver bandas de cisalhamento devido ao escorregamento do fluido na parede, como verificado por Paredes *et al.* (2011).

Também foram realizados estudos numéricos acerca desse tema, especificamente bandas de cisalhamento transientes (Moorcroft *et al.*, 2011; Moorcroft e Fielding, 2014; Puisto *et al.*, 2015). Moorcroft *et al.* (2011) avaliaram as bandas de cisalhamento transiente durante os testes de reinício de escoamento utilizando dois modelos, sendo um modelo de fluidez simples e o outro *soft glassy rheology*. Os autores concluíram que as bandas transientes estão atreladas ao pico de tensão de cisalhamento (*overshoot*), ou seja, este fenômeno de instabilidade não possui origem puramente elástica e nem puramente viscoso, mas sim na região de transição desses efeitos. De modo semelhante, Wei *et al.* (2019) avaliaram o reinício de escoamento utilizando a técnica PIV e observaram que durante o reinício até o momento de atingir o pico, o material apresenta perfil de velocidade linear, e posterior ao pico, as bandas de cisalhamento começam a aparecer.

Em outro estudo, Moorcroft e Fielding (2014) afirmam que pode haver aparecimento de bandas de cisalhamento em materiais tixotrópicos que apresentam curva de escoamento monotônica e que não possuam bandas no regime permanente. Esta conclusão é muito interessante, tendo em vista que alguns autores (Coussot *et al.*, 2002; Pignon *et al.*, 1996; Divoux *et al.*, 2013) assumem que há bandas de cisalhamento quando a curva de escoamento for não-monotônica, porém também pode haver em curvas monotônicas. Além disso, Moorcroft e Fielding (2014) ainda verificam numericamente que curvas de escoamento de materiais que exibem bandas de cisalhamento possuem um platô, onde há a coexistência de bandas com diferentes taxas de cisalhamento que resultam num valor de tensão de cisalhamento comum.

Para representar a mudança no perfil de velocidade do escoamento causado pela presença de bandas de cisalhamento no reômetro foi elaborada a Figura 6, considerando uma posição radial fixa para a geometria de placa plana em que somente a placa superior está rotacionando. Observa-se um perfil de velocidade linear (vide Figura 6a) durante o escoamento homogêneo. Porém, quando existem bandas de cisalhamento (Figura 6b) há escoamento instável, com regiões em que o material não escoou e outras que escoou.

Figura 6 – Comparação entre os perfis de velocidades utilizando reômetro. Considerando no reômetro o escoamento a) homogêneo e b) com bandas de cisalhamento.



Adaptado de Moorcroft e Fielding (2013).

2.2 REVISÃO DA LITERATURA

Para facilitar esta seção está dividida em duas partes, sendo que na primeira parte são apresentados os trabalhos de simulação numérica e modelagem matemática, e na segunda parte os trabalhos experimentais realizados em reômetro e em tubulações. Em ambas revisões foram analisados estudos sobre petróleo e solução de Laponita[®].

2.2.1 Simulação Numérica

Os estudos de simulação numérica e modelagem matemática analisaram o reinício de escoamento de fluidos com diferentes características reológicas, tanto em problemas de extração de petróleo como na perfuração de poços de petróleo. Além disso, alguns trabalhos também examinaram a propagação de pressão durante a quebra do material gelificado.

Os estudos de reinício de escoamento foram realizados por Sestak *et al.* (1987), Chang *et al.* (1999) e Davidson *et al.* (2004), que avaliaram a substituição de petróleo gelificado da tubulação por um fluido não gelificado submetido à pressão constante durante o reinício do escoamento.

Sestak *et al.* (1987) modelaram a substituição de uma material tixotrópico por um fluido newtoniano, e desprezaram os efeitos de inércia e o termo transiente da equação da conservação de quantidade de movimento. Os autores concluíram que quanto menor a viscosidade do fluido substituidor menor o tempo para remoção da estrutura gelificada. A posteriori, Chang *et al.* (1999) desenvolveram um modelo semelhante ao de Sestak *et al.* (1987), porém, neste estudo, desconsideraram a compressibilidade do material e utilizaram um modelo reológico que avaliou o reinício de escoamento. Constatou-se que o modelo utilizado, com equação de fluido de Bingham, para o reinício é altamente sensível ao comportamento reológico do óleo gelificado. Além disso, utilizando o modelo de Chang *et al.* (1999), Davidson *et al.* (2004) consideraram o reinício de escoamento de um material compressível, entretanto, não consideraram a inércia na conservação da quantidade de movimento.

Oliveira *et al.* (2007) também avaliaram o deslocamento do material gelificado por outro fluido em um tubo anular, considerando que os fluidos eram incompressíveis, o escoamento unidimensional e quase estacionário. Neste caso, acompanhou-se a interface e calculou-se o tempo de remoção do gel da tubulação. Em outro trabalho, Oliveira *et al.* (2010) ainda estudaram a intensidade dos picos de pressão ao longo da tubulação, durante o reinício de escoamento de fluidos de perfuração. Esta modelagem matemática englobou um escoamento compressível, transiente e considerou os efeitos viscosos. Em ambos trabalhos, a modelagem foi realizada como fluido de Bingham. Continuando o trabalho de Oliveira *et al.* (2010), Negrão *et al.* (2011) implementaram um modelo tixotrópico para a modelagem do fluido de perfuração e ainda avaliou a tensão de cisalhamento ao longo do raio. Este modelo exige vários parâmetros e demanda malhas muito refinadas, o que requer um tempo computacional elevado. Como principal conclusão tem-se que os efeitos elásticos quase não influenciam a quebra do gel.

Vinay *et al.* (2006) estudaram o reinício de escoamento de um fluido de Bingham, bidimensional, transiente e compressível. Após o reinício, para o caso de baixa compressibilidade, quase não havia atraso na vazão de saída e a pressão atingia rapidamente o valor de equilíbrio para

fluido de baixa compressibilidade, enquanto o reinício demorava mais para ocorrer para material de maior compressibilidade. Sucessivamente, Vinay *et al.* (2007) publicaram um novo modelo unidimensional, obtendo resultados parecidos com o anterior e concluíram que, devido à redução do tempo computacional de dias para minutos, o modelo 1D era mais eficiente que o 2D. Dando continuidade a estes trabalhos, Wachs *et al.* (2009) apresentaram um modelo denominado 1,5D, que mescla os modelos unidimensional e bidimensional, e tem a vantagem de ter gasto computacional menor que os obtidos por Vinay *et al.* (2006). Ademais, adicionaram um termo para representar a tixotropia do fluido, e analisaram o reinício sob pressões inferiores à tensão limite de escoamento, concluindo que era possível ocorrer reinício nestas condições devido aos efeitos de compressibilidade e tixotropia.

Bao *et al.* (2016) simularam o reinício do escoamento para investigar o efeito do pré-cisalhamento sobre o comportamento estrutural do óleo gelificado em diferentes taxas de deformação com e sem resfriamento. Inicialmente, o autor observou experimentalmente a quebra da estrutura gelificada, avaliando as propriedades reológicas, para posteriormente integrar tanto os dados experimentais como os do algoritmo numérico na simulação, aumentando a sua confiabilidade dos resultados.

A seguir serão apresentados os estudos da propagação de pressão no escoamento de petróleo. Desses trabalhos são destacados os autores Borghi *et al.* (2003), Lee *et al.* (2008), Guozhong *et al.* (2014), Oliveira e Negrão (2015) e Kumar *et al.* (2016).

Borghi *et al.* (2003) desenvolveram um modelo que contempla tanto a propagação lenta da onda de pressão como a da mínima pressão para o reinício do escoamento, sendo o modelo dividido nas seguintes partes: propagação de fratura na estrutura semelhante a um sólido, dissipação viscosa e compressão de óleo gelificado fraturado. Seguindo a mesma linha de pesquisa, Lee *et al.* (2008) implementaram um modelo teórico para reproduzir a quebra do gel durante o reinício de escoamento, avaliar a propagação da pressão e o tempo necessário para a quebra ocorrer.

Guozhong *et al.* (2014) apresentaram modelo matemático para calcular a velocidade da onda de pressão no reinício de escoamento para fluido compressível e tixotrópico com imposição de vazão constante. O autor concluiu que a velocidade da onda de pressão inicial diminui com o aumento do comprimento de propagação e com a força do gel, entretanto, aumenta com o aumento vazão imposta. Este modelo foi validado com boa concordância com dados experimentais realizados em aparato experimental de laboratório utilizando petróleo bruto.

Oliveira e Negrão (2015) elaboraram um modelo para estudar o reinício de escoamento de petróleo gelificado em oleodutos dispostos horizontalmente. Neste modelo, considerou-se o fluido com baixa compressibilidade e com características tixotrópicas, e o escoamento como laminar e

unidimensional. Os resultados mostraram que há duas escalas de tempo que devem ser consideradas, uma está atrelada à propagação da onda de pressão e a outra ao tempo de resposta do material. Quando o tempo de resposta do material for menor que a onda de pressão, mais rápido o reinício de escoamento ocorre, e de modo contrário, quando o tempo de resposta do material for maior, o gel formado se quebra progressivamente como efeito avalanche. Por último, foi observado que a razão entre a inércia da onda de pressão e a dissipação viscosa tem relação direta com a resposta do fluido, pois com a redução dessa razão, menores são os picos de pressão e mais atrasado o reinício ocorre.

Kumar *et al.* (2016) elaboraram modelo reológico para quantificar, correlacionar e prever o comportamento tixotrópico, viscoelástico e viscoplástico de petróleo. A simulação desse modelo permitiu estudar de forma satisfatória a propagação de pressão dos fluidos com baixa e alta compressibilidade. No caso de compressibilidade alta, a onda de pressão era governada pela quebra do gel, que ocorria de forma sequencial, facilitando o reinício. Já para o caso de compressibilidade baixa, a onda de pressão se propagava até que a pressão exercida pelo fluido na parede se igualasse à pressão aplicada.

Por fim, são apresentados os trabalhos que avaliaram o reinício de escoamento utilizando Laponita[®] RD. Bjørkevoll *et al.* (2003) desenvolveram um modelo que prevê os picos de pressão de quebra do gel num tubo anular quando a bomba é ligada após um determinado tempo de repouso do fluido. A validação do modelo foi feita com parâmetros de solução de Laponita[®] RD obtidos de medidas reométricas. Este modelo considerou os efeitos da compressibilidade do fluido e da elasticidade em poços longos.

Avaliando o escoamento de solução tixotrópica, Labanda e Llorens (2006) criaram um modelo que prevê satisfatoriamente o comportamento de uma solução com 3% de Laponita[®] RD em massa, submetida a um *loop* de histerese, baseado no modelo viscoelástico de Maxwell. Em outro trabalho, Labanda e Llorens (2008) aprimoraram um modelo que previa a tixotropia de soluções de Laponita[®] RD 2% (em massa) por meio do alinhamento da estrutura interna em relação à taxa de deformação aplicada, e também pelos tempos tixotrópicos de quebra e reestruturação do fluido.

2.2.2 Estudos Experimentais

Esta seção aborda os trabalhos experimentais que foram realizados tanto em reômetro como em aparatos com tubulação. Inicialmente, evidencia-se os trabalhos de diversos autores que investigaram os efeitos dos históricos de cisalhamento, tempo de repouso da amostra e pressões necessárias para o reinício de escoamento. Posteriormente, são mostrados os estudos experimentais

com soluções aquosas de Laponita[®] RD, onde são avaliados a tixotropia e o efeito do tempo de repouso.

2.2.2.1 Petróleo e óleo formulado

O petróleo gelificado possui dependência de vários parâmetros reológicos. Na tentativa de compreender melhor a influência de cada característica reológica que o material apresenta sobre a estrutura gelificada durante o reinício de escoamento. Desses estudos, os mais relevantes para o trabalho serão comentados a seguir.

Para estudar o reinício é interessante avaliar como ocorre a propagação de pressão na estrutura gelificada, e como ocorrem as falhas que induzem a quebra do gel. O estudo da propagação da onda de pressão foi realizado por Lee *et al.* (2008), El-Gendy *et al.* (2012), Luthi *et al.* (2013) e Kumar *et al.* (2016). Luthi *et al.* (2013) comentam que considerar que o reinício do escoamento ocorre simultaneamente com o momento da quebra de toda a estrutura gelificada é uma suposição muito conservadora. Como foi mostrado experimentalmente, a quebra ocorre primeiro na entrada da tubulação, onde a pressão é aplicada, e então esta vai se propagando com a onda de pressão até ocorrer a quebra completa do gel. A propagação da quebra da estrutura gelificada da entrada para o final da tubulação também foi demonstrado por El-Gendy *et al.* (2012) utilizando o PIV, e por Lee *et al.* (2008).

El-Gendy *et al.* (2012) explicaram que o processo de propagação de pressão na estrutura gelificada ocorre em duas etapas. Após a gelificação, aplica-se a pressão na entrada da tubulação, com magnitude inferior à pressão de reinício, e então ocorre um leve aumento da pressão na saída, e posteriormente um gradual aumento com um tempo de atraso, de forma que o perfil de pressão axial resultante seja linear. Este atraso característico da pressão se deve a dependência temporal do gel e também foi observada por Kumar *et al.* (2016). A deformação do gel medida pelo PIV também mostrou o mesmo processo do perfil de pressão axial dependente do tempo nas duas etapas. Além disso, ressalta-se que neste trabalho, os autores mostraram que com pressões inferiores e próxima à pressão obtida pela tensão limite de escoamento medida com reômetro é possível reiniciar o escoamento, porém com um tempo maior que o exigido para pressões elevadas.

No reinício de escoamento, a quebra da estrutura gelificada do material pode ocorrer através de dois tipos de falhas, que podem ser coesivas (quebra na estrutura cristalina interna da estrutura) ou adesivas (quebra na superfície entre parede e gel). Lee *et al.* (2008) e Jemmett *et al.* (2013) avaliaram experimentalmente como ocorre essas falhas na estrutura de óleo parafínico. Lee *et al.* (2008) analisaram o ponto de delimitação entre falhas coesivas e adesivas, indicando que estas falhas podem ocorrer ou não, a depender da taxa de resfriamento imposta. Estas falhas podem

ocorrer devido à influência da variação da taxa de resfriamento, tamanho, densidade e forma dos cristais que determinam qual falha ocorre predominantemente. Jemmett *et al.* (2013) compararam o comportamento entre as estruturas das matrizes de géis homogêneos e heterogêneos. Tais géis são formados durante a parada de escoamento que ocorre seguido por resfriamento abaixo do ponto de gelificação do óleo, o qual foi definido pelos autores sendo a temperatura em que a estrutura do gel não se modifica. A estrutura do gel homogêneo é caracterizado por não ter cristais cisalhados pré-existentes no fluido, enquanto o heterogêneo tem cristais cisalhados pré-existentes no momento de parada do escoamento. Os autores concluíram que as estruturas heterogêneas gelificadas são menos resistentes que as homogêneas, quando formadas sob condições experimentais semelhantes. A explicação deste fenômeno se deve ao fato de que as interações entre a rede cristalina são fracas e, como consequência, há ocorrência de falhas coesivas internas do material. Este fenômeno foi confirmado pela técnica de PIV, que provou a formação da falha coesiva no centro do gel para todas as taxas de pressão aplicadas.

Avaliando o encolhimento da amostra e a formação de espaços vazios na estrutura gelificada, Rosso (2014) verificou que ambos os parâmetros provocam o aumento do tempo para que o pico de pressão ocorra, e conseqüentemente, para a expulsão do material gelificado na tubulação. Além disso, Van der Geest *et al.* (2015) observaram que a compressibilidade também interfere na magnitude da pressão e no tempo requerido para o reinício ocorrer.

Comumente, para comparar os resultados dos estudos reológicos e de simulação com de tubulação, diversos autores (Rønningsen, 1992; Borghi *et al.*, 2003; Lee *et al.*, 2008; Margarone *et al.*, 2010; El-Gendy *et al.*, 2012; Fossen *et al.*, 2013; Kumar *et al.*, 2016) estimam a mínima pressão requerida para reiniciar o escoamento através da equação de balanço de força:

$$\Delta P_{\min} = \frac{4\tau_w L}{D} \quad (7)$$

em que ΔP_{\min} é a diferença mínima de pressão necessária para reiniciar o escoamento, L é o comprimento da tubulação, D é o diâmetro interno e τ_w é a tensão na parede da tubulação.

A utilização da Equação 7 considera que o escoamento do fluido gelificado se inicia na parede da tubulação, que é onde a tensão de cisalhamento possui maior magnitude, e então assume-se que esta tensão de cisalhamento é a tensão limite de escoamento. Entretanto, é necessário ressaltar que essa equação superestima a pressão para reiniciar o escoamento nas tubulações (Fossen *et al.*, 2013; Van der Geest *et al.*, 2015), posto que não contempla efeitos de

compressibilidade, encolhimento do fluido, deslizamento na parede e diferentes condições de resfriamento.

Rønningsen (1992) comparou os resultados de tensão limite de escoamento obtidos em uma tubulação com os de reômetro controlado por tensão através da Equação 7. O autor conclui que apesar da diferença de 15% a 20% entre os valores de tensão limite obtida pelos dois instrumentos, os resultados do reômetro podem ser utilizados como complemento aos dados do aparato experimental. De forma similar, Lee *et al.* (2008) observaram também que os resultados do reômetro, controlado por tensão, previram com boa aproximação a pressão de quebra de gel na tubulação. A justificativa para a diferença dos resultados entre o reômetro e o aparato experimental foi a distribuição não uniforme de pressão ao longo da tubulação. Este comportamento de perfil não linear é consequência da compressibilidade e da formação de vazios no gel. Como consequência dos vazios, ocorre a diminuição da área efetiva de contato entre a estrutura gelificada e a parede, o que reduz o esforço de cisalhamento na parede, e então a pressão de reinício fica menor que a prevista pela Equação 7 (Lee *et al.*, 2011). Este fenômeno também foi reportado nas pesquisas de Borghi *et al.* (2003) e Luthi *et al.* (2013).

Em relação a influência do tempo de repouso sobre as pressões necessárias para realizar o reinício, Visintin *et al.* (2005), Luthi (2013) e Rosso (2014) concluíram que quanto maior o tempo de repouso, maior é a pressão de reinício observadas, devido a maior estruturação do gel.

2.2.2.2 Laponita[®] RD

Laponita[®] RD é um mineral de argila sintética, que possui uma forma nanométrica com distribuição de carga elétrica não uniforme (Jatav e Joshi, 2014). Quando disperso em água, este material apresenta comportamento viscoplástico, levemente viscoelástico e tixotrópico (Escudier e Presti, 1996).

Willenbacher (1996) avaliou a evolução da viscosidade em regime permanente por meio de um ensaio reômetro. Foi observado um contínuo aumento da viscosidade durante os 16 dias analisados, sem haver diminuição da tendência de crescimento.

Escudier *et al.* (1995) estudaram o escoamento de uma solução de Laponita[®] RD de 1,5% em massa. Os autores caracterizaram a tixotropia do material ao notarem que o tempo para que a viscosidade de equilíbrio fosse alcançada era de 3000 segundos, tanto na estruturação como na desestruturação. O tempo de estruturação foi determinado experimentalmente ao reduzir rapidamente a tensão de cisalhamento de 35 para 15 Pa, enquanto que o de desestruturação foi ao impor rapidamente a tensão de 15 Pa, partindo do repouso. Em outro estudo, Escudier e Presti (1996) avaliaram o escoamento de solução de Laponita[®] RD em tubulação com velocimetria *laser*.

Os valores de viscosidade e tensão limite de escoamento obtidos na unidade experimental com tubulação foram significativamente maiores quando comparados aos resultados do reômetro, implicando que o material próximo à parede da tubulação não escoou por tempo suficiente, e não alcançou o equilíbrio estrutural.

Corvisier *et al.* (2001) avaliaram o desenvolvimento do perfil de velocidade de Laponita[®] RD (2% em massa) num circuito experimental através da técnica de PIV. Os autores observaram o achatamento do perfil de velocidade na região central do tubo devido a aglomeração de partículas. Concluiu-se neste estudo que a interação entre as partículas é fundamental no desenvolvimento do escoamento, pois neste caso a escala de tempo de relaxação mecânica do fluido é menor que a escala de tempo de associação das partículas.

Bjørkevoll *et al.* (2003) investigaram a influência do tempo de repouso sobre os picos de tensão exibidos por amostras de Laponita[®] RD com concentração de 0,75 e 1%. Foram avaliados o efeito do tempo de repouso que variam entre 30 segundos e 32 minutos. Os pesquisadores atestaram que quanto maior o período de repouso, maior o valor do pico inicial e mais tempo leva para o escoamento atingir regime permanente. Labanda e Llorens (2008), Agoda-Tandjawa *et al.* (2016) e Dávila e d'Ávila (2017) verificaram o aumento do módulo elástico do material com o tempo de repouso. Além disso, Agoda-Tandjawa *et al.* (2016) constataram que o módulo de armazenamento aumentou em amostras com maiores concentrações de Laponita[®] RD, e maiores temperaturas.

Willenbacher (1996) verificou que a gelificação da solução aquosa de Laponita[®] depende da concentração da Laponita[®] e do sal (NaCl) adicionado, podendo demorar de horas até dias. Joshi *et al.* (2008) também avaliaram o efeito da concentração de cloreto de sódio (NaCl) em solução de Laponita[®] RD, com concentração de 2,5 e 3% em massa. Para as soluções com concentração de íons Na⁺ inferior ou igual a 10⁻⁴ M, as forças predominantes no material são de repulsão, e este comporta-se como um sólido vítreo. Enquanto que nas concentrações acima de 10⁻⁴ M, as forças de repulsão são neutralizadas, gerando uma estrutura gelificada. Na mesma linha, Shahin e Joshi (2010) investigaram o comportamento do envelhecimento de suspensão aquosa de Laponita[®] RD (2,8% em massa), que indicaram irreversibilidade parcial do material durante os experimentos reológicos.

Baghdi *et al.* (2008) estudaram o envelhecimento de soluções de Laponita[®] RD diluídas em água com pH controlado de 10, por um período de um pouco mais de 1.000 dias. Em concentrações baixas (1% em massa), o material evoluiu lentamente mudando de um comportamento de líquido viscoelástico para sólido vítreo. Neste caso formaram-se aglomerados que interagem de forma repulsiva. Em concentrações mais elevadas (3% em massa), formou-se sólido vítreo rapidamente

e composto por partículas individuais. Por último, para as concentrações intermediárias, formou-se um sólido vítreo com uma combinação de aglomerados e partículas individuais.

A partir da revisão bibliográfica determinou-se os objetivos específicos, que estão apresentados a seguir.

2.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

A revisão da literatura realizada mostrou que há poucos trabalhos de reinício de escoamento que utilizam Laponita[®] RD, e entre os trabalhos avaliados a maioria foi realizada por meio de ensaios reométricos. Portanto, como objetivos específicos propôs-se estudar o reinício de escoamento com solução aquosa de Laponita[®] RD a partir de uma unidade experimental com tubulação, posto que possuem características de operação mais próximas as observadas em campo. A unidade experimental foi desenvolvida no Centro de Pesquisas em Reologia e Fluidos Não Newtonianos (CERNN) na UTFPR-Curitiba. Os testes a serem realizados são curva de escoamento, patamares de vazão e pressão, e reinício de escoamento com imposição de vazão com diferentes tempos de repouso e visualização. Por meio dos testes de curva de escoamento e de reinício de escoamento é possível caracterizar o comportamento do fluido na condição de regime permanente e transiente, respectivamente. Nos testes de patamares de imposição de vazão será demonstrado que o material apresenta tixotropia. Posteriormente, o reinício com imposição de vazão com tempo de repouso analisará a influência de diferentes tempos de repouso sobre as pressões de reinício. Já os testes de reinício com visualização e de patamar de pressão vão comparar se a tensão que o fluido escoar é equivalente à tensão limite de escoamento obtida através da curva de escoamento. Por fim, a análise dos resultados contribuirão com a lacuna de trabalhos experimentais, auxiliando na compreensão da influência da tixotropia sobre o reinício de escoamento.

2.4 SÍNTESE DO CAPÍTULO

Inicialmente, foi apresentado a fundamentação teórica para fluidos newtonianos generalizados, e em seguida discutido os conceitos de tixotropia e bandas de cisalhamento. Posteriormente, foi realizada a revisão bibliográfica sobre o reinício de escoamento com petróleo, óleo formulado e Laponita[®] RD. A revisão bibliográfica foi dividida em simulação numérica e modelagem matemática, e em trabalhos experimentais (reométricos e tubulação). Por meio da revisão, destacam-se que:

➤ Soluções aquosas de Laponita[®] RD apresentam comportamento de fluidos viscoplásticos, pouco viscoelástico e tixotrópicos;

- Há poucos trabalhos experimentais de avaliação do reinício de escoamento utilizando Laponita[®] em tubulações;
- A compressibilidade deve ser considerada durante o reinício de escoamento de materiais tixotrópicos;
- A desestruturação de materiais gelificados ocorre primeiro próximo às paredes internas da tubulação;
- Pressões inferiores às obtidas através da equação de balanço de força (Equação 7), desde que aplicadas por intervalos de tempo suficientes, podem reiniciar o escoamento de fluidos gelificados.

Por último, foi apresentado os objetivos específicos do trabalho alinhando com a lacuna da revisão bibliográfica de trabalhos de Laponita[®].

3 DESCRIÇÃO DA UNIDADE EXPERIMENTAL

Este capítulo está dividido em três seções. A primeira seção é referente aos três sistemas que compõem a unidade experimental: i) sistema hidráulico; ii) sistema de refrigeração e aquecimento; e iii) sistema de controle e aquisição de dados. A segunda seção aborda as incertezas das variáveis experimentais calculadas ao longo do trabalho enquanto, a terceira seção discute a influência de parâmetros secundários sobre as medidas de pressões e sobre o escoamento na serpentina.

3.1 SISTEMAS DA UNIDADE EXPERIMENTAL

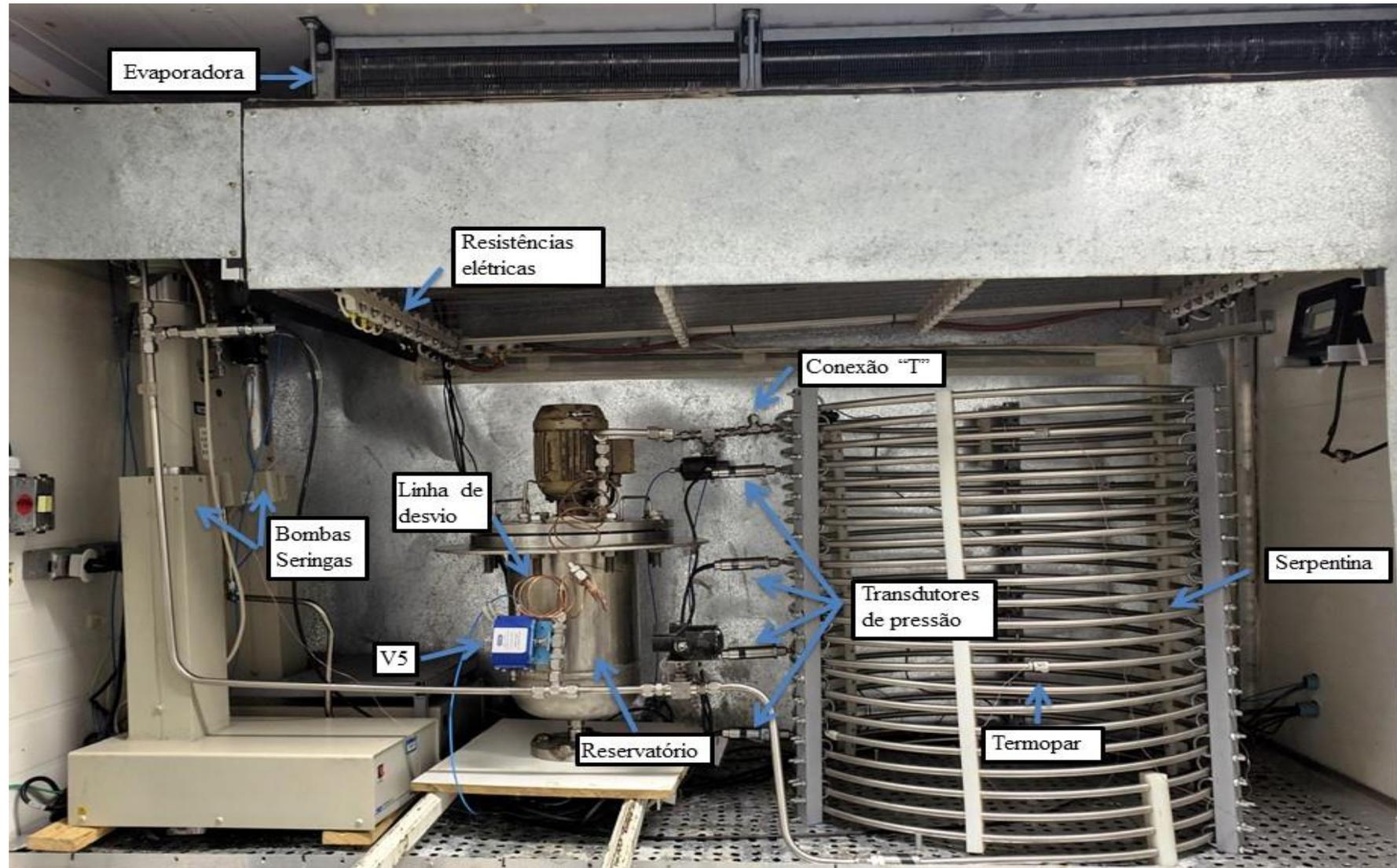
A unidade experimental utilizada no presente trabalho foi construída por Rosso (2014) para simular o reinício de escoamento de petróleo parafínico em condições de produção *offshore*. Posteriormente, o aparato foi modificado por Pereira (2018) para melhorar o controle de temperatura. A configuração atual da unidade experimental está ilustrada na Figura 7 com indicação de alguns componentes internos como as bombas seringas, serpentina, tubulação de desvio, reservatório, válvula pneumática (V5), transdutores de pressão, termopares, conexão “T”, resistências elétricas e evaporadora.

A unidade experimental é composta pelos sistemas: hidráulico, refrigeração e aquecimento, e controle e aquisição de dados, que estão inseridos numa câmara térmica cujas dimensões são 2,34 m de comprimento, 1,42 m de profundidade e 1,78 m de altura. A câmara conta com isolamento térmico nas paredes e nas portas para manter a temperatura uniforme e controlada, sendo as paredes compostas por placas de poliestireno de 100 mm de espessura e as portas por placas de 50 mm.

3.1.1 Sistema Hidráulico

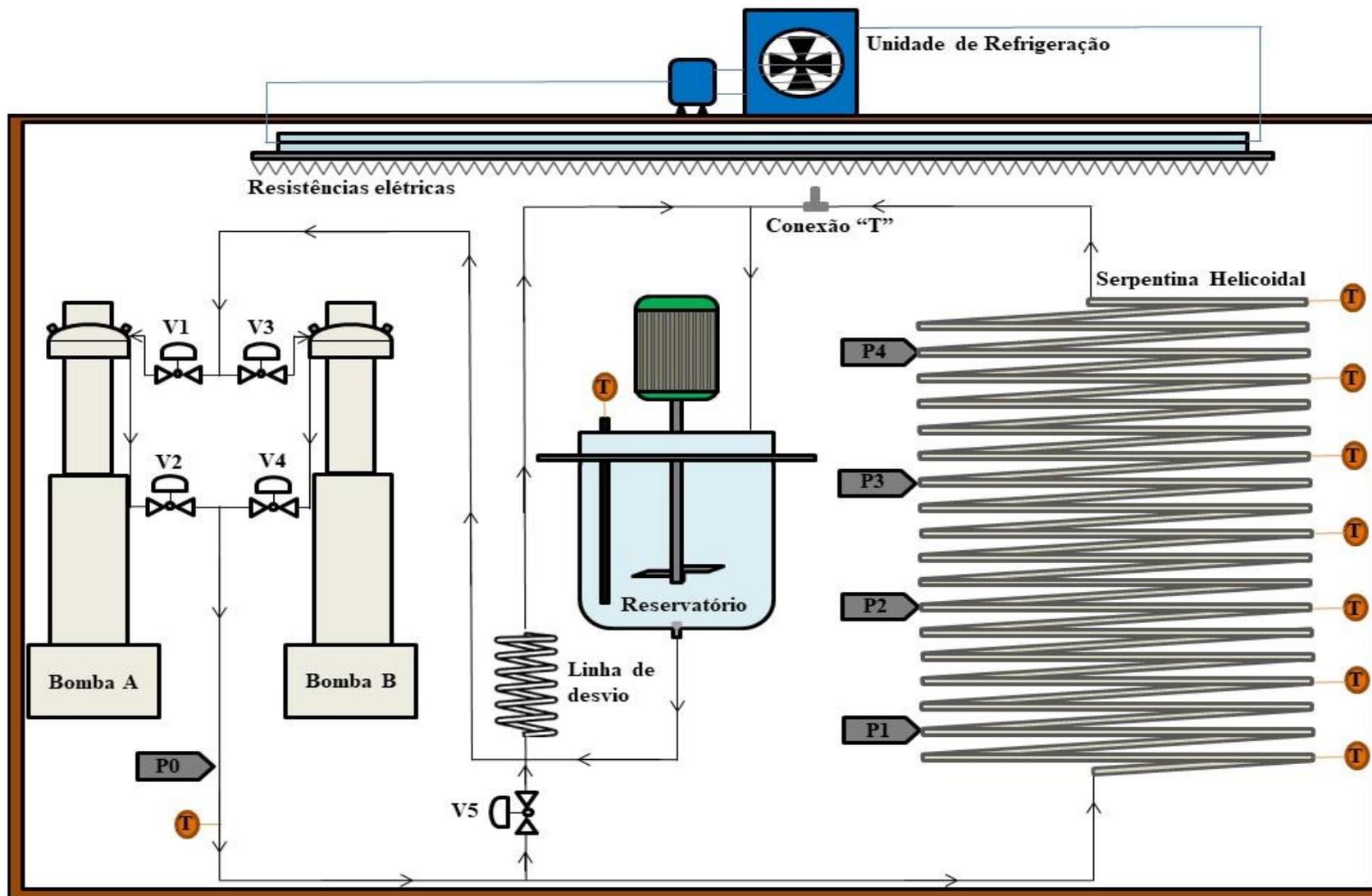
A partir da Figura 8 é possível observar os componentes do sistema hidráulico: duas bombas seringa, tubulação de desvio, tubulação principal na forma helicoidal (serpentina), conexão tipo “T”, reservatório e cinco válvulas pneumáticas. A Figura 8 apresenta uma representação esquemática da unidade experimental para facilitar no entendimento do funcionamento do sistema hidráulico.

Figura 7 – Componentes da unidade experimental do CERNN.



Fonte: Autoria própria.

Figura 8 – Representação esquemática da unidade experimental.



Fonte: Autoria própria.

O funcionamento do circuito hidráulico ocorre com as bombas operando no modo independente, i.e., enquanto uma está sendo preenchida a outra está bombeando fluido, de forma que o material na tubulação esteja sempre sendo cisalhado. Logo após passar pela bomba, o fluido tem duas possíveis trajetórias para percorrer: serpentina ou desvio, a depender do teste realizado. Depois de passar por qualquer uma das trajetórias, o fluido retorna ao reservatório, onde fica armazenado. Esta breve descrição elucida o caminho percorrido pelo fluido durante os ensaios, como indicado pelas setas no circuito hidráulico da Figura 8.

As bombas seringas são da marca Teledyne ISCO (modelo 500D) e funcionam na faixa de pressão entre 0,7 e 258 bar, e de vazão entre 0,001 a 204 ml/min. De acordo com o fabricante, a precisão em relação à vazão e pressão é de $\pm 0,5\%$, e possuem volume morto de 4 ml. Ambas as bombas funcionam por deslocamento de pistão, e podem ser controladas por vazão ou pressão, sendo que no primeiro caso o controle é de modo direto e no segundo é indireto.

Toda a tubulação do circuito hidráulico é feita de aço inox 316, exceto o tubo capilar (cobre) do desvio. A tubulação da serpentina tem 50,5 m de comprimento e diâmetro interno de 10,0 mm. O cálculo do diâmetro interno é apresentado no APÊNDICE A. A serpentina possui altura de 752 mm, espiras com diâmetro de 750 mm, e volume interno de aproximadamente 4,30 L. Ao longo da serpentina há quatro transdutores de pressão, identificados como P1, P2, P3 e P4 (ver Figura 8), que estão posicionados aproximadamente a 11,06 m entre si. A distância da entrada da serpentina até P1 e de P4 até a saída é de 8,63 m. A Tabela 1 indica as principais distâncias em relação à tubulação helicoidal (serpentina). Na saída da serpentina há a conexão do tipo “T” onde uma das extremidades pode ficar aberta e voltada para cima. O objetivo da conexão em “T” é visualizar a saída de fluido no teste de reinício de escoamento.

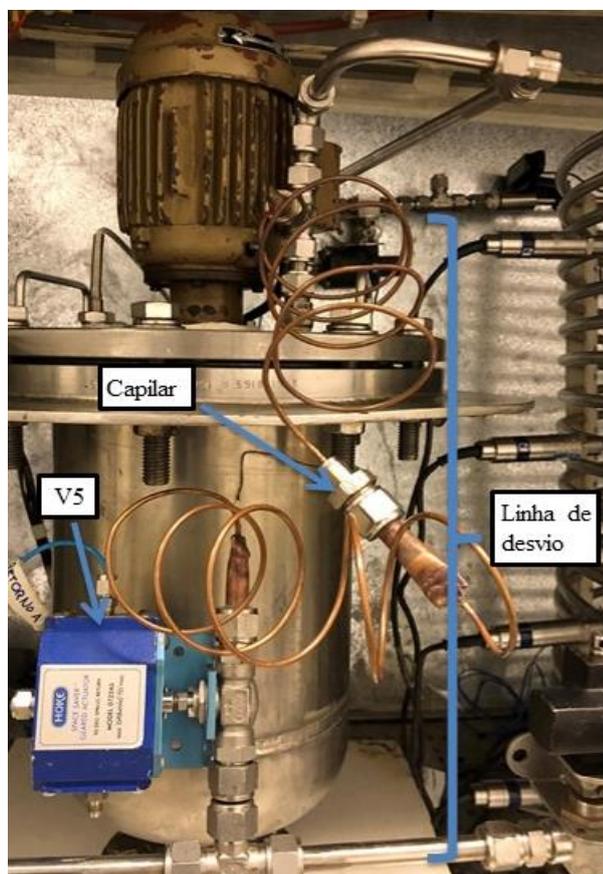
Tabela 1 – Dimensão da tubulação helicoidal.

| Dimensão | Valor numérico |
|-------------------------------------------------|----------------|
| Comprimento total da serpentina (L_{total}) | 50,5 m |
| Altura da serpentina | 0,752 m |
| Diâmetro médio das espiras da serpentina | 0,75 m |
| Diâmetro interno da tubulação (D) | 0,01 m |
| Distância entre P1 e P2 | 11,06 m |
| Distância entre P2 e P3 | 11,02 m |
| Distância entre P3 e P4 | 11,10 m |

Na entrada da linha de desvio há a válvula V5 em série com o tubo capilar de cobre cujo diâmetro interno é 2,03 mm e o comprimento de aproximadamente 2,00 m, conforme mostrado na

Figura 9. A linha de retorno é utilizada para permitir o controle indireto de pressão, como é detalhado no Capítulo 4 na Subseção 4.2.6.

Figura 9 – Linha de desvio composta pelo calipar e válvula V5.



Fonte: A autoria própria.

O reservatório principal tem capacidade de armazenamento de 12 L, com altura de 32 mm e diâmetro de 22,28 mm, e é fechado hermeticamente para prevenir evaporação da amostra. Além disso, possui internamente um termoresistor (PT100) para indicar a temperatura e um agitador para manter a amostra homogênea.

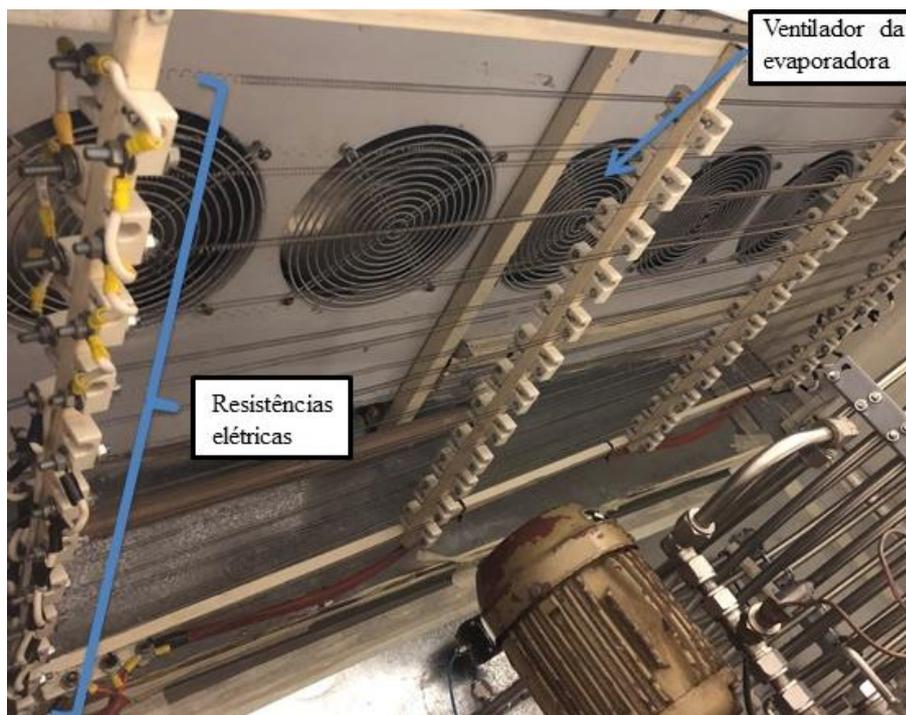
As válvulas (V1 a V4) eletro-pneumáticas são do tipo esfera com conexão roscada, da marca Swagelok e modelo SS-83PS6. As válvulas V1 e V3 controlam a entrada de fluido nas bombas, enquanto as válvulas V2 e V4 controlam a saída. Estas quatro válvulas são acionadas pelo controlador (CTL) das bombas, que fica localizado ao lado do computador da unidade experimental. Há ainda a válvula da linha do desvio (V5) que é da marca Hoke (modelo 0722A5) e que possui retorno por mola. O acionamento da válvula V5 é feito através do *software* LabVIEW.

3.1.2 Sistema de Refrigeração e Aquecimento

O sistema de aquecimento é composto pelo conjunto de resistências elétricas e o sistema de refrigeração por evaporador e unidade condensadora, cuja capacidade é controlada por inversor de frequência que atua no compressor da unidade condensadora. O objetivo do sistema de refrigeração e aquecimento é manter a câmara térmica na temperatura desejada para cada experimento. A temperatura do teste é controlada pelo *software* LabVIEW que atua sobre o conjunto de resistências elétricas e o sistema de refrigeração por meio do controlador PID (Proporcional, Integral e Derivativo).

O sistema de aquecimento é composto por 24 resistências elétricas do tipo mola de baixa inércia térmica, funcionando na voltagem de 220 V. Cada resistência dissipa 500 W, resultando no total de 12.000 W de potência instalada. As resistências estão localizadas abaixo dos ventiladores do evaporador como indicado na Figura 10.

Figura 10 – Resistências elétricas e ventiladores da evaporadora.



Fonte: Autoria própria.

O evaporador é da marca Thermokey, modelo DFTC54RDE, e conta com cinco ventiladores axiais instalados na parte superior da câmara térmica, como mostrado na Figura 10. A unidade condensadora é composta pelo condensador, compressor e reservatório do fluido refrigerante, sendo da marca Danfoss, que operam com fluido refrigerante R-22. O condensador (modelo

HCM040B20Q) tem capacidade frigorífica de aproximadamente 8200 W, e o compressor (modelo MT40JH3FVE) é de 18,4 bar. A Figura 11 mostra a unidade condensadora.

Figura 11 – Unidade condensadora.



Fonte: Autoria própria.

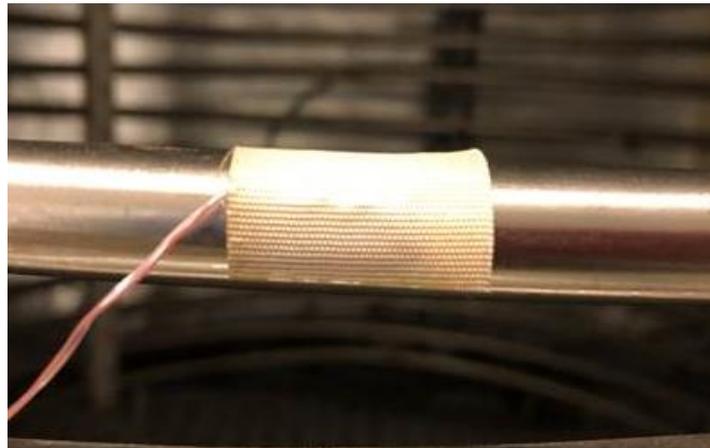
Pereira (2018) aprimorou o controle de temperatura da unidade, instalando chapas metálicas perfuradas no interior da câmara para direcionar o escoamento de ar e melhorar a homogeneização da temperatura. Além disso, foram adicionados dois ventiladores dentro da câmara para manter a temperatura mais uniforme.

3.1.3 Sistema de Controle e Aquisição de Dados

Sistema composto por termopares, transdutores de pressão, controlador (CTL) da bomba, placas de aquisição de dados, computador e *software* LabVIEW.

Há oito termopares adesivos instalados ao longo do circuito hidráulico (vide Figura 8), sendo todos da marca Omega, modelo AS-1T e tipo T. Sua faixa de operação é de -66 a 177 °C, com tempo de resposta de até 0,3 segundos e incerteza de ± 1 °C. O primeiro termopar (T1) está localizado logo após a saída das bombas, enquanto os outros (T2 – T8) estão instalados ao longo da tubulação helicoidal, sendo distribuídos de forma visualmente uniformes. Na Figura 12 é apresentada a forma como o termopar está fixado na parede externa da serpentina.

Figura 12 – Termopar adesivo na serpentina.



Fonte: Autorial própria.

Os cinco transdutores de pressão utilizados são do fabricante HBM, sendo um modelo P3 Top Class e os outros quatro P3 Industrial Class. O transdutor Top Class (P0) opera entre 0 e 50 bar com precisão de 0,15% do fundo de escala, enquanto os quatro transdutores (P1, P2, P3 e P4) da Industrial Class operam entre 0 e 20 bar com precisão de 0,1%. Todos os transdutores possuem taxa de aquisição de 500 Hz. Vale ressaltar que o transdutor P0 por possuir maior incerteza só será utilizado como referência da pressão imposta pela bomba no teste de patamares por imposição de pressão. Na Figura 13 é mostrado o transdutor P3 Industrial Class, o qual fica acoplado à serpentina.

Figura 13 – Transdutor de pressão P3 Industrial Class de 20 bar da fabricante HBM.



Fonte: Autorial própria.

Cada transdutor possui um termoresistor interno, o qual mede a temperatura do fluido dentro da tubulação. Entretanto, por serem termoresistores de dois fios possuem baixa precisão e então só

serão utilizados como referência para avaliar a estabilização da temperatura dentro da tubulação. Além desses termoresistores, há outro que mede a temperatura do fluido dentro do reservatório.

O controlador (CTL) das bombas é da marca Teledyne ISCO, D-Series e modelo 500HV. Através do CTL define-se o modo de controle das bombas, que pode ser por pressão ou vazão, e também o modo de atuação das duas bombas, que podem atuar de modo contínuo, ambas bombas deslocando fluido ao mesmo tempo, ou independentes. O controlador permite ainda a abertura e fechamento das válvulas de entrada e saída das bombas (V1, V2, V3 e V4).

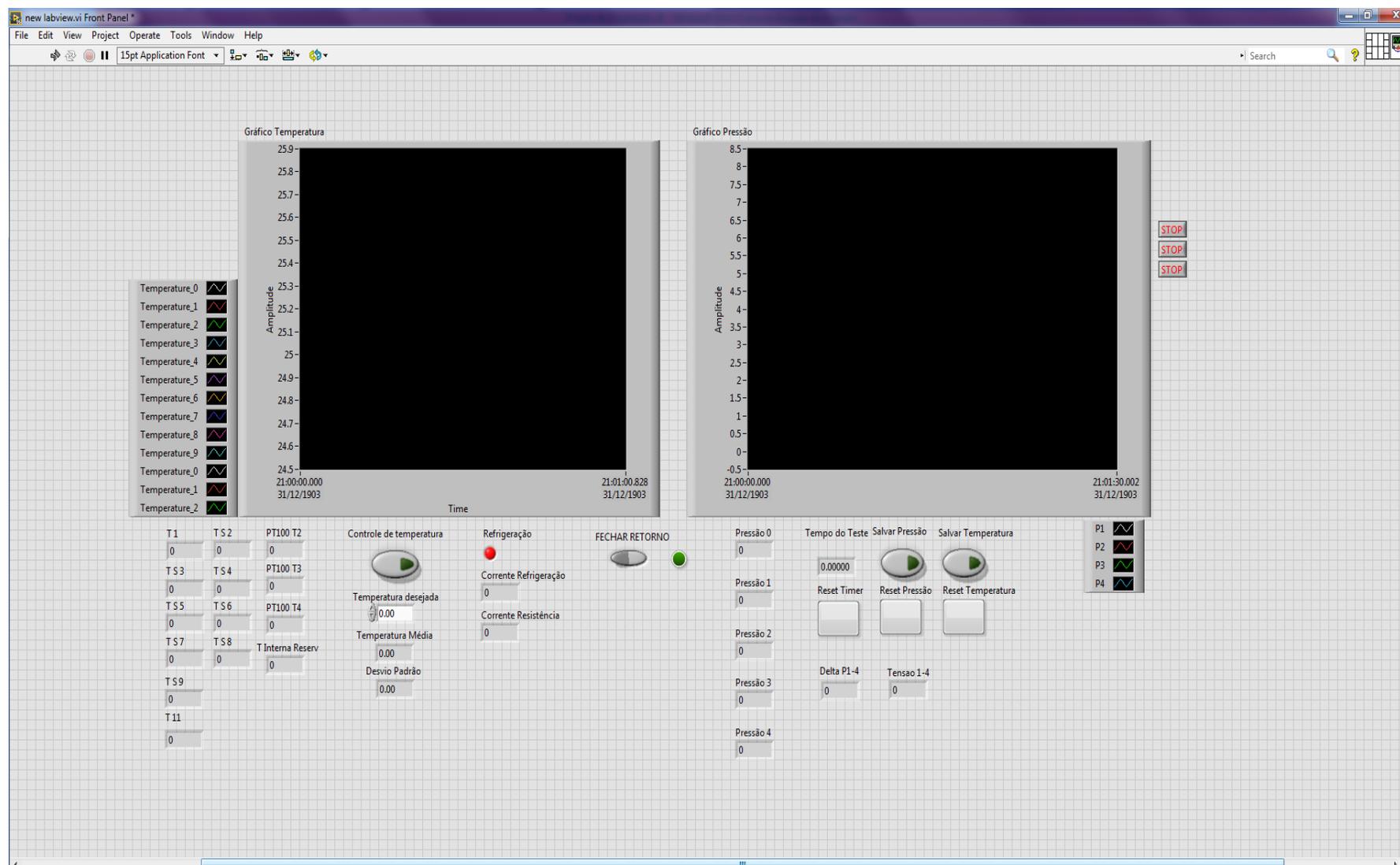
O controle da unidade experimental é realizado pelo controlador das bombas e por meio da interface do *software* LabVIEW, instalado no computador do aparato experimental. Os dados de pressão, temperatura e vazão são adquiridos e controlados por meio de cinco placas de aquisição de dados da *National Instruments*, sendo quatro placas de entrada e uma de saída. Estas placas ficam no painel de controle, localizado no lado externo da câmara. As placas que recebem o sinal analógico de temperatura são a NI 9213 e a NI 9217, sendo utilizadas para os sinais dos termopares e termoresistores dos transdutores de pressão, respectivamente. A placa NI 9237 recebe o sinal de pressão dos transdutores. A placa (comando) NI 9474 ativa e desativa as resistências elétricas, o sistema de refrigeração e as válvulas pneumáticas, enquanto a placa NI 9265 controla o inversor de frequência do compressor. O inversor é da marca Siemens, modelo Micromaster 440 de 5,50 kW de potência.

A interface do *software* LabVIEW é mostrada na Figura 14. Observa-se os gráficos de temperatura e pressão onde é monitorado o comportamento das temperaturas dos termoresistores e termopares (gráfico da esquerda) e das pressões dos transdutores (gráfico da direita), ambos em relação ao tempo. Ambos gráficos são utilizados para verificar o equilíbrio térmico na câmara e a condição de regime transiente ou permanente das pressões durante o escoamento do fluido.

Na parte inferior esquerda da interface do LabVIEW também pode-se observar os valores instantâneos da temperatura em cada termoresistor e termopar, a temperatura média na câmara térmica com seu respectivo desvio padrão. Há ainda a indicação da temperatura desejada onde define-se a temperatura da câmara térmica. Na parte inferior central, verifica-se a abertura e fechamento da válvula (V5) da linha do desvio. Como padrão do programa, a válvula V5 fica fechada.

Na parte inferior direita, observa-se as pressões em cada transdutor, o tempo decorrido no teste, e a diferença de pressão e tensão referente aos transdutores P1 e P4. Além disso, há os botões de salvar e de *reset*. Através dos botões de *reset* reinicia-se os dados instantâneos do contador (*timer*) do tempo de teste, da pressão e da temperatura e por meio do botão salvar grava-se os dados de pressão e temperatura dos ensaios.

Figura 14 – Interface do software LabVIEW.



Fonte: Autoria própria.

3.2 INCERTEZAS EXPERIMENTAIS MEDIDAS E CALCULADAS

Para garantir a confiabilidade dos resultados experimentais é necessário avaliar a incerteza relacionada a todas as variáveis medidas e calculadas ao longo do trabalho. O cálculo da incerteza deve considerar os erros sistemáticos e aleatórios, sendo que o erro sistemático está atrelado ao instrumento utilizado, e o aleatório a leitura humana ou ruído elétrico (Coleman e Steele, 2009).

Dessa forma, foi calculado a incerteza para pressão, diferença de pressão entre os transdutores P1 e P4 (ΔP_{1-4}), comprimento total da serpentina (L_{total}), comprimento entre os transdutores P1 e P4, diâmetro (D) e temperatura média (\bar{T}). A partir dessas variáveis, pode-se calcular a propagação de incerteza pelo método de Série de Taylor para a tensão de cisalhamento (τ_w), taxa de deformação aparente ($\dot{\gamma}_{ap}$) e viscosidade aparente (η_{ap}). Os cálculos de incerteza e propagação de incerteza de todas as variáveis avaliadas estão detalhados no APÊNDICE B

Na Tabela 2 apresentam-se as incertezas e as incertezas percentuais para cada variável analisada. Pode-se observar que a maior incerteza percentual é de 4,4% referente à viscosidade aparente, considerando diferença de pressão (ΔP_{1-4}) de 1 bar. Entretanto, conforme discutido no APÊNDICE B com o aumento da diferença de pressão, menor é a propagação do erro sobre a tensão de cisalhamento, taxa de deformação aparente e viscosidade aparente. Portanto, como a diferença de pressão entre P1 e P4 nos ensaios são superiores a 1 bar, pode-se concluir que a incerteza percentual máxima da unidade experimental obtida nos ensaios realizados será inferior a 4,2%, posto que a diferença de pressão medida nos ensaios é superior a 1 bar.

Tabela 2 – Incertezas medidas e calculadas da unidade experimental

| Variável | Valor [-] | Incerteza (δ_x) [-] | Incerteza percentual (δ_x/x) [%] |
|------------------------------------------------------------|-----------|------------------------------|----------------------------------------------|
| Diferença de pressão, ΔP_{1-4} [bar] | 1,0* | 0,04 | 4,2* |
| Comprimento total da tubulação, L_{total} [mm] | 50533 | 13,0 | 0,02 |
| Comprimento entre P_1 e P_4 [mm] | 33200 | 11,0 | 0,03 |
| Temperatura média, \bar{T} [°C] | - | 1,0 | - |
| Diâmetro médio, D [mm] | 10,0 | 0,04 | 0,4 |
| Tensão de cisalhamento, τ_w [Pa] | 7,6* | 0,30* | 4,2* |
| Taxa de deformação, $\dot{\gamma}_{ap}$ [s ⁻¹] | - | - | 1,2 |
| Viscosidade aparente, η_{ap} [Pa.s] | - | - | 4,4* |

*Valores calculados para de $\Delta P_{1-4} = 1$ bar.

3.3 VERIFICAÇÃO DA UNIDADE EXPERIMENTAL

É essencial verificar a unidade experimental para garantir a validação dos resultados experimentais. Dessa forma, foram realizadas a verificação do controle de temperatura, da influência da pressão hidrostática e da geometria da serpentina nas medições de pressões entre os transdutores (P1 e P4). Estas análises estão detalhadas no APÊNDICE C.

Foi mostrado que o controle de temperatura é eficaz e mantém a temperatura média constante dentro da câmara térmica durante os ensaios. Destaca-se que quanto menor a vazão imposta maior o desvio padrão de temperatura entre os termopares. Assim, o desvio padrão máximo de temperatura obtido foi de 0,2 °C na menor vazão de 0,064 ml/min. Por outro lado, para vazões maiores, o desvio padrão de temperatura foi menor, sendo que para a vazão de 193,2 ml/min foi de 0,15 °C.

Como os transdutores de pressão estão dispostos verticalmente na tubulação helicoidal há uma diferença de pressão hidrostática. Para a diferença de altura de 0,45 cm entre os transdutores P1 e P4, que são os transdutores de maior interesse neste trabalho, foi calculada a pressão hidrostática de 0,04 bar. Este valor é da mesma ordem da incerteza da diferença de pressão entre os transdutores, e portanto não interfere no resultado final das medidas de pressões.

Por último, foi investigado o efeito da geometria helicoidal da tubulação sobre o escoamento. De acordo com Ghobadi e Muzychka (2015), a imposição de altas vazões em tubos helicoidais pode acarretar no surgimento de escoamento secundário devido à ação da força centrífuga. Para avaliar este fenômeno, foi utilizado a correlação proposta por Srinivasan *et al.* (1968), que relaciona o número de Dean (D_n) com o fator de atrito da tubulação. O D_n é função do número de Reynolds, e do diâmetro interno da tubulação e da serpentina. Devido as baixas vazões, e consequentemente aos baixos valores de número de Reynolds utilizados ao longo do trabalho, o escoamento na serpentina é comparável com escoamento em tubulação reta. Logo, não há formação de escoamentos secundários.

3.4 SÍNTESE DO CAPÍTULO

Neste capítulo foram apresentados os sistemas hidráulico, de refrigeração e de aquecimento, e o controle e aquisição de dados, que compõem a unidade experimental. Foram destacados todos os componentes com as suas respectivas especificações.

Além disso, foram destacados os valores referentes às incertezas experimentais atreladas às variáveis medidas e calculadas ao longo do trabalho. Por fim, foi demonstrado que os efeitos

secundários de pressão hidrostática entre os transdutores e o formato helicoidal da tubulação não afetam os resultados finais das pressões mensuradas.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo demonstra a formulação do fluido de trabalho e os procedimentos experimentais dos ensaios realizados. Inicialmente, apresenta-se a formulação da solução aquosa de Laponita[®] RD. Em seguida, descreve-se os testes experimentais da evolução da viscosidade da amostra, curva de escoamento, patamares por imposição de vazão e pressão e, reinício de escoamento por imposição de vazão, com diferentes tempos de repouso e visualização.

4.1 FLUIDO DE TRABALHO

Para avaliar o efeito da dependência temporal (tixotropia) do fluido será utilizado uma solução aquosa de Laponita[®] RD da fabricante BYK Aditivos e Instrumentos, com 2% em massa. A Laponita[®] é um mineral de argila sintético composto por partículas na forma de lâminas nanométricas de 30 nm diâmetro e 1-4 nm de espessura (Thompson e Butterworth (1992)), com distribuição de carga elétrica não uniforme (Jatav e Joshi, 2014). A fórmula química é representada por $Na^{+0,7}[(Si_{8,0}Mg_{5,5}Li_{0,3})O_{20}(OH_4)]^{-0,7}$ (Tanaka *et al.*, 2014).

Quando disperso em água, a Laponita[®] apresenta comportamento viscoplástico, levemente viscoelástico e tixotrópico (Escudier e Presti, 1996). Alguns autores (Tanaka *et al.*, 2004; Abedi *et al.*, 2019) relatam que a adição de 10^{-3} M de cloreto de sódio (NaCl) favorece a interação entre as partículas da suspensão, aumentando a força iônica e a tensão limite de escoamento do material. Além disso, o pH da solução aquosa deve estar próximo a 10, assim garante-se a estabilidade química das partículas (Tanaka, *et al.*, 2004).

Para formular a solução aquosa de Laponita[®] com 2% em massa, foram adicionados 260 g de Laponita[®] RD e 10^{-3} M de NaCl em 13 L de água destilada sob agitação constante. Em seguida, a amostra foi mantida sob agitação por 5 horas para garantir a homogeneização completa da mistura. Então, foi medido o pH que resultou em 10, logo não foi necessário fazer nenhuma correção. Por fim, a solução foi colocada cuidadosamente e aos poucos no reservatório da unidade experimental utilizando um béquer, para evitar a formação de bolhas durante o despejamento.

A partir do dia que a amostra foi formulada (26/02/2019), a solução aquosa de Laponita[®] começou a ser cisalhada, i.e., escoada quase que diariamente, exceto finais de semana. Após aproximadamente dois meses de cisalhamento, o efeito de tixotropia (pico de pressão destacado) começou a ficar evidente nos testes de reinício de escoamento. A partir de então, os primeiros ensaios começaram a ser realizados, sendo estes ensaios referentes a 1ª bateria de teste.

4.2 TESTES EXPERIMENTAIS

Os testes que foram desenvolvidos ao longo do trabalho são evolução da viscosidade, curva de escoamento, patamares por imposição de vazão, patamares por imposição de pressão, reinício por imposição de vazão, com diferentes tempos de repouso e visualização. Todos os testes foram realizados na temperatura de 25 °C em triplicata, para assegurar a repetibilidade dos ensaios.

Willenbacher (1996) ressalta que a estabilidade de fluidos tixotrópicos, especificamente soluções aquosas de Laponita[®] RD, só é alcançado num tempo hipoteticamente infinito, devido à constante evolução do material, e neste tempo a viscosidade seria infinita. Isto implica que para analisar os resultados é necessário utilizar um critério de regime permanente (RP). Neste trabalho, o critério adotado é que o RP somente é alcançado quando a pressão varie menos de 4% em relação a sua pressão média final, obtida nos últimos 10 s de teste. Este critério foi adotado baseado na incerteza experimental da diferença de pressão entre P1 e P4 (ΔP_{1-4}) que é da mesma ordem.

O material tixotrópico é comumente submetido a pré-cisalhamento para que o fluido tenha a mesma condição de cisalhamento no início de cada teste (Larson e Wei, 2019). Dessa forma, para manter o mesmo histórico de cisalhamento na amostra diariamente e antes de cada teste foi necessário realizar dois pré-testes, pré-teste A e B. O pré-teste A era realizado diariamente após ligar a unidade experimental para “apagar” o histórico do tempo de repouso que o material ficou sujeito de um dia para outro, enquanto o pré-teste B era realizado ao longo do dia no início de cada ensaio para “apagar” o histórico de cisalhamento do teste recém realizado.

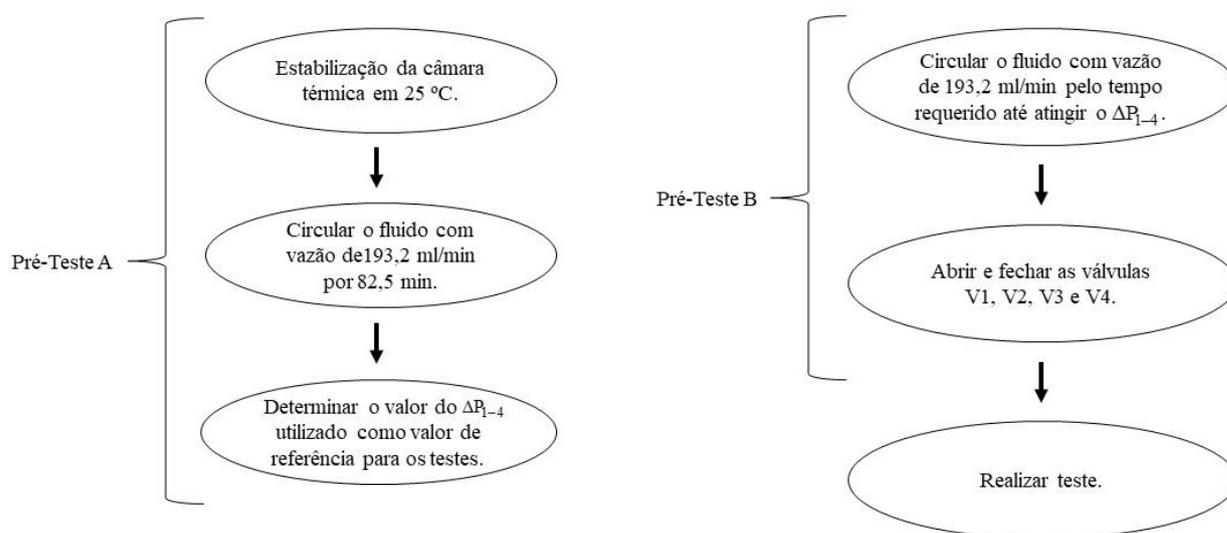
Neste momento, é interessante diferenciar os termos tempo de repouso e tempo de envelhecimento. Alguns autores como Van der Geest *et al.* (2017) utilizam o termo tempo de envelhecimento como sinônimo de tempo de repouso, para se referir ao tempo em que a amostra não é cisalhada. Neste trabalho, tempo de envelhecimento será referido como o período a partir do qual a amostra foi formulada, e o tempo de repouso como o período que antecede o ensaio em que o material não é cisalhado.

O pré-teste A consiste em estabilizar a temperatura de toda a câmara térmica em 25 °C, o que leva aproximadamente 5 min, e simultaneamente, circular o fluido com vazão de 193,2 ml/min por 82,5 min, com as bombas operando de modo alternado sem tempo de repouso. Durante a circulação do fluido no período de 82,5 min (equivalente a 33 bombas esvaziadas), observa-se a redução do ΔP_{1-4} até que o equilíbrio seja alcançado. Este ΔP_{1-4} determinado é considerado como a pressão de referência diária, na qual o fluido deve estar para que os ensaios sejam realizados.

O pré-teste B consiste em impor a vazão de 193,2 ml/min pelo tempo que for necessário até que o ΔP_{1-4} de referência do dia seja alcançado, para garantir que a amostra esteja na mesma

viscosidade (condição inicial) em todos testes realizados ao longo do dia. Baseado nos testes realizados, sabe-se que este tempo de cisalhamento pode variar de 2,5 até 30 min a depender da condição estrutural que o fluido se encontrar. Após o cisalhamento, abre-se e fecha-se as válvulas V1, V2, V3, V4 por 2 s para que a pressão ao longo do circuito hidráulico fique exposta à pressão atmosférica, e a distribuição de pressão atinja a sua condição de equilíbrio. E por fim pode-se iniciar o teste. A seguir, a Figura 15 mostra os diagramas com as etapas atreladas aos pré-testes A e B.

Figura 15 – Sequência das sub-etapas dos pré-testes A e B.



Em todos os testes realizados, o modo de operação das bombas é alternado, i.e., enquanto uma bomba está sendo preenchida a outra está bombeando fluido. Assim, para padronizar os testes, todo ensaio foi realizado com a bomba B (impondo vazão ou pressão), enquanto a bomba A era utilizada para o pré-teste B. Além disso, o tempo de repouso padrão utilizado nos ensaios é de 30 s, exceto no teste de reinício por imposição de vazão com visualização e na avaliação do tempo de repouso, como será apresentado nas próximas subseções.

4.2.1 Evolução da Viscosidade Aparente da Laponita[®] RD

Como observado por alguns autores (Escudier e Presti, 1996; Willenbacherm, 1996), a solução aquosa de Laponita[®] RD apresenta contínua reestruturação, desde o dia de sua formulação. Como consequência, a viscosidade aparente (η_{ap}) e a tensão limite de escoamento, crescem continuamente. Portanto, o objetivo desse ensaio é verificar o comportamento de evolução da

viscosidade aparente da Laponita[®]. A evolução da viscosidade aparente da amostra foi calculada por,

$$\eta_{ap} = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_{ap}} \quad (8)$$

em que τ_w é a tensão de cisalhamento na parede e $\dot{\gamma}_{ap}$ a taxa de deformação aparente. Para calcular a tensão de cisalhamento na parede, utiliza-se a equação de balanço de forças na parede da tubulação, que relaciona a força exercida na parede da tubulação com a diferença de pressão:

$$\tau_w = \frac{D\Delta P_{1-4}}{4L} \quad (9)$$

em que D é o diâmetro interno da tubulação, ΔP_{1-4} é a diferença de pressão medida entre os transdutores P1 e P4 e L é o comprimento da tubulação. O cálculo da τ_w é sempre realizado com os valores de ΔP_{1-4} de regime permanente. A $\dot{\gamma}_{ap}$ é calculada pela seguinte relação:

$$\dot{\gamma}_{ap} = \frac{32Q}{\pi D^3} \quad (10)$$

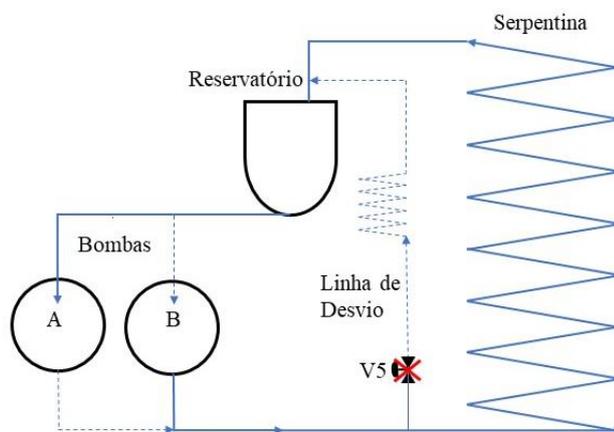
em que Q é a vazão.

A viscosidade aparente é então obtida após o pré-teste A (primeiro teste do dia) através do ensaio com vazão de 193,2 ml/min, com tempo de repouso de 30 s. O procedimento para realizar o ensaio é o seguinte:

- a) Pré-teste A;
- b) Abrir e fechar as válvulas V1 ,V2, V3 e V4;
- c) Iniciar contagem do tempo de repouso (30 s);
- d) Iniciar gravação de pressão em 20 s a partir do início da contagem do tempo de repouso;
- e) Acionar a bomba B na vazão de 193,2 ml/min no fim do tempo de repouso;
- f) Finalizar o teste quando o regime permanente das pressões forem atingido;
- g) Calcular a viscosidade aparente por meio da Equação 8.

A Figura 16 mostra o esquema de funcionamento do sistema hidráulico durante o ensaio. A válvula da linha do desvio está marcada com “X” em vermelho para indicar que está fechada. A linha contínua representa o caminho percorrido pelo fluido, enquanto a tracejada a região onde o fluido está estagnado.

Figura 16 – Esquema de configuração para: os pré-testes, os testes de curva de escoamento, o reinício de escoamento com imposição de vazão com diferentes tempos de repouso, patamares por imposição de vazão e patamares por imposição de pressão. A linha representa locais em que há escoamento do fluido, ea linha tracejada onde não há escoamento.



Conforme será mostrado na Seção 5.1 a viscosidade aparente da amostra da solução de Laponita[®] RD teve aumento considerável. Então, foram selecionados duas baterias de testes em que o material apresentou viscosidade distinta para fins de comparação do comportamento da amostra. A amostra da primeira bateria de teste é chamada de Laponita A enquanto a da segunda bateria, de Laponita B.

4.2.2 Curva de Escoamento

A curva de escoamento é construída a partir dos valores de tensão de cisalhamento na parede da tubulação em regime permanente, τ_w , em função da taxa de deformação, $\dot{\gamma}$. O objetivo da curva de escoamento é determinar o comportamento reológico que o fluido apresenta em regime permanente.

A curva reológica obtida na unidade experimental foi comparada com a curva de escoamento medida no reômetro para verificar se o comportamento em ambos instrumentos eram semelhantes.

4.2.2.1 Reômetro

Para obter a curva de escoamento no reômetro foi utilizado o reômetro HAAKE, modelo MARS III, com a geometria cilindros concêntricos, espaçamento de 1 mm, diâmetro interno de 25 mm e externo de 27 mm.

Os pontos experimentais foram obtidos através da imposição de patamares decrescentes de taxas de deformação de 100, 50, 25, 5, 1 e 0,1 s⁻¹, sendo que a aplicação de cada patamar teve duração mínima de 25 minutos para garantir que o regime permanente fosse atingido. A temperatura do teste foi fixada em 25 °C, e para evitar a evaporação da amostra, foi utilizada uma fina camada de óleo lubrificante sobre a superfície do fluido.

4.2.2.2 Unidade experimental

A curva de escoamento na unidade experimental foi determinada através das medições de ΔP_{1-4} e de Q , que foram convertidos para τ_w e $\dot{\gamma}_{ap}$, respectivamente. Como o escoamento não é homogêneo na seção transversal da tubulação, a taxa de deformação foi corrigida pela equação de Weisserberg-Rabinowitsch ($\dot{\gamma}_{w-r}$) (Macosko, 1994):

$$\dot{\gamma}_{w-r} = \frac{\dot{\gamma}_{ap}}{4} \left(3 + \frac{d \ln Q}{d \ln \tau_w} \right) \quad (11)$$

em que $d \ln Q / d \ln \tau_w$ pode ser calculada a partir da equação polinomial por $\ln Q = A(\ln \tau_w)^2 + B(\ln \tau_w) + C$ para fluidos não newtonianos. A, B e C são constantes ajustadas para cada caso.

A correção de Weisserberg-Rabinowitsch foi realizada por Mitishita (2017) utilizando Carbopol em unidade experimental, e também por Pereira (2018) utilizando solução aquosa de Laponita® RD. Foi observado pelos autores que após a correção a curva de escoamento obtida na unidade experimental ficou mais próxima aos resultados reométricos.

Destaca-se que as vazões utilizadas nos ensaios foram selecionadas de acordo com o limite de operação da bomba hidráulica, ou seja, entre 0,001 e 204 ml/min. A Tabela 3 indica as vazões utilizadas com suas respectivas taxas de deformação aparente. Lembrando que a taxa de deformação aparente foi calculada através da Eq. 10.

Tabela 3 – Vazões com as respectivas taxas de deformação aparente.

| Vazão [ml/min] | Taxa de deformação aparente [s ⁻¹] |
|----------------|------------------------------------------------|
| 0,644 | 0,1 |
| 6,44 | 1 |
| 32,2 | 5 |
| 64,4 | 10 |
| 128,8 | 20 |
| 193,2 | 30 |

A condição padrão no teste é que a válvula de retorno do desvio permanece sempre fechada, conforme mostrado na Figura 16. Os testes são realizados da maior vazão (193,2 ml/min) para a menor (0,644 ml/min), com o tempo de repouso de 30 s. É interessante destacar que o tempo de regime permanente varia de acordo com a vazão imposta, podendo durar até 4000 s para a menor vazão.

O procedimento para realizar a curva de escoamento na unidade experimental é:

- a) Pré-teste B;
- b) Iniciar contagem do tempo de repouso (30 s);
- c) Iniciar gravação de pressão após 20 s do início do tempo de repouso;
- d) Fixar a vazão volumétrica de teste no controlador da bomba;
- e) Acionar a bomba B no fim do tempo de repouso;
- f) Finalizar o teste quando o regime permanente for atingido;
- g) Repetir as etapas de a) até f) para as próximas vazões volumétricas.

4.2.3 Patamares de Subida e Descida por Imposição de Vazão

De acordo com Mewis e Wagner (2009), o teste de patamar de imposição de taxa de deformação, que é equivalente à imposição de vazão na unidade experimental, é um dos mais adequados para mostrar se o material possui tixotropia. Além disso, o ensaio também permite avaliar a influência do histórico de cisalhamento no material. Dessa forma, foram realizados ensaios de patamares de vazão com a amostra de Laponita[®] RD em diferentes níveis de viscosidade para analisar o comportamento tixotrópico em relação ao tempo de envelhecimento do material, bem como o histórico de cisalhamento.

Os testes de patamares de vazão foram realizados a partir de rampas de subida e descida, como indicado na Tabela 4. Inicialmente, impõem-se a vazão referente ao patamar 1, seguida da vazão do patamar 2 e por último do patamar 3, sendo que cada nível tem duração de 60 s. Vale notar que para um mesmo patamar, as vazões volumétricas para os níveis 1 e 3 são as mesmas. O

tempo de duração do patamar foi determinado pelo volume da bomba. Tempos maiores não possibilitariam finalizar o teste com o patamar 3.

Tabela 4 – Testes de patamares de imposição de vazão

| Patamar 1 | Patamar 2 | Patamar 3 |
|--------------|--------------|--------------|
| 64,4 ml/min | | 64,4 ml/min |
| 96,6 ml/min | 193,2 ml/min | 96,6 ml/min |
| 128,8 ml/min | | 128,8 ml/min |

A representação esquemática do funcionamento do circuito hidráulico da unidade experimental para o teste de patamar de descida e subida por imposição de vazão também está indicada na Figura 16. O procedimento para realizar os testes de patamares de imposição de vazão é dado por:

- a) Pré-teste B;
- b) Iniciar contagem do tempo de repouso (30 s);
- c) Iniciar gravação da pressão a partir dos 20 s após o início do tempo de repouso da etapa anterior;
- d) Fixar vazão do patamar 1 no controlador da bomba;
- e) Acionar a bomba no fim do tempo de repouso;
- f) Após o patamar 1, aumentar para a vazão referente ao patamar 2 e depois 3. Cada patamar é mantido por 60 s;
- g) Finalizar teste após 190 s;
- h) Repetir etapas de a) até g) para próximos patamares.

4.2.4 Patamares de Descida por Imposição de Pressão

O ensaio de patamar de pressão tem a finalidade de determinar a tensão limite dinâmica, que é a tensão mínima necessária para manter o material escoando. A tensão limite será comparada com a tensão extrapolada a partir da taxa de deformação nula na curva escoamento. Diferentemente do teste anterior (patamar por imposição de vazão), os patamares por imposição de pressão serão analisados somente com rampa de descida.

Para determinar a tensão limite, os patamares de pressão foram impostos sequencialmente de maneira decrescente, 6,7, 5,7, 4,7 e 3,7 bar, com duração de 60 s cada patamar, conforme mostra a Tabela 5.

Tabela 5 – Testes de patamares de descida por imposição de pressão

| Patamar 1 | Patamar 2 | Patamar 3 | Patamar 4 |
|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 6,7 bar | 5,7 bar | 4,7 bar | 3,7 bar |

O funcionamento do circuito hidráulico é semelhante ao mostrado na Figura 16, e o procedimento para realizar o ensaio de patamar de pressão é dado por:

- Pré-teste B;
- Iniciar contagem do tempo de repouso (30 s);
- Alterar configuração para imposição de pressão no controlador da bomba;
- Fixar valor da pressão do primeiro nível no controlador;
- Iniciar gravação de pressão após 20 s do início do tempo de repouso;
- Acionar a bomba no fim do tempo de repouso;
- Manter cada nível de pressão do patamar por 60 s;
- Finalizar teste após o último nível de pressão ser imposto.

4.2.5 Reinício de Escoamento por Imposição de Vazão

O reinício de escoamento por imposição de vazão tem objetivo de avaliar a evolução da pressão com o tempo para cada vazão. Neste teste, as vazões volumétricas analisadas foram 193,2, 128,8, 64,4, 6,44 e 0,644 ml/min para os ensaios da primeira bateria de teste, e 193,2, 64,4, 32,2, 6,44 e 0,644 ml/min para a segunda bateria. Em todos os reinícios o tempo de repouso padrão foi de 30 s.

Além das vazões volumétricas também foram indicados os números de Reynolds (Re) para demonstrar que o regime de escoamento para a faixa de vazão utilizada era sempre laminar:

$$\text{Re} = \frac{4\rho Q}{\pi D \eta_{ap}} \quad (12)$$

sendo ρ a massa específica do fluido. Vale destacar que para calcular o número de Re utiliza-se a viscosidade aparente, que é determinada através da Eq. 8. Comumente, para calcular o número de Reynolds para fluidos de Herschel-Bulkley utiliza-se o Reynolds generalizado, o qual depende da viscosidade média na parede. A viscosidade média na parede para fluidos de HB depende dos índices de consistência e de lei de potência, da TLE e da tensão de cisalhamento na parede. Porém, no caso da amostra de Laponita B não pode ser realizado o ajuste de HB na curva de escoamento,

e então não foi possível determinar o índice de consistência nem de lei de potência. Assim, optou-se por determinar Re utilizando a viscosidade aparente na parede.

O procedimento para realizar este ensaio é semelhante ao teste da curva de escoamento, descrito na Subseção 4.2.2.2, porém neste caso o foco é a resposta transiente da pressão durante o reinício.

Também foram realizados testes de reinício com diferentes tempos de repouso, para as vazões de 64,4 e 6,44 ml/min, com o objetivo de avaliar a influência do tempo de repouso. Os tempos de repouso utilizados foram 0,5, 10 e 30 min para os ensaios da 1ª bateria e de 0,5, 30 e 60 min para os da 2ª bateria, como indicado na Tabela 6. O procedimento de ensaio é parecido ao teste da curva de escoamento, porém com diferentes tempos de repouso. As etapas a serem seguidas nesse ensaio são:

- a) Pré-teste B;
- b) Iniciar contagem do tempo de repouso indicado na Tabela 6;
- c) Iniciar gravação de pressão com 10 s de antecedência do fim do tempo de repouso;
- d) Acionar a bomba no fim do tempo de repouso;
- e) Finalizar teste após o regime transiente ter sido atingido;
- f) Repetir etapas a) até e) para próxima vazão volumétrica e/ou tempo de repouso.

Tabela 6 – Testes de reinício de escoamento com imposição de vazão com diferentes tempos de repouso.

| Teste | Bateria | Vazão [ml/min] | Tempo de repouso [min] |
|------------------------------------------------------------------|---------------------|----------------|------------------------|
| Reinício com imposição de vazão com diferentes tempos de repouso | 1ª bateria de teste | 64,4 | 0,5 |
| | | 6,44 | 10 |
| | | | 30 |
| | 2ª bateria de teste | 64,4 | 60 |
| | | 6,44 | 30 |
| | | | 0,5 |

O funcionamento do circuito hidráulico para os testes de reinício de escoamento com imposição de vazão está mostrado na Figura 16.

4.2.6 Reinício de Escoamento por Imposição de Vazão com Visualização

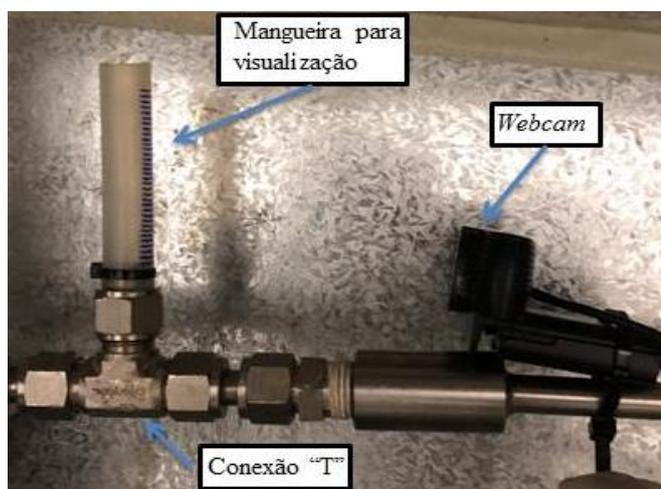
O reinício por imposição de vazão com visualização foi realizado para verificar se a TLE estática obtida neste ensaio é superior a TLE dinâmica obtida pelo ajuste de HB da curva de escoamento. É esperado que a TLE estática seja superior à TLE dinâmica, pois o tempo de repouso

ensaio do reinício com visualização (1 min) foi superior quando comparado com o tempo de repouso da curva de escoamento (30 s).

Neste ensaio, a válvula V5 permaneceu aberta, permitindo que o fluido escoasse tanto pelo desvio (vide Figura 8) quanto pela tubulação helicoidal. A linha de desvio foi projetada para ter perda de carga menor que a da tubulação helicoidal, de forma que o fluido escoe preferencialmente através do desvio. No entanto, quando a vazão aplicada promover tensão de cisalhamento equivalente a TLE do material, o fluido começará a escoar através da serpentina também. Logo, a pressão imposta na entrada da serpentina é controlada indiretamente pela vazão à medida que o fluido escoar pelo desvio. A visualização do reinício ocorre através da *webcam* instalada entre o final da serpentina e a conexão “T”. Na conexão “T” há uma mangueira acoplada que permite visualizar quando o reinício ocorre. Para estimar o quanto o fluido se deslocou utiliza-se marcações de 2 mm na mangueira, como mostrada na Figura 17.

Para determinar a mínima vazão que inicia o escoamento na tubulação helicoidal, foram impostas vazões de 9,66 até 35,42 ml/min. Nos ensaios em que o reinício não ocorria de imediato, era esperado 20 min para verificar se de fato o reinício não aconteceria num tempo maior. Caso o reinício não ocorresse, aumentava-se a vazão em 3,22 ml/min no próximo teste. Este procedimento era repetido até que o reinício de escoamento fosse observado. O tempo de repouso para realizar os testes foi de 1 min, pois era necessário tempo superior ao padrão de 30 s para realizar todo o procedimento do ensaio, que incluía abrir e fechar as válvulas V1 a V5, entrar na unidade para abrir a conexão “T”, fixar a vazão de teste no controlador (CTL) e acionar a bomba.

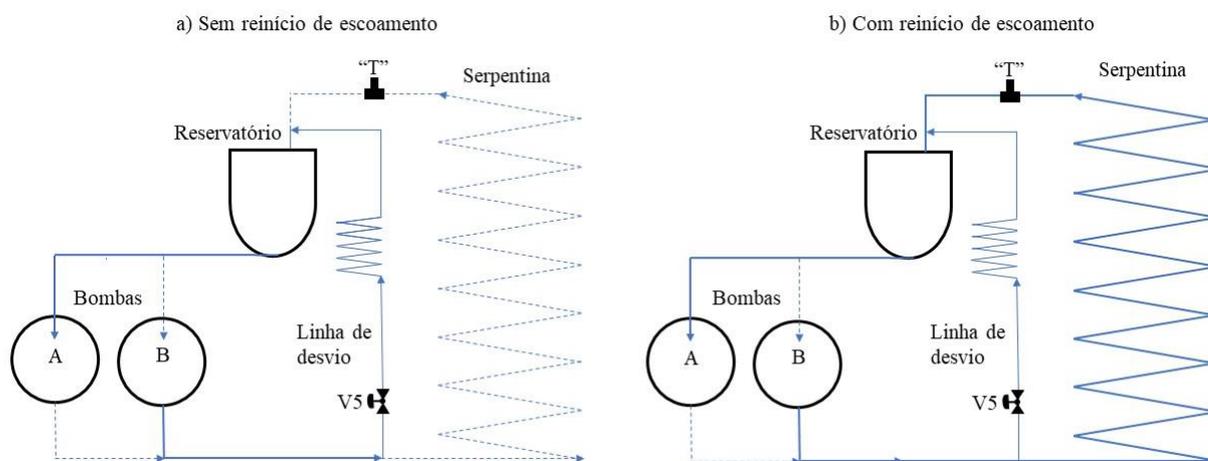
Figura 17 – Mangueira acoplada a conexão “T” para permitir a visualização do reinício do escoamento.



A Figura 18 ilustra as duas condições que ocorrem neste ensaio. Quando a vazão imposta não promover uma tensão equivalente a TLE do material, o fluido só irá escoar pela linha do

desvio, como representado na Figura 18a. Por outro lado, quando a TLE do fluido for alcançada, o escoamento irá ocorrer tanto pelo desvio quanto pela serpentina (Figura 18b), sendo que neste caso o reinício poderá ser visualizado pela conexão “T”. A linha contínua representa o escoamento, e a linha tracejada indica o fluido estagnado.

Figura 18 – Ilustração do teste de reinício de escoamento por imposição de vazão com visualização. a) Material na serpentina não escoar; b) Material da serpentina escoar. A linha contínua representa onde há escoamento do fluido, e a linha tracejada onde não há escoamento.



As etapas do procedimento de ensaios são:

- a) Pré-teste B (escoar pelo desvio por 200 s no pré-teste B);
- b) Iniciar contagem do tempo de repouso de 60 s;
- c) Abrir válvula V5 e conexão “T”;
- d) Iniciar gravação de pressão a partir dos 50 s após a contagem do tempo de repouso;
- e) Acionar a bomba com a vazão volumétrica determinada no fim do tempo de repouso;
- f) Finalizar o teste se o fluido escoar pela conexão “T” ou esperar por 20 min para garantir que não ocorrerá escoamento;
- g) Repetir as etapas de a) até f) para a próxima vazão volumétrica.

4.3 SÍNTESE DO CAPÍTULO

No Capítulo 4 foi apresentado o fluido a ser utilizado nos ensaios, uma solução aquosa de Laponita[®] RD com concentração de 2% em massa. Posteriormente, foi descrito os procedimentos experimentais e apresentado a configuração da unidade experimental para os testes que serão

realizados ao longo do trabalho. A seguir, na Tabela 7 está indicado os testes com os seus respectivos objetivos.

Tabela 7 – Descrição dos objetivos dos testes.

| Teste | Objetivo |
|---------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Evolução da viscosidade aparente | Demonstrar a evolução da amostra de Laponita [®] desde o dia da formulação. |
| Curva de escoamento | Determinar o comportamento reológico da Laponita [®] em regime permanente. |
| Patamares de vazão | Avaliar a tixotropia e dependência do histórico de cisalhamento do material. |
| Patamares de pressão | Comparar a TLE dinâmica extrapolada da curva de escoamento com a tensão determinada nos ensaios. |
| Reinício de escoamento com imposição de vazão com visualização | |
| Reinício de escoamento com imposição de vazão (com diferentes tempo de repouso) | Comparar a evolução das pressões de regime transiente. |

5 RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados os resultados dos testes de evolução da curva de viscosidade, curva de escoamento, patamares de vazão, patamares de pressão, reinício de escoamento por vazão com diferentes tempos de repouso, e com visualização. De modo geral, os ensaios avaliaram o comportamento reológico de dependência temporal da Laponita[®] em relação à imposição de diferentes magnitudes de vazões e pressões, e de tempos de repouso.

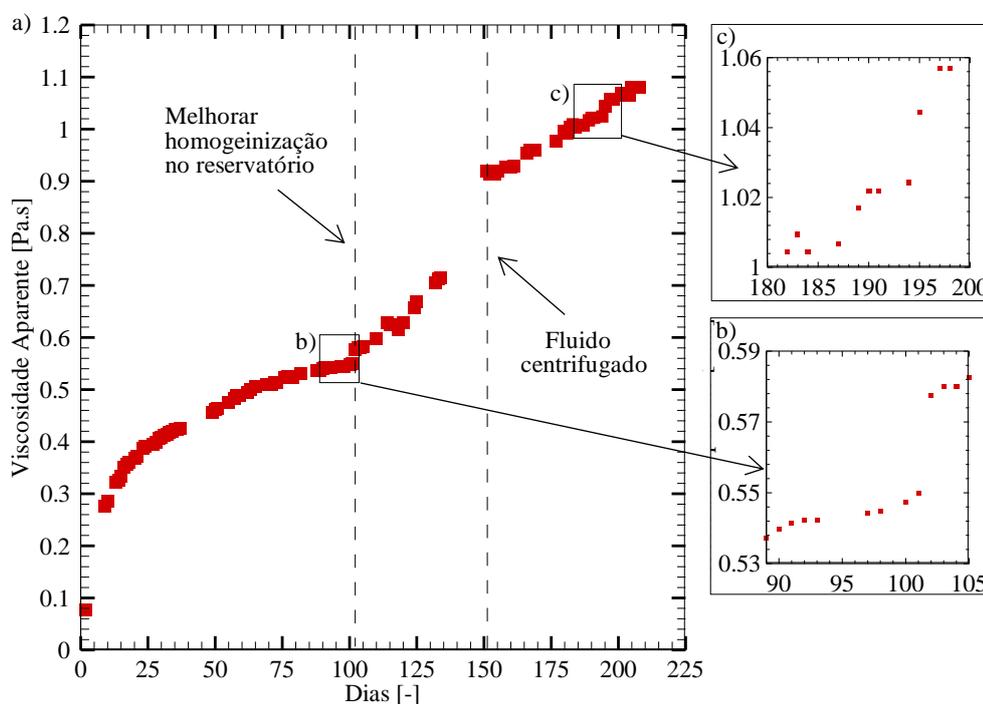
Para fins de comparação, estes testes foram realizados com duas amostras de Laponita[®] com estruturação distinta, sendo que a primeira bateria de testes foi realizada com o fluido de viscosidade menor que o segundo caso. A primeira bateria de teste será chamada de “Laponita A” e a segunda de “Laponita B”. Todos os testes apresentados foram realizados em triplicata na temperatura de 25 °C para assegurar a repetibilidade.

5.1 EVOLUÇÃO DA VISCOSIDADE APARENTE

Conforme reportado na literatura (Escudier e Presti, 1996; Willenbacher, 1996; Abedi *et al.*, 2019) a amostra de Laponita[®] RD utilizada neste trabalho teve aumento contínuo da viscosidade aparente desde o preparo da amostra no dia 26/02/2019, como mostra a Figura 19. Isto indica que a estrutura interna do material continuou evoluindo durante os 210 dias avaliados. Comportamento semelhante foi observado por Abedi *et al.* (2019) com solução de Laponita[®] RD com concentração de 2% em massa.

Na Figura 19 estão destacados dois eventos que mudaram a tendência de crescimento da viscosidade aparente do material. O primeiro ocorreu no 102º dia e o segundo no 152º dia. Verifica-se que até o 102º dia, a viscosidade aparente possuía tendência logarítmica de crescimento e após este dia a evolução da viscosidade ficou mais acentuada, seguindo tendência aproximadamente linear. Esta mudança na evolução da viscosidade ocorreu devido a mudança na homogeneização da amostra dentro do reservatório. Observou-se inicialmente que parte do fluido no reservatório sempre ficava gelificado e que somente uma outra parte era cisalhada durante os testes, criando um caminho preferencial no fluido no reservatório. Dessa forma, retirou-se a parte final da tubulação (após a serpentina) que ficava submersa no fluido do reservatório no 102º dia para que o fluido gelificado passasse a ser cisalhado pela bomba também. Destaca-se que o agitador do reservatório, cuja função era homogeneizar a amostra, foi utilizado somente algumas vezes até aquele momento, pois houve o aparecimento de bolhas de ar no fluido. Após constatação de bolhas, o agitador não foi mais utilizado.

Figura 19 – Evolução da viscosidade aparente da Laponita® desde a formulação no dia 26/02/2019. a) Amostra de Laponita® avaliada por 210 dias. Neste período foram realizadas duas baterias de testes, a primeira indicada pela b) Laponita A e a segunda pela c) Laponita B.



Fonte: Autoria própria.

A segunda mudança ocorreu no 152º dia, sendo que neste caso a tendência de aumento da viscosidade permaneceu linear com inclinação menos acentuada que no caso anterior. Neste ponto, a amostra foi retirada da bancada e centrifugada para remover as bolhas que estavam presentes no fluido. A centrifugação da amostra foi necessária para retirada de bolhas que não possibilitavam repetibilidade dos ensaios. Após a centrifugação da amostra, notou-se aumento da viscosidade aparente em aproximadamente 0,2 Pa.s, que pode estar associado ao aumento na concentração da solução de Laponita®, devido à evaporação da água durante o processo de retirar e colocar a amostra na unidade experimental e principalmente devido à centrifugação. Esta hipótese parece bem plausível pois já foi observado que a evaporação durante testes reométricos longos pode causar aumento da concentração da solução de Laponita® RD (Willenbacher, 1996). Além disso, foi demonstrado que soluções mais concentradas de Laponita® possuem maior interação entre as partículas (Abedi *et al.*, 2019), levando a um processo de gelificação mais intenso. Assim, é esperado que na 2ª bateria (Laponita B) de teste a amostra esteja mais estruturada e apresente maior TLE.

As Figuras 19b e c evidenciam os dois períodos em que os testes com as amostras de Laponita A e B foram realizados. Os ensaios referentes a Laponita A foram feitos entre 90 e 105 dias e da

Laponita B entre 180 e 200 dias. Na Figura 19a verifica-se que a viscosidade aparente aumenta de 0,54 até 0,58 Pa.s, variando quase 7% em duas semanas. Já na Figura 19b há o aumento de 1,0 até 1,05 Pa.s com variação de 5% em três semanas. Dessa forma, os períodos em que as baterias de teste foram realizadas têm variação de viscosidade pequena e são comparáveis dentro do mesmo período, apesar da amostra de Laponita[®] evoluir constantemente. Portanto, a partir dessa análise assumiu-se a hipótese de que todos os testes da amostra “Laponita A” podem ser comparados entre si, assim como os testes realizados para a “Laponita B” também são comparáveis. Em outras palavras, assumiu-se que no período de duas semanas (Laponita A) e três semanas (Laponita B) a evolução da viscosidade do fluido é pequena e pode ser negligenciada para fins comparativos entre diferentes experimentos.

5.2 CURVA DE ESCOAMENTO

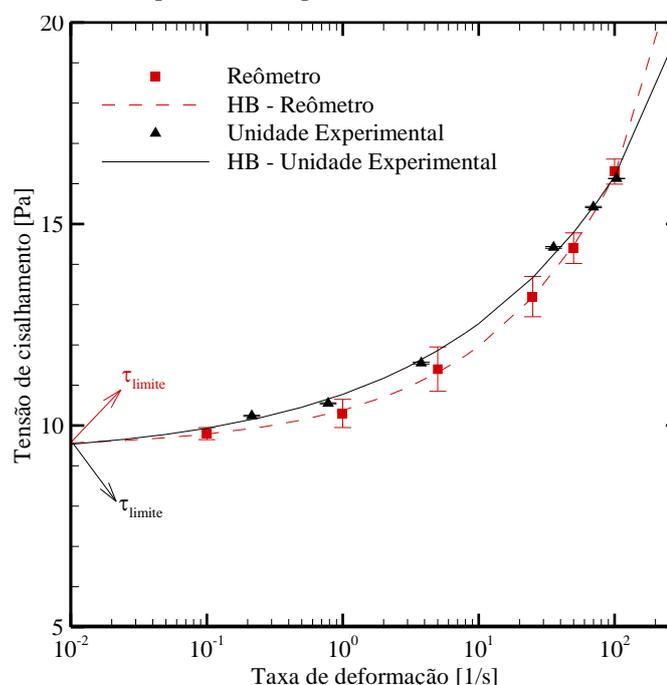
A curva de escoamento é a relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação do material em regime permanente. A partir da curva pode-se estimar a tensão limite de escoamento dinâmica do material através da extrapolação da tensão para taxa de deformação nula. Com o intuito de verificar se o comportamento do material em regime permanente na unidade experimental é semelhante ao do reômetro, foram realizadas curvas de escoamento, na unidade experimental e no reômetro. Os procedimentos para obter as curvas de escoamento em ambos equipamentos foram detalhados na Subseção 4.2.2.

Como explicado anteriormente foram realizadas baterias de testes com a Laponita A e B. As curvas de escoamento da Laponita A e B são mostradas respectivamente nas Figuras 20 e 21. A Figura 20 apresenta a curva de escoamento obtida no dia 28/05/2019, após 92 dias do preparo da amostra. Os símbolos representam os resultados experimentais que foram obtidos no reômetro (quadrado) e na unidade experimental (triângulo), e as barras indicam o desvio padrão de cada triplicata. Ambas as curvas de tendência foram obtidas pelo ajuste da equação de Herschel-Bulkley (HB) aos dados experimentais empregando o método dos mínimos quadrados. O ajuste da curva possibilita a estimativa da tensão limite de escoamento dinâmica através de extrapolação das tensões de cisalhamento em regime permanente para taxas de deformação tendendo a zero.

Ambas as curvas da Figura 20 apresentam a mesma tendência, indicando que o material possui comportamento viscoplástico. Pereira (2018) observou comportamento semelhante, utilizando solução aquosa Laponita[®] RD com concentração de 1,5% em massa. Como visto na revisão da literatura (Coussot *et al.*, 2002, Pignon *et al.*, 1996 e Divoux *et al.*, 2013), é comum que as curvas de escoamento de fluidos tixotrópicos apresentem comportamento não-monotônico, caracterizando a existência de bandas de cisalhamento. Este comportamento não-monotônico não

foi observado nas curvas da Figura 20, porém vale ressaltar que a região de instabilidade normalmente inicia-se em baixas taxas de deformação próximas a 0,1 e 0,01 s⁻¹, e neste ensaio a menor taxa de deformação aplicada foi de 0,1 s⁻¹. Logo, há a possibilidade de que houvesse formação do comportamento não-monotônico caso fossem avaliadas taxas de deformação inferiores a analisada. Entretanto, como observado por Mooncroft e Fielding (2014) pode haver a formação de bandas de cisalhamento em curvas de escoamento monotônicas. Além disso, como analisado no APÊNDICE D, adota-se a hipótese de que pode ter ocorrido bandas de cisalhamento nos ensaios de curva de escoamento devido ao comportamento qualitativo das curvas de tensão de cisalhamento.

Figura 20 – Curva de escoamento da amostra de Laponita A obtida no reômetro e na unidade experimental no dia 28/05/2019. As barras indicam o desvio padrão das triplicatas dos ensaios.



Fonte: Autoria própria.

A Tabela 8 apresenta as constantes obtidas nos ajustes das equações de HB do reômetro e da unidade experimental. Observa-se que as constantes obtidas possuem pequena discrepância entre si, exceto em relação ao índice de consistência.

Tabela 8 – Constantes do Ajuste de Herschel-Bulkley.

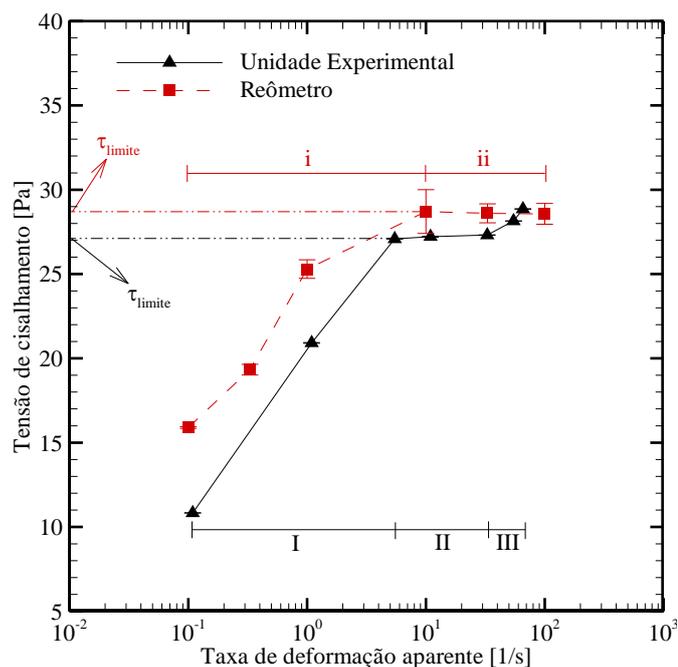
| Instrumento | τ_0 [Pa] | m [Pa.s ⁿ] | n [-] | R^2 [-] | Temperatura [°C] |
|----------------------|---------------|--------------------------|---------|-----------|------------------|
| Reômetro | 9,40 | 1,01 | 0,40 | 0,99 | 25 °C |
| Unidade Experimental | 9,16 | 1,61 | 0,32 | 0,99 | |

O ajuste da unidade experimental apresentou desvio padrão máximo de 0,02 Pa para a taxa de deformação de $35,5 \text{ s}^{-1}$, enquanto para o reômetro o desvio padrão máximo de 0,55 Pa para a taxa de 5 s^{-1} . O coeficiente de determinação (R^2) para ambas curvas foi de 0,99, destacando boa concordância entre os resultados experimentais e os ajustes. Destaca-se que a máxima diferença percentual entre os ajustes foi de 4,8% para 5 s^{-1} . Ainda, o desvio padrão do reômetro foi superior ao da unidade experimental, indicando que a unidade experimental tem melhor repetibilidade.

A Figura 21 mostra as curvas de escoamento que foram obtidas no dia 31/07/2019 com a amostra mais estruturada (Laponita B). Conforme apresentado na Figura 20, os símbolos representam os resultados experimentais obtidos no reômetro (quadrado) e na unidade experimental (triângulo), e as barras indicam o desvio padrão de cada triplicata. As linhas que interligam os pontos experimentais são exibidas somente para indicar o comportamento das curvas, não representando nenhum modelo de ajuste.

As curvas de escoamento do reômetro e da unidade experimental apresentadas na Figura 21 são semelhantes entre si, divergindo das curvas da Figura 20. A tendência mostrada na Figura 21 demonstra que a Laponita[®] exibe três regiões (I, II e III) com regime de escoamento distinto na unidade experimental, e duas regiões (i e ii) no reômetro. Não foi realizado teste no reômetro com taxas de deformação maiores, então não foi verificado o comportamento da região iii, caso exista. Além disso, não foi possível realizar a correção de Weissenberg-Rabinowitsch neste caso em razão da tendência incomum, então as curvas serão avaliadas em função da taxa de deformação aparente.

Figura 21 – Curva de escoamento da Laponita B realizada no reômetro e na unidade experimental no dia 31/07/2019.



Fonte: Autoria própria.

As regiões I e i apresentam comportamento típico de deslizamento na parede, i.e., quando as tensões são menores que a tensão limite de escoamento, o material escorrega nas paredes da tubulação como *plug* sólido através de uma camada fina de fluido. Comportamento semelhante de escorregamento em curvas de escoamento também foi constatado por Nguyen e Boger (1992), Bertola *et al.* (2003) e Zhang *et al.* (2018). É importante enfatizar que após superar a tensão limite de escoamento, o cisalhamento da amostra predomina sobre o escorregamento (Nguyen e Boger, 1992), ou seja, presume-se que nas próximas regiões (II e III) o cisalhamento seja predominante.

As regiões II e ii abrangem o intervalo de taxas de deformação que resultam em tensões de cisalhamento semelhantes. Tal comportamento pode ser um indicativo da existência de bandas de cisalhamento no escoamento, posto que a Laponita B está mais envelhecida e, conseqüentemente, com maior TLE. Esta hipótese não pode ser comprovada já que não há como visualizar o escoamento durante os ensaios. E por último, a região III aparenta ser a faixa com regime de escoamento estável.

A partir do platô das regiões II e ii pode-se estimar a tensão limite de escoamento dinâmica para a amostra de Laponita B, considerando que na região I a amostra esteja deslizando e não haja cisalhamento homogêneo do material. Os valores de tensões de cisalhamento obtidos serão utilizados para avaliar se esta tensão é a mínima tensão em que o material se mantém escoando. As tensões limite de escoamento estimadas resultaram em 27,1 e 28,7 Pa para a unidade experimental e para o reômetro, respectivamente. Estes valores são bem superiores aos obtidos na curva de escoamento dos testes de Laponita A. O aumento das tensões de cisalhamento ocorreram devido a maior estruturação do material com o tempo, e além disso, também pode estar associado ao possível aumento da concentração de Laponita[®] na solução, como consequência da evaporação da amostra durante o procedimento de centrifugação.

A curva de escoamento para a Laponita A demonstrou comportamento de fluido viscoplástico, enquanto a curva referente à Laponita B obteve comportamento bem distinto, exibindo provavelmente três regiões com diferentes tipos de escoamento. Vale ressaltar que este comportamento não foi observado na literatura em trabalhos com Laponita[®], possivelmente porque os trabalhos realizados com Laponita[®] não avaliaram a curva de escoamento com amostra tão envelhecida, como no caso da Laponita B.

5.3 PATAMARES DE VAZÃO

Esta seção está dividida em três subseções. A primeira subseção avaliará a resposta tixotrópica do material através da evolução da viscosidade do material. A segunda subseção

explicará o comportamento físico no teste de patamar por imposição de vazão. Posteriormente, será mostrada a dependência do histórico de cisalhamento da Laponita®.

5.3.1 Evolução da Estruturação da Laponita®

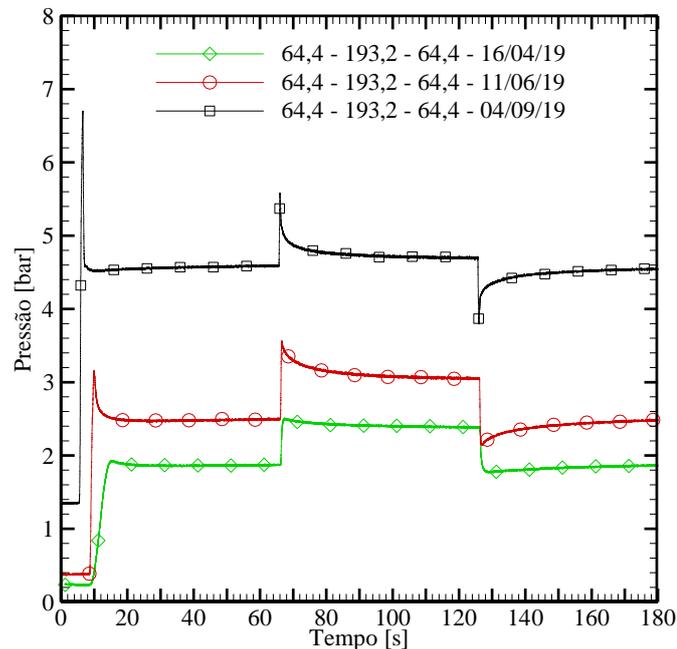
A seguir, avalia-se a resposta tixotrópica do material em relação ao aumento do tempo de envelhecimento, ou seja, com a Laponita® mais estruturada.

A Figura 22 apresenta a pressão medida no transdutor 1 (P1) em testes de patamares de imposição de vazão volumétrica de 64,4 ml/min, seguido por aumento da vazão volumétrica para 193,2 ml/min com posterior redução para 64,4 ml/min. São apresentadas três curvas que representam testes realizados após diferentes períodos de formulação da amostra, sendo que os dois últimos ensaios são referentes às amostras de Laponita A e B. Em outras palavras, cada curva representa o comportamento do material em diferentes níveis de estruturação, como já discutido anteriormente na Subseção 5.1. Conforme visto na curva do dia 16/04/2019, após 49 dias da formulação da amostra, a Laponita® ainda não apresentava pico de pressão significativo. No dia 11/06/2019, após 105 dias de formulação da amostra, os picos de pressão da Laponita A estão mais acentuados, o que deve ser devido a maior estruturação do material. Neste caso, também é notável que na redução da vazão no último nível, o material atinge um vale seguido do aumento da pressão em direção ao regime permanente. Após o vale, o material se reestrutura até atingir a pressão de equilíbrio. O ensaio do dia 04/09/19 é referente à Laponita B, e foi realizado após 190 dias da formulação. Neste ensaio nota-se os picos e o vale de pressão mais evidentes.

Observa-se que a inclinação da curva de pressão, após iniciar o teste com a imposição da vazão de 64,4 ml/min aumenta com o passar do tempo. A inclinação da curva do dia 04/09/19 é maior que a do 11/06/19, que é maior que a do 16/04/19. Isto deve estar relacionado ao aumento do módulo de elasticidade do material, com o aumento do tempo de envelhecimento da amostra. Nota-se maior fragilidade do material uma vez que a quebra da estrutura também acontece mais rapidamente. Isto reduz o tempo em que o pico acontece porque a estrutura do material se tornou mais rígida, e conseqüentemente mais frágil.

Constata-se o aumento da pressão inicial (antes do acionamento da bomba) com o envelhecimento da amostra. A pressão residual inicial ocorre devido ao aumento da tensão limite de escoamento, conforme o material ficou mais estruturado. A explicação sobre a pressão residual na serpentina será abordada detalhadamente na próxima Subseção 5.3.2.

Figura 22 – Comparação entre os patamares de imposição de vazão de 64,4 – 193,2 – 64,4 ml/min com 30 s de repouso. São apresentados quatro curvas que foram obtidas ao longo de seus meses.



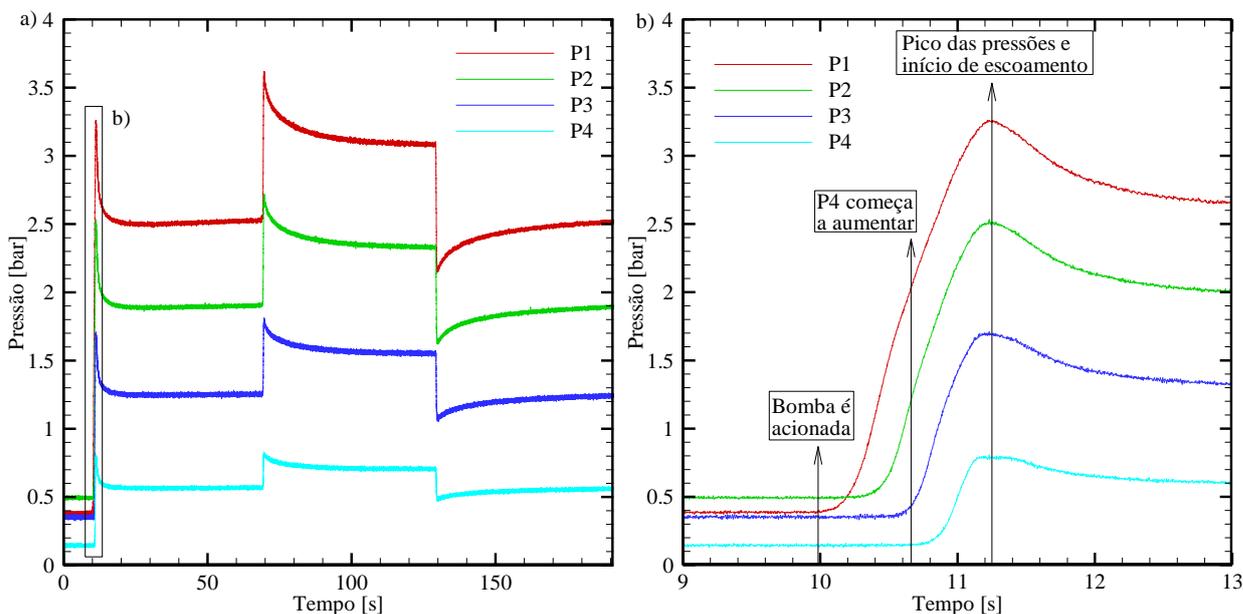
Fonte: Autoria própria.

5.3.2 Comportamento Físico

O objetivo desse ensaio é fazer uma interpretação física do teste de patamar de vazão. A Figura 23 apresenta as pressões medidas nos quatro transdutores (P1, P2, P3 e P4) durante a imposição do patamar de 64,4 – 193,2 – 64,4 ml/min, que foi realizado dia 11/06/2019. Lembrando que os transdutores de pressão P1, P2, P3 e P4 estão distribuídos ao longo da serpentina, conforme apresentado na representação esquemática da Figura 8.

Durante os 10 s iniciais antes da bomba ser ligada, verifica-se a distribuição de pressão diferente de zero na tubulação que é devido à pressão residual do material (vide Figura 23b). A pressão residual em aparatos experimentais é característica de fluidos viscoplásticos como discutido por Mitishita *et al.* (2018) e Pereira (2018). Aos 10 s a bomba é acionada, e então é observado o pico de pressão nos quatro transdutores quase que simultaneamente. A diferença de tempo entre o início do aumento de pressão em P1 e P4 é de menos de 1 s (ver Figura 23b). Em seguida, as pressões diminuem tendendo ao regime permanente. Quando a vazão volumétrica é aumentada em três vezes de 64,4 para 193,2 ml/min, ocorre novo aumento de pressão mas não é proporcional ao aumento da vazão, pois o material teve seu histórico de cisalhamento modificado. Por fim quando a vazão volumétrica é reduzida aparece o vale, seguido do aumento gradual da pressão em direção ao regime permanente, caracterizando a reestruturação do material.

Figura 23 – Evolução da pressão medida nos quatro transdutores P1, P2, P3 e P4 na serpentina no dia 11/06/2019. a) Patamar de imposição de vazão de 64,4 – 193,2 – 64,4 ml/min; b) Zoom dos primeiros 13 s de teste.



Fonte: Autoria própria.

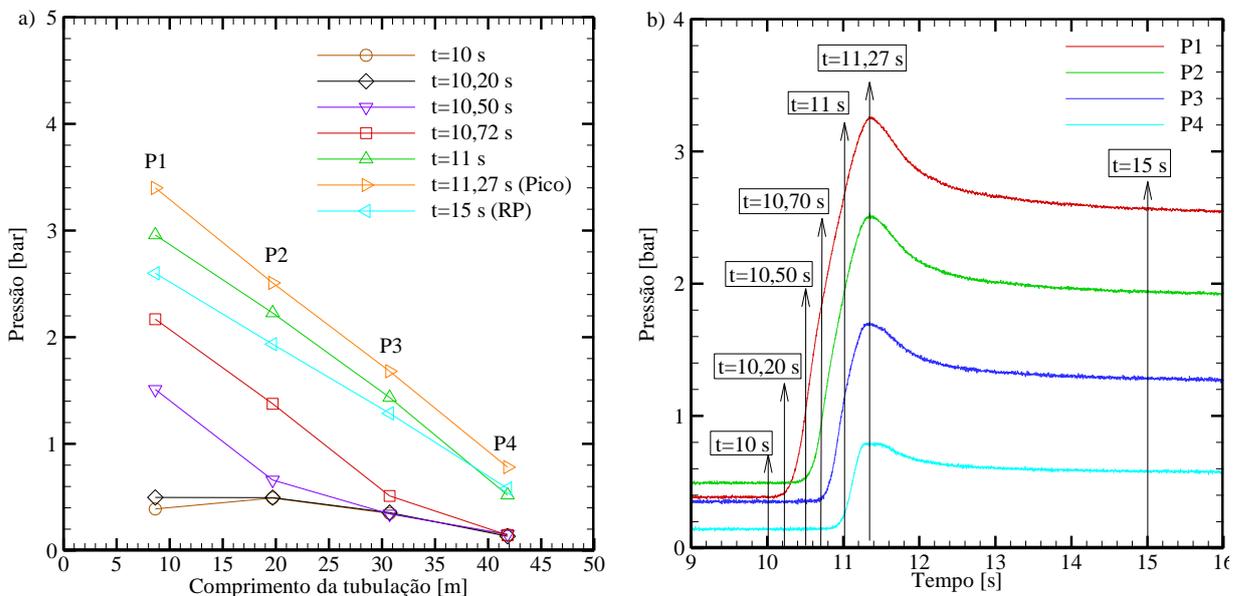
Na Figura 23b é apresentado em destaque o regime transiente no primeiro nível (64,4 ml/min) do patamar analisado, que será utilizado para explicar o comportamento físico do material durante a imposição da vazão volumétrica. Destaca-se que o comportamento qualitativo observado nessas curvas de pressões é de reinício de escoamento por imposição de vazão, assim a explicação retratada aqui pode ser utilizada nos ensaios de reinício da Seção 5.5.

A partir dos 10 s quando a bomba é ligada, as pressões começam a aumentar até atingirem o pico, inicialmente P1 começa a subir seguido de P2, P3 e P4. Nesta região o material apresenta comportamento predominantemente elástico até atingir o pico, onde ocorre a região de transição da predominância elástica para a viscosa.

Nota-se que leva aproximadamente 0,7 s para P4 começar a subir após o aumento de P1, o que pode ser atribuído à compressibilidade. Uma possível justificativa para a compressibilidade pode ser a presença de bolhas no escoamento. Após o atraso de P4 para começar a ser pressurizado, ainda são necessários 0,55 s até P1 atingir o pico aos 11,27 s, onde ocorre a relaxação da estrutura do material e, em seguida, há o alívio das pressões, indicando que o material da serpentina começa a escoar. É interessante observar que inicialmente o pico de pressão ocorre em P4 e então se propaga em direção a P1, demonstrando que o material primeiro escoar na saída para então as pressões serem aliviadas ao longo da serpentina. Posteriormente, a estrutura do material relaxa e tende ao valor de equilíbrio (regime permanente), o que evidencia a dependência da viscosidade com o tempo.

A Figura 24a mostra a distribuição de pressão ao longo do comprimento da serpentina para diferentes instantes de tempo. Os instantes de tempo da Figura 24a estão destacados na Figura 24b. Cada instante de tempo na Figura 24a possui quatro pontos que correspondem aos transdutores P1 a P4. As linhas que interligam os símbolos são mostradas somente para facilitar na visualização do perfil formado. O instante $t = 10$ s indica a distribuição de pressão inicial, ou seja, momento anterior ao acionamento da bomba. Os demais instantes de tempo, de 10,20 até 15 s, indicam o tempo decorrido durante a pressurização da amostra na serpentina até que o regime permanente seja alcançado.

Figura 24 – Evolução da distribuição de pressões no regime transiente até o permanente medidas nos quatro transdutores da serpentina. a) Perfil de pressão ao longo da serpentina; b) Regime transiente do primeiro nível (64,4 ml/min) do patamar de 64,4 – 193,2 – 64,4 ml/min.



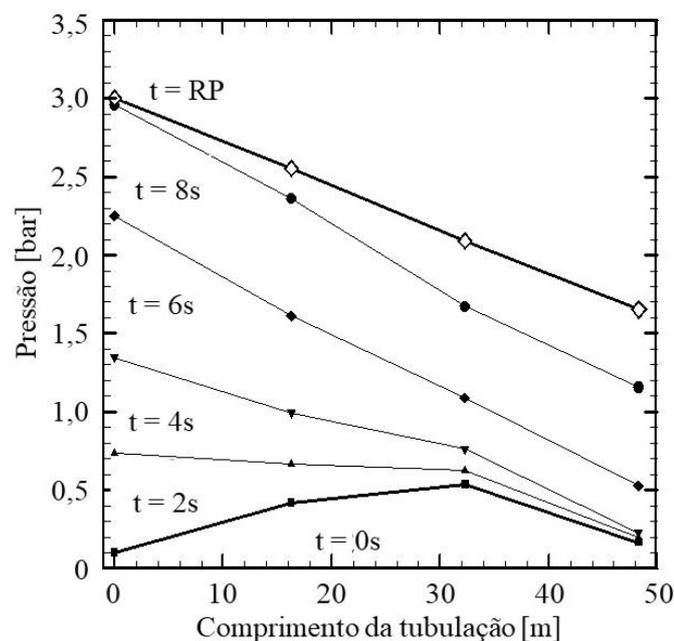
Fonte: Autoria própria.

A distribuição de pressão inicial (até 10 s) é não uniforme, o que caracteriza a tensão residual na tubulação devido à tensão limite de escoamento do material. O formato desse perfil decorre da distribuição de pressão na serpentina quando o material é submetido à pressão atmosférica. Lembrando que antes do início do teste é realizado o pré-teste B, no qual as válvulas (V1 a V4) do circuito hidráulico são abertas e o reservatório fica exposto à pressão atmosférica. Como P4 está mais próximo da saída seu valor está mais próximo da pressão atmosférica. A magnitude das pressões referentes aos outros transdutores (P1, P2 e P3) são consequência da suas respectivas distâncias em relação ao reservatório. No instante $t=10,20$ s somente a pressão P1 aumenta, indicando que a pressurização não é suficiente para ser transmitida até P2, P3 e P4. No próximo

instante de $t=10,50$ s, somente P1 e P2 aumentam, mostrando que a pressurização não tem intensidade para alcançar o restante da serpentina. Em $t=10,72$ s, nota-se a pressurização de P1 até P3, enquanto P4 se mantém inalterado. Já no instante $t=11$ s, o perfil de pressão formado é quase linear ilustrando que a serpentina está completamente pressurizada. A partir do momento que o escoamento se inicia em $t=11,27$ s até atingir o regime permanente em $t=15$ s, o perfil de pressão apresenta redução praticamente linear entre P1 e P4. Vale ressaltar que a evolução não simultânea das pressões durante a pressurização da Laponita[®] indica que as pressões não se transmitem instantaneamente ao longo da serpentina, como reportado por Mitishita *et al.* (2018).

Mitishita *et al.* (2018) analisou a distribuição de pressão durante o ensaio de transmissão de pressão utilizando Carbopol. A unidade experimental com tubulação é similar a utilizada nesse trabalho, contando com uma tubulação helicoidal de 48 m, onde estão dispostos quatro transdutores (p1, p2, p3 e p4). O ensaio de transmissão de pressão consiste em pressurizar o material até 3 bar, e observar como as pressões evoluem ao longo da serpentina. A Figura 25 apresenta o comportamento das pressões instantâneas obtido no ensaio de transmissão de pressão.

Figura 25 – Distribuição de pressões ao longo do comprimento da serpentina durante a pressurização da solução de Carbopol a 3 bar, 5°C.



Adaptado de Mitishita *et al.* (2018).

Neste caso, o instante $t=0$ s é o momento inicial do teste, antes da bomba ser acionada. Observa-se que os transdutores no final da serpentina (p3 e p4) acompanham a pressurização desde os instantes iniciais em $t=2$ e 4 s. Os autores sugeriram que este comportamento indica que a

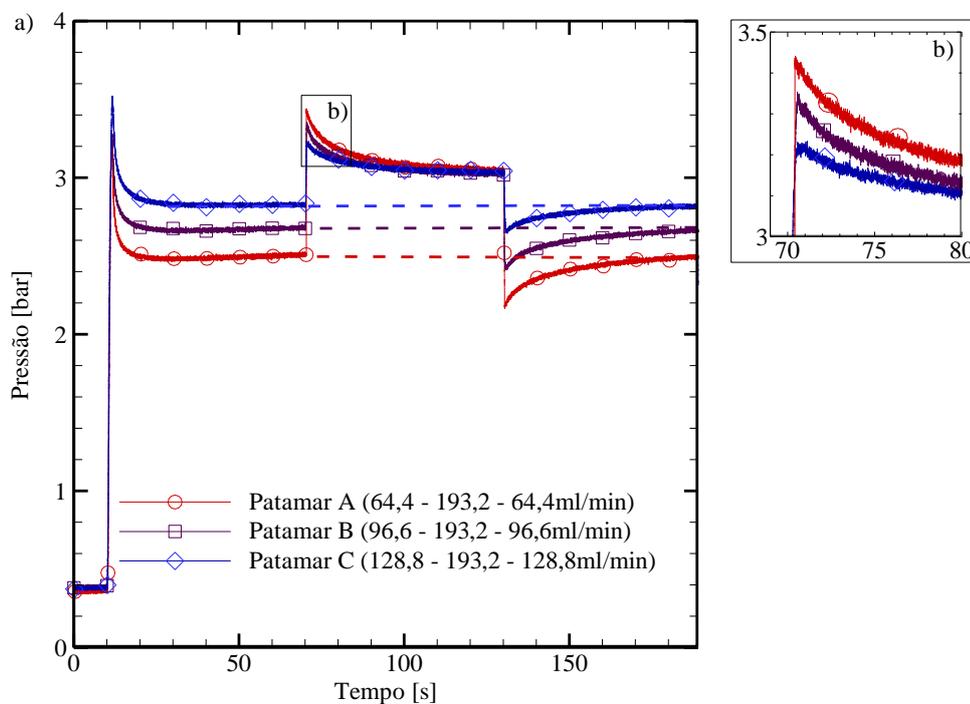
elasticidade do material pode influenciar na propagação da pressão. Entretanto, a pressurização da Laponita[®] demonstra que a pressão no final da serpentina aumenta somente após os transdutores anteriores serem pressurizados gradualmente, conforme indicado na Figura 24a. Uma hipótese para a mudança no comportamento da propagação de pressão é que ambos materiais apresentem diferentes níveis de elasticidade. Esta é uma observação interessante que não foi verificada, posto que não foi realizado ensaio reométrico oscilatório no trabalho.

5.3.3 Comparação entre Diferentes Patamares

O objetivo do ensaio é mostrar a influência do histórico de cisalhamento sobre o escoamento, e também demonstrar que a Laponita[®] possui tixotropia para a escala de tempo analisada.

Na Figura 26a são comparados os resultados dos testes do Patamar A de 64,4 – 193,2 – 64,4 ml/min, do Patamar B de 96,6 – 193,2 – 96,6 ml/min e do Patamar C de 128,8 – 193,2 – 128,8 ml/min que a amostra de Laponita A foi submetida, a partir de P1. O comportamento qualitativo para a Laponita B é semelhante ao analisado aqui e, portanto não será apresentado.

Figura 26 – Patamares de vazão A, B e C apresentados a partir do transdutor P1. a) Comparação entre os resultados dos patamares; b) Picos de pressão correspondente à vazão volumétrica de 193,2 ml/min dos três patamares.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 26b mostra os picos de pressões no segundo nível de cada patamar correspondente à vazão de 193,2 ml/min. Nota-se que o Patamar C exibe o menor pico, enquanto o A o maior pico.

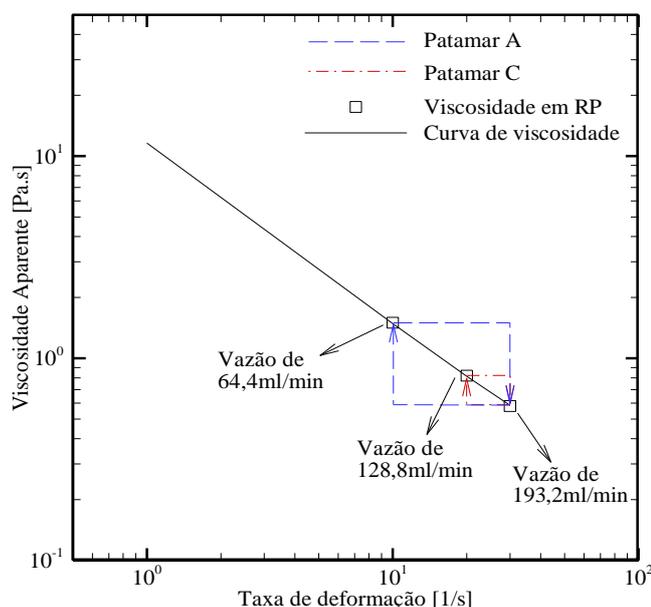
A magnitude dos picos é devido ao nível de estruturação do material anterior à mudança de vazão.

Para compreender melhor esta situação, apresenta-se na Figura 27 a variação da viscosidade aparente em regime permanente do material em relação ao patamares A e C. Lembrando que cada vazão volumétrica possui uma taxa de deformação equivalente, como mostrado na Tabela 3. A vazão de 64,4 ml/min corresponde à taxa de 10 s^{-1} , a vazão de 128,8 ml/min à 20 s^{-1} e a vazão de 193,2 ml/min à 30 s^{-1} . Comparando a imposição de vazão entre 64,4 e 128,8 ml/min no primeiro nível do patamar tem-se que ao impor a vazão de 128,8 ml/min (20 s^{-1}), a diferença de viscosidade em regime permanente entre este nível e o segundo na vazão de 193,2 ml/min (30 s^{-1}) é menor (ver Figura 27), logo a viscosidade de equilíbrio do material no primeiro nível está mais próxima da viscosidade em regime permanente do segundo, e conseqüentemente o pico de pressão para 128,8 ml/min no segundo nível é menor. Em outras palavras, quanto maior a taxa de deformação imposta no primeiro nível menor a diferença de viscosidade entre o primeiro e o segundo nível, e conseqüentemente menor o valor do pico de pressão no segundo nível.

Ao comparar o RP dos três patamares entre o primeiro e o terceiro nível, demonstra-se que os valores são semelhantes, e que o material atinge condição de equilíbrio semelhante para a mesma taxa de deformação, conforme indicado pela linha tracejada na Figura 26.

Na Figura 27 é retratada a curva de viscosidade aparente do material em função da taxa de deformação aparente. A curva de viscosidade foi obtida através dos resultados da curva de escoamento da Laponita A, e é representada pela linha contínua. A linha tracejada corresponde ao patamar A enquanto a linha pontilhada tracejada ao patamar C.

Figura 27 – Variação da viscosidade aparente em regime permanente em relação à taxa de deformação aparente.



Fonte: Autoria própria.

Constata-se que a diferença entre as taxas de deformações de 20 e 30 s⁻¹ (linha tracejada pontilhada) é menor do que entre 10 e 30 s⁻¹ (linha tracejada). Logo, quanto menor a diferença de viscosidade entre as taxas de deformação aplicadas menor é o pico de pressão resultante entre os patamares.

5.4 PATAMARES DE PRESSÃO

O objetivo do ensaio é comparar a mínima tensão que o material continua escoando com a tensão limite (TLE) dinâmica estimada pela curva de escoamento. Como este teste só foi realizado com a amostra de Laponita B, a tensão obtida no ensaio será comparada com a tensão extrapolada pela curva de escoamento da Figura 21.

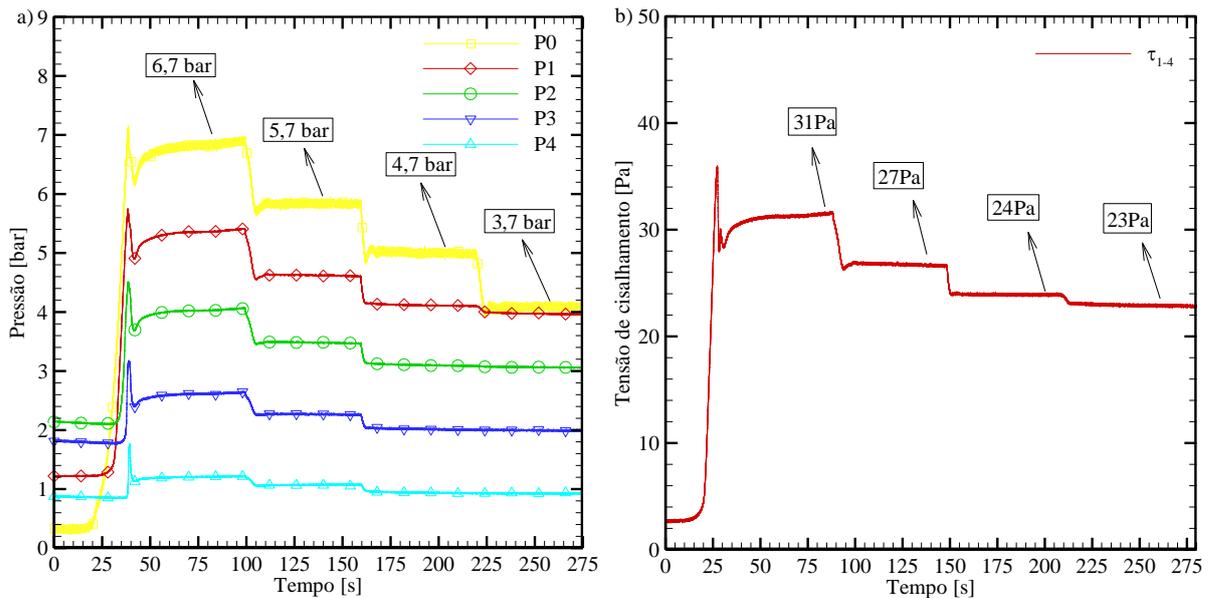
Para determinar a tensão que o material continua escoando, inicialmente foram impostos patamares de descida de 6,7, 5,7, 4,7 e 3,7 bar com duração de 60 s para cada nível. Nos ensaios de pressão, o controle da bomba e não é tão preciso como pode ser observado na Figura 28a. Então, para verificar qual a pressão imposta foi utilizado o transdutor P0 como referência das pressões imposta pela bomba. Após acionar a bomba com a pressão de teste era necessário observar no controlador (CTL) qual a vazão volumétrica que estava sendo bombeada, para verificar se a pressão imposta era suficiente para superar a TLE e manter a Laponita[®] escoando.

A Figura 28a apresenta as pressões resultantes do patamar de descida. Ao impor a pressão de 6,7 bar, o material atingiu pico de pressão em todos os transdutores, então diminuiu e começou a aumentar novamente em direção ao regime permanente. A cada 60 s, a pressão do próximo patamar foi imposta, e então instantaneamente era observado a redução da pressão. Quando foram impostas as pressões de 6,7 e 5,7 bar, o controlador da bomba marcou vazão volumétrica de 200 e 130 ml/min no regime permanente, respectivamente. Enquanto que para a pressão de 4,7 bar, a vazão volumétrica diminuiu até atingir vazão nula, e para 3,7 bar a vazão foi nula. Como a pressão de 4,7 bar atingiu a vazão nula, considera-se que esta pressão não é suficiente para manter o material escoando. Logo, pode-se concluir que a mínima pressão para o material escoar está entre 5,7 e 4,7 bar.

A partir da Figura 28b avalia-se a tensão de cisalhamento medida entre os transdutores P1 e P4, correspondente ao patamar de pressão da Figura 28a. Analisando somente o regime permanente, observa-se que ao impor a pressão de 6,7 bar, a tensão de cisalhamento foi de 31 Pa, e para as pressões de 5,7, 4,7 e 3,7 bar, as tensões correspondentes foram de 27, 24 e 23 Pa, respectivamente. Como a Laponita[®] parou de escoar entre o patamar de 5,7 e 4,7 bar, admite-se que a mínima tensão para o material escoar está entre 26,7 e 23,9 Pa, e então deve-se comparar esta faixa de tensão com a TLE estimada na curva de escoamento da amostra de Laponita B (vide

Figura 21) de 27,1 Pa. Portanto, verifica-se que a tensão estimada pela curva de escoamento está próxima à obtida no patamar de pressão de descida, indicando boa concordância entre os resultados. E ainda, isto indica que o ensaio patamar de pressão pode ser utilizado para avaliar a TLE do material.

Figura 28 – Patamar de descida por imposição de pressão de 6,7 a 3,7 bar. a) Curvas de pressão dos cinco transdutores de pressão; b) Curva de tensão de cisalhamento entre P1 e P4.

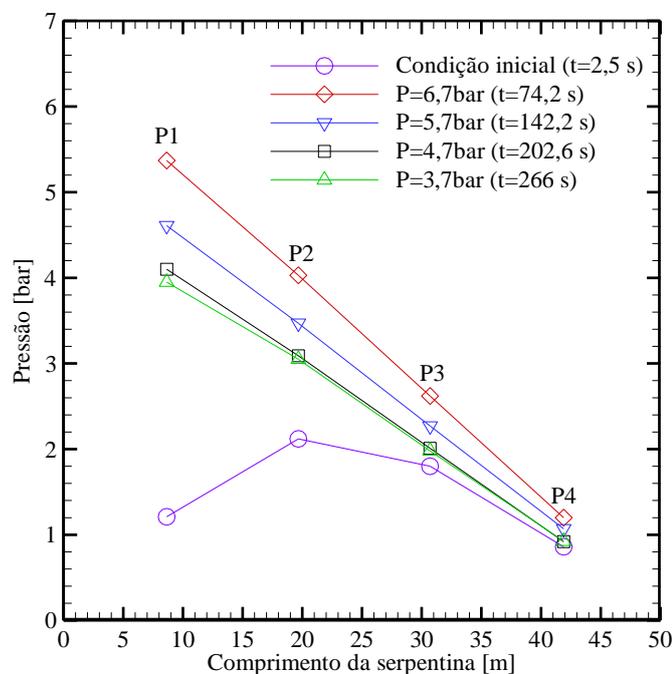


Fonte: Autoria própria.

A Figura 29 mostra a distribuição de pressão em regime permanente ao longo da serpentina. Os símbolos representam a magnitude das pressões de regime permanente nos quatro transdutores (P1, P2, P3 e P4) para cada nível do patamar, e as linhas são traçadas somente para auxiliar na visualização da distribuição de pressão. Ressalta-se que antes de iniciar o teste, a condição inicial ($t=2,5$ s) demonstra a distribuição de pressão não linear na tubulação, que é devido à tensão limite de escoamento do material. Em seguida, verifica-se uma distribuição de pressão linear nos próximos níveis de pressão aplicados de 6,7 e 5,7 bar, representados pelos instantes de tempos de 74,2 e 142,2 s, respectivamente. Mitishita *et al.* (2018) e Pereira (2018) também observaram o mesmo comportamento, verificando que durante o escoamento a distribuição de pressão apresenta queda linear na tubulação de P1 a P4. Para os níveis de pressão de 4,7 bar indicado no instante de 142,2 s e de 3,7 bar em 266 s, a distribuição de pressão possui queda praticamente linear também, porém nota-se que as pressões em P2, P3 e P4 são semelhantes entre si em ambos patamares, e ainda, o valor de P4 é semelhante ao da condição inicial. Isto é consequência de não ter escoamento

para as pressões impostas. Portanto, reitera-se a afirmação de que a mínima pressão, e consequentemente, tensão para manter o escoamento está entre os patamares 4,7 e 5,7 bar.

Figura 29 – Pressão em função do comprimento ao longo da serpentina, para diferentes níveis de pressão.



Fonte: Autoria própria.

5.5 REINÍCIO DE ESCOAMENTO POR IMPOSIÇÃO DE VAZÃO

Nesta seção serão analisados os regimes transiente e permanente dos reinícios de escoamento por imposição de diferentes vazões volumétricas e diferentes tempos de repouso, comparando as amostras de Laponita A e B.

O objetivo do ensaio de reinício por imposição de vazão é avaliar a influência das diferentes vazões volumétricas e tempos de repouso sobre o pico de pressão e o tempo necessário para reiniciar o escoamento.

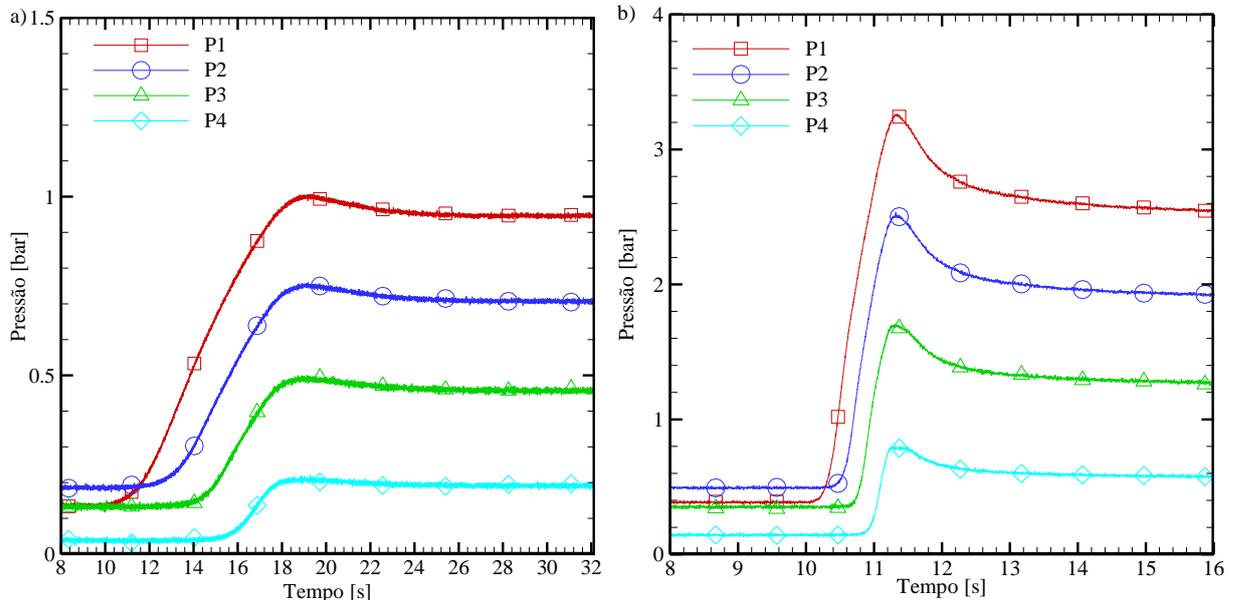
5.5.1 Reinício de Escoamento com e Sem Quebra Parcial da Estrutura

Para comparar o comportamento de resposta do material com as amostras da Laponita A e B serão analisados os resultados do regime transiente do reinício de escoamento com diferentes vazões volumétricas.

As Figuras 30a e b mostram o reinício de escoamento da Laponita A, com 30 s de repouso para as vazões de 6,44 ml/min e 64,4 ml/min, respectivamente. Nestes ensaios, verifica-se o aumento das pressões até atingirem o pico, então o material escoava, seguido da redução das pressões

em direção ao regime permanente. A análise física detalhada deste comportamento é explicada na Subseção 5.3.2.

Figura 30 – Evolução das curvas de pressões no reinício de escoamento da Laponita A com 30 s de repouso para vazão volumétrica de: a) 6,44 ml/min; e b) 64,4 ml/min.



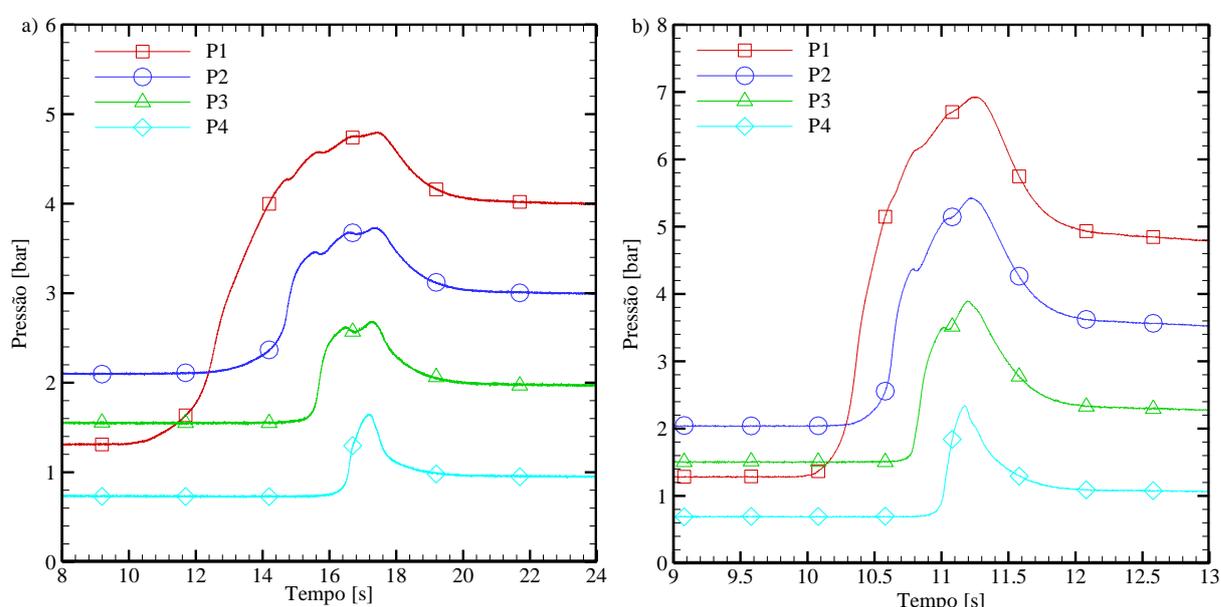
Fonte: Autoria própria.

Ao comparar as Figuras 30a e b, pode-se observar que ao aumentar a vazão de 6,44 para 64,4 ml/min, os picos de pressões aumentam enquanto o tempo para o reinício ocorrer diminui. O tempo em que o reinício ocorre é dado pelo tempo em que P1 leva para alcançar o pico de pressão após a bomba ser acionada ($t=10$ s). Para a vazão de 6,44ml/min, o tempo para o reinício ocorrer foi de 9 s, enquanto para 64,4ml/min foi de 1,3 s. Ou seja, o aumento de 10 vezes na vazão causou uma redução da mesma ordem no tempo de reinício, em contra partida o pico teve um aumento menos relevante. Portanto, nota-se que o aumento da vazão volumétrica influencia nas magnitudes do pico de pressão e no tempo requerido para o reinício de escoamento ocorrer.

A fim de observar o comportamento da amostra mais estruturada nos testes de reinício, as Figuras 31a e b apresentam os ensaios com a Laponita B nas vazões de 6,44 ml/min e 64,4 ml/min, respectivamente. Observa-se que as curvas de reinício da Laponita B exibem múltiplos picos durante a evolução das pressões. Esses picos remetem à relaxações parciais da estrutura do material durante a pressurização, então serão chamados de quebras parciais. Uma hipótese para o surgimento dessas quebras é a possível presença de bolhas de ar nos transdutores. Conforme o material era pressurizado a bolha inicialmente era comprimida e, então, relaxava resultando nas quebras parciais.

É interessante notar que as quebras parciais ficam mais destacadas em vazões volumétricas menores, como apresentado na Figura 31a. A curva de reinício de 6,44ml/min (Figura 31a) exibe quatro picos de pressão em P1, três picos em P2, dois picos em P3 e um pico em P4, indicando que quebras parciais no material ocorreram de modo gradual e progressivo durante a pressurização. Analisando somente a evolução da pressão em P1, nota-se que a Laponita[®] começou a ser pressurizada até o primeiro pico, seguido de uma relaxação parcial, então a pressão voltou a aumentar até atingir o segundo pico e relaxou novamente, e isto se repetiu até o quarto pico, onde a estrutura do material relaxou totalmente e o reinício do escoamento ocorreu.

Figura 31 – Evolução das curvas de pressões no reinício de escoamento da Laponita B com 30 s de repouso para vazão volumétrica de: a) 6,44 ml/min; e b) 64,4 ml/min.



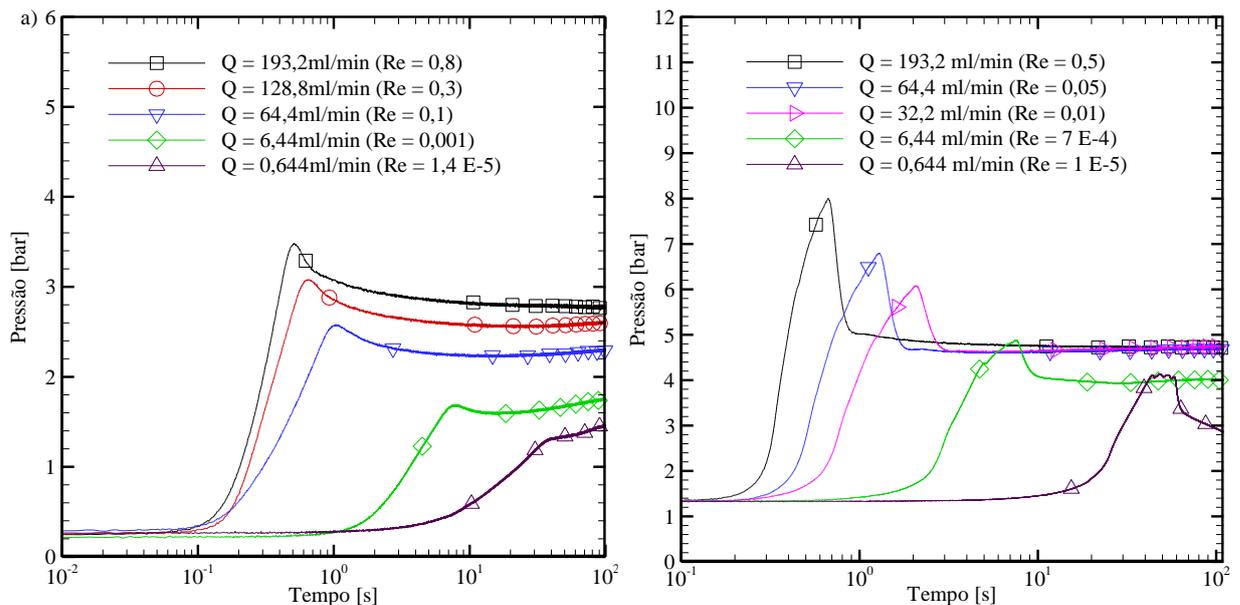
Fonte: Autoria própria.

5.5.2 Reinício de Escoamento com Diferentes Vazões Volumétricas

Para avaliar e comparar a influência de diferentes vazões volumétricas sobre os picos de pressões do regime transiente e as pressões de regime permanente no reinício de escoamento é apresentado a Figura 32. Na Figura 32a mostra-se os reinícios com 30 s de repouso para a Laponita A e a Figura 32b para a Laponita B. Nestas curvas o instante 0 s foi determinado como o início do teste para facilitar na visualização do tempo em que o pico ocorreu. As curvas de pressões estão identificadas pela respectiva vazão volumétrica que foi imposta e pelo número de Reynolds de regime permanente correspondente. Nota-se que a faixa de números de Reynolds caracterizam a faixa de regime laminar de escoamento.

Comparando as diferentes vazões aplicadas observa-se que o tempo necessário para ocorrer o reinício de escoamento (pico de pressão em P1) depende da vazão, independentemente da amostra de Laponita[®] utilizada. Como havia sido verificado na Subseção 5.5.1 quanto maior a vazão, mais rápido o pico e, conseqüentemente, mais rápido o material começa a escoar. Na Figura 32a observa-se que para a faixa de vazão volumétrica superior e igual a 64,4 ml/min o reinício ocorre em menos de 0,5 s, enquanto que para vazões menores o tempo requerido é superior a 7 s. Já na Figura 32b verifica-se que para vazão volumétrica maior que 32,2 ml/min o reinício ocorre em menos de 2,1 s, e para vazões menores o tempo é superior a 7,4 s. Os tempos que foram necessários para a Laponita[®] reiniciar o escoamento bem como as magnitudes das pressões atingidas nos reinícios estão apresentadas na Tabela 9 para todas as vazões volumétricas testadas.

Figura 32 – Influência da imposição de diferentes vazões volumétricas sobre as pressões no regime transiente e permanente. As curvas de pressões são referentes ao transdutor 1 (P1) somente. Ensaio dos testes com as amostras de a) Laponita A; e b) Laponita B.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 9 – Magnitude das pressões de pico e do tempo para o pico ocorrer

| Laponita A | | | |
|--------------|----------------|------------|-----------------------------|
| Reynolds [-] | Vazão [ml/min] | Pico [bar] | Tempo para ocorrer pico [s] |
| 0,8 | 193,2 | 3,47 | 0,5 |
| 0,3 | 128,8 | 3,08 | 0,7 |
| 0,1 | 64,4 | 2,57 | 1,0 |
| 0,001 | 6,44 | 1,67 | 8 |
| 0,000014 | 0,644 | 1,31 | 40 |

| Laponita B | | | |
|--------------|----------------|------------|-----------------------------|
| Reynolds [-] | Vazão [ml/min] | Pico [bar] | Tempo para ocorrer pico [s] |
| 0,5 | 193,2 | 8,00 | 0,6 |
| 0,05 | 64,4 | 4,95 | 1,1 |
| 0,01 | 32,2 | 4,84 | 1,93 |
| 0,0007 | 6,44 | 4,77 | 7,5 |
| 0,00001 | 0,644 | 4,72 | 58 |

A diferença de tempo de reinício entre as vazões volumétricas é devido à inércia e a dissipação viscosa do material. À medida que a vazão aumenta, maior é a relação entre a inércia e a dissipação viscosa, o que resulta na redução do tempo requerido para o reinício de escoamento. Em outras palavras, o aumento da vazão causa maior deformação no material num mesmo instante de tempo, o que acelera a quebra da estrutura e, conseqüentemente, o reinício de escoamento. De modo oposto, com vazões menores, há o aumento do tempo necessário para reiniciar o escoamento.

Ao comparar os resultados da Laponita A e B nas Figuras 32a e b, verifica-se que o comportamento qualitativo das pressões mudam tanto em regime transiente como no permanente devido à diferença na estruturação das amostras. A mudança na região transiente foi discutida na Subseção 5.5.1, e em seguida será avaliado o comportamento das pressões de regime permanente.

Na Figura 32a, constata-se que para a vazão de 193,2 ml/min a pressão tende ao regime permanente após pico, ao passo que para as vazões volumétricas menores as pressões diminuem em direção ao vale, e logo aumentam devido a predominância da reestruturação na amostra. A reestruturação é menos proeminente para as vazões de 128,8 e 64,4 ml/min do que para 6,44 e 0,644 ml/min. Uma explicação plausível para a predominância de reestruturação após o pico de pressão é o fenômeno de bandas de cisalhamento no escoamento como foi constatado por Pignon *et al.* (1996), Møller *et al.* (2008), Coussot e Ovarlez (2010) em ensaios com fluidos tixotrópicos realizados em reômetro. Comumente, a reestruturação é evidente em baixas taxas de deformação em ensaios reométricos, porém neste caso na unidade experimental também foi observado em taxas de deformação mais elevadas, o que pode ser conseqüência do escoamento não estar sendo cisalhado uniformemente na tubulação.

Na Figura 32b, as vazões volumétricas superiores a 6,44 ml/min tendem ao regime permanente logo após o pico de pressão. Entretanto, deve-se destacar que o regime permanente para as vazões volumétricas de 32,2, 64,4 e 193,2 ml/min é muito semelhante, implicando que para esta faixa de vazões impostas o fluido na serpentina pode não estar sendo totalmente cisalhado. Lembrando que esta faixa de vazões volumétricas é correspondente à região II da curva de escoamento da Laponita B. Como discutido anteriormente na Seção 5.2, o platô formado pela

região II pode ser indícios da presença de bandas de cisalhamento no escoamento. Dessa forma, a hipótese do fluido não estar sendo cisalhado igualmente parece coerente para justificar o comportamento observado em RP para esta faixa de vazão volumétrica da Laponita B.

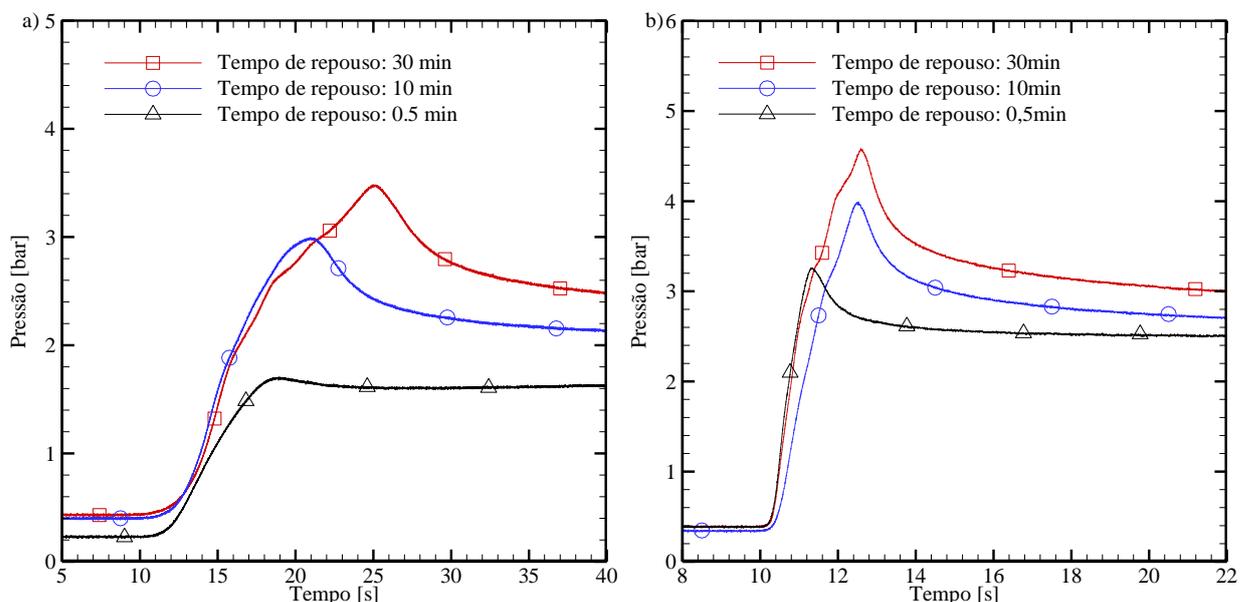
5.5.3 Reinício de Escoamento com Diferentes Tempos de Repouso

Neste ensaio é avaliado a influência de diferentes tempos de repouso (0,5, 10, 30 e 60 min) no regime transiente do reinício para as vazões volumétricas de 6,44 e 64,4 ml/min.

A Figura 33 compara a evolução das pressões em P1 com tempos de repouso de 0,5, 10 e 30 min para a Laponita A, enquanto na Figura 34 com os tempos de repouso de 0,5, 30 e 60 min para a Laponita B. Pode-se verificar que à medida que o tempo de repouso aumenta, os picos de pressões e o tempo requerido para que os picos ocorram também aumentam, independente da amostra de Laponita[®] utilizada. O aumento do pico de pressão ocorre porque a estrutura do material ficou mais gelificada, após o tempo de repouso. Então foram necessários níveis maiores de pressão, e por consequência tensão, para quebrar a estrutura gelificada, provocando aumento do tempo de reinício.

Comparando as Figuras 33a e b, nota-se que o aumento da vazão resulta no aumento dos picos de pressões, e na redução do tempo que o reinício ocorre, como foi mostrado na Seção 5.5.2. Com o aumento da vazão, há o aumento da força inercial em relação à viscosa, o que induz a redução do tempo da quebra da estrutura do material.

Figura 33 – Influência de diferentes tempos de repouso sobre as pressões na região transiente da Laponita A. Ensaio com vazão de: a) 6,44 ml/min; b) 64,4 ml/min. As curvas de pressão são referentes somente ao transdutor P1.

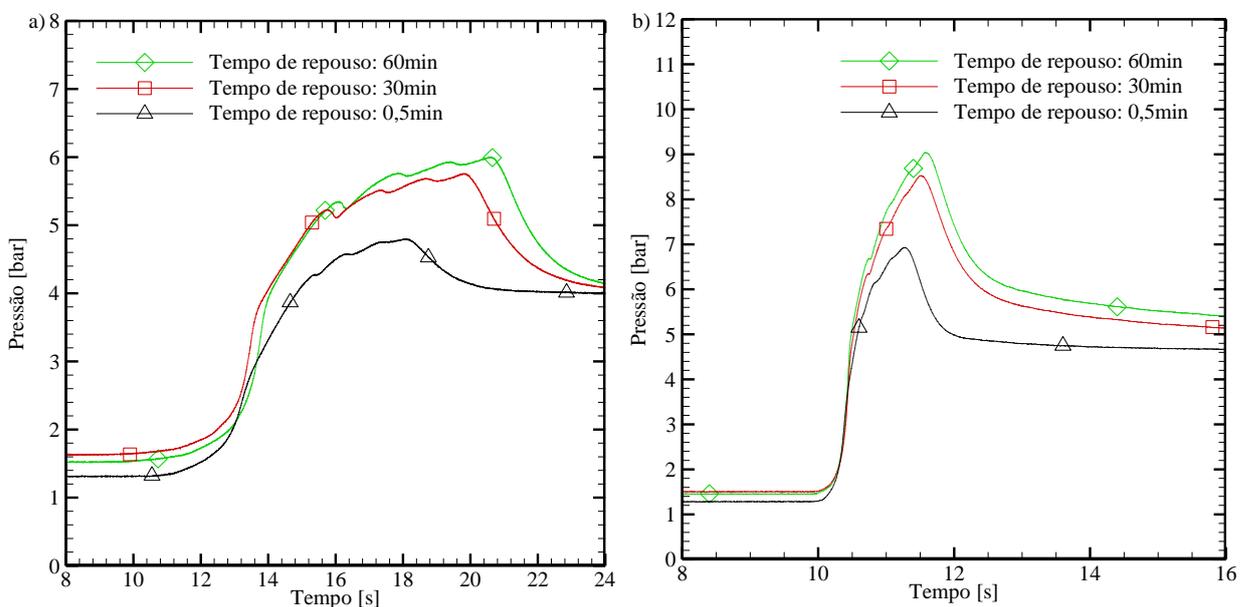


Fonte: Autoria própria.

Verifica-se que para os tempos de repouso de 10 e 30 min, as curvas das Figuras 33a e b apresentam oscilações durante a evolução da pressão. As oscilações são o início do surgimento das quebras parciais mencionadas na Seção 5.5.1. Até o momento não havia sido observado quebras parciais nos testes com a amostra da Laponita A, somente com a Laponita B. Esta observação sugere que o aumento do tempo de repouso pode intensificar o aparecimento das quebras parciais, o que pode ser devido as bolhas presentes no escoamento. Pois, o aumento do tempo de repouso induziria as bolhas pequenas de ar a coalescerem em bolhas maiores, intensificando as quebras parciais.

Conforme discutido na Subseção 5.2, a Laponita B é mais estruturada que a Laponita A devido ao maior tempo de envelhecimento, e ao possível aumento de concentração da amostra. A Figura 34 mostra o regime transiente com diferentes tempos de repouso para a Laponita B. Nota-se que as quebras parciais ficaram mais evidentes do que nos ensaios com a Laponita A (ver Figura 33). A explicação para esse comportamento é que a pressurização da amostra mais estruturada acentua a compressão e o relaxamento da bolha de ar, induzindo quebras parciais mais intensas.

Figura 34 – Influência de diferentes tempos de repouso sobre as pressões na região transiente da Laponita B. Ensaio com vazão de: a) 6,44 ml/min; b) 64,4 ml/min. As curvas de pressão são referentes somente ao transdutor P1.



Fonte: Autoria própria.

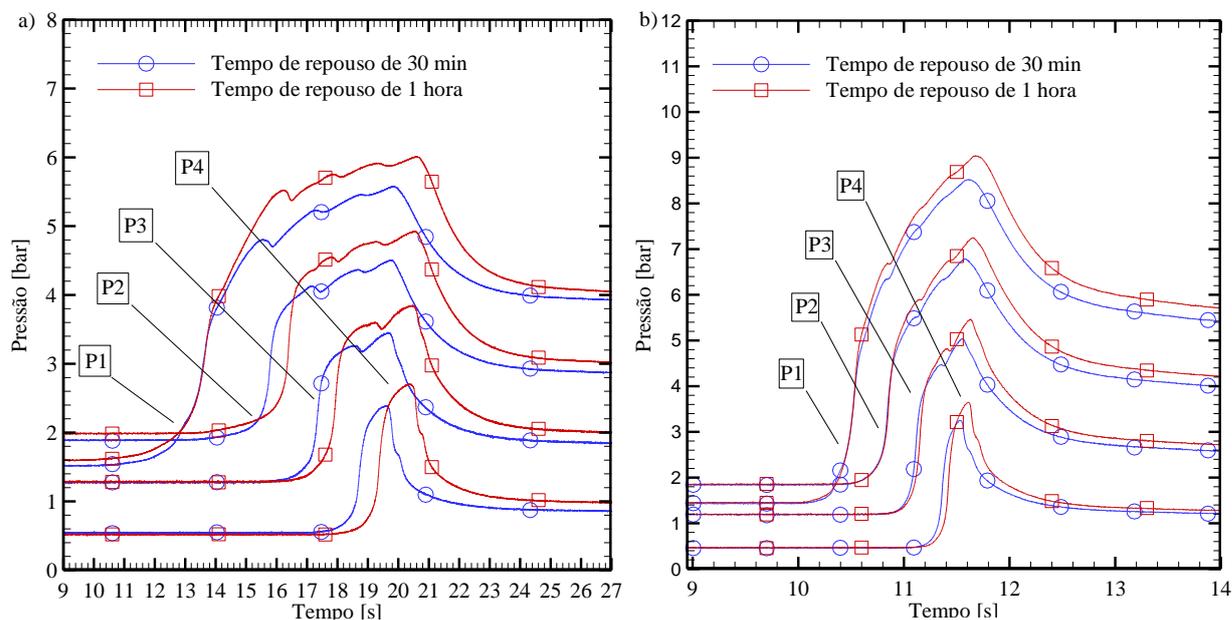
A Tabela 10 compara o tempo para atingir o pico de pressão, a magnitude do pico e a pressão de regime permanente para as vazões de 6,44 e 64,4 ml/min para as amostras de Laponita A e Laponita B, considerando os diferentes tempos de repouso de 0,5, 10 e 30 min. Como observado nas Figuras 33 e 34, o maior tempo de repouso aumenta a pressão do pico e atrasa o reinício.

Tabela 10 – Magnitude das pressões de pico e de regime permanente com o tempo do pico.

| Testes | Vazão | Tempo para atingir o pico [s] | Pico de pressão [bar] | |
|------------|-----------------------------|-------------------------------|-----------------------|--|
| | | Tempo de repouso de 0,5 min | | |
| Laponita A | 64,4 ml/min | 1,33 | 3,24 | |
| | 6,44 ml/min | 8,68 | 1,70 | |
| | Tempo de repouso de 10 min | | | |
| | 64,4 ml/min | 2,5 | 3,97 | |
| | 6,44 ml/min | 10,86 | 2,98 | |
| | Tempo de repouso de 30 min | | | |
| Laponita B | 64,4 ml/min | 2,6 | 4,56 | |
| | 6,44 ml/min | 15,08 | 3,46 | |
| | Tempo de repouso de 0,5 min | | | |
| | 64,4 ml/min | 1,70 | 9,00 | |
| | 6,44 ml/min | 7,75 | 4,78 | |
| | Tempo de repouso de 30 min | | | |
| Laponita B | 64,4 ml/min | 1,58 | 8,5 | |
| | 6,44 ml/min | 9,83 | 5,75 | |
| | Tempo de repouso de 60 min | | | |
| | 64,4 ml/min | 1,15 | 6,75 | |
| | 6,44 ml/min | 10,6 | 6,00 | |

A seguir, é apresentado a Figura 35 que compara as curvas de reinício da Laponita B, avaliando os tempos de repouso de 30 min e 1 hora nos quatro transdutores de pressão.

Figura 35 – Comportamento das pressões durante o reinício de escoamento com tempo de repouso de 30 min e 1 hora utilizando a Laponita B para vazão volumétrica de a) 6,44 ml/min; b) 64,4 ml/min.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 35a ilustra o reinício para a vazão volumétrica de 6,44 ml/min e a Figura 35b para 64,4 ml/min. Em ambas figuras, nota-se que com o aumento do tempo de repouso, há um atraso na transmissão de pressão para os transdutores P2, P3 e P4, devido a maior estruturação, e consequente, tensão limite de escoamento que o material apresenta.

Além disso, a partir da Figura 35 pode-se avaliar a compressibilidade do material verificando a diferença de tempo em que P1 e P4 começam a ser pressurizados, a partir do momento que a bomba foi acionada. Foi constatado que com o aumento do tempo de repouso houve um pequeno aumento da diferença do tempo de pressurização entre P1 e P4. Para o ensaio com 1 hora de repouso na Figura 35, observa-se que o tempo entre P1 e P4 foram superiores a 1 e 7 s para as vazões volumétricas de 64,4 e 6,44 ml/min, respectivamente. Enquanto que nos ensaios com 30 s de repouso (ver Figura 31a e b), a diferença no tempo de pressurização foi de aproximadamente de 0,9 para 64,4 ml/min e de 6 s para 6,44 ml/min. A diferença de tempo entre a pressurização de P1 e P4 reitera que o material é compressível. Vale destacar que o objetivo não é comparar quantitativamente estes tempos, mas mostrar que houve aumento uma vez que não é tão visível nas figuras apresentadas.

5.5.4 Reinício de Escoamento por Imposição de Vazão com Visualização

O objetivo do ensaio é verificar se a TLE estática obtida no reinício com visualização é superior à TLE dinâmica do ensaio de curva de escoamento. Como o reinício com visualização foi realizado com tempo de repouso (1 min) maior que a do ensaio da curva de escoamento (30 s) é esperado que a TLE estática seja superior que a dinâmica. Neste caso, avalia-se somente a tensão limite estimada pela curva de escoamento obtida com a Laponita A (Figura 20), pois não foi realizado teste com a amostra de Laponita B.

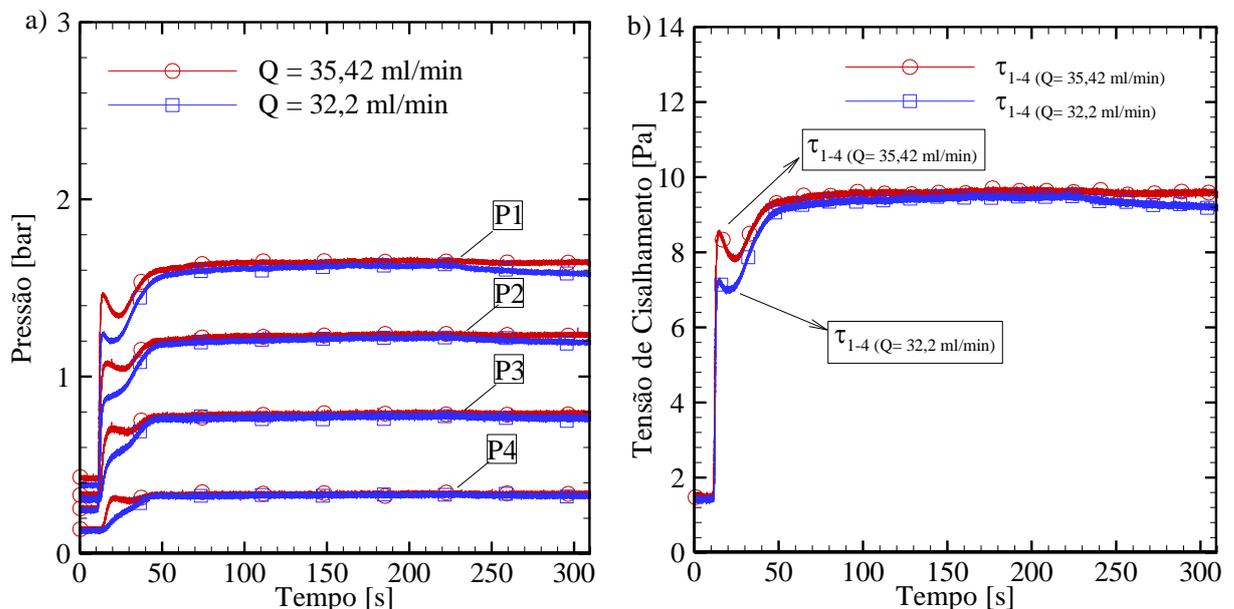
Neste teste, a linha de desvio e a conexão “T” da saída da serpentina foram mantidos sempre abertos. Lembrando que a linha de desvio foi projetada para ter perda de carga menor que a da serpentina, de forma que o fluido escoe preferencialmente pelo desvio. Contudo, quando a vazão imposta produzir tensão de cisalhamento equivalente à tensão limite do fluido, o escoamento também ocorrerá pela serpentina. A confirmação de que a Laponita[®] está escoando pela serpentina será verificada visualmente por meio da conexão “T”.

Para determinar a tensão equivalente à tensão limite de escoamento foram realizados reinícios com visualização com vazões volumétricas de 9,66 a 35,42 ml/min, acrescentando a vazão de 3,22 ml/min em cada teste. Para as vazões volumétricas entre 9,66 e 22,54 ml/min não foi observado deslocamento do fluido na mangueira da conexão “T”, implicando que o fluido só escoava pelo desvio. Já para as vazões volumétricas entre 25,76 e 32,2 ml/min, observou-se que o

fluido se deslocava alguns milímetros na mangueira assim que o pico de pressão ocorria, então parava e se mantinha com nível constante. A explicação para este comportamento é que a Laponita[®] na serpentina não se desestruturou e somente sofreu uma deformação elástica.

Na Figura 36a estão ilustradas as pressões ao longo da serpentina para as vazões volumétricas de 32,2 e 35,42 ml/min, nota-se que as pressões do transdutor P2, P3 e P4 para a vazão volumétrica de 32,2 ml/min não possuem pico, o que reitera a hipótese de ter ocorrido somente deformação elástica do material. Em contrapartida, o pico é observado nos quatro transdutores para a vazão volumétrica de 35,42 ml/min, demonstrando que houve quebra da estrutura e como consequência escoamento.

Figura 36 – Reinício de escoamento por visualização com vazão volumétrica para 32,2 e 35,42 ml/min. a) Evolução das pressões nos quatro transdutores P1, P2, P3 e P4; b) Evolução da tensão de cisalhamento entre P1 e P4.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 36b mostra a tensão de cisalhamento para as vazões volumétricas de 32,2 e 35,42 ml/min. Vale destacar que a curva de tensão da Figura 36b foi determinada a partir da curva de pressão (Figura 36a) utilizando a Equação (7), através da diferença de pressão entre P1 e P4. Como a Equação (7) só é válida para o regime permanente, a região transiente do pico de tensão apresentada apenas indica o comportamento qualitativo da tensão.

Para a curva de tensão referente à vazão de 32,2 ml/min, o pico de tensão é aproximadamente de 6,6 Pa. Após o pico, a tensão de cisalhamento cai para o vale, e começa a subir até atingir 9,5 Pa, onde o valor da tensão de cisalhamento parece atingir um estado de equilíbrio que se mantém até 230 s. A partir de 230 s, a pressão em P1 e a tensão tem leve queda que pode estar associada as

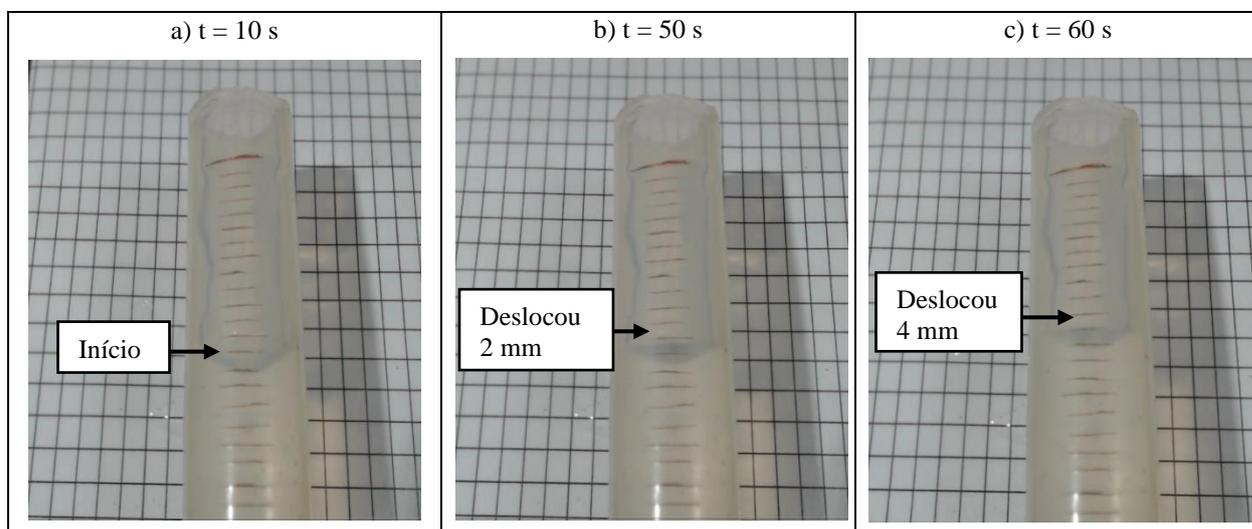
bandas de cisalhamento no escoamento do desvio, pois conforme visto no APÊNDICE D houve indícios de bandas de cisalhamento para todas vazões menores que 64,4 ml/min.

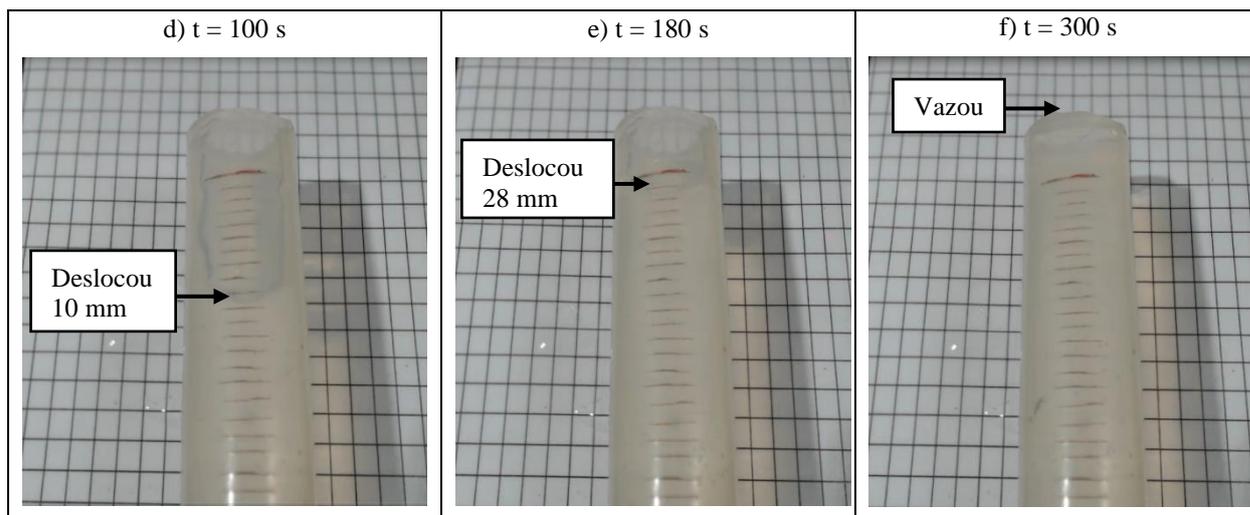
Já para vazão volumétrica de 35,42 ml/min, a tensão de cisalhamento atingiu pico de 8,3 Pa. Após o pico, a tensão de escoamento cai e começa a subir até atingir regime permanente de 9,66 Pa. É interessante destacar que ambas as curvas de tensão de cisalhamento têm comportamento semelhante, no entanto o reinício só ocorreu para a vazão volumétrica de 35,42 ml/min que obteve tensão de pico próxima à tensão estimada pelo ajuste de Herschel-Bulkley.

Dessa forma, pode-se concluir que a mínima tensão para o material escoar está entre as tensões de regime permanente de 9,5 e 9,66 Pa no ensaio com reinício de escoamento por visualização, faixa de valor superior à tensão estimada pelo ajuste de HB. Isto já era esperado pois conforme comentado, a TLE estática do reinício com visualização deve ser superior a TLE dinâmica estimada pela curva de escoamento.

Na Figura 37 é apresentado diferentes instantes de tempo do reinício de escoamento para a vazão de 35,42 ml/min. A Figura 37a mostra a marca do volume inicial na mangueira no momento que a bomba é acionada. Após 10 s, as pressões começam a aumentar até atingir o pico (13 s), indicando que o reinício de escoamento começou. Após o pico, há a queda da pressão, que reflete na redução da velocidade do escoamento observado até que a pressão de regime permanente seja alcançada aos 50 s, e a partir daí o fluido escoar com velocidade aparentemente constante. Nas Figuras 37b a f mostra-se a evolução do fluido ao longo da mangueira enquanto na Figura 37e é possível observar que a Laponita[®] se deslocou mais de 28 mm durante os 300 s do teste.

Figura 37 – Reinício de escoamento para vazão de 35,42 ml/min. a) Volume inicial quando a bomba é acionada; b) Fluido se deslocando no RP; c) Deslocamento de 4 mm; d) Deslocamento de 10 mm; e) Deslocamento de 28 mm; f) Vazamento de fluido.





Fonte: Autoria própria.

5.6 SÍNTESE DO CAPÍTULO

Nesta seção são apresentados os principais resultados obtidos nos testes com as amostras de Laponita A e B:

- i. Na Subseção 5.1 foi mostrado que a viscosidade aparente da solução de Laponita[®] aumentou continuamente durante os 210 dias de análise.
- ii. A curva de escoamento obtida com a Laponita A indicou comportamento de fluido viscoplástico. Entretanto, a curva de escoamento para a Laponita B indicou a presença de três regiões com escoamento distinto, sendo: I) escorregamento; II) escoamento com bandas de cisalhamento e; III) escoamento estável. As curvas de escoamento realizadas no reômetro e na unidade experimental indicaram boa concordância entre si, para a mesma amostras comparada.
- iii. O patamar de vazão na Subseção 5.3.1 mostrou que quanto mais envelhecida a amostra de Laponita[®], maior foram os picos e vales de pressões resultantes. Além disso, o aumento do tempo do envelhecimento aumentou a inclinação dos picos de pressões, provavelmente devido ao aumento do módulo de elasticidade do material, e conseqüente, aumento da fragilidade da estrutura.
- iv. O teste de patamar de vazão demonstrou a influência do histórico de cisalhamento sobre o pico de pressão no material. Além disso, mostrou que a Laponita[®] possui tixotropia para a escala de tempo dos testes realizados.
- v. O teste de patamar de descida de pressão mostrou que a mínima tensão para manter o material escoando é próxima a tensão limite de escoamento dinâmica estimada pela curva de escoamento da Laponita B.

vi. No ensaio de reinício de escoamento, foi observado o surgimento de quebras parciais na amostra durante o regime transiente do teste. Verificou-se que o aumento do tempo de repouso e de envelhecimento intensificavam as quebras parciais.

vii. O aumento da vazão aumenta o pico de pressão, e reduz o tempo necessário para o reinício ocorrer.

viii. A partir do reinício de escoamento com diferentes vazões volumétricas e diferentes tempos de repouso, pode-se concluir que tanto a vazão volumétrica quanto o tempo de repouso influenciam diretamente no pico de pressão e no tempo necessário para o reinício ocorrer. Entretanto, nota-se que a influência da vazão volumétrica é mais predominante sobre o reinício de escoamento do que o tempo de repouso, para os casos que foram analisados.

ix. No ensaio de reinício de escoamento com visualização foi demonstrado que a tensão limite de escoamento estática para o material escoar é superior à tensão limite de escoamento dinâmica obtida pela curva de escoamento da Laponita A, e estimada pelo ajuste de Herschel-Bulkley.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste trabalho foi avaliado o reinício de escoamento de uma solução aquosa de Laponita[®] RD em uma unidade experimental com tubulação helicoidal, que está inserida numa câmara isolada com controle de temperatura. O circuito hidráulico da unidade experimental funciona com duas bombas operando de modo alternado, ou seja, enquanto uma está bombeando a outra está sendo preenchida com fluido. Após ser deslocada pela bomba, a solução de Laponita[®] tem duas trajetórias a percorrer, a tubulação de desvio ou a serpentina, que depende do teste a ser realizado. Depois de passar por qualquer das trajetórias, a Laponita[®] volta ao reservatório, onde fica armazenada. Para medir as pressões geradas nos ensaios foram instalados quatro transdutores ao longo da serpentina.

Foi formulada uma solução Laponita[®] com concentração de 2% em massa e, a partir dessa amostra, foram realizadas duas baterias de teste. A primeira bateria foi realizada com a solução de Laponita[®] apresentando viscosidade de 0,54 até 0,58 Pa.s, e a segunda de 1,0 até 1,05 Pa.s. A amostra referente a primeira bateria de teste foi chamada de Laponita A e a da segunda de Laponita B.

Com as amostras de Laponita A e B foram realizados os ensaios de evolução da viscosidade aparente, curva de escoamento, patamares de imposição de vazão e pressão, reinício de escoamento com diferentes tempos de repouso e visualização. O teste de evolução da viscosidade aparente indica o comportamento da amostra em relação ao tempo de envelhecimento. A partir dos testes de curva de escoamento e reinício de escoamento foi possível caracterizar o comportamento da Laponita[®] em regime permanente e transiente, respectivamente. O teste de patamar de vazão permitiu demonstrar como o histórico de cisalhamento influencia sobre pico de pressão, e que a Laponita[®] possui tixotropia. Nos testes de patamar de pressão e reinício de escoamento com visualização foi mostrado que a mínima tensão para manter o material escoando é semelhante a tensão limite de escoamento estimada pela curva de escoamento.

O teste de evolução da viscosidade aparente mostrou que a curva de viscosidade da solução de Laponita[®] aumentou continuamente desde o dia da formulação com tendência logarítmica, sem tendência de estabilização durante os 210 dias avaliados.

A curva de escoamento referente a Laponita A indicou comportamento de fluido viscoplástico, de acordo com as curvas reportadas na literatura. Entretanto, a curva de escoamento referente a Laponita B apresentou comportamento distinto, sendo dividida em três (I, II e III) regiões com diferentes regimes de escoamento. Vale destacar que não foi encontrado na literatura trabalhos que obtiveram comportamento semelhante utilizando Laponita[®]. As curvas de

escoamento realizadas pela unidade experimental foram comparadas com dados reométricos, e indicaram boa concordância entre os instrumentos.

Os resultados dos testes de imposição de patamares de vazão evidenciaram as características tixotrópicas como pico de pressão e dependência da viscosidade em relação ao histórico de cisalhamento. Foi analisado detalhadamente o processo físico de reinício de escoamento, demonstrando que a Laponita[®] não transmite a pressão completamente ao longo da serpentina, e devido a presença de compressibilidade há o atraso da transmissão de pressão durante a pressurização o reinício de escoamento. Também foi apresentado a evolução dos perfis de pressão durante a pressurização da amostra, o que mostrou que o reinício somente começa quando há a formação do perfil com decaimento linear das pressões de P1 a P4, indicando que a tensão limite do material foi superado.

No teste de patamar de descida de pressão a mínima tensão para o material escoar obtida foi próxima à magnitude da tensão limite de escoamento dinâmica estimada pelo platô da região II curva de escoamento referente a Laponita B, indicando concordância entre os ensaios.

Nos ensaios de reinício escoamento por imposição de vazão foi observado principalmente para a amostra de Laponita B que a região transiente das curvas de pressões apresentaram múltiplos picos de pressões, indicando que durante a pressurização da amostra há quebras parciais da estrutura antes do reinício começar. Foi verificado que o aumento do tempo de repouso e do tempo de envelhecimento intensificavam o aparecimento das quebras parciais. Além disso, foi demonstrado que tanto a vazão volumétrica quanto o tempo de repouso influenciam diretamente no pico de pressão e no tempo necessário para o reinício ocorrer.

O ensaio de reinício de escoamento por vazão com visualização mostrou que a tensão limite de escoamento estática determinada para o material continuar escoando é superior a tensão limite de escoamento dinâmica estimada pelo ajuste de Herschel-Bulkley na curva de escoamento referente a Laponita A.

6.1 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Por fim, para a continuação do projeto de análise de reinício de escoamento com a unidade experimental, sugere-se:

- Utilizar soluções aquosas de Laponita[®] RD com concentração maior de sal (NaCl), a fim de avaliar o comportamento tixotrópico do material mais estruturado durante o reinício de escoamento;
- Realizar teste de reinício de escoamento com tempos de repouso maiores dos que foram analisados no presente trabalho;

- Utilizar alguma técnica de visualização (e.g. PIV) na tubulação para observar o comportamento durante o reinício de escoamento e verificar a formação de bandas de cisalhamento;
- Realizar testes com óleo formulado para avaliar o processo irreversível do tempo sobre as pressões de reinício de escoamento;
- Realizar testes com petróleo para compreender melhor a influência das características reológicas em conjunto durante o reinício de escoamento.

REFERÊNCIAS

- Abedi B, Mendes R, de Souza Mendes (2019) Startup flow of yield-stress non-thixotropic and thixotropic materials in a tube. *Journal of Petroleum Science and Engineering* 174: 437-445.
- 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.
- Ali S (2001) Pressure drop correlations for flow through regular helical coil tubes. *Fluid Dynamics Research* 28:295-310.
- Andrade DEV (2017) Influência do histórico térmico na morfologia de cristais de parafina e nas características reológicas de óleos parafínicos em baixas temperaturas. Tese de Doutorado, PPGEM, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba-PR, Brasil.
- ANP (2019) Boletim da Produção de Petróleo e Gás Natural. Setembro/2019, n. 108.
- Baghdadi HA, Parrella J, Bhatia SR (2008) Long-term aging effects on the rheology of neat laponite and laponite - PEO dispersions. *Rheol Acta* 47:349-357.
- Bao Y, Zhang J, Wang X, Liu W (2016) Effect of pre-shear on structural behavior and pipeline restart of gelled waxy crude oil. *RSC Adv* 6: 80529-80540.
- Bird RB, Armstrong RC, Hassager O (1987) *Dynamics of polymeric liquids*. 2. ed. New York: Wiley, v. 1, 1987.
- Bertola V, Bertrand F, Tabuteau H, Bonn D, Coussot P (2003) Wall slip and yielding in pasty materials. *J Rheol* 45(5):1211-1226.
- 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 GP, Correra S, Merlini M, Carniani C (2003) Prediction and scaleup of waxy oil restart behavior. *SPE* 80259.
- Chala GT, Sulaiman SA, Japper-Jaafar A (2018) Flow start-up and transportation of waxy crude oil in pipelines-A review. *J Nonnewton Fluid Mech* 251:69-87.
- Chang C, Ronningsen H, Nguyen Q (1999) Isothermal start-up of pipeline transporting waxy crude oil. *J Nonnewton Fluid Mech* 87:127-154.
- Chhabra RP, Richardson JF (2008) *Non-newtonian flow and applied rheology*. 2 ed. Butterworth Heinemann.
- Coleman HW, Steele WG (2009) *Experimentation, validation, and uncertainty analysis for engineers*. 3. ed. Hoboken: John Wiley & Sons.

- Corvisier P, Nouar C, Devienne R, Lebouché M (2001) Development of a thixotropic fluid flow in a pipe. *Exp Fluids* 31:579-587.
- Coussot P, Raynaud JS, Bertrand F, Moucheron P, Guibaud JP, Huynh HT, Jarny S, Lesueur D (2002) Coexistence of liquid and solid phases in flowing soft-glassy materials. *Phys Rev Lett* 88, 218301.
- Coussot P, Nguyen QD, Huynh HT, Bonn D (2002) Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids. *J Rheol* 46:573-589.
- Coussot P, Ovarlez G (2010) Physical origin of shear-banding in jammed systems. *Eur. Phys. J. E* 33 (3):183-188.
- Davidson MR, Chang C, Ronningsen HP, Nguyen QD (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.
- de Souza Mendes PR, Thompson RL (2012) A critical overview of elasto-viscoplastic thixotropic modeling. *J. Non Newtonian Fluid Mech* 187-188: 8-15.
- Divoux T, Fardin MA, Manneville S, Lerouge S (2015) Shear banding of complex fluids. *Annu Rev Fluid Mech* 48:81-103.
- Divoux T, Grenard V, Manneville S (2013) Rheological hysteresis in soft glassy materials. *Phys Rev Lett.* 110, 018304.
- Dullaert K, Mewis J (2006) A structural kinetics model for thixotropy. *Journal of NonNewtonian Fluid Mechanics*, Elsevier, v. 139, n. 1, p. 21-30.
- 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.
- Gabardo T (2013) Avaliação de modelos de tixotropia aplicados a fluidos de perfuração. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) — Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil.
- Gabardo T (2015) Análise e modelagem do escoamento transitório de fluidos de perfuração. Dissertação de Mestrado, PPGEM, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba-PR, Brasil.
- Ghobadi M, Muzychka YS (2015) A review of heat transfer and pressure drop correlations for laminar flow in curved circular ducts. *Heat Transfer Engineering* 37(10):815-839.

- Guozhong Z, Wentao X, Gang L, Hao L (2014) The Initial Startup Wave Velocity in Isothermal Pipeline with Compressible Gelled Crude Oil. *SPE J* 19(3):418-424.
- Houska M (1981) Engineering aspects of the rheology of thixotropic liquids. Tese (Doutorado) — Faculty of Mechanical Engineering, Czech Technical University of Prague, Prague, Czech Republic.
- IEA, International Energy Agency, <https://www.iea.org/oilmarketreport/omrpublic/>. Acessado em 10/12/2017.
- IEA, International Energy Agency (2016) Key World Energy Statistics 80.
- Jatav S, Joshi YM (2014) Chemical stability of Laponite in aqueous media. *Appl Clay Sci* 97–98:72-77.
- Jemmett MR, Magda JJ, Deo MD (2013) Heterogeneous organic gels: rheology and restart. *Energy & Fuels*, 27:1762-1771.
- 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* 469-489.
- Kraynik AM (1990) Er fluid standards: Comments on er fluid rheology. *Proceedings of the Second International Conference on ER Fluids*.
- 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. Non Newtonian Fluid Mech* 223:9-19.
- Kumar L, Skjæraasen O, Hald K, Paso K, Sjöblom J (2016) Nonlinear rheology and pressure wave propagation in a thixotropic elasto-viscoplastic fluids, in the context of flow restart. *J Nonnewton Fluid Mech* 231:11-25.
- 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.
- Larson RG, Wei Y (2019) A review of thixotropy and its rheological modeling. *J Rheol* 63(3): 477-501.
- Lee HS, Singh P, Thomason WH, Fogler HS (2008) Waxy oil gel breaking mechanisms: adhesive versus cohesive failure. *Energy & Fuels* 22: 480–487.
- Li H, Zhang J, Song C, Sun G (2015) The influence of the heating temperature on the yield stress and pour point of waxy crude oils, *J. Petrol. Sci. Eng.* 135:476–483.
- Macosko CW (1994) *Rheology: Principles, measurements and applications*. Wiley-VC.

- 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 & Fuels* 27:1909-1913.
- Martin JD, Thomas Hu Y (2012) Transient and steady-state shear banding in aging soft glassy materials. *Soft Matter* 8:6940-6949.
- Mendes PR de S, Thompson RL (2013) A unified approach to model elasto-viscoplastic thixotropic yield-stress materials and apparent yield-stress fluids. *Rheologica Acta*, Springer, v. 52, n. 7, p. 673-694.
- 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.
- Mitishita RS (2017) Avaliação experimental de fenômenos transitórios em tubulações preenchidas por fluidos viscoplásticos. Dissertação de Mestrado, PPGEM, Universidade Tecnológica Federal do Paraná.
- Mitishita RS, Oliveira GM, Santos TGM, Negrão COR (2018) Pressure transmission in yield stress fluids – An experimental analysis. *J Nonnewton Fluid Mech* 261: 50-59.
- Moorcroft RL, Cates ME, Fielding SM (2011) Age-dependent transient shear banding in soft glasses. *Phys Rev Lett* 106, 055552.
- Moorcroft RL, Fielding SM (2014) Shear banding in time-dependent flows of polymers and wormlike micelles. *J Rheol* 58(1):103-147.
- Negrão COR, Franco AT, Rocha LLV (2011) A weakly compressible flow model for the restart of thixotropic drilling fluids. *J Nonnewton Fluid Mech* 166:1369-1381.
- Nguyen QD, Boger DV (1992) Measuring the flow properties of yield stress fluids. *Annu. Rev. Fluid Mech* 24: 47-88.
- Oliveira GM, Rocha LLV, Negrão COR, Franco AT, Martins AL (2007) Reinício da circulação de fluidos de perfuração gelificados. 4º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo de Gás 113-1.
- Oliveira GM, Rocha LLV, Franco AT, Negrão COR (2010) Numerical simulation of the start-up of Bingham fluid flows in pipelines. *J Nonnewton Fluid Mech* 165:1114-1128.
- Oliveira GM, Franco AT, Negrão CO, Martins AL, Silva RA (2013) Modeling and validation of pressure propagation in drilling fluids pumped into a closed well. *J Petro Sci Eng* 103:61-71.
- Oliveira GM, Negrão COR (2015) The effect of compressibility on flow start-up of waxy crude oils. *J Nonnewton Fluid Mech* 220:137-147.

- Paredes J, Shahidzadeh-Bonn, Bonn D (2011) Shear banding in thixotropic and normal emulsions. *J Phys Condens, Natter.* 23, 284116.
- Pereira LG (2018) Avaliação experimental do reinício de escoamento de fluidos dependentes do tempo em tubulações. Dissertação de Mestrado, PPGEM, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba-PR, Brasil.
- Petrobras, <http://www.petrobras.com.br>. Acessado em: 20/12/2017.
- Pignon F, Magnin A, Piau J (1996) Thixotropic colloidal suspensions and flow curves with minimum: Identification of flow regimes and rheometric consequences. *J. Rheol* 40(4): 573-587.
- Pré-sal Petróleo, <http://www.presalpetroleo.gov.br/ppsa/o-pre-sal/caracteristicas>. Acessado em: 20/12/2017.
- Puisto A, Mohtaschemi M, Alava MJ, Illa X (2015) Dynamic hysteresis in the rheology of complex fluid. *Phys Rev E* 91, 042314.
- Ronningsen 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, PPGEM, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba-PR, Brasil, 2014.
- Sandrea I, Sandrea R (2007) Global Offshore Oil-Growth expected in global offshore crude oil supplies, OGJ.
- Sestak J, Cawkwell M, Charles M, Houskas M (1987) Start-up of gelled crude oil pipelines. *J Pipelines* 6:15-24.
- Shahin A, Joshi YM (2010) Irreversible aging dynamics and generic phase behaviour of aqueous suspensions of Laponite. *Langmuir* 26(6):4219-4225.
- Srinivasan PS, Nadapurkar SS, Holland FA (1968) Pressure drop and heat transfer in coils. *Chemical Engineering Journal*, 218:113-119.
- Tanaka H, Meunier J, Bonn D (2004) Nonergodic states of charged colloidal suspension: Repulsive and attractive glasses and gels. *Physical Review E*, 69: 031404.
- Tarcha BA, Bárbara BP, Soares EJ, Thompson RL (2015) Critical quantities on the yielding process of waxy crude oils. *Rheol Acta* 54:479-499.
- Thompson DW, Butterworth JT (1992) The nature of laponite and its aqueous dispersions. *J. Colloid Interface Sci.* 151:236-243.
- Uhde A, Kopp G (1971) Pipeline problems resulting from the handling of waxy crudes. *J Inst Pet* 57:63-73.

- Van Der Geest C, Bizotto Guersoni VC, Merino-Garcia D, Bannwart AC (2015) The influence of compressibility and shrinkage in the start-up of a flow of gelled waxy crudes in pipelines. Offshore Technology Conference.
- Van der Geest C, Bizotto Guersoni VC, Antônio Simões Salomão Junior L, Bannwart AC (2017) Experimental study of the necessary pressure to start-up the flow of a gelled waxy crude oil. Proceedings of the ASME 2017 36th International Conference on Ocean, Offshore and Arctic Engineering. Volume 8: Polar and Arctic Sciences and Technology; Petroleum Technology. Trondheim, Norway.
- Venkatesan R, Nagarajan NR, Paso K, Yi YB, Sastry AM, Fogler HS (2005) The strength of paraffin gels formed under static and flow conditions. *Chem Eng Sci* 60:3587-3598.
- 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. *Langmur* 21:6240-6249.
- Wachs A, Vinay G, Frigaard I (2007) 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.
- Wei Y, Solomon MK, Larson RG (2019) Time-dependent shear rate inhomogeneities and shear bands in a thixotropic yield-stress fluid under transient shear. *Soft Matter* 15:7956-7967.
- Willenbacher N (1996) Unusual thixotropic properties of aqueous dispersions of Laponite RD. *J of Colloids and Interface Sci* 182:501-510.
- Yao B, Li C, Yang F, Zhang Y, Xiao Z, Sun G (2016) Structural properties of gelled Changqing waxy crude oil benefitted with nanocomposite pour point depressant. *Fuel* 184:544-55.
- Zíllio EL, Pinto UB (2002) Identificação e distribuição dos principais grupos de compostos presentes nos petróleos brasileiros. *Bol. Téc. Petrobras, Rio de Janeiro*, 45 (1):21-25.
- Zhang X, Lorenceau E, Bourouina T, Basset P, Oerther T, Ferrari M, Rouyer F, Goyon J, Coussot P (2018). Wall slip mechanisms in direct and inverse emulsions. *J Rheol*, 62(6):1495-1513.

APÊNDICE A – CÁLCULO DO DIÂMETRO INTERNO DA TUBULAÇÃO

O objetivo desse apêndice é demonstrar o cálculo do diâmetro interno médio da tubulação helicoidal. A magnitude do diâmetro é importante, pois este parâmetro é utilizado no cálculo das variáveis como τ e $\dot{\gamma}$, como será apresentado no cálculo das incertezas experimentais no APÊNDICE B. O diâmetro interno da serpentina é calculado por:

$$D = \sqrt{\left(\frac{4m_{lap}}{\rho_{lap}\pi L_{total}}\right)} = \sqrt{\left(\frac{4(m_{s+lap} - m_s)}{\rho_{lap}\pi L_{total}}\right)} \quad (A1)$$

em que m_{lap} é a massa de Laponita[®], m_{s+lap} corresponde a massa da serpentina preenchida com Laponita[®], m_s a massa da serpentina, ρ_{lap} a densidade de Laponita[®] e L_{total} o comprimento total da tubulação. A massa específica da solução aquosa de Laponita[®] é considerada como a massa específica da água, já que na preparação da amostra o solvente é prioritariamente água. Portanto, o diâmetro médio calculado pela Equação A1 foi de 10,0 mm. A seguir, na Tabela 11 são apresentados os valores dos parâmetros utilizados na Equação A1.

Como o diâmetro foi calculado através da massa do fluido, densidade e comprimento total da serpentina é necessário determinar qual a incerteza atrelada a estas variáveis, de modo a determinar qual a incerteza na magnitude do diâmetro medido. O cálculo das incertezas desses parâmetros é apresentado no APÊNDICE B.

Tabela 11 – Parâmetros do cálculo do diâmetro médio.

| Parâmetro | Valor |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------|
| Massa da serpentina preenchida com Laponita [®] , m_{s+lap} [kg] | 31,5 |
| Massa da serpentina, m_s [kg] | 27,5 |
| Densidade da Laponita [®] , ρ_{lap} [kg/m ³] | 1000 |
| Comprimento total da tubulação, L_{total} [mm] | 50533 |

APÊNDICE B – PROPAGAÇÃO DE INCERTEZAS

É necessário fazer a análise de propagação de incerteza para garantir confiabilidade e coerência nos resultados, posto que a incerteza está atrelada à toda variável medida e calculada em trabalhos experimentais.

Para analisar a incerteza de uma variável deve-se considerar dois tipos de erros, o erro sistemático e o aleatório. O erro sistemático acontece devido à precisão ou calibração do instrumento utilizado, e sempre se repete em todos os testes. Enquanto que o erro aleatório varia de teste para teste, e pode estar associado ao erro de leitura humana, e/ou ainda, a ruído elétrico, por exemplo (Coleman e Steele, 2009). Assim, para calcular a incerteza total de uma variável simples qualquer “y” utiliza-se a Equação B1, que considera a soma da quadratura dos valores das incertezas sistemáticas e aleatórias (Taylor, 1997).

$$\delta_y = \sqrt{(\delta_{y,sys})^2 + (\delta_{y,ale})^2} \quad (B1)$$

Para obter o valor das incertezas sistemáticas foi utilizado a precisão do instrumento dado pelo fornecedor. Já para a incerteza aleatória foi utilizada a expressão do erro padrão ($\bar{\sigma}_y$) (Taylor, 1997). O erro padrão é função do desvio padrão, como mostrado pela Equação B2. Por sua vez, para obter o desvio padrão (σ_x) utiliza-se a Equação B3.

$$\bar{\sigma}_y = \frac{\sigma_y}{\sqrt{N}} \quad (B2)$$

$$\sigma_y = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2}{N}} \quad (B3)$$

em que \bar{y} é a média aritmética e N é a quantidade de medidas realizadas.

As incertezas sistemáticas, aleatórias e total para as variáveis de pressão, temperatura, densidade e massa estão apresentadas na Tabela 11. A incerteza total para pressão é de 0,03 bar, 1 °C para a temperatura, 3,0 kg/m³ para a densidade e de 0,02 kg para a massa. Estes valores foram obtidos pelo arredondamento considerando o menor número de algarismos significativos a partir

da Equação B1. Além das variáveis citadas, há a incerteza associada à vazão imposta pelas bombas que o fabricante indica como sendo 0,5% da vazão setada, e como não é um valor fixo não será apresentado na Tabela 11.

Tabela 12 – Incertezas das variáveis.

| Variável | Incerteza sistemática ($\delta_{x,sistemática}$) | Incerteza aleatória ($\delta_{x,aleatória}$) | Incerteza total ($\delta_{x,total}$) |
|--------------------------------|-------------------------------------------------------|---------------------------------------------------|-------------------------------------------|
| Pressão [bar] | 0,03 | 0,01 | 0,03 |
| Temperatura [°C] | 1,0 | 0,02 | 1,0 |
| Densidade [kg/m ³] | 0,5 | 3,0 | 3,0 |
| Massa [kg] | 0,01 | 0,02 | 0,02 |

De acordo com Coleman e Steele (2009), ao analisar a incerteza de um parâmetro calculado através de uma equação, é necessário avaliar o erro inerente a cada variável dessa equação, pois a incerteza de cada variável isolada se propaga para a incerteza do resultado final. Portanto, para uma avaliar a incerteza de grandeza “ θ ” que varia em função de n variáveis independentes e que são mensuráveis por “ x_1, x_2, \dots, x_n ” utiliza-se a Equação B4, considerando o Método de Série de Taylor.

$$\delta_{\theta} = \sqrt{\left(\frac{\partial \theta}{\partial x_1} \delta x_1\right)^2 + \left(\frac{\partial \theta}{\partial x_2} \delta x_2\right)^2 + \dots + \left(\frac{\partial \theta}{\partial x_n} \delta x_n\right)^2} \quad (B4)$$

em que $\partial \theta / \partial x$ é a derivada parcial da variável “ θ ” em relação a uma variável x , e δ_{θ} é o valor da incerteza dessa variável.

A partir do que foi apresentado, pode-se iniciar o cálculo das incertezas inerente aos resultados experimentais. Para obter à incerteza da diferença de pressão entre os transdutores P_1 e P_4 utilizam-se as Equações B5 e B6, sendo que a Equação B5 representa a diferença de pressão entre P_1 e P_4 e, a Equação B6 a sua incerteza. A partir da Equação B6, obtém-se uma incerteza de 0,04 bar.

$$\Delta P = P_1 - P_4 \quad (B5)$$

$$\delta_{\Delta P} = \sqrt{(\delta P_1)^2 + (-\delta P_4)^2} \quad (\text{B6})$$

De modo semelhante, tem-se que para a massa estimada para o cálculo do diâmetro interno, resultando numa incerteza de 0,03 kg, a partir da Equação B7.

$$\delta m_{lap} = \sqrt{(\delta m_{s+lap})^2 + (-\delta m_s)^2} \quad (\text{B7})$$

Já para o cálculo da incerteza do comprimento total ($\delta_{L,total}$) da serpentina tem que considerar as incertezas relacionadas à quantidade de medidas realizadas no cálculo do comprimento total e da resolução da escala da trena utilizada (δ_l), que é de 1 mm. Devido ao formato e comprimento da serpentina foram realizadas 163 medidas ao todo resultando em 50,5 m de comprimento. Assim, a partir da quantidade de medidas obtém-se uma incerteza de 13 mm utilizando a Equação B8. O valor da quantidade de medidas realizadas para obter o comprimento total da tubulação foram baseados nas medições realizadas por Pereira (2018).

$$\delta_{L-total} = \sqrt{163(\delta_l)^2} \quad (\text{B8})$$

De forma semelhante, Pereira (2018) determinou a distância entre P_1 e P_4 por meio de 132 medidas, e então a partir deste dado pode-se aferir uma incerteza de 11 mm através da Equação B9.

$$\delta_{L,1-4} = \sqrt{132(\delta_l)^2} \quad (\text{B9})$$

A incerteza da temperatura média foi determinada em ± 1 °C, obtida considerando os oito termopares instalados na serpentina. O valor da incerteza para os oito termopares é equivalente à incerteza de um único termopar, como mostrado pela Equação B10.

$$\delta_{\bar{T}} = \sqrt{\left(\frac{\delta T_1^2}{8}\right) + \left(\frac{\delta T_2^2}{8}\right) + \dots + \left(\frac{\delta T_8^2}{8}\right)} = \delta_T \quad (\text{B10})$$

A incerteza do diâmetro interno (δ_D) medido foi de 0,04 mm obtida pela Equação B11.

$$\delta_D = \sqrt{\left(\frac{0,5\delta m_{lap}}{\sqrt{m_{lap}\rho_{lap}\pi L_{total}}}\right)^2 + \left(\frac{-0,5m_{lap}\delta\rho_{lap}}{\rho_{lap}\sqrt{m_{lap}\rho_{lap}\pi L_{total}}}\right)^2 + \left(\frac{-0,5m_{lap}\delta L_{total}}{L_{total}\sqrt{m_{lap}\rho_{lap}\pi L_{total}}}\right)^2} \quad (B11)$$

Calcula-se a incerteza de tensão de cisalhamento da parede (τ_w) a partir da Equação B11, posto que a tensão de cisalhamento é dependente das variáveis do diâmetro, distância e a diferença de pressão entre P_1 e P_4 que já foram calculadas acima. A diferença de pressão entre P_1 e P_4 varia para cada caso, por exemplo, para o caso de 1 bar de ΔP_{1-4} , a incerteza percentual da tensão de cisalhamento (δ_{τ_w} / τ_w) é de 4,2%, enquanto que para diferença de pressão de 10 bar, a incerteza reduz para 0,4%. Ou seja, quanto maior a diferença de pressão entre os transdutores (P1 e P4) menor é a incerteza da tensão de cisalhamento. O mesmo vale para viscosidade aparente que depende da τ_w . Portanto, para o cálculo da incerteza da tensão de cisalhamento e da viscosidade aparente será considerado uma diferença de pressão (ΔP_{1-4}) padrão de 1 bar. Dessa forma, a incerteza atrelada ao cálculo da tensão de cisalhamento é de 0,3 Pa, obtida pela Equação B12.

$$\delta_\tau = \sqrt{\left(\frac{\Delta P_{1-4}\delta_D}{4L_{1-4}}\right)^2 + \left(\frac{D\delta\Delta P_{1-4}}{4L_{1-4}}\right)^2 + \left(-\frac{D\Delta P_{1-4}\delta L_{1-4}}{4L_{1-4}^2}\right)^2} \quad (B12)$$

No caso da taxa de deformação aparente utiliza-se a expressão dada pela Equação B13, aferindo uma incerteza de 1,2%.

$$\frac{\delta\dot{\gamma}_{ap}}{\dot{\gamma}_{ap}} = \sqrt{\left(\frac{\delta Q}{Q}\right)^2 + \left(\frac{-3\delta D}{D}\right)^2} \quad (B13)$$

De modo semelhante ao caso anterior, a incerteza da viscosidade aparente é obtida pela Equação B14, que fornece uma incerteza percentual de 4,4%. Destaca-se que com o aumento do gradiente de pressão também há uma diminuição na incerteza percentual da viscosidade aparente, como observado para a tensão de cisalhamento.

$$\frac{\delta\eta_{ap}}{\eta_{ap}} = \sqrt{\left(\frac{\delta\tau_w}{\tau_w}\right)^2 + \left(\frac{-\delta\dot{\gamma}_{ap}}{\dot{\gamma}_{ap}}\right)^2} \quad (\text{B14})$$

Na Tabela 13 está apresentado a incerteza total e percentual de cada variável em específico, quando necessário. Analisando os resultados calculados, pode-se concluir que as maiores incertezas estão relacionadas com os transdutores de pressão, já que estas incertezas são em torno de 4,2%, e são constantes em todos os testes. Apesar da incerteza percentual da tensão de cisalhamento e viscosidade aparente serem em torno de 4,2 e 4,4%, respectivamente, foi demonstrado que esta incerteza diminui com o aumento da diferença de pressão. Portanto, considerando que os valores dos gradientes de pressão (ΔP_{1-4}) sejam superiores a 1 bar, o que é sempre verdade para os testes estudados, garante-se que a incerteza percentual máxima da unidade experimental será inferior a 4,2%.

Tabela 13 – Incertezas total e percentual.

| Variável | Incerteza (δ_x) [-] | Incerteza percentual (δ_x/x) [%] |
|------------------------------------------------------------|------------------------------|-------------------------------------------|
| Diferença de pressão, ΔP_{1-4} [bar] | 0,04 | 4,2 |
| Massa de Laponita [®] RD [kg] | 0,03 | 0,4 |
| Comprimento total da tubulação, L_{total} [mm] | 13 | 0,02 |
| Comprimento entre P_1 e P_4 , L_{1-4} [mm] | 11 | 0,03 |
| Temperatura média, \bar{T} [°C] | 1,0 | - |
| Diâmetro médio, D [mm] | 0,04 | 0,4 |
| Tensão de cisalhamento, τ_w [Pa] | 0,30 | 4,2* |
| Taxa de deformação, $\dot{\gamma}_{ap}$ [s ⁻¹] | - | 1,2 |
| Viscosidade aparente, η_{ap} [Pa.s] | - | 4,4* |

*Valores calculados com o $\Delta P_{1-4} = 1$ bar.

APÊNDICE C – ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DE FATORES SECUNDÁRIOS NOS RESULTADOS EXPERIMENTAIS

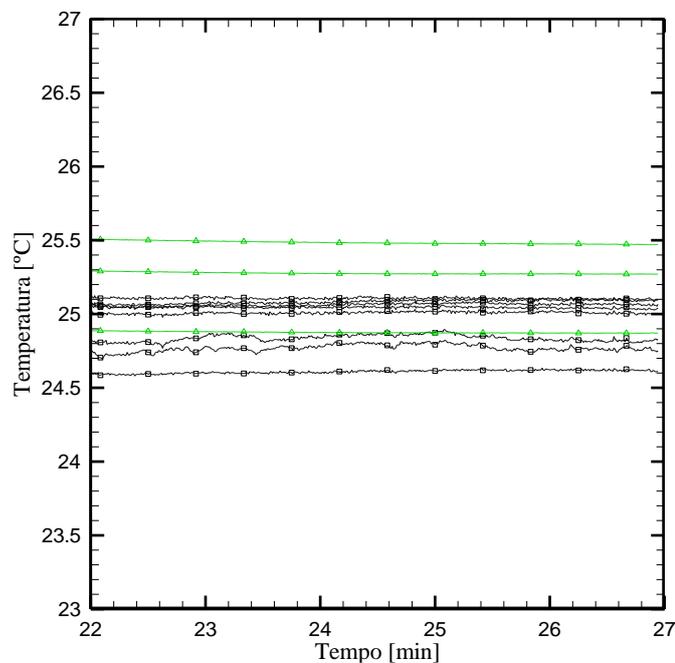
A finalidade desse apêndice é mostrar o controle de temperatura, verificar a influência da pressão hidrostática sobre as pressões medidas e por último analisar a influência da geometria helicoidal da tubulação sobre o escoamento, garantindo que os resultados experimentais apresentados sejam válidos.

C.1 CONTROLE DE TEMPERATURA DENTRO DA UNIDADE EXPERIMENTAL

A verificação do controle de temperatura é realizado para mostrar que a temperatura dentro da câmara térmica está bem controlada durante os ensaios. Vale lembrar que todos os ensaios apresentados ao longo do trabalho foram feitos na temperatura de 25 °C.

Na Figura 38 é exibido a distribuição de temperatura para o teste de reinício com vazão de 0,064 ml/min através dos oito termopares e dos três termoresistores dos transdutores, que estão representados pelas linhas com os símbolos quadrados e com triângulos, respectivamente.

Figura 38 – Distribuição de temperatura ($T=25\text{ °C}$) dos termopares e termoresistores dentro da unidade experimental durante cisalhamento da amostra na vazão volumétrica de 0,064 ml/min.



Fonte: Autoria própria.

Através da Figura 38 observa-se que tanto a temperatura dos termopares quanto a dos

termoresistores se mantém constante durante o intervalo mostrado. A temperatura média dos termopares foi de 25 °C com um desvio padrão de 0,2 °C, sendo que a maior temperatura medida foi de 25,2 °C e a menor de 24,8 °C. Como explicado no Capítulo 3, os termoresistores dos transdutores são utilizados somente para referência devido a sua baixa acurácia, não sendo considerados no cálculo da média da temperatura da unidade experimental.

Além disso, foi observado que quanto menor a vazão maior a diferença entre a distribuição da temperatura, e conseqüentemente maior o desvio padrão. Dessa forma, o maior desvio padrão obtido entre todos os ensaios realizados foi de 0,2 °C para a menor vazão (0,064 ml/min), enquanto que para a maior vazão (193,2 ml/min), o desvio padrão foi de 0,15 °C.

C.2 INFLUÊNCIA DA PRESSÃO HIDROSTÁTICA

Devido à disposição vertical dos transdutores de pressão na tubulação helicoidal há uma diferença de altura (vide Figura 8) de aproximadamente 15 cm entre cada transdutor. Assim, é interessante analisar a pressão hidrostática entre P1 e P4, que são os transdutores de maior interesse neste trabalho. Através da Equação C1 calcula-se a pressão hidrostática:

$$\Delta P_{hidrost,1-4} = \rho_{lap} h_{1-4} g \quad (C1)$$

em que $\rho_{lap} = 1000 \text{ kg} / \text{m}^3$, $h = 0,45 \text{ m}$ e $g = 9,80 \text{ m} / \text{s}^2$. A pressão hidrostática resultante foi de 0,04 bar, valor da mesma ordem da incerteza da diferença de pressão entre os transdutores P1 e P4, como descrito no APÊNDICE B.

Portanto, pode-se concluir que a pressão hidrostática não afeta consideravelmente o resultado entre os transdutores P1 e P4, posto que é equivalente a incerteza da própria diferença das medidas de pressão.

C.3 INFLUÊNCIA DA GEOMETRIA HELICOIDAL SOBRE O ESCOAMENTO

Estudos mostram que o escoamento em tubos helicoidais apresentam uma queda de pressão maior do que escoamentos em tubos retos, considerando que o fluido esteja na mesma vazão (Ali, 2000). Além disso, Ghobadi e Muzychka (2015) relatam que o escoamento em tubulações helicoidais estão sujeitos à força centrífuga que em altas vazões podem causar o aparecimento de escoamentos secundários, e conseqüentemente a mudança no perfil de velocidades do fluido após a região plenamente desenvolvida.

Para avaliar a influência de escoamento secundário nas tubulações helicoidais diversos

autores desenvolveram diferentes correlações. Em geral, estas correlações se apresentam na forma de uma razão entre os fatores de atrito de tubo helicoidal e tubo reto, sendo dependentes unicamente do número de Dean (D_n). De acordo com Ghobadi e Muzychka (2015), o D_n pode ser expresso pela Equação C2. Nota-se que o D_n depende do número de Reynolds, do diâmetro médio da helicoide ($D_{med-hel}$) e do diâmetro da tubulação (D).

$$D_n = \sqrt{\frac{D}{D_{med-hel}}} \text{Re} \quad (\text{C2})$$

Para calcular o número de Reynolds utiliza-se a Equação 12, considerando os testes realizados na 2ª bateria de ensaios com a máxima vazão de $Q = 386,4 \text{ ml} / \text{min}$, posto que neste momento a amostra de Laponita[®] apresentava os maiores valores de viscosidade aparente. Assim, neste caso tem-se a viscosidade média de $\eta = 1,04 \text{ Pa.s}$, o diâmetro da tubulação de $D = 0,01 \text{ m}$ e a massa específica de $\rho = 1000 \text{ kg} / \text{m}^3$, resultando num número de Reynolds de 0,8.

A partir disso, e considerando o diâmetro da espira ($D_{med-hel} = 0,75 \text{ m}$) calcula-se o número de Dean que resulta em 0,1 por meio da Equação C2. Utilizando a correlação proposta por Srinivasan *et al.* (1968) mostrada na Equação C3, tem-se que a razão entre os fatores de atrito da tubulação helicoidal e da tubulação reta resulta em 1. Dessa forma, conclui-se que o fatores de atrito da tubulação helicoidal e da tubulação reta são iguais ($f_{hel} = f_{reto}$), indicando que o escoamento na serpentina é semelhante ao de um tubo reto, ambos no regime laminar. Portanto, não há formação de escoamento secundário causado pelo formato da helicoidal da tubulação.

$$\begin{aligned} \frac{f_{hel}}{f_{reto}} &= 1 \rightarrow D_n < 30 \\ \frac{f_{hel}}{f_{reto}} &= 0,419 D_n^{0,275} \rightarrow 30 < D_n < 300 \\ \frac{f_{hel}}{f_{reto}} &= 0,1125 D_n^{0,5} \rightarrow D_n > 300 \end{aligned} \quad (\text{C3})$$

APÊNDICE D – COMPARAÇÃO ENTRE AS CURVAS DE TENSÕES QUE COMPÕEM AS CURVAS DE ESCOAMENTO

O objetivo deste apêndice é destacar que o comportamento das tensões de cisalhamento obtidas na unidade experimental e no reômetro são semelhantes. Além disso, será discutido o comportamento das tensões de cisalhamento para compreender melhor as curvas de escoamento das Figuras 20 e 21.

Inicialmente, serão avaliadas as curvas dos ensaios da 1ª bateria (referente a Laponita A) de teste, e em seguida da 2ª bateria (referente a Laponita B). Deve-se destacar que as curvas de tensões da unidade experimental foram obtidas a partir das curvas de pressões utilizando a Equação 7, utilizando a diferença de pressão entre os transdutores P1 e P4 (ver Seção 4.2.2.2). Logo, a região transiente das curvas de tensões da unidade são somente um indicativo do comportamento qualitativo das tensões, posto que a Equação 7 possui validade no RP. Neste caso, devido a semelhança entre a região transiente das tensões em ambos instrumentos, a região transiente da unidade também será utilizada na análise.

Na Figura 39 é mostrado as tensões de cisalhamento obtidas durante o teste de reinício de escoamento no reômetro e na unidade experimental com 30 s de repouso. Em ambos casos, as tensões de cisalhamento variam com magnitude da taxa de deformação aplicada, como descrito na Tabela 14.

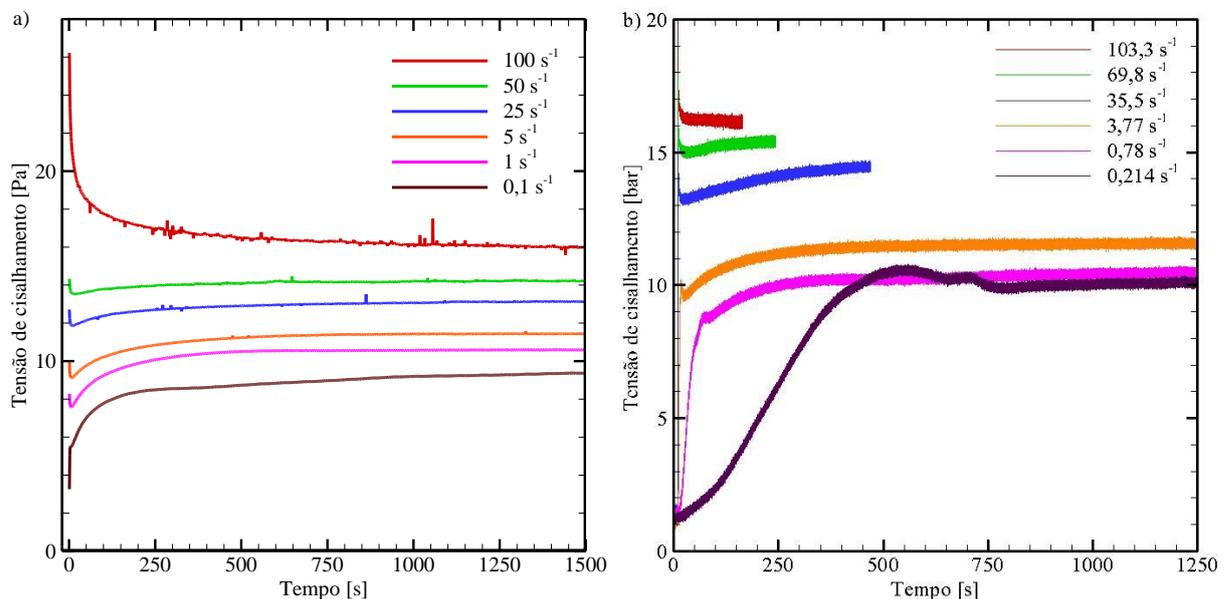
Em ambos os instrumentos, os valores das tensões de cisalhamento de regime permanente são próximos, como pode ser observado na curva de escoamento da amostra de Laponita A (Figura 20). Ainda, salienta-se que o tempo de teste na unidade experimental é limitado pelo volume do reservatório da bomba e a vazão volumétrica que é imposta, ou seja, quanto maior a vazão menor é o tempo que o teste vai durar. Apesar dessa limitação, as curvas de tensão de cisalhamento apresentam comportamentos semelhantes, o que indica que o tempo de teste na unidade é suficiente para o regime permanente ser alcançado como no reômetro.

Na região de pós-pico da tensão de cisalhamento apresentado nas Figuras 39a e b, observa-se que a tensão de cisalhamento diminui tendendo ao regime permanente para as taxas de deformação próximas de 100 s^{-1} . Já para taxas de deformação menores, a tensão de cisalhamento diminui até atingir um vale (mínimo valor de tensão após o pico) e então começa a aumentar gradualmente, indicando uma predominância da reestruturação do material durante o escoamento até que o RP seja alcançado. Uma hipótese para o surgimento do vale seguido da reestruturação é que a amostra no início do ensaio está num nível de estruturação menor que o correspondente ao RP, provavelmente devido ao baixo tempo de repouso do pré-teste (30 s). Além disso, este

comportamento pode ser um indicativo de que esteja ocorrendo bandas de cisalhamento no escoamento, pois conforme observado por Abedi *et al.* (2019), o aparecimento de vale nas curvas de reinício com baixas taxas ($0,1$ e $0,01\text{s}^{-1}$) ocorreu devido a formação de bandas de cisalhamento.

Para as taxas de deformação de $3,77$ e $0,78\text{ s}^{-1}$ (vide Figura 39b), o pico de tensão é menor que o valor de regime permanente, enquanto que no reômetro isso só ocorre na taxa de deformação de $0,1\text{ s}^{-1}$ (Figura 39a). Nestes casos, a reestruturação do material teve maior predominância que em taxas de deformação maiores, indicando que conforme a taxa de deformação diminui maior é a reestruturação durante o escoamento. Como evidenciado por Pignon *et al.* (1996), Coussot e Ovarlez (2010) e Divoux *et al.* (2013) a competição entre desestruturação e reestruturação durante o escoamento do material resulta em perfis de taxas de cisalhamento não homogêneos ao longo do escoamento, o que leva ao aparecimento de bandas de cisalhamento. Assim, há um indicativo que essa reestruturação provoque a formação de bandas de cisalhamento, e que neste caso as bandas não ocorram somente em taxas de deformação inferiores que 1 s^{-1} como observado por Pignon *et al.* (1996) e Abedi *et al.* (2019).

Figura 39 – Comportamento das tensões de cisalhamento da curva de escoamento da 1ª bateria (Laponita A) de testes obtidos para: a) Reômetro; b) Unidade experimental.



Fonte: Autoria própria.

A reestruturação mais intensa que ocorreu nas baixas taxas ($3,77$ e $0,78\text{ s}^{-1}$) pode estar associada à diferença dos valores entre as viscosidades de equilíbrio do material na condição do pré-teste B (antes do teste) e na taxa de deformação aplicada no teste. Considerando que a condição do pré-teste B é a mesma para todos os ensaios realizados e ocorra na máxima taxa de deformação

(equivalente à vazão de 193,2 ml/min), a viscosidade no pré-teste é sempre inferior a de qualquer taxa de deformação aplicada. Consequentemente, quanto menor a taxa de deformação aplicada no teste maior é a viscosidade de equilíbrio que a material deve atingir em relação a viscosidade do pré-teste. Portanto, é esperado que o material se reestruture mais para baixas taxas de deformação.

Destaca-se que não foi possível registrar os picos nos ensaios com o reômetro na maioria das taxas de deformação aplicadas, pois a taxa de aquisição utilizada foi de 1 Hz e a quebra da estrutura da amostra ocorreu em menos de 1 s. Somente para $0,1 \text{ s}^{-1}$ o pico ficou evidente, devido à baixa magnitude de taxa de deformação que acarretou no atraso do pico.

Tabela 14 – Comportamento das tensões de cisalhamento nos instrumentos experimentais.

| - | Unidade Experimental | Reômetro | Comportamento após pico de tensão |
|--------------------------|----------------------------------------|-------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Taxa de deformação alta | 103,3 [s^{-1}] | 100 [s^{-1}] | Redução da tensão de cisalhamento até atingir regime permanente, indicando quebra e relaxação da estrutura do material. |
| | 69,8; 35,53 [s^{-1}] | 50; 25 [s^{-1}] | Nesse caso, a microestrutura da Laponita [®] se desestrutura após o pico, e tem uma queda brusca na tensão até atingir o vale. Aqui, destaca-se que há indícios de haver bandas de cisalhamento. Então, uma reestruturação no material continua ocorrendo e acarreta no aumento da tensão de cisalhamento, até que a estruturação atinja equilíbrio no regime permanente. |
| Taxa de deformação baixa | 3,77; 0,78; 0,214* [s^{-1}] | 5; 1; 0,1 [s^{-1}] | |

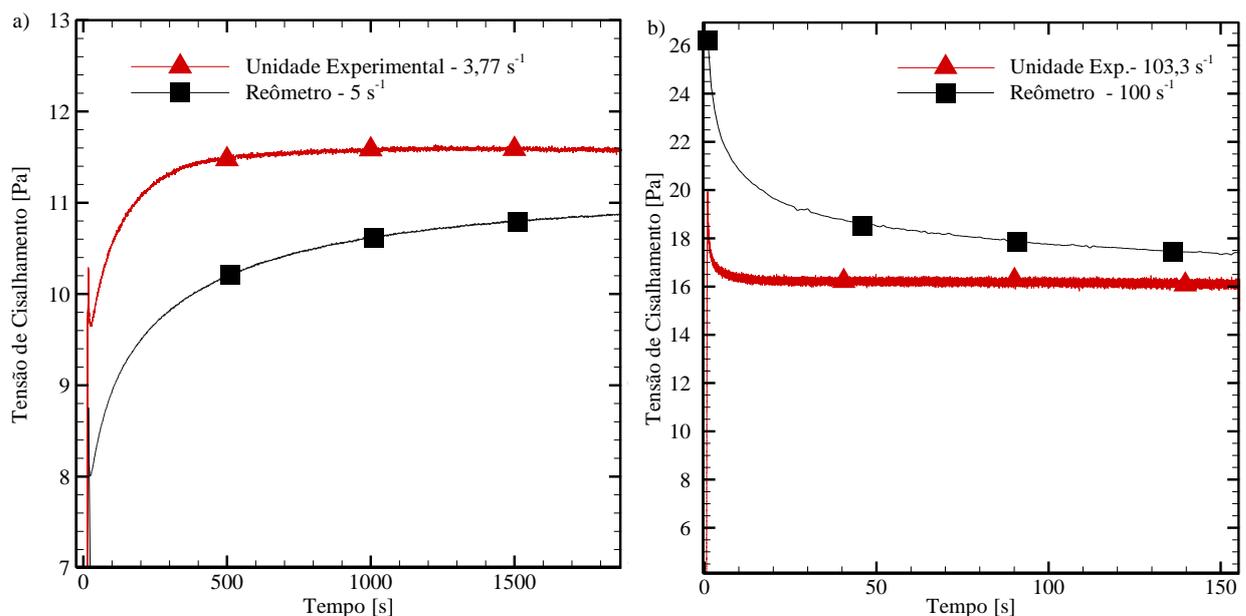
*Diferentemente das outras taxas de deformação baixas da unidade experimental, a taxa de deformação de $0,214 \text{ s}^{-1}$ apresenta pico de tensão de cisalhamento superior ao seu valor de regime permanente. Isto pode ter ocorrido devido ao maior tempo que o material teve para se estruturar antes de começar a escoar, como consequência da menor vazão imposta. Nesta taxa de deformação (que é obtida pela vazão volúmetrica de 0,064 ml/min) foi requerido um tempo de 550 s até o pico ser atingido e então o material começa a escoar pela serpentina, enquanto para a taxa de deformação de $0,78 \text{ s}^{-1}$ o tempo foi de 70 s, e para $3,77 \text{ s}^{-1}$ foi de 18 s. Logo, o maior tempo requerido para o material começar a escoar na serpentina com taxa de deformação de $0,214 \text{ s}^{-1}$ favoreceu a maior estruturação do material.

Para comparar os casos em que há quebra direta (relaxação) da estrutura do material com a quebra seguida de reestruturação será utilizado a Figura 40. Na Figura 40a está ilustrada a tensão de cisalhamento para a taxa de deformação de 5 s^{-1} no reômetro e de $3,5 \text{ s}^{-1}$ no aparato experimental. Pode-se observar que, após os pico, a tensão de cisalhamento atinge um vale e, em seguida, começa a subir em direção a um valor de equilíbrio. Este comportamento é devido ao fato de que o material no início do teste possui um menor nível de estruturação do que o alcançado no

regime permanente. De modo diferente, quando altas taxas de deformação são aplicadas, a microestrutura do material quebra e então relaxa após o pico, diminuindo a tensão de cisalhamento que tende ao regime permanente direto, como indicado na Figura 40b. Neste último caso, não há sinal de reestruturação no escoamento.

Um detalhe observado nas Figuras 40a e b é que o fluido atinge o regime permanente na unidade experimental mais rápido que no reômetro para todas as taxas de deformação avaliadas aqui. Neste caso, para a taxa de deformação de $3,77 \text{ s}^{-1}$ (Figura 40a), o fluido atingiu regime permanente na unidade experimental em torno de 700 s, enquanto para taxa de deformação de 103 s^{-1} atinge em 20 s. Já para os testes realizados no reômetro, o fluido não atingiu a condição de equilíbrio durante o tempo de teste indicado nas figuras abaixo.

Figura 40 – Comparação da tensão de cisalhamento. a) Reômetro taxa de 5 s^{-1} e aparato experimental de $3,5 \text{ s}^{-1}$; b) Reômetro taxa de 100 s^{-1} e aparato experimental de $103,3 \text{ s}^{-1}$.



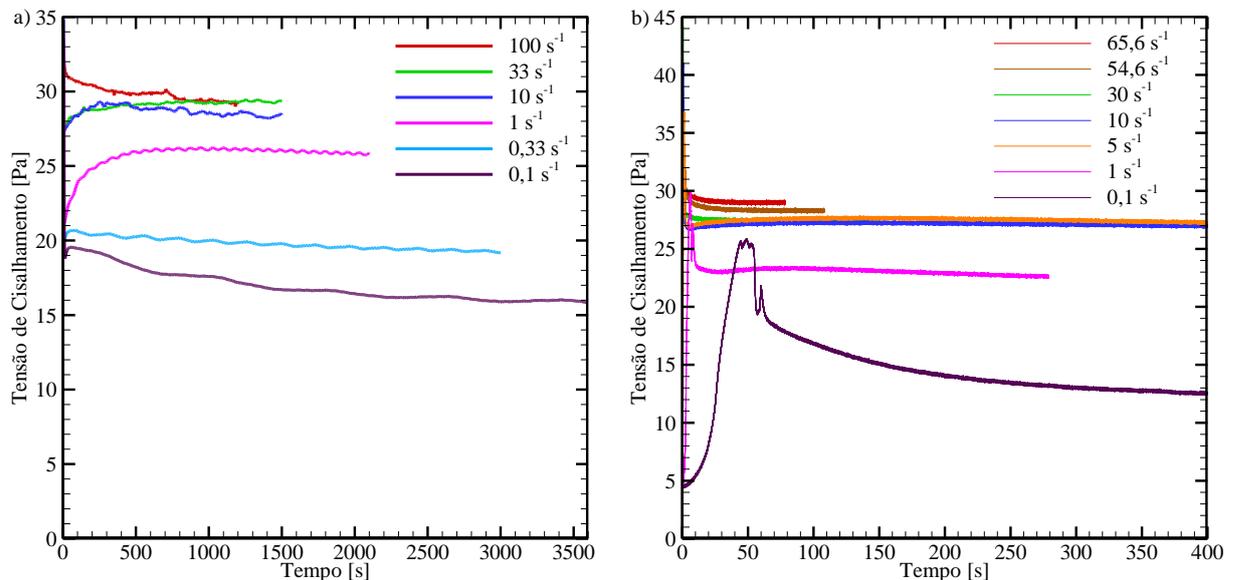
Fonte: Autoria própria.

A seguir é ilustrado na Figura 41 o comportamento das tensões de cisalhamento da curva de escoamento referente 2ª bateria de testes tanto para o reômetro como para a unidade experimental. Nas Figuras 41a e b avaliando as taxas de deformação entre $0,1$ e 1 s^{-1} nota-se que as tensões após o pico diminuem e tendem para o regime permanente, como ocorre normalmente durante o escoamento estável. Porém, como explicado na Seção 5.2 há indicativo de escorregamento da amostra nestas taxas de deformação, correspondente a regiões I e i das curvas de escoamento da Figura 21. Para as taxas de deformação acima de 10 s^{-1} no reômetro (Figura 41a) nota-se que as tensões de cisalhamento de RP são todas semelhantes. O mesmo é observado nos resultados da

unidade experimental (vide Figura 41b) para as taxas de deformação entre 5 e 30 s⁻¹. Esta faixa de taxa de deformação corresponde ao platô das tensões de cisalhamento das regiões II e ii da curva de escoamento (Figura 21). Novamente, ressalta-se que este comportamento observado pode ser um indicativo da ocorrência de bandas de cisalhamento. Destaca-se que as curvas de tensão na unidade apresentam um vale de tensão após o pico, como observado nas curvas de tensões da 1ª bateria de teste.

Por último, na Figura 41b é apresentado as taxas de deformação de 54,6 e 65,6 s⁻¹ (região III) que representam o regime de escoamento estável, porém como reportado por Moorcroft e Fielding (2014) pode haver a presença de bandas de cisalhamento nesta região.

Figura 41 – Comportamento das tensões de cisalhamento da curva de escoamento da 2ª bateria (Laponita B) de testes obtidos para: a) Reômetro; b) Unidade experimental.



Fonte: Autoria própria.

A comparação das curvas de tensões de cisalhamento tanto no reômetro como na unidade experimental evidencia que apesar das diferenças (volume de amostra, geometria e escoamento inerente ao aparato) nos instrumentos avaliados, a Laponita[®] possui um comportamento de resposta semelhante durante o cisalhamento sob aplicação de taxa de deformação constante nas duas baterias de testes realizados.