

## **Priscilla Ribeiro Varges**

## Posicionamento de tampões em poços de petróleo: uma investigação de escoamentos de inversão por gravidade

Tese de Doutorado

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor pelo Programa de Pós–graduação em Engenharia Mecânicada PUC-Rio.

Orientador: Prof. Paulo Roberto de Souza Mendes

Rio de Janeiro julho de 2017



## **Priscilla Ribeiro Varges**

## Posicionamento de tampões em poços de petróleo: uma investigação de escoamentos de inversão por gravidade

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor pelo Programa de Pós–graduação em Engenharia Mecânicada PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

> **Prof. Paulo Roberto de Souza Mendes** Orientador Departamento de Engenharia Mecânica – PUC-Rio

> **Prof. Mônica Feijó Naccache** Departamento de Engenharia Mecânica – PUC-Rio

> **Prof. Márcio da Silveira Carvalho** Departamento de Engenharia Mecânica – PUC-Rio

**Prof. Roney Leon Thompson** Departamento de Engenharia Mecânica – UFRJ

> Dr. André Leibsohn Martins CENPES – Petrobras

**Prof. Márcio da Silveira Carvalho** Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico – PUC-Rio

Rio de Janeiro, 07 de julho de 2017

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

#### Priscilla Ribeiro Varges

Graduou–se em Engenharia Mecânica e Engenharia de Produção-Mecânica na Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro em 2007. Em 2010, obteve o título de mestre em Engenharia de Mecânica na mesma instituição. É membro do Grupo de Reologia (GReo) da PUC-Rio desde 2007, onde especializou-se em reologia e mecânica dos fluidos não newtonianos.

Ficha Catalográfica

Varges, Priscilla Ribeiro

Posicionamento de tampões em poços de petróleo: uma investigação de escoamentos de inversão por gravidade / Priscilla Ribeiro Varges; orientador: Paulo Roberto de Souza Mendes. – Rio de janeiro: PUC-Rio, Departamento de Engenharia Mecânica, 2017.

v., 208 f: il. ; 29,7 cm

Tese (doutorado) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Mecânica.

Inclui referências bibliográficas.

1. Escoamentos de inversão por gravidade;. 2. material viscoplástico;. 3. tamponamento de poços de petróleo;. I. Souza Mendes, Paulo Roberto de. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Mecânica. III. Título.

CDD: 621

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1212956/CA

A minha filha Nina, por ser minha inspiração. Ao meu marido Sergio, com todo meu amor. A minha mãe, por ser exatamente quem e como você é.

## Agradecimentos

Ao meu orientador Paulo Roberto de Souza Mendes por me apresentar ao maravilhoso mundo da ciência e pesquisa, pelas valiosas discussões e pela honra de crescer ao seu lado.

A todos os professores que fizeram parte de minha formação acadêmica, em especial Mônica Naccache. Obrigada pelas trocas de experiência, apoio e colaboração, tanto técnica quanto pessoalmente. Aos membros do Departamento de Engenharia Mecânica, obrigada pela colaboração.

A todos os envolvidos diretamente nesta pesquisa. Em primeiro lugar, agradeço ao Bruno Fonseca por ser meu braço direito, sempre comprometido e com excelência. Aos alunos que participaram deste projeto: Paula Nascimento, Fernanda Nascentes, João Pedro Cunha, Hannah Alves e Camila Moreira. Aos demais membros do Grupo de Reologia (GReo), A. Alicke, Alexandre, Aline, Bruna, Carina, Eliana, F. Marchesini, Gisllane, Pedro, Ricardo e Viviam que colaboraram tecnicamente.

A Petrobras, FAPERJ, CNPq, FINEP e à PUC–Rio, pelos auxílios concedidos, sem os quais este trabalho não poderia ter sido realizado. Gostaria de agradecer ao André Leibsohn pela longa parceria e por nos apresentar a motivação desta pesquisa tão desafiadora.

A toda família do GReo. Sem a contribuição e apoio de vocês esse projeto não seria possível. Aos meus amigos da PUC–Rio, que me fizeram meus dias mais felizes e que estiveram ao meu lado durante esse percurso.

A minha filha, Nina Ribeiro<sup>2</sup>, por me fazer uma pessoa melhor, motivar minhas ações e objetivos, e pelo carinho e amor que fazem tudo isso valer a pena. Ao meu marido, Sergio Ribeiro, que foi fundamental para a execução deste trabalho. Obrigada pela parceria técnica, recheada de debates, ensinamentos e coparticipação. Obrigada por seu amor, companheirismo, aventuras e compreensão.

Aos meus irmãos, obrigada pelo amor e amizade. Em especial, a Papá, por estar sempre ao meu lado no posto de melhor irmã e tia do mundo.

A melhor mãe do mundo, Ângela, pela dedicação imensurável, por me ajudar diariamente a superar os obstáculos da vida, pelo amor incondicional e por ser minha inspiração.

#### Resumo

Varges, Priscilla Ribeiro; Souza Mendes, Paulo Roberto de. **Posi**cionamento de tampões em poços de petróleo: uma investigação de escoamentos de inversão por gravidade. Rio de Janeiro, 2017. 208p. Tese de Doutorado – Departamento de Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Operações de posicionamento de tampão de cimento na indústria do

petróleo representam um exemplo de escoamento dominado por efeitos gravitacionais. Essa situação é altamente instável visto que o cimento geralmente é mais denso que o fluido do poço e, como consequência, suas posições tendem a se inverterem. O presente estudo objetiva aprimorar a percepção dos mecanismos físicos associados às operações de tamponamento através da análise de escoamentos de inversão por gravidade. Com esta finalidade, executam-se experimentos de visualização com líquido mais denso posicionado sobre outro de menor densidade em tubo vertical. Ademais determina-se a velocidade da interface através do processamento e análise de imagens. A influência dos parâmetros governantes é averiguada sobre a velocidade de inversão e o regime de escoamento. A importância relativa entre as forças gravitacionais, viscosa, inercial e interfacial são avaliadas. A primeira etapa do estudo consiste na realização de experimentos com pares de fluidos newtonianos e imiscíveis com pequena diferença de densidade. Examinam-se dois regimes de escoamento, a saber gotas e slugs em queda. Os resultados experimentais demonstram que a velocidade terminal pode ser estimada por correlações empíricas de esferas rígidas em queda dentro de um tubo. A segunda etapa da pesquisa consiste na análise de escoamento de inversão por gravidade com fluido elasto-viscoplástico tixotrópico sobre óleo newtoniano menos denso. Constatam-se três diferentes regimes de escoamento, denominados instável, quase-estável e estável (sem escoamento). O regime instável apresenta escoamento wavy core-annular com o líquido mais denso no centro. No regime quase-estável há formação de plug flow após um tempo de retardo, que é função dos efeitos tixotrópicos e elásticos do material. Através da análise dos resultados experimentais é possível identificar, para um dado par de fluidos, a janela de operações no espaço de parâmetros governantes dentro da qual a velocidade de inversão é suficientemente baixa (ou nula) para assegurar o sucesso da operação de tamponamento.

#### Palavras-chave

Escoamentos de inversão por gravidade; material viscoplástico; tamponamento de poços de petróleo;

#### Abstract

Varges, Priscilla Ribeiro; Souza Mendes, Paulo Roberto de (Advisor). **Plugging oil wells: an investigation of exchange flows**. Rio de Janeiro, 2017. 208p. Tese de doutorado – Departamento de Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Cement plug placement in oil industry operations represents an example of buoyancy-driven exchange flows. This situation is highly unstable since cement is usually denser than well fluid and, as a consequence, their positions tend to invert. The present study aims to improve the perception of the physical mechanisms associated to cement plug operations through the analysis of exchange flows. To this end, visualization experiments are performed with denser liquid positioned above a lower-density liquid in a vertical tube. In addition, the interface front speed is determined through image processing and analysis. The influence of the governing parameters is investigated on the speed of inversion and flow regime. The first stage of the study consists of conducting experiments with pairs of immiscible Newtonian liquids with small density difference. Two different flow regimes were examined, namely, falling drops and falling slugs. Experimental results demonstrate that the terminal velocity can be estimated by empirical correlations for falling rigid spheres within a tube. The second stage of the research consists of an exchange flow analysis considering an elastoviscoplastic thixotropic fluid above a less dense Newtonian oil. Three different flow regimes were observed, namely unstable, quasi-stable, and stable (no flow). The unstable regime is a wavy core-annular flow with the denser liquid in the core. In the quasi-stable regime a slow plug flow starts after a time delay, which is a function of material thixotropic and elastic effects. Through analysis of the experimental results it is possible to identify, for a given pair of fluids, the operational window in the governing parameter space within which the speed of inversion is sufficiently low (or zero) to ensure the cement plug operation success.

#### Keywords

Exchange flows; yield stress material; plugging oil wells;

## Sumário

1 Introdução	19
1.1 Motivação	20
1.2 Objetivos	22
1.3 Organização do trabalho	22
2 Revisão bibliográfica	23
3 Material e métodos	34
3.1 Montagem experimental	34
3.1.1 Bancada experimental para testes com dois fluidos newtonianos	34
3.1.1.1 Seção de testes	34
3.1.1.2 Reservatório	35
3.1.1.3 Banho termostático	36
3.1.1.4 Termômetro digital	36
3.1.1.5 Câmera fotográfica	37
3.1.1.6 Pipeta volumétrica	37
3.1.1.7 Bomba peristáltica	37
3.1.1.8 Bocal	37
3.1.2 Bancada experimental para testes com fluidos não newtonianos	38
3.2 Metodologia experimental	39
3.2.1 Metodologia experimental da seção de testes com fluidos newtonianos	40
3.2.1.1 Gotas	41
3.2.1.2 Escoamento de inversão por gravidade	41
3.2.2 Metodologia experimental da seção de testes com fluido não newto-	
niano	42
3.3 Preparação de fluidos	43
3.3.1 Fluidos newtonianos	43
3.3.1.1 Soluções aquosas de etanol	43
3.3.1.2 Óleos com surfactante	44
3.3.2 Fluidos não newtonianos	44
3.3.2.1 Soluções aquosas de Carbopol 980	45
3.3.2.2 Soluções aquosas de Carbopol 980 com glicerina ou etanol	47
3.4 Medição das propriedades dos fluidos	48
3.4.1 Densidade	48
3.4.2 Viscosidade de fluidos newtonianos	49
3.4.3 Propriedades reológicas de fluidos não newtonianos	49
3.4.3.1 Teste de varredura da amplitude de tensão	51
3.4.3.2 Teste de varredura de tempo	52
3.4.3.3 Teste a taxa de deformação constante	53
3.4.3.4 Curva de escoamento	53
3.4.3.5 Testes a tensão constante	54
3.4.3.6 Testes de construção e desconstrução da microestrutura	55
3.4.4 Tensão superficial/interfacial de fluidos newtonianos	56
3.4.5 Tensão superficial/interfacial de fluidos não newtonianos	57

3.5 Processamento e análise digital de imagens	58
3.5.1 Aquisição da imagem	59
3.5.1.1 Calibração das imagens	59
3.5.2 Pré-processamento	60
3.5.2.1 Correção da inclinação da imagem	60
3.5.2.2 Região de interesse	61
3.5.2.3 Conversão da representação de cores	61
3.5.2.4 Ajuste de brilho e contraste	63
3.5.2.5 Redução de ruído	63
3.5.3 Segmentação	65
3.5.4 Pós-processamento	66
3.5.5 Extração de atributos	66
3.6 Adimensionalização dos dados	69
3.6.1 Adimensionalização dos parâmetros governantes dos testes com flui-	
dos newtonianos	69
3.6.2 Adimensionalização dos parâmetros governantes dos testes com	
fluido não newtoniano	73
	10
4 Resultados e discussão	<b>76</b>
4.1 Resultados obtidos com fluidos newtonianos	76
4.1.1 Testes preliminares	76
4.1.1.1 Queda de esferas rígidas dentro de um tubo com fluido newtoniano	76
4.1.1.2 Escoamento de inversão por gravidade	77
4.1.2 Resultados experimentais	84
4.1.3 Comparação dos resultados experimentais com previsões empíricas e	
teóricas de velocidade terminal de escoamentos ideais	90
4.1.3.1 Queda de uma esfera rígida em meio contendo fluido newtoniano	91
4.1.3.1.1 Região com regime viscoso	96
4.1.3.1.2 Região valores intermediários de número de	
Reynolds	96
4.1.3.1.3 Região em regime totalmente turbulento	96
4.1.3.1.4 Definição dos regimes de escoamento	96
4.1.3.2 Cilindro em queda dentro de um tubo preenchido fluido newtoniano	97
4.1.3.3 Escoamento de Hagen-Poiseuille	101
4.1.3.4 Resultados gráficos	103
4.1.4 Comparação entre velocidade terminal de esferas e simulações nu-	
méricas de casos de campo	104
4.1.5 Comparação entre estudo paramétrico da velocidade terminal de	
esferas e dados de campo	107
4.2 Resultados obtidos com fluidos não newtonianos	108
4.2.1 Fluidos empregados no estudo de efeitos não newtonianos	109
4.2.2 Resultados de visualização	122
4.2.3 Resultados gráficos	130
4.2.3.1 Influência da tensão interfacial	133
4.2.3.2 Análise dos regimes de escoamento e de equilíbrio da interface em	
função dos parâmetros governantes	136
4.2.3.2.1 Efeitos temporais	145
4.2.3.2.2 Efeitos viscosos	148
4.2.3.2.3 Efeitos interfaciais	149
	-

<ul> <li>4.2.3.3 Critério para classificar ausência de escoamento</li> <li>4.2.3.4 influência da seleção do caso crítico</li> <li>4.2.4 Extrapolação de dados em escala para dados de campo</li> <li>4.2.4.1 Metodologia de análise de dados</li> </ul>	150 154 157 157
5 Conclusões 5.1 Trabalhos futuros	<b>159</b> 161
Referências Bibliográficas	163
<ul> <li>A Estudo da concentração ideal de surfactante em óleos</li> <li>A.1 Introdução</li> <li>A.1.1 Motivação</li> <li>A.1.2 Objetivos</li> <li>A.2 Procedimento experimental</li> <li>A.3 Resultados</li> <li>A.4 Considerações finais</li> </ul>	<b>179</b> 179 179 180 180 180 181
<ul> <li>B Tampão viscoso</li> <li>B.1 Introdução</li> <li>B.2 Fluido</li> <li>B.3 Metodologia</li> <li>B.4 Caracterização reológica</li> <li>B.4.1 Seleção da geometria</li> <li>B.4.1.1 Determinação da folga entre as placas paralelas</li> <li>B.4.2 Teste de varredura de tensão</li> <li>B.4.3 Teste de varredura de tempo</li> <li>B.4.4 Curvas de escoamento</li> <li>B.4.5 Testes a tensão constante</li> <li>B.5 Considerações finais</li> </ul>	<b>182</b> 182 183 183 183 183 183 184 184 184 185 186 187 189
<ul> <li>C Caracterização reológica de solução aquosa de Carbopol co</li> <li>C.1 Influência da concentração de polímero em diferentes form</li> <li>Carbopol</li> </ul>	m glicerina <b>190</b> mulações de 193
<ul> <li>D Estudo da seleção da taxa de deformação característica emp definir a viscosidade do fluido viscoplástico em movimento</li> <li>D.1 Taxa de deformação característica determinada através de de forças</li> <li>D.2 Taxa de deformação obtida através dos parâmetros reológ</li> <li>D.3 Taxa de deformação obtida através do escoamento</li> </ul>	regada para terminal <b>196</b> um balanço gicos 199 201
E Critério para determinação de velocidade terminal que tend	le a zero 203
F Influência do método de determinação da tensão limite de e	escoamento 207

# Lista de figuras

Figura 1.1 Exemplo de escoamento de inversão por gravidade ( <i>ex-</i>	20
Figura 1.2 Posicionamento de tampão balanceado	$\frac{20}{21}$
Figura 3.1 Desenho esquemático da bancada experimental empre-	
gada no estudo de fluidos newtonianos	35
Figura 3.2 Fotografia da bancada experimental empregada no es-	26
Figure 2.2 Desenho esquemético de bancada experimental empre	30
gada no estudo de fluidos não newtonianos	38
Figura 3.4 Desenho esquemático da seção de testes empregada no	
estudo de fluidos não newtonianos	38
Figura 3.5 Desenho esquemático do procedimento experimental em-	
pregado no estudo de gotas em queda e escoamento de inversão	
por gravidade, respectivamente	40
Figura 3.6 Desenho esquemático do procedimento experimental em-	
pregado no estudo de fluidos não newtonianos	42
Figura 3.7 Reômetro rotacional AR-G2 e geometria placas paralelas	
ranhuradas em destaque	50
Figura 3.8 Tensiômetro	56
Figura 3.9 Sequência típica de processamento e análise digital de	
imagens	58
Figura 3.10 Exemplo de um quadro extraído do vídeo	59
Figura 3.11 Exemplo da determinação do fator de calibração das	
imagens	60
Figura 3.12 Exemplo de correção da inclinação da imagem	61
Figura 3.13 Corte realizado na imagem original para isolar a seção	
de interesse	62
Figura 3.14 Exemplo da conversão da representação de cores de um	
quadro do vídeo	62
Figura 3.15 Histograma da imagem em tons de cinza da Fig. $3.14$	63
Figura 3.16 Exemplo de ajuste de brilho e contraste: imagem resul-	
tante e respectivo histograma	64
Figura 3.17 Filtro de mediana	64
Figura 3.18 Segmentação da imagem	65
Figura 3.19 Imagem binária após o pós-processamento	66
Figura 3.20 Velocidade em função da posição percorrida pelo objeto	69
Figura 3.21 Desenho esquemático do escoamento com fluidos newto-	-
nianos	70
Figura 3.22 Desenho esquemático do escoamento considerando fluido	
nao newtoniano	73
Figura 3.23 Balanço de forças do tampao sob equilibrio estático	74
Figura 4.1 Queda de esferas rígidas em meio infinito e dentro de um	
tubo: comparação entre dados teóricos e experimentais	77

Figura 4.2 Fotografia da bancada experimental empregada no es-	
tudo preliminar com fluidos newtonianos	78
Figura 4.3 Teste com Lubrax GL-05 e água a 20°Ce D = $34$ mm	79
Figura 4.4 Velocidade terminal adimensional em função de $1/Ga$	
para Lubrax GL-05 e água	80
Figura 4.5 Velocidade terminal adimensional $V^*$ em função de $\sigma^*$	
para Lubrax GL-05 e água	81
Figura 4.6 Fotografia da bancada experimental aprimorada empre-	
gada no estudo preliminar com fluidos newtonianos	82
Figura 4.7 Evolução temporal de teste com solução aquosa com 45%	
de etanol e óleo de soja a $24^{\circ}$ Ce D = $22$ mm	82
Figura 4.8 Velocidade terminal adimensional em função de $1/Ga$	-
para solução aquosa com $45\%$ v/v de etanol e óleo de soja	83
Figura 4.9 Velocidade terminal adimensional em função de $\sigma^*$ para	00
solução aquosa com $45\%$ v/v de etanol e óleo de soja	83
Figura 4.10 Evolução temporal de um gota esférica em queda dentro	00
de um tubo	85
Figura 4.11 Evolução temporal de um gota elipsoidal em queda	00
dentro de um tubo	85
Figura 4.12 Evolução temporal de um escoamento de inversão por	00
gravidade caracterizado por regime de slug	86
Figura 4.13 V* em função de $d^*$ para diferentes $\sigma^*$ considerando todos	00
os fluidos newtonianos investigados	88
Figure $A = 1A = V^*$ and função de $1/Ca$	80
Figure 4.15 $V^*$ om função do $\sigma^*$	80
Figura 4.16 Possívois padrões de escoamente em escoamente de	09
inversão por gravidado: (a) caso ideal (b) slug flow (c) gotas o	
(d) múltiples gotes	00
(u) multiplas gotas Figure 4.17 Forças atuantas on uma osfara rígida on guada on um	90
rigura 4.17 Forças atuantes em uma estera rigua em queda em um	02
Figura 4.18 Coeficiente de arreste de uma esfera lisa em função de	92
número de Doumolda	02
Figure 4.10 Desenho esquemético de uma esfere rígida em queda	95
dentre de um tube presentide fluide neutoniane	05
Figure 4.20. Espace atuantes am uma actore rígida am quada dentre	90
rigura 4.20 Foiças atualites em uma estera rigida em queda dentro	05
Eigune 4.21. Trangiçãos entre os perimos de escoemente	90
Figura 4.21 Transições entre os regimes de escoamento	97
rigura 4.22 Desenno esquematico de um climaro em queda dentro	00
Eigen 4.22 Describe accuration de un fuide accuration de come com	98
Figura 4.23 Desenno esquematico de um nuido aproximado como um	
clindro em queda dentro de um tudo com fluido newtoniano:	00
Firmer 4.24 Delever de france de france de la	99
rigura 4.24 Balanço de lorças no cilindro.	100
rigura 4.20 Desenno esquematico representando o escoamento de	100
Hagen-Poiseuille	102
r igura 4.20 velocidade característica baseada em escoamentos ideais	104
comparada com resultados experimentais	104

Figura 4.27 Soluções empíricas de uma esfera em queda (linhas) e	
dados experimentais (símbolos) para $\Delta \rho^* = 9.7 \cdot 10^{-3}$	105
Figura 4.28 Soluções empíricas de uma esfera em queda (linhas) e	
dados experimentais (símbolos) para $\Delta \rho^* = 8.0 \cdot 10^{-3}$	105
Figura 4.29 Soluções empíricas de uma esfera em queda (linhas) e	
dados experimentais (símbolos) para $\Delta \rho^* = 7.2 \cdot 10^{-3}$	106
Figura 4.30 Comparação entre o equacionamento e simulação no	
Fluent.	107
Figura 4.31 Estudo paramétrico: velocidade máxima adimensional	
em função de $\mu_1/\Delta \rho \sqrt{gD}D$	108
Figura 4.32 Comparação entre os os dados do estudo paramétrico e	
as simulações no Fluent.	109
Figura 4.33 Teste oscilatório de varredura de tensão de solução	
aquosa com 0.123% de Carbopol <sup>®</sup>	110
Figura 4.34 Teste de varredura de tempo de solução aquosa com	
0.123% de Carbopol <sup>®</sup>	111
Figura 4.35 Testes a taxa de deformação constante de solução aquosa	
com 0.123% de Carbopol <sup>®</sup>	112
Figura 4.36 Tensão em função da taxa de deformação de solução	
aquosa com 0.123% de Carbopol <sup>®</sup>	113
Figura 4.37 Viscosidade em função da taxa de deformação de solução	
aquosa com $0.123\%$ de Carbopol <sup>®</sup>	113
Figura 4.38 Testes a tensão constante de solução aquosa com 0.123%	110
de Carbopol <sup>®</sup>	114
Figura 4.39 Teste de construção da microestrutura de 20 Pa para 4 Pa	111
de solução aquosa com 0.123% de Carbonol®	115
Figura 4.40. Teste de construção da microestrutura de 8 Pa para 4 Pa	110
de solução aquosa com $0.123\%$ de Carbonol <sup>®</sup>	115
Figure 4/41 Teste de destruição de microestruture de 4 Pa para 20 Pa	110
do solução acuosa com $0.123\%$ do Carbonol <sup>®</sup>	116
Figura 4.42 Tosta da destruição da microestrutura da 4.Pa para 8.Pa	110
rigura 4.42 Teste de destruição da incroestrutura de 41 a para 61 a de colução acueça com $0.122\%$ de Carbonol <sup>®</sup>	116
Figure 4.42 Curve de accomente de diverses concentrações de celu	110
rigura 4.45 Curva de escoamento de diversas concentrações de solu-	
ções aquosas de Carbopor : tensão de cisamamento em runção	110
Ti a taxa de deformação	119
Figura 4.44 Curva de escoamento de diversas concentrações de solu-	
ções aquosas de Carbopol <sup>~</sup> : viscosidade em função da taxa de	100
deformação	120
Figura 4.45 Influencia da temperatura: curva de escoamento de so-	101
lução aquosa com 0.15% de Carbopol <sup>®</sup> com glicerina	121
Figura 4.46 Evolução temporal de testes com Carbopol <sup>o</sup> ( $\tau_y =$	
2.42 Pa, $k = 1.07$ Pa.s" e $n = 0.45$ ) acima de oleo Shell Tellus	100
Premium 46 com $1\%$ m/m de Span <sup>®</sup> 80	122
Figura 4.47 Evolução temporal de testes com Carbopol <sup>®</sup> ( $\tau_y =$	
2.42 Pa, $k = 1.07$ Pa.s" e $n = 0.45$ ) acima de óleo Shell Tellus	100
Premium 46 sem surfactante	123

Figura 4.48 Evolução temporal de testes com Carbopol <sup>®</sup> ( $\tau_y = 2.74 \mathrm{Pa},  k = 1.32 \mathrm{Pa.s}^n$ e $n = 0.44$ ) acima de óleo de soja com	
$1\% \text{ m/m de Span}^{\textcircled{0}{8}} 80$	123
Figura 4.49 Evolução temporal de testes com Carbopol <sup>®</sup> ( $\tau_y$ =	
10.64 Pa, $k = 4.70$ Pa.s <sup>n</sup> e $n = 0.37$ ) acima de óleo Shell Tellus	
Premium 46 com 1% m/m de Span <sup>®</sup> 80	124
Figura 4.50 Ilustração dos movimentos oscilatórios do regime wavy	
core-annular flow	125
Figura 4.51 Evolução da velocidade do núcleo em regime wavy core-	
annular flow em função da altura de queda.	128
Figura 4.52 Ilustração dos movimentos oscilatórios do regime wavy	
core-annular flow	128
Figura 4.53 Velocidade terminal adimensional em função da tensão	
limite de escoamento adimensional para $L^* = 5 \text{ e} 4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim$	
$1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$	132
Figura $4.54$ Velocidade terminal adimensional em função da razão de	
viscosidade para $L^* = 5 e 4.29 \cdot 10^{-3} \le 1/Ga \le 8.78 \cdot 10^{-3}$	133
Figura 4.55 Evolução temporal de testes com Carbopol ( $\tau_{u}$ =	
$2.42 \text{ Pa}, k = 1.07 \text{ Pa}, s^n \text{ e } n = 0.45)$ acima de óleo Shell Tellus	
Premium 46 com e sem 1% m/m de Span <sup>®</sup> 80 respectivamente	134
Figura 4.56 Evolução temporal de testes com Carbopol <sup>®</sup> ( $\tau_{-}$ =	101
$2.74 \text{ Pa}  k = 1.32 \text{ Pa} \text{ s}^n \text{ e } n = 0.44)$ acima de óleo de soja com e	
$2.141 a, n = 1.521 a.s^{\circ} e n = 0.44$ a and a constant of a solution	135
Figura 4.57 Velocidade terminal adimensional em função da tensão	100
limite de escoamente adimensional e da razão de viscosidade	
para $L^* = 5$ , $\Delta a^* = 0.00 \text{ a} 1/Ca \approx 6.5 \text{ s} 10^{-3}$	126
Figure 4.58 Velocidade terminal adimensional em função da tenção	100
limite de escosmente adimensional e de razão de viscosidade	
number de escoamento admensionar e da fazao de viscosidade para $L^* = 5$ , $\Delta_{c^*} = 0.15$ a $1/Ca = 8.78$ , $10^{-3}$	127
para $L = 0, \Delta \rho = 0.15 \text{ er}/Ga = 0.76 \cdot 10^{\circ}$ . Figure 4.50 Número do Weber em função do reção do viscosidado	191
Figura 4.59 Numero de Weber em Tunção da Tazão de Viscosidade	
para cada par de nuidos considerando $L = 5, 4.29 \cdot 10^{-3} \gtrsim$	190
$\Gamma/Ga \gtrsim 0.78 \cdot 10^{-6} \text{ e } 0^{-7} \rightarrow 0$	199
Figura 4.00 velocidade terminal adimensional em runção da tensão	
limite de escoamento adimensional e razao de viscosidade, res-	
pectivamente, para $L^* = 5, 4.29 \cdot 10^{\circ} \approx 1/Ga \approx 8.78 \cdot 10^{\circ}$ e	100
$\sigma^* \to 0.$	139
Figura 4.61 Tensao limite de escoamento adimensional em função	
da razao de viscosidade para cada par de fluidos considerando	
$L^* = 5, 4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3} \text{ e } \sigma^* \to 0$	140
Figura 4.62 Número de Reynolds em função da razão de viscosidade	
para cada par de fluidos considerando $L^* = 5, 4.29 \cdot 10^{-5} \lesssim$	
$1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3} e \sigma^* \to 0$	141
Figura 4.63 Tensão limite de escoamento adimensional em função	
da diferença de densidade adimensional para diversas faixas de	
razão de viscos idade considerando $L^* = 5, 4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim$	
$8.78 \cdot 10^{-3} e \sigma^* \to 0$	142

Figura 4.64 Número de Reynolds em função do número de Laplace	
para cada diferença de densidade adimensional considerando	
$L^{*} = 5.$	143
Figura 4.65 Segmentação dos regimes de escoamento através do	
número de Reynolds em função do número de Laplace para cada	
diferença de densidade adimensional considerando $L^* = 5$ .	144
Figura 4.66 Resumo da morfologia do escoamento em função dos	
regimes de estabilidade e dos parâmetros adimensionais	144
Figura 4.67 Avaliação dos efeitos tixotrópicos em soluções aquosas	
de Carbopol <sup>®</sup> com e sem glicerina.	147
Figura 4.68 Comparação dos efeitos viscosos com os gravitacionais.	149
Figura 4.69 Comparação dos efeitos viscosos com os gravitacionais	150
Figura 4.70 Comparação dos efeitos interfaciais com os gravitacionais.	151
Figura 4.71 Ilustração de proposta de critério de escoamento de	101
escoamente de inversão per gravidade	159
Figura 4.72 Critário de definição de escoamento aplicado aos dados	102
Figura 4.72 Offerio de definição de escoamento aplicado aos dados approximentais para $l_{\rm c} = 0D$ o $t_{\rm c} = 5400{\rm g}$ ; gréficos do regão	
experimentais para $i_c = 9D$ e $i_c = 5400$ s. grancos da razao	
entre a venocidade terminar admensionar e seu respectivo caso	
critico, $V / V_c$ , em função da razão de viscosidade $\mu$ em escara	159
semi-log e log-log, respectivamente.	153
Figura 4.73 Criterio de definição de escoamento aplicado aos dados	1
experimentals para $l_c = (D \ e \ t_c = 60 \ s.$	155
Figura 4.74 Critério de definição de escoamento aplicado aos dados	150
experimentais para $l_c = 7D$ e $t_c = 1500$ s.	156
Figura 4.75 Ilustração de proposta de critério de escoamento de	
escoamento de inversao por gravidade.	158
Figura A 1. Tensão interfacial entre óleo de soia/água e óleo Shell	
Tellus Premium 46/água em função molaridade de Span 80	181
Tenus Fremum 10/agua em função motaridade de Span 60	101
Figura B.1 Influência do efeito de parede na determinação da folga	
utilizada na geometria placas paralelas	184
Figura B.2 Avaliação da influência da folga entre as placas na curva	
de escoamento	185
Figura B.3 Varredura de tensão de tampão viscoso	185
Figura B.4 Fluido de perfuração com separação de fases após 15	
minutos de repouso.	186
Figura B.5 Varredura de tempo de tampão viscoso	187
Figura B.6 Curva de escoamento de tampão viscoso	187
Figura B.7 Curva de escoamento: uma comparação entre o viscosí-	101
metro Faan e o reômetro AB-G2	188
Figura B.8 Testes a tensão constante	188
	100
Figura C.1 Varredura de tensão de solução aquosa de Carbopol <sup>®</sup>	
com glicerina.	191
Figura C.2 Varredura de tempo de solução aquosa de Carbopol <sup>®</sup>	
· ·	
com glicerina.	191
com glicerina. Figura C.3 Curva de escoamento de solução aquosa de Carbopol <sup>®</sup>	191

Figura C.4 Testes a tensão constante de solução aquosa de Carbopol <sup>®</sup> com glicerina.	192
<ul> <li>Figura C.5 Tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação para 0.125% de Carbopol<sup>®</sup> em solução exclusivamente aquosa e em solução aquosa de glicerina.</li> <li>Figura C.6 Viscosidade em função da taxa de deformação para 0.125% de Carbopol<sup>®</sup> em solução exclusivamente aquosa e em</li> </ul>	193
solução aquosa de glicerina. Figura C.7. Tensão de cisalhamento em função da taxa de deforma	194
<ul> <li>ção para 0.1% de Carbopol<sup>®</sup> em solução exclusivamente aquosa e para 0.125% de Carbopol<sup>®</sup> em solução aquosa de glicerina.</li> <li>Figura C.8 Viscosidade em função da taxa de deformação para 0.1% de Carbopol<sup>®</sup> em solução exclusivamente aquosa e para 0.125%</li> </ul>	194
de Carbopol <sup>®</sup> em solução aquosa de glicerina.	195
Figura D.1 Velocidade terminal adimensional em função da tensão limite de escoamento adimensional para $L^* = 5$ e $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$	197
Figura D.2 Velocidade terminal adimensional em função da razão de viscosidade para $L^* = 5 \text{ e } 4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$ , sendo a viscosidade não newtoniana determinada através da taxa de deformação característica obtida polo balanço entre as forças	
viscosas e gravitacionais Figura D.3 Velocidade terminal adimensional em função da razão de viscosidade para $L^* = 5$ e $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$ ,	199
sendo $\dot{\gamma}_c = \dot{\gamma}_1$ Figura D.4 Velocidade terminal adimensional em função da razão de viscosidade para $L^* = 5 \text{ e } 4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$ , sendo $\eta_2(\dot{\gamma}_c)$ determinada através da taxa de deformação característica	200
definida como $V/D$	202
Figura E.1 Tensão limite de escoamento crítica adimensional em função de diference de densidade adimensional para $V^* > 0.001$	
L* = 5, 4.29 · 10 <sup>-3</sup> $\lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$ e $\sigma^* \to 0$ Figura E.2 Razão de viscosidade crítica em função da diferença de densidade adimensional para $V^* > 0.001$ $L^* = 5.4.29 \cdot 10^{-3} \leq$	204
$1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3} \text{ e } \sigma^* \rightarrow 0$ Figura E.3 Bazão de viscosidade crítica em função da diferenca de	204
densidade adimensional para $V^* > 0.1, L^* = 5, 4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ca \leq 8.78 \cdot 10^{-3} \circ \sigma^* \rightarrow 0$	205
Figura E.4 Tensão limite de escoamento crítica adimensional em função da diference de densidada adimensional para $V^* > 0.1$	200
$L^* = 5, 4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3} \text{ e } \sigma^* \to 0$	205
Figura F.1 Tensão limite de escoamento adimensional em função da seleção da tensão limite de escoamento para solução aquosa com	
0.123% de Carbopol <sup>®</sup>	208

<
U.
6
Ň
5
÷.
2
ŝ
2
ta
.20
5
-
õ
S.
<u> </u>
9
Ħ
പ്
Ÿ
ò
÷Ž.
Ξ.
Ŋ
5

## Lista de tabelas

Tabela 3.1 Tabela 3.2 Tabela 3.3	Preparo de solução aquosa de Carbopol <sup>®</sup> 980 Preparo de solução aquosa de Carbopol <sup>®</sup> 980 com glicerina Preparo de solução aquosa de Carbopol <sup>®</sup> 980 com etanol	46 48 48
Tabela 4.1	Propriedades do óleo Lubrax GL-05	78
Tabela 4.2	Propriedades da água	78
Tabela 4.3	Propriedades do óleo de soja	80
Tabela 4.4	Propriedades de solução aquosa com 45% de etanol	80
Tabela 4.5	Propriedades dos fluidos Newtonianos a T=24°C	84
Tabela 4.6	Dados das simulações no Fluent <sup>®</sup> : propriedades dos flui-	
dos,	parâmetros geométricos e respectivas velocidades terminais	
de qu	ieda do tampão	106
Tabela 4.7	Propriedades dos fluidos newtonianos a T=24°C	121
Tabela 4.8	3 Grupos adimensionais que caracterizam cada par de	
fluido	s investigado na ausência de 1% m/m de Span <sup>®</sup> 80	131
Tabela 4.9	) Grupos adimensionais que caracterizam cada par de	
fluide	os investigado na presença de 1% m/m de Span <sup>®</sup> 80	131
Tabela D.	Avaliação da eficiência de $\dot{\gamma}_{c,bf}$	199

Eu quero saber Não quero dormir O que está acontecendo? Eu vou descobrir

André Abujamra, O Show da Luna!.

## 1 Introdução

Escoamentos dominados por efeitos gravitacionais são observados em diversos processos naturais e industriais. Exemplos típicos são o posicionamento de tampão de cimento na indústria do petróleo (73), desgaseificação de vulcões (163), movimentação dos oceanos (8), ventilação em prédios (65) e propagação de fogo (87, 178).

Quando um fluido é posicionado acima de um outro menos denso (142), ou quando estes são acelerados um em direção ao outro (168), há formação de uma interface instável. Estabelece-se uma instabilidade governada por efeitos gravitacionais denominada instabilidade de Rayleigh-Taylor (113). Esta é resultado da incapacidade do fluido menos denso de amortecer as flutuações locais de pressão, necessárias para manter a interface plana. Consequentemente, as protuberâncias iniciais na interface aumentam exponencialmente com o tempo e eventualmente pode ocorrer a inversão da posição dos líquidos (156).

Devido aos desafios experimentais e à complexidade numérica, a maioria das análises acerca da instabilidade de Rayleigh-Taylor é focada nos estágios iniciais sob circunstâncias ideais, além de freqüentemente assumirem uma interface plana (113, 12). No entanto neste trabalho enfatiza-se o regime sob velocidade terminal observado nos escoamentos de inversão por gravidade (ou exchange flows).

Outrossim o termo *exchange flow* refere-se à um escoamento dominado por efeitos gravitacionais que compreende dois fluidos de diferentes densidades em contrafluxo dentro de uma geometria confinada. Inicialmente os fluidos apresentam-se estratificados e os efeitos gravitacionais propiciam a inversão da posição dos fluidos em função da conservação de massa (73, 45). A Figura 1.1 ilustra um escoamento de inversão por gravidade.

Diferentes soluções em regime permanente são obtidas (8, 100, 24) em função da geometria (canal ou tubo), miscibilidade, configuração geométrica, reologia, entre outros. Devido à arbitrariedade da forma da interface entre os líquidos, um regime de velocidade terminal não é claramente obtido (111).

Sweeney et al. (164) relataram a elevada complexidade relacionada à interpretação física de escoamentos de inversão por gravidade. Observações



Figura 1.1: Exemplo de escoamento de inversão por gravidade (*exchange flows*)

divergentes, seleção dos parâmetros governantes, ampla variedade de condições iniciais e propriedades investigadas na literatura dificultam o esclarecimento do problema. Os autores destacam que deve-se ter bastante cautela ao comparar diferentes premissas e circunstâncias.

#### 1.1 Motivação

A operação de tamponamento de poços é muito frequente na indústria do petróleo. É executada por inúmeras razões, tais como abandono de poços, isolamento de zonas, desvios e controle de perda de circulação (133, 69, 72, 71). Consiste no bombeio de pasta de cimento a fim de isolar um determinado trecho do poço. O objetivo é estabelecer um isolamento hidráulico, portanto uma barreira mecânica rígida. Desta forma o cimento é posicionado de modo a preencher completamente a seção transversal do poço, quer diretamente sobre o topo do fluido perfuração ou acima de um colchão viscoso.

Posicionar tampões de cimento em poços têm sido um desafio para a indústria de petróleo ao longo das últimas décadas (39, 26). O sucesso da operação relaciona-se com a capacidade do tampão de cimento manter-se estático, ou quase estático, sobre outro fluido durante o processo de cura, que pode demorar algumas horas (71). Essa situação é altamente instável visto que o cimento geralmente é mais denso que o fluido do poço e, como consequência, suas posições tendem a se inverterem (25).

A Figura 1.2 apresenta um exemplo de posicionamento de tampão balanceado (133). Inicialmente, circula-se o fluido de perfuração para condicionamento. Bombeia-se um colchão espaçador antes e após a pasta de cimento a fim de evitar contaminação. Após o posicionamento do tampão, retira-se o tubo e observa-se duas possibilidades de interface entre os fluidos. No caso ideal há uma interface plana e estável que garante o sucesso da operação. Por outro lado, a presença de uma interface instável acarreta na migração do cimento e consequentemente pode haver uma falha da operação. Outro ótimo exemplo



acerca do posicionamento de tampões é descrito por Smith et al. (159).

Figura 1.2: Posicionamento de tampão balanceado

Uma situação estável do posicionamento do tampão de cimento é geralmente justificada pelo comportamento viscoplástico dos fluidos, ou seja, quando a força resultante da tensão limite de escoamento é alta o suficiente para suportar o peso do tampão (71, 74). Caso ambos os fluidos envolvidos fossem newtonianos, sempre haveria inversão dos fluidos e a razão de viscosidade seria responsável por determinar o tempo dessa inversão.

Repetidas tentativas e falhas no posicionamento de tampões de cimento têm custado às companhias de serviço de petróleo uma quantidade considerável de recursos financeiros, além do tempo adicional de sonda. No mar do Norte e na Argélia, falhas representam mais de 25% dos casos (90, 72) e justificam a necessidade de investimentos em pesquisa nessa área. Ademais, de acordo com Heathman e Carpenter(94) e Harestad et al. (90) o tampão de cimento é raramente posicionado na profundidade desejada na primeira tentativa.

Um motivo que corrobora com a necessidade de compreender melhor o fenômeno de posicionamento de tampões refere-se à crescente demanda de abandono de poços. Existem em torno de 600.000 poços produtores ao redor mundo e, em algum momento, todos eles necessitarão de uma operação de tamponamento (39). Além disso, o aumento da consciência acerca da preservação do meio ambiente acarreta na exigência de melhoria dos procedimentos de tamponamento e abandono de poços (P&A – *Plugging and Abandonment*) para garantir um descomissionamento apropriado (170). Essa preocupação aumentou significativamente em 2010 após o acidente que ocorreu em Macondo, no Golfo do México (EUA) (137).

### 1.2 Objetivos

O presente trabalho visa contribuir para a melhor compreensão dos mecanismos físicos associados aos escoamentos de inversão por gravidade. Com esta finalidade, executam-se experimentos de visualização com o líquido mais denso posicionado acima de outro de menor densidade. Avalia-se o comportamento de materiais newtonianos e não newtonianos em tubos verticais. A importância relativa entre as forças gravitacionais, viscosa, inercial e interfacial são comparadas. Identifica-se a janela de operações no espaço de parâmetros governantes dentro da qual a velocidade de inversão é suficientemente baixa (ou nula). Por fim, propõe-se uma metodologia para determinar um critério de escoamento que assegura extrapolação dos dados para aplicações industriais.

#### 1.3 Organização do trabalho

Este trabalho é dividido em cinco capítulos: Introdução, Revisão bibliográfica, Materiais e métodos, Resultados e discussão e Conclusões. Conforme exposto anteriormente, a motivação e os objetivos da pesquisa são descritos brevemente no Capítulo 1.

No Capítulo 2 é apresentada a revisão bibliográfica. Relatam-se as técnicas utilizadas pela indústria do petróleo acerca do posicionamento de tampões, o comportamento dinâmico do escoamento de inversão por gravidade, fenômenos de instabilidade e escoamentos similares.

O Capítulo 3 apresenta os materiais e métodos empregados na pesquisa. Estimulado pelo manifesto de Munafò et al. (130) sobre reprodutibilidade, uma descrição minuciosa é apresentada. Descreve-se a bancada e metodologia experimental, preparo e procedimento de medição de propriedades dos fluidos, processamento e análise digital de imagens e adimensionalização dos dados.

Os resultados são apresentados e discutidos no Capítulo 4. O Capítulo 5 expõe as conclusões e propostas para trabalhos futuros.

## 2 Revisão bibliográfica

Na indústria do petróleo, uma operação de tamponamento envolve o escoamento, substituição e deslocamento de fluidos, conforme ilustrado na Fig. 1.2. Em particular, é frequente a presença de materiais estruturados, como suspensões, espumas ou emulsões cujo comportamento mecânico é tipicamente elasto-viscoplástico.

Os fluidos viscoplásticos requerem uma tensão finita mínima, denominada tensão limite de escoamento, para deformar e escoar. Desta forma, quando o cisalhamento local é menor que a tensão limite de escoamento, estes materiais comportam-se como sólidos rígidos e não escoam. Uma vez excedida a tensão limite de escoamento, o material comporta-se como um líquido e escoa com uma relação não-linear entre tensão e deformação. Em geral, tal comportamento característico é uma consequência da microestrutura interna do fluido e de sua deformação durante o escoamento (5).

Existem diversas funções que descrevem a curva de escoamento<sup>1</sup> de um material viscoplástico. Destacam-se a equação de Bingham (28) e a de Herschel-Bulkley (96), vide Eqs. 2-1 e 2-2 respectivamente. Note que quando n = 1, a Eq. 2-2 reduz-se à Eq. 2-1.

$$\begin{cases} \tau(\dot{\gamma}) = \tau_y + \mu_p \dot{\gamma}, & \text{se } \tau > \tau_y \\ \dot{\gamma} = 0, & \text{caso contrário.} \end{cases}$$
(2-1)

onde  $\tau$  é a tensão de cisalhamento,  $\dot{\gamma}$  a taxa de deformação,  $\tau_y$  a tensão limite de escoamento e  $\mu_p$  a viscosidade plástica.

$$\begin{cases} \tau(\dot{\gamma}) = \tau_y + k\dot{\gamma}^n, & \text{se } \tau > \tau_y \\ \dot{\gamma} = 0, & \text{caso contrário.} \end{cases}$$
(2-2)

sendo k o índice de consistência e n o índice de potência.

Tais funções viscosidade apresentam um problema em comum: ambas prevêem viscosidade infinita quando  $\tau < \tau_y$ , isto é,  $\dot{\gamma} = 0$ . Tal fato torna as Eqs. 2-1 e 2-2 inadequadas para simulações numéricas. Uma forma de contornar tal dificuldade consiste em utilizar equações com parâmetros regularizados de modo a substituir a viscosidade infinita por outra finita de valor elevado (139). Um exemplo é a equação proposta por de Souza Mendes (53) que prevê duas

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Denomina-se curva de escoamento (ou função viscosidade) a função  $\tau(\dot{\gamma})$  de um material medida em escoamento simples de cisalhamento.

tensões limite de escoamento (estática e dinâmica), e uma curva de escoamento não monotônica, descrita pela Eq. 2-3.

$$\tau(\dot{\gamma}) = \left[1 - \exp\left(\frac{-\eta_0 \dot{\gamma}}{\tau_y}\right)\right] \left\{(\tau_y - \tau_{yd})e^{-\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_{yd}} + \tau_{yd} + k\dot{\gamma}^n\right\} + \eta_\infty \dot{\gamma}$$
(2-3)

sendo  $\eta_0$  a viscosidade do material completamente estruturado,  $\eta_{\infty}$  a viscosidade do material completamente desestruturado e  $\dot{\gamma}_{yd}$  a taxa de deformação que determina a transição entre a tensão limite de escoamento estática  $\tau_y$  e a dinâmica  $\tau_{yd}$ .

Além da dificuldade de determinar a função viscosidade que melhor se adapte, preparar fluidos não newtonianos e caracterizá-los corretamente também são obstáculos a serem enfrentados pela indústria do petróleo.

O sucesso da operação de tamponamento de poços de petróleo abrange diversos desafios, tais como maximizar a eficiência de deslocamento dos fluidos envolvidos, otimizar o volume de pasta de cimento e garantir a estabilidade do tampão após o posicionamento (94, 101). Alguns desses desafios são discutidos a seguir.

Uma baixa eficiência de deslocamento pode ser responsável pelo escorregamento do tampão, especialmente devido à incompatibilidade química entre a pasta de cimento e o fluido de perfuração. Alguns trabalhos (92, 93, 148, 118, 127, 103, 83, 9) atestam que o processo de deslocamento de fluidos em poço vertical é governado principalmente pelas razões de viscosidade e densidade, propriedades dos fluidos, geometria do poço (dimensões, excentricidade do espaço anular entre a coluna e o revestimento e inclinação) e vazão. Abdu (1) e Deawwanich (58) apresentam análises e discussões acerca da influência de cada um desses parâmetros na eficiência de deslocamento. Sauer (148) apresenta a evolução cronológica dos avanços obtidos no deslocamento de fluido de perfuração em operações de cimentação de poços. Mencionam a importância do uso de colchões espaçadores, do movimento da tubulação durante o deslocamento, uso de centralizadores, condicionamento de fluido de perfuração, influência do regime turbulento e revestimento de tubos.

Ao estudar a eficiência de deslocamento de fluidos, deve-se ressaltar a importância da instabilidade de Saffman-Taylor (ou viscous fingering) (27, 99, 125, 167, 175). Esta é caracterizada pelo deslocamento de um fluido por outro de menor viscosidade. A interface instável entre dois fluidos cresce, como uma interpenetração, com formato similar a dedos (146). Diversos autores investigaram a influência da razão de viscosidade na eficiência de deslocamento. Jakobsen et al. (103), McLean e Whitaker (127) e Beirute (26) afirmam que uma melhor eficiência de deslocamento é obtida quando o fluido mais viscoso é o deslocador. Caso o fluido menos viscoso seja o deslocador, a eficiência de deslocamento aumenta com a razão de viscosidade.

Em 1994, Heathman et al. (94) redigiram um documento denominado Recommended plug procedure que visa aprimorar a taxa de sucesso do posicionamento de tampões na Costa do Golfo dos Estados Unidos. Aspectos como projeto de fluidos, estimativa de temperatura, controle de qualidade de materiais e operações e práticas de deslocamentos de fluidos foram avaliados e aperfeiçoados. A metodologia apresentou quase 100% de sucesso.

Assim como Heathman et al. (94), Bogaerts et al. (32) analisaram as práticas da indústria acerca do posicionamento de tampões e propuseram um conjunto de ações para garantir o correto posicionamento na primeira tentativa. Gupta et al. (84) reforçam essas recomendações e enfatizam que falhas podem ocorrer devido a falta de uma base estável para sustentar o peso do tampão de cimento posicionado fora do fundo do poço. Sendo assim, afirmam que o uso de bases mecânicas aumenta a probabilidade de sucesso.

Syed (165) revisou as práticas de projeto e posicionamento de tampão de cimento em poços com alta temperatura e pressão (HPHT) através de estudos de caso. Afirma que a estimativa da temperatura de fundo do poço é um fator fundamental para determinar as propriedades e comportamento dos fluidos durante o projeto da operação.

Segundo Calvert e Smith (39), operações de tamponamento de poços são frequentemente realizados nos EUA com a finalidade de abandono. Enfatizam que não há uma regulamentação única para governar o posicionamento de tampões de abandono, visto que cada estado tem suas regras. Ademais, a menos que exigido por lei, afirmam que a maioria dos tampões de abandono não são verificados e usualmente assume-se que o posicionamento foi realizado corretamente. Desta forma, uma baixa eficiência é capaz de acarretar graves problemas ambientais. Os autores ainda discutem algumas técnicas e problemas relacionados à P&A.

Liversidge et al. (117) apresentam as mesmas preocupações em relação aos riscos ambientais acarretados por tamponamentos mal executados no mar do Norte. Ressaltam que um grande desafio é realizar uma operação de abandono economicamente viável e que garanta a segurança do meio ambiente. Afirmam que o uso de pastas de cimento flexíveis e expansíveis têm apresentado bons resultados no isolamento do poço. Nagelhout et al. (132) investigaram operações críticas de P&A em poços de gás através de experimentos em laboratório e análises de casos de campo. Assim como Liversidge et al. (117), obtiveram bons resultados com o uso de cimentos flexíveis e expansíveis. Smith et al. (159) afirmam que a causa mais comum de falha no processo de tamponamento refere-se ao elevado peso do tampão de cimento sobre o fluido de perfuração mais leve. Outra fator que pode acarretar falha diz respeito à prática de utilizar colunas de perfuração com fundo de curso aberto (*openended drill pipe*) ou tubos de produção (*tubing*) para posicionar o tampão. Através da realização de experimentos, concluíram que a eficácia da operação aumenta com o uso de colchões viscosos aliados ao uso da ferramenta *diverter*.

Bour et al. (35) discutiram o processo de posicionamento do tampão de cimento. Afirmam que a elevada diferença de densidades, entre o tampão e o fluido do poço, aumentam o potencial de falha. Realizaram experimentos de visualização com um sistema de fluido reativo. A técnica é baseada na utilização de um fluido que reage quimicamente com um sal para formar rapidamente um gel. Este funciona como uma ponte que suporta o peso do cimento durante o processo de cura. Ademais, o fluido reativo também forma um gel quando em contato com a pasta de cimento a fim de favorecer a estabilidade. Essa técnica foi comprovada por testes de campo. De mesmo modo, Isgenderov et al. (101) preconizam o uso de tampões viscosos feitos com fluidos reativos aos colchões viscosos convencionais. Declaram que é fundamental a presença de um fluido viscoso abaixo do cimento, caso apresentem uma grande diferença de densidade.

Calvert et al. (38) e Heathman (95) realizaram um profundo estudo acerca do posicionamento de tampões de cimento através do uso de bancada experimental em grande escala. Afirmam que os principais fatores que afetam a estabilidade do tampão são a diferença de densidades, reologia, diâmetro e inclinação do poço. Observaram que efeitos de tensão interfacial e a incompatibilidade química entre o cimento e o fluido de perfuração também afetam a estabilidade. Propuseram uma análise gráfica dimensional a fim de estabelecer a janela de operações na qual não há movimento do tampão. Esta relação empírica baseia-se na relação entre a inclinação e diâmetro do poço com uma correlação entre diferença de densidades e tensão limite de escoamento do fluido de perfuração. Heathman (95) enfatiza que além da tensão limite de escoamento deve-se considerar a "força gel"<sup>2</sup> do fluido de perfuração no instante do posicionamento do tampão.

Gomez et al. (80) desenvolveram um método para isolamento de zona em poços horizontais através do uso de empacotadores químicos (*chemical packers*). A técnica foi testada e validada em uma bancada experimental.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>Força gel ou *gel strength* é a tensão de cisalhamento medida a baixas taxas de cisalhamento após o fluido repousar por um determinado período de tempo (procedimento API recomenda 10 s = 10 min). Esta é uma análise amplamente empregada pela indústria do petróleo para avaliar efeitos de tixotropia.

Harestad et al. (90) desenvolveram e testaram uma ferramenta capaz de melhorar o posicionamento do tampão. Esta é posicionada entre o tampão e o fluido de perfuração formando uma barreira física. Desta forma evita-se que o cimento se movimente, é fácil de operar e não aumenta o tempo necessário de sonda. Estudos de caso comprovaram a eficácia da técnica para operações de tampão de cimento balanceado.

Munro et al. (131) apresentaram um caso real de posicionamento de tampão que descreve a profundidade que os tampões foram posicionados, testados e recuperados de poços de alcance estendido usando *coiled tubing*. Barclat et al. (16) e Afghoul et al. (2) corroboram as vantagens de utilizar *coiled tubing* no posicionamento de tampões.

Rogers et al. (144) discutiram os desafios enfrentados durante o posicionamento de tampões para conter zonas com perda de circulação. Apresentaram os benefícios do uso de um dispositivo denominado *Tubing-release tool* (TRT) que permite posicionar um tampão balanceado, sem retirar o tubo de dentro do cimento. A eficácia do método foi evidenciada através de estudos de casos e ilustrações. Roye e Pickett (145) recomendam substituir, quando possível, o tubo *stinger* por um *drillpipe* de tamanho único indo do topo à base. Desta forma, minimiza-se o movimento dos fluidos e aumenta-se a probalidade de obter um tampão estável.

Uma série de artigos foram publicados por Ian Frigaard e colaboradores acerca da estabilidade do escoamento de tampão de cimento em poço inclinado (73, 76, 50, 74, 71, 72, 77, 75, 123, 4).

Frigaard (73) analisou o escoamento de inversão por gravidade uniaxial de dois fluidos de Bingham estratificados em geometria bidimensional inclinada (placas paralelas). Os fluidos simulam o cimento e fluido de perfuração e apresentam viscosidades e densidades diferentes. Sob ação da gravidade, o cimento escoa pela placa de baixo deslocando o fluido de perfuração contra a placa cima. À medida que o escoamento desenvolve-se, a interface se alonga. Efeitos de tensão interfacial e reações químicas entre os fluidos são desprezadas. Derivou-se uma expressão analítica que descreve uma curva do plano da tensão de limite de escoamento adimensional que separa as regiões caracterizadas por velocidade nula das com velocidade diferente de zero. Abaixo dessa curva identifica-se também as posições de interface limitantes para velocidade nula. Foi desenvolvido um modelo simplificado, que utiliza métodos de perturbação, para obter aproximações assintóticas para velocidade na interface e vazão. Soluções de perturbações foram encontradas próximas desses limites da curva.

Um modelo semelhante foi desenvolvido por Frigaard e Scherzer (76). Consiste em um modelo acerca do escoamento de dois fluidos de Bingham em duto axial. Resultados de existência e unicidade foram obtidos e o efeito da variação do gradiente de pressão axial foi explorado. Um método de regularização é usado para determinar soluções para interfaces arbitrárias. Dois anos depois, Frigaard e Scherzer (77) estenderam tal modelo a fim de investigar os efeitos da tensão limite de escoamento nesses escoamentos. Resultados de continuidade e monotonicidade são apresentados para duas configurações específicas de interfaces. Para estes escoamentos existe uma única curva no espaço dos parâmetros de tensão limite de escoamento adimensional que separa as regiões de velocidade nula e diferente de zero.

Frigaard e Crawshaw (74, 50) obtiveram resultados teóricos e experimentais para a mesma situação (76, 74, 77) e estimaram a tensão limite de escoamento necessária para estabilização do tampão de cimento. Avaliaram diferentes condições iniciais através da investigação de diferentes interfaces iniciais. Para um determinado ângulo, diâmetro do poço e diferença de densidade, a tensão limite de escoamento requerida para garantir a estabilidade quando apenas um dos materiais é viscoplástico é maior do que a soma das duas tensões limite de escoamento quando ambos são fluidos de Bingham. Este efeito é mais pronunciado para poços quase-verticais. Deve-se ter cautela ao aplicar os resultados obtidos aos casos de campo pois o modelo empregado apresenta algumas limitações, tais como: (i) fluido de Bingham não representa perfeitamente os fluidos do poco; (ii) o modelo não considera tixotropia, histórico de tempo e cisalhamento; (iii) não avalia-se a dependência da reologia com pressão e temperatura; (iv) assumem que a interface mantém-se plana e que não há mistura entre os fluidos. Fosso et al. (72) desenvolveram um software de posicionamento de tampões baseado na modelagem e nos resultados de (50) com intuito de aplicá-los aos casos de campo.

Malekmohammadi et. al (123) realizaram um estudo experimental e numérico acerca do escoamento de dois fluidos não newtonianos. Consideraram um tubo fechado e horizontal preenchido com um fluido pseudoplástico e outro viscoplástico. O objetivo é prever a interrupção do movimento através do efeito da tensão limite de escoamento. Avaliaram a influência de variações na diferença de densidades e de pequenos desvios em relação à horizontalidade. Analisaram-se os efeitos destes parâmetros sobre a forma da interface e sobre o comprimento de queda em função do tempo.

Fenie e Frigaard (71) estudaram o escoamento de inversão por gravidade, axial e transiente, de dois fluidos de Bingham entre duas placas paralelas inclinadas. O objetivo é avaliar fluidos com baixas tensões limite de escoamento a fim de identificar casos caracterizados por baixíssimas velocidades. Supõemse que o cimento acomode-se parcialmente, enquanto a viscosidade aumenta progressivamente até a cura, para estabilizar o escoamento. Outra questão investiagada refere-se à hipótese do movimento instável ser, ou não, significativamente influenciado pelas variações nas viscosidades plástica dos dois fluidos. Observaram que a interface avança como duas ondas de choque (por cima e por baixo da fenda), cuja velocidade e altura dependem significativamente dos parâmetros reológicos.

Frigaard e Ngwa (75) analisaram o escoamento, de um tampão de cimento a baixas velocidades em poço quase horizontal. Empregaram a teoria de lubrificação e deduziram expressões para o comprimento da interface entre os dois fluidos. Um limite para o comprimento máximo da coluna de fluido que mantém o cimento no posicionamento adequado foi obtido. Considera-se que o movimento é interrompido pela ação da tensão limite de escoamento da pasta de cimento. Também previram o perfil da interface entre os fluidos quando o movimento de queda cessa.

Maimouni et al. (122) estudaram a instabilidade de Rayleigh-Taylor para materiais elasto-viscoplásticos. Observaram casos com interface estática, no intervalo de 1 hora, e outros com movimento logo após o início do experimento, caracterizados por elevadas velocidades e forma de cogumelo. Afirmam que a teoria dos efeitos elásticos não se aplica na transição do regime instável para o estável. Alegam que essa transição é função da diferença de densidades e da tensão limite de escoamento. Entretanto não mencionam a existência de outros parâmetros governantes que podem afetar o escoamento. Notaram interface inicial não plana porém constataram que esta condição não propiciou perturbações capazes de afetar a estabilidade do fenômeno. Por outro lado, acreditam que a formação de *fingers* na interface sejam originados por efeitos locais. Afirmam que o módulo elástico e a tensão limite de escoamento não são parâmetros relevantes quando há contato direto entre o fluido viscoplástico a a válvula guilhotina. Acreditam que o regime elastoplástico seja completamente sobrepujado, mesmo para elevadas tensões limite de escoamento, ao movimentar a placa. Portanto, concluem que os testes foram realizados com material no regime líquido e que "as condições de contorno não são tão importantes quanto para materiais puramente sólidos ou líquidos, de modo que a instabilidade é basicamente um efeito local e catastrófico".

Alba et al. (4) realizaram experimentos de inversão por gravidade com um fluido viscoplástico, a saber Carbopol<sup>®</sup>, sendo deslocando por um fluido newtoniano mais denso em um longo tubo inclinado. Afirmam que o equilíbrio entre as forças devidas a tensão limite de escoamento e gravidade determinam a existência do escoamento. Investigaram diferentes inclinações para um mesmo número de Atwood porém não houve concordância com (74). Para estratificar os fluidos utilizam uma válvula guilhotina, que ao abrir cisalha uma camada do fluido viscoplástico. Acreditam que a redução local da viscosidade pode favorecer o escoamento nas paredes. Afirmam que um fluido viscoplástico impede o escoamento de inversão por gravidade através da continuidade e do contato com as paredes. Logo, na ausência de tensões significativas não há deformação. Por outro lado, alegam que se o fluido viscoplástico estiver em contato com as paredes não há escoamento. Caso o fluido viscoplástico desprenda-se da parede, pode mover-se num estado não-deformado e não limita o movimento do outro fluido. Outra possibilidade para explicar as inconsistências refere-se ao deslizamento aparente nas paredes ou à mistura entre os fluidos.

Thomas Séon, Jean-Pierre Hulin, seus colaboradores do CNRS e John Hinch da Universidade de Cambridge também publicaram uma série de artigos sobre escoamentos de inversão por gravidade envolvendo fluidos newtonianos miscíveis em tubos verticais e inclinados (59, 60, 150, 151, 153, 152, 154, 155). Para tubos quase verticais, observaram a ocorrência de uma fraca mistura turbulenta, caracterizada pelo aumento da velocidade da interface à medida que o tubo é inclinado na direção horizontal. Após um valor limite, dominando por efeitos inerciais, e conforme a inclinação tende a zero, a velocidade decresce drasticamente em função dos efeitos viscosos.

Sahu e Vanka (147) e Lee e Kim (115) estudaram numericamente o escoamento de inversão por gravidade com múltiplos fluidos imiscíveis em canais bidimensionais inclinados. As tendências observadas são similares às apresentadas por Séon e colaboradores (150, 151, 153, 154, 155).

Arakeri et al. (8) estudaram a convecção natural devido a uma diferença de densidade entre líquidos miscíveis em um tubo vertical, restrita a razões de viscosidade próximas à unidade. A bancada experimental consiste em dois reservatórios conectados por um tubo vertical, onde o líquido mais pesado é colocado no reservatório superior. Esta bancada apresenta uma particularidade: durante o intercâmbio dos líquidos, a pressão muda com o tempo, de modo que, estritamente falando, o regime de velocidade terminal nunca é alcançado. Eles relataram resultados preliminares de diferentes tipos de regime de escoamento em função do diâmetro e comprimento do tubo e da diferença de densidade. Escoamentos lado-a-lado, helicoidal, laminar instável e turbulento foram visualizados. Os autores enfatizam a necessidade de determinar os valores de números críticos de Rayleigh que estabelecem transições de regime de fluxo.

Stevenson e Blake (163) realizaram experimentos invertendo manualmente um longo tubo vertical contendo dois líquidos miscíveis com diferentes densidades e viscosidades. Apesar da configuração simples da bancada experimental, o problema tem elevada complexidade física. A velocidade terminal de subida do líquido menos denso e menos viscoso foi medida e foram identificados três tipos de inversão. Os resultados foram segmentados em função da razão de viscosidade, embora tenha sido observado que a diferença de densidade também desempenha um papel relevante. Em geral, observou-se que o líquido menos denso ascende axissimetricamente como um dedo viscoso cujo raio é aproximadamente 60% do raio do tubo. Para os casos de menores razões de viscosidade, observaram que o líquido descendente separa-se da parede assumindo uma forma de bala. Afirmam que a incerteza nas medidas das propriedades dos fluidos são da ordem de 20% devido à ausência de controle de temperatura. O raio do líquido ascendente não foi medido com precisão devido às distorções ópticas.

Huppert e Hallworth (100) também investigaram escoamentos de inversão por gravidade por intermédio de pares de líquidos miscíveis e imiscíveis. Os experimentos foram conduzidos em uma bancada experimental semelhante à apresentada por (8). Medições de vazão mássica foram realizadas para diversas combinações de parâmetros tais como a geometria do tubo, a densidade e as razões de viscosidade. Além disso, os autores observaram diferentes regimes de escoamento em função das viscosidades e miscibilidade. Para os líquidos imiscíveis com baixo número de Reynolds, eles observaram predominantemente o escoamento anular (*core-annular flow*) com o líquido menos viscoso ocupando o centro, o que contrasta com as observações relatadas por Stevenson e Blake (163). Assumindo que o escoamento anular propicia vazão máxima, os autores desenvolveram um modelo teórico simples que apresenta boa concordância com experimentos realizados com razões de viscosidade acima da unidade.

Beckett et al. (24) investigaram o escoamentos de inversão por gravidade entre dois líquidos newtonianos em um tubo vertical conectado a dois reservatórios. A visualização do escoamento foi realizada através da técnica bidimensional de velocimetria por acompanhamento de partículas e pode durar até 15 dias. Os autores observaram diferentes regimes de escoamento e obtiveram uma relação empírica entre a vazão volumétrica e a razão de viscosidade  $\mu^*$ . Observou-se um escoamento de transição lado-a-lado (*transitional side-by-side flow*) para  $5 \leq \mu^* \leq 59$ , um escoamento anular, com o líquido menos viscoso no centro, para  $\mu^* > 75$  como observado por (100), e um regime lado-a-lado (*side-by-side flow*) para  $\mu^* < 117$ . Enquanto Huppert e Hallworth (100) afirmam que escoamentos de inversão por gravidade se ordenam para maximizar a vazão volumétrica, a conclusão de Beckett et al. (24) é que a vazão é independente do regime de escoamento. Escoamentos de inversão por gravidade de dois líquidos imiscíveis em um tubo vertical foram estudados numericamente por Kerswell (111). O princípio de vazão máxima (maximum flux principle) é aplicado supondo que haja apenas uma interface de forma conhecida. Uma conclusão surpreendente é que o escoamento que maximiza a vazão volumétrica é sempre assimétrico. Para baixas razões de viscosidade é o escoamento lado-a-lado que otimiza a vazão volumétrica. Para  $\mu^* > 4.6$ , a maior a vazão volumétrica é observada em um escoamento anular excêntrico com o líquido mais viscoso no centro. Conclusões semelhantes são apresentadas por Beckett et al. (24).

Sweeney et al. (164) investigaram o problema de instabilidade linear de Rayleigh-Taylor com foco na forma da interface. O principal objetivo deste trabalho é interpretar o trabalho experimental realizado por Stevenson e Blake (163), Arakeri et al. (8), Huppert e Hallworth (100) e Beckett et al. (24). A razão entre o comprimento e diâmetro do tubo, a razão de densidade, razão de viscosidade, número de Reynolds e tensão superficial foram selecionados para definir o espaço de parâmetros do problema de estabilidade linear. Eles concluíram que a instabilidade inicial influencia a configuração de escoamento, mas não o determina exclusivamente. A concordância entre as previsões teóricas e a velocidade terminal medida por Stevenson e Blake (163) não foi boa. Para analisar esta discrepância desenvolveram uma bancada experimental, análoga à utilizada por Stevenson e Blake (163), e os resultados mostraram uma formação inesperada de cúspide na interface. Declaram que essa é a principal hipótese para justificar tal divergência, visto que o modelo teórico não pode prever corretamente essa dinâmica. Isso ocorre pois a suposição de variação axial lenta é violada. Devido a limitações, o regime de instabilidade axissimétrica para líquidos imiscíveis de baixa viscosidade não foi investigado.

Cholemari e Arakeri (44, 45) investigaram os efeitos de turbulência em escoamentos de inversão por gravidade com fluidos miscíveis em tubos verticais. Uma completa revisão sobre efeitos de turbulência na instabilidade de Rayleigh–Taylor foi recentemente publicada por Boffetta e Mazzino (31).

Diversos estudos sobre escoamentos de inversão por gravidade foram conduzidos em geometrias, diferentes de um tubo, como compartimentos retangulares com pequenos orifícios e barreiras verticais. Conover e Kumar (48) estudaram escoamentos de inversão por gravidade com foco em problemas de ventilação em prédios. Água salgada foi posicionada acima de água pura em um tubo vertical e a velocidade da interface foi medida através da técnica de velocimetria a laser Doppler. Foi proposta uma equação para descrever a vazão ao longo tempo baseada em medições de densidade. Resultados semelhantes foram observados anteriormente por Epstein (65). Cuthbertson et al. (51) estudaram escoamentos transientes de inversão por gravidade resultante do movimento constante de descida de uma barreira impermeável separando inicialmente água pura de água salina. Os resultados experimentais apresentaram ótima concordância com uma versão modificada do modelo teórico proposto por Zhu (176). Foram realizadas previsões adimensionais da espessura do fluido mais denso em função do tempo e da taxa de descida da barreira.

Hallez e Magnaudet (87) investigaram numericamente a influência da geometria no escoamento de inversão por gravidade através do uso de fluidos miscíveis em tubo inclinado ou canal. Através do campo de concentrações, observaram maior velocidade da corrente em tubos cilíndricos do que em geometrias retangulares e também em simulações realizadas considerando escoamento 3D ao invés de 2D.

Conforme apresentado acima, existem diversas ferramentas e protocolos na indústria de petróleo a fim de aumentar a probabilidade de sucesso do posicionamento de tampões. Diversos autores redigiram procedimentos de operações com este intuito e a grande maioria se provou realmente eficaz (159, 94). Porém esses procedimentos podem ter custo elevado e a maioria das conclusões é apresentada de forma dimensional. Contudo ainda há inconsistências na literatura e um aprimoramento do conhecimento dos fenômenos de mecânica dos fluidos torna-se necessário.

Do ponto de vista acadêmico, existem relativamente poucos trabalhos acerca do escoamento de inversão por gravidade. Há um maior conhecimento dos fenômenos envolvendo fluidos newtonianos, todavia não há concordância entre os autores sobre os parâmetros que governam e determinam cada regime de escoamento. Ademais a maioria dos trabalhos refere-se a pares de fluidos com significativa diferença de densidades e sem efeitos interfaciais. Em relação aos efeitos não newtonianos, poucos grupos de pesquisa dedicam-se ao estudo desse tipo de escoamento. A fim de obter condições necessárias para estabilidade, há uma predominância de estudos numéricos e de métodos simplificados às investigações experimentais. Além do mais, em geral não são considerados os efeitos tixotrópicos, elásticos, de pressão, temperatura e de mistura entre os fluidos. Sendo assim, ainda há muitos desafios a serem solucionados e novas investigações se fazem necessárias.

## 3 Material e métodos

Neste capítulo são descritos os materiais e métodos adotados para conduzir o estudo.

### 3.1 Montagem experimental

Foram desenvolvidas duas bancadas experimentais a fim de explorar diferentes nuances de escoamentos governados por efeitos gravitacionais. Para facilitar a compreensão da montagem experimental, antecipa-se a seguir uma breve exposição dos experimentos.

Em linhas gerais, preenche-se um tubo com um determinado volume de um líquido. Em seguida, volume complementar de outro líquido mais denso é posicionado acima. Por fim, visualiza-se o movimento da interface.

## 3.1.1 Bancada experimental para testes com dois fluidos newtonianos

A Figura 3.1 apresenta um desenho esquemático da bancada experimental empregada no estudo de fluidos newtonianos. Além da seção de testes destacada na imagem, a bancada é composta por banho termostático, reservatório, máquina fotográfica, termômetro digital, suporte universal com garra de fixação, béquer e computador. Dependendo do volume desejado do fluido mais denso, uma bomba peristáltica ou uma pipeta são utilizadas. A Figura 3.2 apresenta uma fotografia desta bancada experimental.

#### 3.1.1.1 Seção de testes

A seção de testes é composta por um tubo de acrílico de paredes lisas de diâmetro D e comprimento 15D. Há 15 marcações ao longo do eixo axial, sendo D a distância entre cada uma delas. Essas marcações são fundamentais para o pós-processamento das imagens. Tubos de diâmetro 16, 20, 22, 24, 26, 32, 34 e 44 mm foram investigados.

O comprimento do tubo foi determinado com base em observações de Sweeney et al. (164). Segundo os autores, a velocidade terminal não é atingida



Figura 3.1: Desenho esquemático da bancada experimental empregada no estudo de fluidos newtonianos

próximo ao topo do tubo, em função da aceleração inicial, e nem próximo a base, em função dos efeitos de fundo. Sendo assim, para todos os casos investigados, o comprimento total de 15D provou-se suficiente para garantir uma região com velocidade terminal.

Uma tampa de acrílico veda a seção transversal inferior do tubo. Essa tampa é encaixada por interferência e dois *o-rings* são utilizados para evitar vazamentos. A seção transversal superior mantém-se com superfície livre, sem nenhuma tampa.

#### 3.1.1.2 Reservatório

O reservatório, preenchido com água deionizada, tem objetivo de minimizar os efeitos de distorção ótica e atuar no controle de temperatura dos fluidos durante o teste<sup>1</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>O acrílico possui índice de refração (IR) de 1.47, enquanto a água apresenta IR = 1.33e o ar IR = 1.00. Convém enfatizar que a melhor opção seria preencher o reservatório com glicerina, ou com outro fluido com índice de refração mais próximo ao do acrílico. Porém não foi possível utilizá-los em função da elevada viscosidade destes fluidos e da baixa potência do banho de circulação externa (descrito abaixo). Por outro lado, os índices de refração do acrílico e água são mais próximos que o do acrílico e ar, ou seja, ainda há distorção ótica



Figura 3.2: Fotografia da bancada experimental empregada no estudo de fluidos newtonianos

É feito de acrílico e possui dimensões 180 x 180 x 610 mm. Em uma das faces, há uma válvula agulha posicionada próxima ao topo e uma válvula esfera próxima a base, sendo ambas com diâmetro de 10 mm. Uma tampa de acrílico, com um furo passante de diâmetro um pouco maior que o do tubo, é posicionada no topo do reservatório. Esta tampa visa facilitar o posicionamento do tubo a fim de mantê-lo centralizado e nivelado.

#### 3.1.1.3 Banho termostático

Banho termostático, modelo 521-3DE da marca Nova Ética, é utilizado para assegurar equilíbrio térmico durante o teste. Ele possui sistema de circulação externa e apresenta vazão de 10 L/min.

#### 3.1.1.4 Termômetro digital

É utilizado um termômetro digital portátil, da marca Minipa e modelo MT-520, acoplado a um termopar tipo K. Possui resolução de 0.1°C e precisão

contudo seus efeitos são minimizados. Verificou-se nos testes de validação que tal distorção ótica não afeta as medições de velocidade da frente da interface.
de  $\pm (0.2\% + 1^{\circ}C)$ .

### 3.1.1.5 Câmera fotográfica

É utilizada uma máquina fotográfica Canon EOS 7D capaz de gravar filmes em *full HD* (1920 x 1080 pixels) a 30 fps. As lentes Canon EF 100 mm F2.8L Macro IS USM e Canon EF-S 18-55 mm f/3.5-5.6 IS STM são empregadas em função da distância focal desejada.

## 3.1.1.6 Pipeta volumétrica

Para investigar gotas em queda dentro do tubo, uma pipeta volumétrica da marca HTL é utilizada junto com diversos tamanhos de ponteiras. Quanto maior o tamanho da ponteira, maior o volume da gota gerada.

O volume da gota não é determinado antes da realização do teste. O objetivo é gerar diversos tamanhos de gotas, através dos diferentes tamanhos de ponteira, porém sem controlá-los. Em contrapartida, o volume pode ser estimado através de suas dimensões geométricas após o processamento das imagens.

## 3.1.1.7 Bomba peristáltica

Um sistema completo de bomba peristáltica da marca Cole-Parmer, modelo Masterflex L/S, é utilizado nos casos de escoamento de inversão por gravidade. A unidade possui 1-100 rpm na qual são acoplados dois cabeçotes *Easy-Load II*. Uma mangueira de silicone com 7.9 mm de diâmetro, o sistema *double-y* (modelo L/S 18) e um *pulse dampener* são empregados para minimizar os efeitos de pulsação.

## 3.1.1.8 Bocal

O destaque da Figura 3.1 apresenta um desenho esquemático do bocal utilizado no sistema de preenchimento do fluido mais denso. O objetivo do bocal é garantir escoamento radial do fluido mais denso durante a formação da interface. Ele é feito de acrílico e é conectado à mangueira que sai da bomba peristáltica através de um engate rápido. Para cada tubo investigado foi usinado um bocal cilíndrico de diâmetro 0.8D.

## 3.1.2 Bancada experimental para testes com fluidos não newtonianos

A Figura 3.3 apresenta um desenho esquemático da bancada experimental empregada no estudo que compreende fluidos não newtonianos.



Figura 3.3: Desenho esquemático da bancada experimental empregada no estudo de fluidos não newtonianos



Figura 3.4: Desenho esquemático da seção de testes empregada no estudo de fluidos não newtonianos

A bancada experimental é uma adaptação da bancada descrita anteriormente, contudo não apresenta suporte universal com garra de fixação, bomba peristáltica nem a pipeta. A principal diferença refere-se à seção de testes, destacada na Fig. 3.4.

A seção de testes é composta por dois tubos de acrílico conectados por uma válvula guilhotina feita de Mylar<sup>®</sup>. O objetivo desta válvula é garantir uma interface plana no início do teste. A seção de testes possui 44 mm de diâmetro e comprimento total de 660 mm.

O tubo que fica abaixo da guilhotina possui paredes lisas e comprimento equivalente a 10*D*. Possui uma tampa que veda a seção transversal inferior e marcações ao longo do eixo axial, sendo *D* a distância entre cada uma delas. O tubo que é posicionado acima da guilhotina contém paredes rugosas e comprimento 5*D*. O objetivo desta rugosidade é evitar que haja deslizamento aparente (46, 173, 129, 128, 134, 160, 3)<sup>2</sup>.

A seção de testes é posicionada dentro do reservatório e a válvula guilhotina é conectada ao reservatório por um parafuso a fim de evitar sua movimentação e inclinação.

É conveniente enfatizar que esta bancada não contém pipeta ou bomba para preenchimento dos fluidos mais densos. A mudança destes artefatos para a válvula guilhotina é função da característica não newtoniana do fluido mais denso. Este fluido não apresenta viscosidade constante com a taxa de cisalhamento, logo não é recomendado impor um pré-cisalhamento antes do início de um teste. É importante que o fluido tenha uma interface inicial plana e que esteja totalmente estruturado.

## 3.2 Metodologia experimental

A primeira etapa do procedimento experimental consiste em preencher o reservatório e o banho térmostático com água deionizada. Eles são conectados em circuito fechado com objetivo de controlar a temperatura dos fluidos de trabalho durante a execução do experimento. Sendo assim, as válvulas do reservatório são ajustadas a fim de permitir circulação de água à vazão constante.

A seguir, define-se no banho térmostático a temperatura desejada de teste e liga-se a bomba de circulação externa. Na sequência, o fluido mais denso é colocado em um frasco para reagente, de vidro e com vedação hermética, e posicionado dentro da cuba do banho.

 $<sup>^{2}</sup>$ Testes preliminares com fluido elasto-viscoplástico, a saber Carbopol<sup>®</sup> de elevada tensão limite de escoamento, foram realizados em tubo liso. Observou-se escoamento em regime estável, determinado pelo balanço de forças do fluido mais denso em equilíbrio estático. Esse teste foi refeito com um tubo rugoso e não houve escoamento. Ademais testes em regime instável foram realizados com ambos os tubos e a velocidade terminal medida foi a semelhante.

A partir desta etapa, há um procedimento específico para cada bancada experimental, conforme detalhado nas subseções a seguir.

## 3.2.1 Metodologia experimental da seção de testes com fluidos newtonianos

O método de preenchimento dos fluidos na seção de testes é função do volume desejado do fluido mais denso, a saber testes com gotas ou escoamento de inversão por gravidade. A Figura 3.5 e as subseções a seguir descrevem as especificidades de cada um desses casos. Vale ressaltar que o fluido menos denso é representado pela cor preta e o mais denso por cinza.



Figura 3.5: Desenho esquemático do procedimento experimental empregado no estudo de gotas em queda e escoamento de inversão por gravidade, respectivamente

#### 3.2.1.1 Gotas

O procedimento experimental de gotas em queda é ilustrado pela Fig. 3.5a. Inicialmente o tubo é completamente preenchido com o fluido menos denso e posicionado dentro do reservatório. Com um nível olho de boi, alinhase verticalmente o tubo sendo tolerada a variação de  $\pm 1^{\circ}$ .

A câmera fotográfica, com lente macro, é colocada em um tripé, nivelada e posicionada perpendicularmente à seção de testes. A função vídeo é selecionada e o foco é ajustado para filmar a interface em um intervalo de 1D. Esse procedimento garante a visualização da região com velocidade terminal e maximiza a relação *pixels*/mm necessária ao pós-processamento de imagens. A linha pontilhada da Fig. 3.5 ilustra a região geralmente visualizada, entre 12D e 13D.

A temperatura do fluido menos denso é monitorada constantemente com um termômetro digital. Após equilíbrio térmico, a pipeta volumétrica é preenchida com o fluido mais denso. A seguir, inicia-se a gravação do vídeo e verte-se, concentricamente, o volume da pipeta na interface.

#### 3.2.1.2

#### Escoamento de inversão por gravidade

O escoamento de inversão por gravidade é ilustrado na Fig. 3.5*b*. Inicialmente preenche-se parte do tubo com o fluido menos denso. O volume corresponde a altura de 10*D*, ou seja,  $V = 2.5\pi D^3$ . Logo, todos os testes de escoamento de inversão por gravidade são executados com  $L^* = 5$ . Em seguida, o tubo é posicionado dentro do reservatório e nivelado.

Um tripé, com a câmera fotográfica e lente objetiva, é posicionado perpendicularmente à seção de testes. A câmera é nivelada, a função vídeo é selecionada e o foco é ajustado para visualizar o comprimento de 10D, conforme ilustrado pela linha pontilhada da Fig. 3.5*b*. Sendo assim, a interface entre os fluidos é observada durante todo o teste. Esse procedimento reduz relação *pixels*/mm, porém permite identificar a velocidade e a morfologia do escoamento em função do tempo e altura.

A temperatura do fluido menos denso é monitorada constantemente com um termômetro digital. Após equilíbrio térmico dos fluidos de trabalho, a mangueira que passa pela bomba é conectada em uma extremidade ao frasco com o fluido mais denso e na outra extremidade ao bocal de escoamento radial. A seguir, o bocal é posicionado dentro do tubo na altura da interface, já com a mangueira completamente preenchida pelo fluido mais denso. Por fim, liga-se a câmera, a bomba peristáltica e, a medida que o volume de fluido mais denso no tubo aumenta, puxa-se a mangueira de modo a permitir uma pequena e constante distância vertical entre o bocal e a interface.

## 3.2.2 Metodologia experimental da seção de testes com fluido não newtoniano

A Figura 3.6 ilustra o procedimento experimental empregado no estudo de fluidos não newtonianos.



Figura 3.6: Desenho esquemático do procedimento experimental empregado no estudo de fluidos não newtonianos

O tubo inferior é completamente preenchido com o líquido menos denso. Em seguida, é conectado à válvula guilhotina e posicionado dentro do reservatório. A temperatura deste líquido é monitorada constantemente com um termômetro digital. Ao atingir T = 24°C, encaixa-se o tubo superior na válvula guilhotina. Na seqüência, este tubo é completamente preenchido com o líquido mais denso. O processo de posicionamento da câmera fotográfica é análogo ao descrito na subseção 3.2.1.2. Por fim, a seção de testes é alinhada com a direção vertical, a válvula guilhotina é aberta e a interface entre os fluidos é visualizada.

É relevante salientar que o comprimento do tubo é um pouco maior que o do reservatório. Embora parte do tubo de cima fique posicionado fora do reservatório, as propriedades do fluido viscoplástico (Carbopol<sup>®</sup>) estudado apresentam baixa dependência com a temperatura na faixa de 20 a  $26^{\circ}$ C (102).

## 3.3 Preparação de fluidos

Diversos fluidos newtonianos e não newtonianos foram empregados nos experimentos. Na seção de testes com fluidos newtonianos, foram utilizadas soluções aquosas de etanol e óleo de soja. Nos testes preliminares, também empregou-se água deionizada e óleo Lubrax GL-05. Na seção de testes com fluido não newtoniano, investigou-se a relação de óleo de soja e óleo Shell Tellus Premium 46 com diferentes soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> 980 com e sem glicerina. A influência da tensão interfacial é avaliada através do uso do surfactante Span<sup>®</sup> 80.

As subseções a seguir apresentam o procedimento de preparo dos fluidos investigados.

### 3.3.1 Fluidos newtonianos

### 3.3.1.1 Soluções aquosas de etanol

As soluções aquosas de etanol são preparadas com água deionizada e etanol 95% PA. Os fluidos foram selecionados com intuito de minimizar a presença de impurezas e partículas que pudessem afetar os fenômenos de interface. A água deionizada é obtida através de um sistema de osmose reversa (modelo OS 10 LX da marca Gehaka). Assim como a água, o etanol possui alto grau de pureza e confiabilidade.

A primeira etapa do preparo de uma solução aquosa consiste em determinar o volume dos fluidos envolvidos. A proporção entre o etanol e a água é determinada através do título em volume. Sendo assim, o volume de etanol  $V_{et}$  é determinado conforme:

$$V_{et} = T_v \, V_{sol} \tag{3-1}$$

sendo  $T_v$  o título em volume e  $V_{sol}$  o volume da solução.

Por exemplo, uma solução aquosa com 60% de etanol em um volume de solução de 1000 mL apresenta 600 mL de etanol. A rigor, não pode-se afirmar que há 400 mL de água na solução pois seu volume não é igual à soma do volume do solvente com o volume do soluto. Ao misturar etanol com a água há uma contração do volume da solução pois as moléculas de álcool estabelecem pontes de hidrogênio com as moléculas da água, o que diminui os espaços

entre elas. Entretanto, essa diferença de volume é muito pequena e pode ser considerada desprezível. Logo, o volume de água da solução  $V_{H_2O}$  é definido como

$$V_{H_2O} = V_{sol} - V_{et} \tag{3-2}$$

Após determinação do volume de cada fluido, pode-se preparar a solução aquosa. A primeira etapa do procedimento experimental consiste em mensurar, com uma proveta graduada, o volume de etanol. Em seguida, deve-se verter o etanol para o balão volumétrico e adicionar água deionizada até completar o volume do balão. A solução deve ser homogeneizada por agitação e inversão do balão volumétrico tampado.

## 3.3.1.2 Óleos com surfactante

O surfactante Span<sup>®</sup> 80 da marca Sigma-Aldrich foi empregado neste estudo para investigar os efeitos de tensão interfacial. É um surfactante nãoiônico, solúvel em óleo e apresenta balanço hidrofílico lipofílico (HLB) de 4.3. Possui densidade de 999 Kg/m<sup>3</sup> e peso molecular de 428.62 g/mol.

Foram avaliadas diversas concentrações de Span<sup>®</sup> 80 nos óleos de soja e Shell Tellus Premium 46 a fim de determinar a concentração ideal de surfactante. O anexo A descreve esse estudo. Concluiu-se que 1% m/m é o suficiente para reduzir a tensão interfacial de ambos os óleos. Sendo assim, a massa de surfactante  $m_{span}$  e a massa de óleo  $m_{ol}$  são determinadas respectivamente conforme

$$m_{span} = T_m m_{sol} \tag{3-3}$$

sendo  $T_m$  o título em massa e  $m_{sol}$  a massa da solução.

$$m_{ol} = m_{sol} - m_{span} \tag{3-4}$$

O primeiro passo do procedimento experimental para preparar uma solução de óleo com surfactante consiste em pesar o óleo. Este é adicionado paulatinamente em um béquer, posicionado na balança analítica FA2104N da marca Bioprecisa. Repete-se esse procedimento de pesagem com o surfactante. Adiciona-se o surfactante ao béquer com óleo e, em seguida, a solução é posicionada no agitador magnético 754A da FISATOM a temperatura ambiente. Para homogeneizar a solução, deve-se manter agitação por 30 minutos.

### 3.3.2 Fluidos não newtonianos

#### 3.3.2.1

#### Soluções aquosas de Carbopol 980

Carbopol<sup>®</sup> 980 NF Polymer é o nome comercial de um polímero de ácido acrílico de alto peso molecular com ligação cruzada. É frequentemente usado pela indústria farmacêutica, cosmética e alimentícia como agente estabilizante, para aumentar a viscosidade e preparar suspensões e géis. No meio acadêmico, é considerado ideal para experimentos de visualização pois é um gel transparente, com tensão limite de escoamento e sem efeitos significativos envelhecimento ("*aging*") (166, 62). Possui alto peso molecular e é solúvel em água e em solvente polares.

O Carbopol<sup>®</sup> deve ser neutralizado para alcançar seu potencial máximo de viscosidade, que é função da concentração e do pH da solução. Uma dispersão não neutralizada apresenta pH entre 2.5 e 3.5, dependendo da concentração de polímero, e baixíssimos valores de viscosidade. A viscosidade aumenta com o pH até alcançar um valor ótimo em torno do pH 6.5-7.0. A partir de pH 9.0, a viscosidade começa a reduzir drasticamente em função da repulsão eletrostática causada pelo excesso de eletrólitos. Sendo assim, neste trabalho todas as soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> 980 possuem pH igual a 7.0.

O Carbopol<sup>®</sup> é fornecido como um pó de coloração branca, seco e com moléculas ácidas extremamente emaranhadas (*coiled*). Quando o Carbopol<sup>®</sup> é disperso em água, suas moléculas iniciam o processo de hidratação e consequentemente desenrolam-se. O método mais comum para aumentar a viscosidade do polímero é através da conversão das moléculas ácidas em um sal. Esse procedimento pode ser realizado através da neutralização do Carbopol<sup>®</sup> com uma base comum, como o hidróxido de sódio (NaOH). De acordo com (120), a razão ótima de neutralização entre a solução aquosa com 18% m/m de NaOH e o Carbopol<sup>®</sup> é de 2.3.

De acordo com Giuseppe et al. (61), é fundamental manter a solução de Carbopol<sup>®</sup> por um longo tempo sob agitação. Dessa forma, maximiza-se a dispersão do pó e a hidratação na água. Os autores afirmam que o tempo necessário para molhar as partículas ("wetting time") depende da quantidade de polímero, da geometria do frasco sob agitação e da temperatura da água.

A Tabela 3.1 apresenta as quantidades necessárias para o preparo de uma solução aquosa com 0.1% m/m de Carbopol<sup>®</sup> 980. Esse exemplo ilustra os cálculos necessários para determinar a proporção entre os reagente envolvidos no preparo da dispersão.

O primeiro passo do método de preparo de solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> 980 consiste em determinar a massa total da dispersão,  $m_{sol}$ . Deve-se considerar que a densidade de soluções de Carbopol<sup>®</sup>, independente da concentração do

Tabela 3.1: Preparo de solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> 980

Reagente	C [%]	m [g]	V [mL]
Carbopol 980	0.10	5.00	-
Solução aquosa de NaOH 18% (m/m)	0.23	11.50	9.623
Água	99.97	4983.5	-
Total	100.00	5000.00	-

polímero, é muito próxima à densidade do seu solvente. No caso da Tab. 3.1, foi selecionada massa  $m_{sol} = 5 \, {\rm Kg}$ .

Através da massa total, pode-se determinar a massa de Carbopol<sup>®</sup> $m_{Carb}$ como

$$m_{Carb} = T_m m_{sol} \tag{3-5}$$

sendo  $T_m = 0.1\%$ .

A concentração de solução aquosa com 18% m/m de NaOH é determinada com base na razão de neutralização conforme

$$T_{NaOH} = 2.3T_m \tag{3-6}$$

Logo, a massa  $m_{NaOH}$  e o volume  $V_{NaOH}$  são respectivamente

$$m_{NaOH} = T_{NaOH} m_{sol} \tag{3-7}$$

$$V_{NaOH} = \frac{m_{NaOH}}{\rho_{NaOH}} \tag{3-8}$$

sendo  $\rho_{NaOH} = 1195 \text{ Kg/m}^3$ .

Consequentemente, a massa de água  $m_{H_2O}$  é

$$m_{H_2O} = m_{sol} - m_{NaOH} - m_{Carb} \tag{3-9}$$

Um frasco para reagente de plástico com capacidade de 6 L é utilizado para preparar a dispersão. Inicialmente, ele é posicionado na balança e preenchido com a massa de água pré-determinada na tabela de preparo de fluidos. Em seguida, o frasco é posicionado no agitador mecânico com haste helicoidal. É utilizada uma tampa com furo no centro para permitir o posicionamento da haste, minimizar a evaporação do solvente e evitar contaminação da solução.

O Carbopol<sup>®</sup> deve ser peneirado para eliminar os agregados que impedem a completa hidratação do polímero e prejudicam severamente a dispersão e qualidade final da solução aquosa. Em seguida, o Carbopol<sup>®</sup> é pesado em balança analítica (FA2104N da marca Bioprecisa).

A fim de garantir que toda partícula será completamente molhada, uma melhor dispersão é obtida com agitação em torno de 1000-1200 rpm com haste helicoidal. Rotações extremamente altas desenrolam as moléculas hidratadas e causam redução permanente de viscosidade (119). Sendo assim, ajusta-se o agitador mecânico para rotação de 1200 rpm para maximizar a dispersão.

O Carbopol<sup>®</sup> deve ser cuidadosamente adicionado à água, a meia distância entre a haste e a parede do frasco. Deve-se evitar despejar o pó nas superfícies sólidas (haste e paredes do frasco) pois este adere-se nessas superfícies e não entra em solução. Também é fundamental adicionar o Carbopol<sup>®</sup> lentamente para assegurar que as pequenas partículas serão envoltas por água.

Após adicionar Carbopol<sup>®</sup> à água, deve-se manter a rotação de 1200 rpm por 15 minutos. Na sequência, desliga-se o misturador e a solução deve descansar por 30 minutos. Nesse intervalo de tempo, substitui-se a haste helicoidal pela haste naval e reserva-se a solução básica.

Liga-se o misturador a 300 rpm e adiciona-se a solução aquosa com 18% m/m de NaOH. Essa rotação deve ser mantida por 5 dias ininterruptos para homogeneizar a solução e concluir o processo de hidratação e dispersão. De acordo com (158), um longo tempo de mistura favorece a obtenção de dados reprodutíveis.

# 3.3.2.2 Soluções aquosas de Carbopol 980 com glicerina ou etanol

Com a finalidade de preparar soluções viscoplásticas com densidades diferentes da água, desenvolveu-se uma metodologia de preparo de Carbopol<sup>®</sup> com adição de outros solventes, como etanol e glicerina. Desta forma, a incorporação de etanol reduz a densidade da solução, enquanto a inclusão de glicerina aumenta a densidade da solução.

O método de preparo, baseado em (121), é semelhante ao apresentado para base exclusivamente aquosa, entretanto há adição de uma etapa. Conforme mencionado anteriormente, após acrescentar Carbopol<sup>®</sup> à água, deve-se manter a rotação de 1200 rpm por 15 minutos. Neste caso, em seguida deve-se adicionar a solução aquosa de glicerina ou etanol e agitar por mais 15 minutos. Só então deve-se desligar o misturador para solução repousar por 30 minutos. Os passos seguintes são iguais aos descritos para base aquosa.

Em relação às quantidades de cada produto, a Eq. 3-9 que descreve o caso de base exclusivamente aquosa torna-se

$$m_{H_2O'} = m_{sol} - m_{NaOH} - m_{Carb} - m_{reag}$$
 (3-10)

sendo  $m_{reag}$  a massa da solução aquosa de glicerina ou etanol.

Vale ressaltar que o segredo para a formulação de solução aquosa de Carbopol com etanol refere-se à seleção do agente neutralizador. De acordo com (121), existem limitações na solubilidade de amina com sistemas de alto teor de álcool e baixo teor de água. A solubilidade do Carbopol muda à medida que o nível de álcool aumenta, tornando importante a escolha de agentes neutralizantes. Desta forma, afirmam que a escolha de solução aquosa com 18% m/m de NaOH como agente neutralizador limita o percentual de etanol a 20% da solução. Para obter soluções com maior teor de álcool, deve-se optar por outro agente neutralizador.

Para efeitos de ilustração, as Tabelas 3.2 e 3.3 apresentam exemplos das quantidades necessárias para o preparo de soluções aquosas com 0.1% de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina e etanol, respectivamente. Note que a diferença em relação à Tab. 3.1 refere-se à redução da quantidade de água e adição de solução aquosa de glicerina ou etanol.

Reagente	C [%]	m [g]	V [mL]
Carbopol 980	0.10	5.00	-
Solução aquosa de NaOH 18% (m/m)	0.23	11.50	9.623
Água	39.67	1983.50	-
Solução aquosa com 60% de glicerina	60.00	3000.00	-
Total	100.00	5000.00	-

Tabela 3.2: Preparo de solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> 980 com glicerina

Tabela 3.3: Preparo de solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> 980 com etanol

Reagente	C [%]	m [g]	V [mL]
Carbopol 980	0.10	5.00	-
Solução aquosa de NaOH 18% (m/m)	0.23	11.50	9.623
Água	79.67	3983.50	-
Etanol	20.00	1000.00	-
Total	100.00	5000.00	-

## 3.4 Medição das propriedades dos fluidos

### 3.4.1 Densidade

Diversas propriedades de fluidos newtonianos foram medidas no Laboratório de Caracterização de Fluidos (LCF) da PUC-Rio. O LCF é credenciado junto ao INMETRO nas grandezas massa específica, viscosidade e volume, sendo um dos laboratórios integrantes da Rede Brasileira de Calibração (RBC).

A massa específica (ou densidade absoluta)  $\rho$  é determinada através da medição da massa *m* de amostra que ocupa um determinado volume V, conforme Eq. 3-11. Com esta finalidade, utiliza-se o picnômetro de vidro Gay-Lussac.

$$\rho = \frac{m}{V} \tag{3-11}$$

O procedimento experimental consiste em preencher completamente o picnômetro com o fluido a ser investigado. Posiciona-se o picnômetro imerso no banho termostático e, após atingir a temperatura de teste, pesa-se o picnômetro em uma balança analítica de resolução 0.0001 g. Conhecendo a massa do picnômetro vazio, determina-se a massa aparente da amostra. Por fim, calcula-se a massa específica através da Eq. 3-11.

## 3.4.2 Viscosidade de fluidos newtonianos

A viscosidade cinemática é determinada através de um viscosímetro capilar do tipo Ubbelohde. Este é caracterizado por possuir o menisco inferior suspenso, logo abaixo do capilar de medição.

O procedimento experimental consiste em preencher o viscosímetro com um volume conhecido do fluido newtoniano de interesse. Em seguida, o viscosímetro é posicionado no banho termostático na temperatura de teste. Ao atingir equilíbrio térmico, usa-se vácuo para drenar a amostra e posicionar corretamente o menisco na posição de medição. Em seguida, o fluido escoa por gravidade ao longo do tubo e mede-se o tempo de escoamento. Calcula-se a viscosidade cinemática  $\nu$  conforme

$$\nu = g^* C_p t \tag{3-12}$$

sendo  $C_p$  a constante do viscosímetro e t o tempo de escoamento. A razão entre a aceleração local da gravidade do LCF e a aceleração local da gravidade do laboratório onde se calibrou o viscosímetro é definida como  $g^*$ .

Uma vez determinada a viscosidade cinemática e a massa específica, calcula-se a viscosidade absoluta  $\mu$  através de

$$\mu = \rho \nu \tag{3-13}$$

# 3.4.3 Propriedades reológicas de fluidos não newtonianos

As propriedades reológicas dos fluidos não newtonianos são determinadas através do reômetro rotacional AR-G2 da marca TA Instruments. Esse é um reômetro de tensão controlada caracterizado pela presença do atuador e do transdutor no mesmo eixo. Ou seja, a tensão aplicada e a deformação medida são ambas medidas na fixação superior do reômetro. A Figura 3.7 apresenta uma fotografia do equipamento em questão.



Figura 3.7: Reômetro rotacional AR-G2 e geometria placas paralelas ranhuradas em destaque

A seleção da geometria a ser utilizada é função das características do material a ser testado e das particularidades de cada geometria. De acordo com (143, 140, 85), o Carbopol<sup>®</sup> é um material estruturado, com tensão limite de escoamento e sua solução em geral é volátil. Portanto, uma geometria ranhurada é recomendada devido ao típico deslizamento aparente observado em materiais estruturados a baixas taxas de deformação (37, 17, 20).

Utiliza-se a geometria placas paralelas ranhuradas com diâmetro de 60 mm, vide Fig. 3.7, e folga de 1 mm entre as placas. Essa geometria é a mais indicada para dispersões pois permite a variação da folga entre as placas paralelas. Em todos os testes, usa-se o sistema *peltier* para controle de temperatura e o *solvent trap* para minimizar evaporação da amostra.

Uma desvantagem do uso da geometria placas paralelas deve-se ao escoamento não-homogêneo, visto que a taxa de cisalhamento varia linearmente com a posição radial. Para contornar este problema, deve-se utilizar a Equação de Weissenberg-Rabinowitsch para corrigir o valor da tensão nos testes em regime permanente (141, 55):

$$\tau_R = \frac{2M}{\pi R^3} \left[ \frac{3}{4} + \frac{1}{4} \frac{d \ln(M)}{d \ln(\dot{\gamma}_R)} \right]$$
(3-14)

sendo M o torque, R o raio da placa e  $\dot{\gamma}_R$  a taxa de deformação.

Em testes oscilatórios, deve-se considerar a Equação proposta por de Souza Mendes et al. (55):

$$\tau_{R,a} = \frac{2M_a}{\pi R^3} \left[ \frac{3}{4} + \frac{1}{4} \frac{d \ln(M_a)}{d \ln(\dot{\gamma}_{R,a})} \right]$$
(3-15)

sendo  $M_a = M(t)/\sin(\omega t + \delta)$  o torque oscilatório, R o raio da placa e  $\dot{\gamma}_{R,a} = \Omega_a R/H$  a amplitude da taxa de deformação nas extremidades,  $\Omega_a$  a amplitude de velocidade angular senoidal e H a folga entre as placas.

Um cuidado especial deve ser observado ao colocar a amostra entre as placas paralelas a fim de obter repetibilidade e dados confiáveis (6). Cada teste é realizado ao menos duas vezes e sempre com uma nova amostra. Inicialmente, um volume de fluido, maior que o necessário para realização do teste, é posicionado no centro da placa inferior através de uma seringa de vidro. Deve-se verificar se há bolhas de ar para que a hipótese do contínuo não seja violada.<sup>3</sup>. Se houver presença de bolhas, essas devem ser sugadas através de uma seringa com agulha. Em seguida, a folga é reduzida para 1.07 mm a fim de minimizar os efeitos de borda. O excesso de fluido é removido com auxílio de Cotonetes<sup>®</sup>. Reduz-se a folga para 1 mm (posição de medição), verifica-se as extremidades e posiciona-se o *solvent trap*. Antes de cada teste, a amostra é mantida em repouso por 30 minutos na temperatura de teste. Essa etapa é fundamental para garantir equilíbrio térmico e relaxação completa do material.

Além dos cuidados no posicionamento da amostra no reômetro, deve-se ter atenção adicional para garantir a obtenção de medidas reológicas confiáveis (68). Para cada teste, verificou-se o torque mínimo e máximo, deformação e velocidade rotacional e tais valores foram comparados com as limitações do equipamento. Os testes com altas taxas de deformação foram realizados em condições sem a presença de escoamento secundário.

As subseções a seguir descrevem os testes necessários para caracterização reológica do Carbopol<sup>®</sup>.

#### 3.4.3.1 Teste de varredura da amplitude de tensão

No teste oscilatório de varredura de tensão em baixas amplitudes avaliase a viscoelasticidade, ou seja, a combinação dos efeitos elásticos e viscosos de um determinado fluido. Consiste em impor uma freqüência constante e avaliar como os módulos de armazenamento G' e dissipação G'' se comportam com a aplicação de uma amplitude de tensão que varia senoidalmente com o tempo. O módulo de armazenamento também é conhecido como módulo elástico e o

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>Partículas ou bolhas em suspensão devem ser no mínimo 10 vezes menores que o tamanho da folga. Caso contrário, a tensão ou viscosidade não são corretamente medidas devido aos efeitos de parede (19)

módulo de dissipação também é denominado módulo viscoso ou de perda. Tais módulos são definidos como

$$\begin{aligned}
G'(\omega) &= \frac{\tau'_a}{\gamma_a} \\
G''(\omega) &= \frac{\tau''_a}{\gamma_a}
\end{aligned} (3-16)$$

sendo  $\omega$  a freqüência,  $\tau_a$  a amplitude de tensão e  $\gamma_a = \{\gamma(t)/\sin(\omega t) \text{ a} \text{ amplitude de deformação}, \tau(t) = \tau_a \sin(\omega t + \delta) = \tau'_a \sin(\omega t) + \tau''_a \cos(\omega t)$  a tensão senoidal aplicada,

A principal função deste teste é delimitar a região viscoelástica linear, ou seja, a região em baixas amplitudes caracterizada pela dependência linear entre a tensão e a deformação. Esse teste permite correlacionar a microestrutura com a resposta linear mecânica (30). Quando a amplitude de tensão está na região viscoelástica linear, os módulos permanecem constantes e não variam com a amplitude de tensão. Por outro lado, quando a amplitude de tensão está fora da região viscoelástica linear, G' diminui com a amplitude e os módulos perdem seus significados físicos neste teste.

Sendo assim, define-se o valor máximo da amplitude de tensão  $\tau_{a,max}$ para que o material permaneça estruturado, sem presença de escoamento, com módulos constantes e independentes da amplitude para uma dada freqüência. Os demais testes oscilatórios, como o teste de varredura de tempo, são realizados na região viscoelástica linear.

Outra função do teste de varredura da amplitude de tensão consiste em estimar a tensão limite de escoamento. Em geral,  $\tau_{a,max} > \tau_y$ , pois no teste oscilatório a microestrutura é desconstruída em um curto intervalo de tempo enquanto no teste a tensão constante determina-se  $\tau_y$  após um tempo suficientemente grande. Contudo, a ordem de grandeza da tensão limite de escoamento pode ser estimada para facilitar a realização do teste a tensão constante e da curva de escoamento.

## 3.4.3.2 Teste de varredura de tempo

O teste de varredura de tempo indica mudanças na microestrutura ao longo do tempo. Problemas como evaporação da amostra e sedimentação podem ser avaliados, assim como pode-se observar efeitos de tixotropia. Neste teste, impõe-se uma freqüência constante, uma amplitude de tensão constante obtida da região viscoelástica linear e uma tensão que varia senoidalmente com o tempo. Observa-se o comportamento de G' e G'' ao longo do tempo.

Amostras estáveis e sem variação na microestrutura apresentam os módulos constantes e independentes do tempo. Desta forma, esse teste é realizado para determinar um tempo máximo de testes  $t_{max}$  para que os demais testes reológicos tenham confiabilidade.

## 3.4.3.3 Teste a taxa de deformação constante

Neste teste, aplica-se uma taxa de deformação constante e observase a variação da tensão de cisalhamento (ou viscosidade) com o tempo. Quando não houver mais variação temporal da tensão, determina-se o tempo correspondente ao regime permanente,  $t_{ss}$ . Em geral, este tempo é da ordem do inverso da taxa de deformação imposta ( $t_{ss} \sim 1/\dot{\gamma}$ ). O valor final da tensão obtida em regime permanente corresponde a um ponto da curva de escoamento do material.

Essa correspondência não é perfeita no caso de fluidos viscoplásticos devido a não-homogeneidade do escoamento. Isso ocorre pois há uma dependência linear entre a taxa de deformação e o raio da geometria. Desta forma, na região central, o material pode estar estruturado e não escoar, enquanto nas extremidades pode haver escoamento. Sendo assim, há uma enorme variação da viscosidade com a posição radial e a correção do valor medido de tensão torna-se necessária. Entretanto, não foi encontrada na literatura soluções para esse problema.

Para fluidos viscoplásticos, o tempo de espera necessário ao regime permanente é tanto maior quanto mais próxima a  $\tau_y$  é a taxa de deformação imposta. Logo, teste preliminar impondo  $\dot{\gamma}(t) = 10^{-2} \, 1/s$  é realizado para estimar o tempo mínimo para atingir o regime permanente. Este é um dado de entrada para a realização da curva de escoamento e o valor obtido de tensão/viscosidade em regime permanente não é utilizado com nenhuma outra finalidade.

### 3.4.3.4 Curva de escoamento

A curva de escoamento apresenta a tensão (ou viscosidade) em função da taxa de deformação em regime permanente. Trata-se da informação reológica mais básica, e uma das mais utilizadas na prática de engenharia.

Para cada valor de taxa de deformação imposta, realiza-se uma leitura dos dados resultantes durante 30 segundos e armazena-se esse valor. Após a leitura de 3 pontos consecutivos com tolerância menor ou igual a 0.1%, assume-se que o regime permanente foi alcançado. Logo, a média desses 3 pontos representa um ponto do gráfico da função  $\tau(\dot{\gamma})$ .

Para testes com Carbopol<sup>®</sup>, após cada curva de escoamento obtida realiza-se um ajuste dos dados através da Eq. de Herschel-Bulkley a fim de obter os parâmetros reológicos. A tensão limite de escoamento obtida pela Eq. 2-2 é denominada tensão limite de escoamento dinâmica (42), ou seja, é a tensão de cisalhamento abaixo da qual o fluido para de escoar (15).

#### 3.4.3.5 Testes a tensão constante

Testes a tensão constante (*creep*) são realizados para verificar a tensão limite de escoamento obtida através do *curve-fitting* da curva de escoamento. Na verdade, esse teste é o mais utilizado para determinar a tensão limite de escoamento.

Com o material em repouso, aplica-se uma tensão constante  $\tau(t)$  e observa-se a evolução temporal da taxa de deformação  $\dot{\gamma}(t)$ . Após um longo tempo, esta tenderá a zero ( $\dot{\gamma} \rightarrow 0$ ) quando a tensão aplicada for inferior à tensão limite de escoamento ( $\tau < \tau_y$ ). Caso contrário ( $\tau > \tau_y$ ), a taxa de deformação tenderá a um valor constante não nulo. A tensão medida através do teste de *creep* é denominada tensão limite de escoamento estática pois é a tensão acima da qual o fluido começa a escoar (15).

Deve-se evidenciar que não há necessidade de correção dos valores de tensão devido a homogeneidade do escoamento (55). Isso ocorre pois o material comporta-se como um sólido abaixo da tensão limite de escoamento.

Para determinar  $\tau_y$ , realiza-se uma série de testes variando a tensão aplicada. Observa-se que, quando a tensão imposta é superior à tensão limite de escoamento, o correspondente valor final constante da taxa de deformação é um ponto da curva de escoamento do material, pois o regime é permanente. Entretanto, cabe relembrar que a correspondência não é exata em função da não-homogeneidade do escoamento.

Deve-se ressaltar que na prática não é possível determinar o real valor de  $\tau_y$ . De fato, o tempo de observação selecionado define o valor medido de  $\tau_y$  (42). Quando a tensão imposta é superior mas muito próxima ao real valor de  $\tau_y$ , costuma-se observar  $\dot{\gamma} \rightarrow 0$  durante um certo tempo (às vezes bem longo), e, de repente, a tendência é modificada e  $\dot{\gamma}$  começa a crescer. Portanto, o valor real de  $\tau_y$  só seria determinado se o tempo de observação no teste de *creep* fosse infinito. Para obter um valor de  $\tau_y$  que seja representativo de um determinado processo, deve-se assegurar que o tempo de observação no teste de *creep* é sempre maior ou igual ao tempo característico do processo de interesse (22, 18, 21). Neste trabalho, determinou-se um tempo característico de 1.5 hs pois esse é tempo de duração dos testes na bancada experimental.

#### 3.4.3.6

#### Testes de construção e desconstrução da microestrutura

Testes de "*step change* de tensão" são comumente realizados para avaliar efeitos viscoplásticos, elásticos e tixotrópicos de fluidos complexos. Essas características podem aparecer juntas, em um material elasto-viscoplástico tixotrópico, ou separadas. De Souza Mendes e Thompson (56) apresentaram uma detalhada revisão e discussão acerca da modelagem desses atributos.

Embora hajam diversas discussões na literatura sobre a existência ou não da tensão limite de escoamento (22, 18, 10, 91, 66), há um grande entendimento sobre seus efeitos, influências e características. Por outro lado, devido à elevada complexidade e por ser um assunto relativamente novo, ainda não há um consenso universal sobre a a dinâmica de materiais tixotrópicos. É relevante enfatizar que um material é dito tixotrópico se: (i) a microestrutura não responde instantaneamente à uma mudança de tensão; (ii) as mudanças na microestrutura são reversíveis; (iii) a microestrutura tende a ser desconstruída com aumento da tensão. Observa-se que em geral a elasticidade destes fluidos é mais importante quando a microestrutura está muito estruturada (elevada viscosidade).

Em geral, dois principais testes são realizados: um refere-se à construção da microestrutura e o outro à desconstrução. É conveniente realizar esse teste somente após a curva de escoamento pois é necessário conhecer o valor da tensão limite de escoamento para programar o teste.

O teste de construção da microestrutura, ou "creep and recovery test", consiste em aplicar na amostra um torque constante em função do tempo e medir a deformação (ou taxa de deformação) em função da tensão de cisalhamento aplicada e do tempo. Essa primeira etapa do teste é análoga ao teste a tensão constante descrito anteriormente. Após obtenção do regime permanente, impõem-se uma tensão menor que a tensão limite de escoamento. Desta forma, a microestrutura reconstrói-se ao longo do tempo pois não há escoamento.

O teste de destruição da microestrutura é exatamente o contrário do "creep and recovery test". Inicialmente a amostra é coloca em repouso através da imposição de uma tensão abaixo da tensão limite. Após um determinado tempo, aplica-se uma tensão acima da tensão limite de escoamento e observa-se sua deformação ao longo do tempo.

#### Tensão superficial/interfacial de fluidos newtonianos

A tensão superficial pode ser definida como a energia necessária para criar uma área unitária de interface entre um líquido e um gás. Analogamente, a tensão interfacial refere-se à interface entre dois líquidos.

Determina-se a tensão superficial e interfacial de fluidos newtonianos com auxílio de um tensiômetro do LCF. A Figura 3.8 apresenta uma fotografia do tensiômetro TE1CA-M da marca Lauda que opera com anel e placa de platina. A faixa de operação é de 16 a 78 mN/m e apresenta incerteza de 0.4 mN/m.



Figura 3.8: Tensiômetro

Alguns cuidados especiais em relação às geometrias e à limpeza devem ser considerados antes de iniciar o teste. Em relação ao anel e a placa de platina, deve-se exercer o mínimo de força para evitar que essas geometrias se amassem ou deformem. Como são feitas de uma material muito macio e com espessura muito pequena, há grande probabilidade de danos. Em relação à limpeza, deve-se seguir um rigoroso procedimento para minimizar contaminação da amostra. Qualquer impureza que entre em contato com a amostra é capaz de comprometer a medição da tensão superficial ou interfacial.

Para determinar a tensão superficial, mede-se a força na iminência do rompimento da interface. A primeira etapa do procedimento experimental consiste em manter a amostra dentro da cuba do banho termostático a fim de garantir equilíbrio térmico. A altura da mesa que envolve o béquer no tensiômetro é fixada e o anel é pendurado no gancho do transdutor. Em seguida, a leitura do voltímetro é zerada. Um peso padrão de 0.5 g é pendurado no gancho do transdutor e ajusta-se o potenciômetro até que a leitura no voltímetro seja de 0.408 V. Então retira-se o peso padrão e coloca-se o béquer com a amostra na mesa do tensiômetro. Através do volante de posicionamento, abaixa-se o transdutor até que o anel atravesse a superfície da amostra.

O teste propriamente dito consiste em elevar lentamente o transdutor através do volante de posicionamento. Concomitantemente deve-se observar a leitura do voltímetro. O máximo valor de voltagem atingido, que corresponde à força na iminência do rompimento da interface, deve ser registrado. A tensão superficial  $\Gamma$ , em mN/m, equivale ao valor desta voltagem divido por 1000.

Procedimento análogo é realizado para determinar a tensão interfacial  $\sigma$ . Há apenas uma etapa adicional que consiste em adicionar o líquido menos denso na interface antes de iniciar o teste. Desta forma, o anel é posicionado na interface entre os fluidos.

## 3.4.5 Tensão superficial/interfacial de fluidos não newtonianos

Em função da tensão limite de escoamento, medir a tensão superficial e interfacial de fluidos viscoplásticos é uma tarefa nada trivial (34). Observase que a força medida pelo tensiômetro aumenta com a tensão limite de escoamento do material. Esta é resultado das forças viscosas, gravitacionais e capilares, mesmo quando a velocidade do anel ou placa tende a zero.

Devido a essa complexidade, aproximações são consideradas ao invés de realizar medições diretas. Para diferentes concentrações de soluções de Carbopol<sup>®</sup>, estima-se a tensão superficial através de medições realizadas com a solução sem adição do polímero. Desta forma, mantém-se a proporção de solvente mas exclui-se o efeito de tensão limite de escoamento em função da ausência do Carbopol<sup>®</sup>. Já a tensão interfacial é estimada como a diferença entre as tensões superficiais de cada líquido, conforme postulado por (7).

De acordo com Boujlel et al. (34), a tensão superficial de soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> independe da concentração e apresenta valor igual a  $\Gamma = 66 \text{ mN/m}$ . Loren et al. (106) observaram valor similar para solução aquosa com 0.25% de Carbopol<sup>®</sup>. Note que esse valor é um pouco menor que tensão superficial da água. Sendo assim, é possível que as estimativas e aproximações feitas nesse trabalho sejam conservadoras. Entretanto, essa adversidade é irrelevante pois o valor quantitativo desta medida não é fundamental para o desenrolar do trabalho. O objetivo dessas medições é comparar os valores de tensão interfacial com e sem surfactante a fim de ilustrar a importância do efeito de tensão interfacial nos escoamentos. Ademais, uma elevada concentração de surfactante permite afirmar que as tensões interfaciais são mínimas embora não sejam nulas.

## 3.5 Processamento e análise digital de imagens

O processamento digital de imagens (PDI) é uma técnica que utiliza operações matemáticas para modificar os valores dos *pixels* de uma imagem digital. O objetivo desse processamento é melhorar a qualidade da imagem e prepará-la para posterior análise digital de imagens (ADI). Esta consiste na extração e tratamento de informações qualitativas e quantitativas para realizar medições rápidas, precisas e automáticas.

O processamento e análise digital de imagens fornece diversas informações em processos que envolvam o movimento de interfaces entre diferentes fluidos (104). Informações como velocidade e formato da interface podem ser obtidas ao longo do escoamento.

Um típico fluxograma que descreve a sequência de aquisição, processamento e análise das imagens é apresentado na Fig. 3.9 (172). A sequência padrão é divida em três blocos básicos: aquisição de imagens, PDI e ADI (79). A primeira etapa consiste na aquisição e digitalização da imagem, o PDI engloba o pré-processamento e a ADI compreende a segmentação, pós-processamento e extração de atributos. Operações sobre os *pixels* da imagem são realizadas nas etapas de pré-processamento e segmentação. Gera-se uma imagem com objetos representados por regiões de *pixels* contíguos de mesmo valor. No pósprocessamento e extração de atributos atua-se sobre os objetos que em seguida são medidos.



Figura 3.9: Sequência típica de processamento e análise digital de imagens

Foi desenvolvida uma metodologia de tratamento de imagens no software MatLab<sup>®</sup> baseada no histograma de cores das imagens obtidas. Através de uma evidenciação da diferença no espectro cromático dos fluidos é possível identificar a interface. Uma premissa para que essa metodologia funcione é que haja uma interface, pois em caso de mistura ou difusão de um fluido no outro, o processamento desenvolvido torna-se inviável. As subseções a seguir descrevem cada etapa do processamento e da análise digital de imagens.

## 3.5.1 Aquisição da imagem

A primeira etapa da metodologia consiste na leitura de um vídeo obtido experimentalmente. Define-se o intervalo de tempo no qual é observado escoamento a fim de reduzir o custo computacional. Identificam-se propriedades do vídeo como o números de quadros por segundo e o número total de quadros. Para vídeos muito longos, reduz-se a taxa de quadros por segundo a ser investigada a fim de reduzir o custo computacional.

Em seguida, extrai-se todos os quadros do intervalo de tempo prédeterminado. A Figura 3.10 ilustra um quadro extraído do vídeo. As próximas etapas do processamento e da análise digital de imagens serão apresentadas nas subseções a seguir através de exemplos baseados nessa Figura.



Figura 3.10: Exemplo de um quadro extraído do vídeo

### 3.5.1.1 Calibração das imagens

Para quantificar os atributos extraídos dos vídeos, deve-se realizar um procedimento de calibração das imagens. Este determina a correspondência entre as dimensões reais do plano do escoamento  $\Delta y$  e as dimensões em *pixels* na imagem. Logo,

$$Cal = \frac{\Delta y}{px} \tag{3-17}$$

sendo  $\Delta y = D$ .

Para cada teste realizado, utiliza-se as marcações ao longo do eixo vertical do tubo como fator de calibração. A Figura 3.11 ilustra um exemplo desta correlação.



Figura 3.11: Exemplo da determinação do fator de calibração das imagens

As medições realizadas nas regiões perto das paredes e no centro, tanto no sentido vertical quanto horizontal, apresentam calibração semelhante, o que indica que não há distorções óticas significativas.

### 3.5.2 Pré-processamento

A etapa de pré-processamento consiste em sequências de operações com a finalidade de melhorar a qualidade da imagem através da minimização dos defeitos oriundos da aquisição das imagens. Os procedimentos mais comuns são ajuste de brilho e contraste, redução de ruído, correção de iluminação irregular e correção de foco.

São descritas abaixo as principais etapas empregadas no préprocessamento das imagens.

#### 3.5.2.1

#### Correção da inclinação da imagem

A primeira etapa do pré-processamento consiste na verificação da inclinação da imagem resultante da inclinação da câmera fotográfica. Utiliza-se o comprimento do tubo como referência para rotacionar a imagem. A Figura 3.12 ilustra esse procedimento de correção da inclinação.



Figura 3.12: Exemplo de correção da inclinação da imagem

#### 3.5.2.2 Região de interesse

Deve-se determinar a região de interesse, ou seja, isolar a seção de testes, como pode ser visto na Fig. 3.13. Esse corte é feito manualmente para a primeira imagem e replicado automaticamente pela rotina para possibilitar análise comparativa entre todas as imagens.

#### 3.5.2.3

#### Conversão da representação de cores

Uma representação clássica de imagens digitais é realizada com o modelo RGB. A imagem é descrita como três matrizes que representam a intensidade de cada *pixel* no espectro das três cores primárias aditivas: vermelho ( $\mathbf{R} = \mathbf{Red}$ ), verde ( $\mathbf{G} = \mathbf{Green}$ ) e azul ( $\mathbf{B} = \mathbf{Blue}$ ). No entanto essa representação dificulta o tratamento dos dados pois todos os processos são multiplicados por três. O interesse deste tratamento é apenas identificar a interface, não importando o espectro real de cores. Sendo assim, antes de começar o pré-processamento todas as imagens são convertidas para tons de cinza (*Grayscale*). A conversão é feita através de uma média ponderada das cores primárias:

$$Gray = 0.2989R + 0.5870G + 0.1140B \tag{3-18}$$

sendo *Gray* o valor de cinza.



Figura 3.13: Corte realizado na imagem original para isolar a seção de interesse

A nova representação das imagens consiste em uma única matriz com valores de 0 a 255, sendo 0 a representação do *pixel* preto e 255 a do branco. A Figura 3.14 ilustra a transição entre as duas representações: RGB e tons de cinza.



Figura 3.14: Exemplo da conversão da representação de cores de um quadro do vídeo



Figura 3.15: Histograma da imagem em tons de cinza da Fig. 3.14

### 3.5.2.4 Ajuste de brilho e contraste

O histograma de intensidade apresenta a distribuição do valor das intensidades dos *pixels* que compõem a imagem. A Fig. 3.15 apresenta o histograma da Fig. 3.14. Observe que o histograma está comprimido, visto que seu valor mínimo é 13 e o máximo 162. Convém ressaltar que cada um dos quadros do vídeo pode apresentar um histograma diferente, contudo todos apresentam dois picos.

Para facilitar a segmentação das imagens, otimiza-se o brilho e contraste da imagem através de uma função de mapeamento linear automática. O coeficiente angular da função influência o contraste e o brilho da imagem, enquanto o coeficiente linear é influenciado apenas pelo brilho.

A função de mapeamento linear modifica o brilho e contraste sem alterar a forma do histograma. Os tons da escala de cinza são redistribuídos de modo que há um deslocamento lateral do histograma e seu incremento de largura. Sendo assim, o menor valor de intensidade do *pixel* da imagem de entrada é convertido para 0 na imagem de saída. Analogamente, o maior valor de intensidade do *pixel* da imagem de entrada é convertido para 255 na imagem de saída. Em seguida, esses valores são normalizados. A Figura 3.16 apresenta a imagem de saída e seu respectivo histograma.

## 3.5.2.5 Redução de ruído

O filtro mediana é um filtro passa-baixa não-linear que suaviza a imagem preservando os contornos e pequenos detalhes da imagem. Consiste na redução



Figura 3.16: Exemplo de ajuste de brilho e contraste: imagem resultante e respectivo histograma

de ruído através da substituição de cada *pixel* pela mediana dos valores de intensidade dos *pixels* da vizinhança. Ou seja, os *pixels* da vizinhança são ordenados em ordem crescente de tom de cinza e o valor mediano (meio da sequência) é atribuído ao *pixel* filtrado na imagem de saída. Este filtro é indicado para eliminar ruído localizado com intensidade muito diferente da vizinhança.

O filtro de mediana com vizinhança  $3 \ge 3$  é aplicado na imagem da Fig. 3.16. A imagem resultante é apresentada na Fig. 3.17.



Figura 3.17: Filtro de mediana

## 3.5.3 Segmentação

A segmentação de imagens é uma etapa crítica da análise digital de imagens. Consiste em particionar o domínio espacial de uma imagem em regiões caracterizadas por propriedades uniformes, como por exemplo o nível de cinza dos *pixels*. É tipicamente utilizada para identificar objetos e formas em imagens digitais. Há diversas técnicas e algoritmos de segmentação baseados em formatos, características dos *pixels* e no histograma. Neste trabalho, emprega-se a técnica denominada limiarização bi-modal (ou *thresholding*) através do método Otsu.

A limiarização, técnica mais simples de segmentação de imagens, baseiase no histograma para binarizar a imagem. Distingue-se os objetos através da intensidade dos *pixels*, visto que um objeto é caracterizado por uma região de *pixels* contíguos com mesma faixa de intensidades. Na limiarização bi-modal, caracteriza-se um único objeto em relação ao fundo da imagem. O ponto crítico desta técnica consiste em definir um tom de corte para delimitar a região do objeto da região do fundo a fim de gerar uma imagem binária. Através deste limiar, converte-se os *pixels* cinzas abaixo do tom de corte em *pixels* brancos e os demais em pretos.

O método automático de segmentação proposto por Otsu (138) determina o tom de corte que maximiza uma medida de variância entre os dois modos do histograma. É um método muito eficiente e o mais popular em técnicas de processamento de imagens.

A Figura 3.18 apresenta um exemplo da aplicação desta técnica através da exibição da imagem segmentada e seu respectivo histograma com ponto de corte.



Figura 3.18: Segmentação da imagem

### 3.5.4 Pós-processamento

O objetivo do pós-processamento é corrigir os defeitos oriundos do processo de segmentação através de técnicas de morfologia matemática. Em geral, aplica-se uma sequência de filtros morfológicos a fim de realizar uma análise quantitativa dos *pixels*.

A primeira etapa empregada no pós-processamento consiste na operação de preenchimento dos buracos de objetos com contorno fechado. Em seguida, efetua-se a operação morfológica de remoção dos *pixels* isolados, ou seja, os *pixels* de valor 1 rodeados por *pixels* de valor 0 são excluídos. A última operação consiste na eliminação de objetos compostos por menos de 300 *pixels*. A Figura 3.19 apresenta a imagem binária após o pós-processamento.



Figura 3.19: Imagem binária após o pós-processamento

## 3.5.5 Extração de atributos

Esta etapa da análise digital de imagens consiste em medir as propriedade da imagem binária proveniente da etapa de pós-processamento. As medições podem ser classificadas como medidas de campo ou de regiões. As medidas de campo referem-se a imagem como um todo, enquanto as medidas de região são realizadas sobre os objetos segmentados. Esta última é o foco deste trabalho.

Para cada objeto da imagem, mede-se a área, perímetro, comprimento do maior e menor eixo, circularidade, diâmetro equivalente de um círculo com mesma área, centróide, as coordenadas de um retângulo circunscrito e dos pontos extremos do objeto. Essas coordenadas definem a posição da frente da interface e a largura máxima do objeto:

$$s(q) = \frac{EY(q)}{Cal} \tag{3-19}$$

sendo s a posição da frente da interface na direção vertical em milímetros, q a identificação de um quadro do vídeo, EY(q) a coordenada do ponto extremo do objeto na direção vertical avaliado em *pixels* e *Cal* o fator de calibração da imagem em pixel/mm.

$$D_w(q) = \frac{BB(q,x)}{Cal} \tag{3-20}$$

sendo  $D_w(q)$  a largura máxima em milímetros do objeto para cada imagem qanalisada e BB(q, x) a coordenada do menor retângulo circunscrito em cada imagem q na direção horizontal a qual é medida em *pixels*.

É importante esclarecer que a área é definida como a quantidade de *pixels* do objeto, logo possui unidade de *pixel*. Isso ocorre pois, em uma imagem binária, o *pixel* pode ser considerado um elemento de área. Portanto, deve-se converter a unidade de *pixel* para mm<sup>2</sup> através da divisão da área pelo quadrado do fator de calibração. Por exemplo, um objeto com área de 40.000 *pixels* e fator de calibração de 2 *pixels*/mm apresenta área real de 10.000 mm<sup>2</sup>.

Através dos atributos medidos, determina-se a velocidade da frente da interface v(t) entre pares de imagens conforme:

$$v(t) = \frac{s(q) - s(q-1)}{t(q) - t(q-1)}$$
(3-21)

sendo o tempo t(q) definido em segundos como

$$t(q) = \frac{qfStep}{fps} \tag{3-22}$$

onde fStep é a taxa de leitura dos quadros do vídeo e fps é o número total de quadros por segundo registrado pela câmera fotográfica. Observe que para vídeos curtos fStep = fps, indicando que todos os quadros do vídeo são processados.

A fim de minimizar a incerteza na determinação da velocidade terminal de queda dos objetos, realiza-se uma análise estatística dos valores calculados de velocidade em função do tempo. Avalia-se a presença de valores extremos no conjunto amostral. Esses valores podem representar falhas no cálculo da velocidade ou no processamento das imagens e devem ser excluídos do conjunto de dados.

Utiliza-se um dos testes mais comuns para exclusão de dados dispersos, a saber o teste de Grubbs (82). Este teste parte do princípio de que os dados fazem parte de uma distribuição normal. Detecta-se apenas um ponto extremo por vez, sendo este eliminado até que nenhum outro ponto extremo seja identificado. Neste método, testa-se duas hipóteses: (a) não há pontos extremos na amostra e (b) há exatamente um ponto extremo na amostra. Sendo assim, determina-se um valor crítico denominado critério de Grubbs:

$$Z_i = \frac{max \left| Y_i - \overline{Y} \right|}{s} \tag{3-23}$$

sendo  $Y_i$  um vetor com os dados de velocidade,  $\overline{Y}$  a média, s o desvio-padrão e *i* variando de 1 a N (número total de amostras). Observe que Z representa o módulo do maior desvio da média em unidade de desvio-padrão.

Em seguida, investiga-se a existência de pontos extremos acima  $(Y_{max})$ ou abaixo  $(Y_{min})$  da média conforme:

$$Z = \frac{\overline{Y} - Y_{min}}{s} \tag{3-24}$$

$$Z = \frac{Y_{max} - \overline{Y}}{s} \tag{3-25}$$

A hipótese de não haver pontos extremos no conjunto de dados é rejeitada

$$Z > \frac{N-1}{\sqrt{N}} \sqrt{\frac{t_{crit}^2}{N-2+t_{crit}^2}}$$
(3-26)

sendo  $t_{crit} = t_{\alpha/(2N),N-1}$  o inverso da função de distribuição acumulada t de Student com nível de significância  $\alpha/(2N)$  e N-2 graus de liberdade. Neste trabalho considera-se  $\alpha = 0.05$ .

Logo, determina-se a velocidade terminal de queda  $V_T$  dos objetos como a média das velocidades determinadas em regime permanente, após eliminação dos dados espúrios. A Figura 3.20 ilustra esse processo de obtenção da velocidade terminal.

$$V_T = \overline{v(t)} \tag{3-27}$$

Observe na Fig. 3.20 que os dados experimentais oscilam ao redor da média de modo praticamente discreto. Note que não há nenhum dado experimental (representados pelos círculos azuis) sobre a curva de média (linha vermelha). Essa variação é função da limitação do número de *pixels* na imagem e do fator de calibração.

Procedimento análogo foi realizado para determinar a largura média dos objetos, sendo

$$d = \overline{D_w(t)} \tag{3-28}$$

se



Figura 3.20: Velocidade em função da posição percorrida pelo objeto

### 3.6 Adimensionalização dos dados

Em um determinado fenômeno, sobre o qual deseja-se medir o efeito das variáveis independentes sobre uma variável dependente, é possível reduzir a quantidade dessas variáveis para simplificar o problema. O teorema dos Pi de Buckingham permite reduzir um problema de N variáveis dimensionais a um problema de N - r variáveis adimensionais. Estas são chamadas de parâmetros ou grupos  $\Pi$ , sendo que r representa o número mínimo de dimensões fundamentais para descrever cada uma das variáveis dimensionais.

Dois fenômenos físicos são considerados semelhantes se possuírem os mesmos valores de  $\Pi$ . Esses dois fenômenos são caracterizados por grandezas dimensionais tais que a sua combinação fornece os mesmos valores dos números  $\Pi$ . Assim, qualquer conclusão sobre um dos fenômenos, expressa por uma relação do tipo  $g(\Pi_1, \Pi_2, ..., \Pi_N) = 0$ , é imediatamente generalizada ao fenômeno fisicamente semelhante.

Com base no teorema dos Pi de Buckingham, uma adimensionalização dos dados é proposta para fluidos newtonianos e outra para fluidos não newtonianos.

#### 3.6.1

## Adimensionalização dos parâmetros governantes dos testes com fluidos newtonianos

A Figura 3.21 apresenta um desenho esquemático das duas configurações investigadas com fluidos newtonianos. A imagem da esquerda ilustra uma gota em queda dentro de um tubo e a da direita o escoamento de inversão por



Figura 3.21: Desenho esquemático do escoamento com fluidos newtonianos

gravidade no formato de um *slug*. Em ambas situações, o líquido mais pesado (líquido 2) é posicionado acima do mais leve (líquido 1).

Os parâmetros geométricos deste problema são o diâmetro do tubo D, o comprimento da seção transversal d do líquido 2 e seu comprimento axial L. As propriedades dos líquidos, a saber viscosidade  $\mu_1$  e  $\mu_2$ , a densidade  $\rho_1$ , a diferença de densidades  $\Delta \rho = \rho_2 - \rho_1$  e a tensão interfacial  $\sigma$  completam a lista de parâmetros governantes do escoamento.

As dimensões características do problema são o diâmetro do tubo D, as propriedades do líquido 1, a saber viscosidade  $\mu_1$  e densidade  $\rho_1$ , e a velocidade gravitacional  $\sqrt{gD}$ .

Os grupos adimensionais geométricos são a razão de diâmetros  $d^*$  e a razão entre o comprimento e o diâmetro do tubo  $L^*$ , definidos como

$$d^* = \frac{d}{D} \tag{3-29}$$

$$L^* = \frac{L}{D} \tag{3-30}$$

A diferença de densidades adimensional é definida como

$$\Delta \rho^* = \frac{\Delta \rho}{\rho_1} \tag{3-31}$$

e a razão de viscosidade é dada por

$$\mu^* = \frac{\mu_2}{\mu_1} \tag{3-32}$$

Em alguns casos, é interessante considerar a gravidade reduzida g' ao invés da aceleração da gravidade g a fim de incorporar o efeito do empuxo (41). Obtém-se g' através de um simples balanço de forças atuando no líquido 2, o qual está imerso no líquido 1. Neste caso ideal, os efeitos de parede, viscosos e interfaciais são desprezados. Sendo assim, o somatório de forças na direção y é

$$\sum_{P} F_y = F_W - F_B = \rho_2 V g - \rho_1 V g$$
(3-33)

sendo  $F_W$  o peso e  $F_B$  o empuxo.

Logo,

$$\sum F_y = \Delta \rho \, V \, g \tag{3-34}$$

sendo Vo volume de fluido deslocado.

Da segunda Lei de Newton,

$$\sum F = ma = (\rho_2 V)a \tag{3-35}$$

Substituindo a Eq. 3-34 na Eq. 3-35, obtém-se a aceleração

$$a = \frac{\Delta \rho}{\rho_2} g \tag{3-36}$$

Portanto, o líquido 2 escoa com aceleração igual a g' e a gravidade reduzida pode ser definida como

$$g' \equiv \frac{\Delta \rho}{\rho_2} g \tag{3-37}$$

Forças viscosas, gravitacionais e interfaciais são relevantes nos escoamentos investigados. Os parâmetros adimensionais usados para quantificar a importância relativa dessas forças são o número de Galileo Ga, que representa a razão entre as forças gravitacionais e viscosas,

$$Ga = \frac{\Delta \rho g D A}{\mu_1 V / D A} = \frac{\Delta \rho g D^2}{\mu_1 \sqrt{g' D}} = \frac{\rho_2 g' D^2}{\mu_1 \sqrt{g' D}}$$
$$Ga = \frac{\rho_2}{\rho_1} \cdot \frac{\rho_1 \sqrt{g' D} D}{\mu_1}$$
(3-38)

e  $\sigma^*$  que apresenta a razão entre as forças devido à tensão interfacial e as forças gravitacionais, representado por

$$\sigma^* = \frac{\sigma}{\Delta \rho g D^2} \tag{3-39}$$

Observe que  $\sigma^*$  é equivalente ao inverso do número de Bond, o qual usualmente é empregado em problemas de convecção livre com interface entre os fluidos.

A velocidade terminal adimensional é definida como

$$V^* \equiv \frac{V}{\sqrt{g'}D} \tag{3-40}$$

Note que  $V^*$  é análogo ao número de Froude, ou seja, apresenta a razão entre as forças de inércia e as forças gravitacionais<sup>4</sup>. A velocidade característica  $\sqrt{g'D}$  que aparece nas Eqs. (3-38) and (3-40) é a velocidade que o líquido 2, o qual está imerso no líquido 1, atingiria após um deslocamento vertical de D/2, partindo do repouso e considerando a situação ideal descrita anteriormente. Contudo, a partir da Equação de Torricelli, obtém-se

$$V_c^2 = V_0^2 + 2g'\frac{D}{2}$$
(3-41)

$$V_c = \sqrt{g'D} \tag{3-42}$$

Como a força dominante no sistema é a força gravitacional, os parâmetros adimensionais governantes apresentados acima foram definidos através de comparações entre as forças atuantes no tampão e a força gravitacional. É interessante observar que é possível correlacionar as forças secundárias entre si através das relações descritas acima. Note que o número de Reynolds, Re, pode ser definido como a relação entre forças de inércia e viscosas através de

$$Re = \frac{\rho_1 V D}{\mu_1} = V^* \cdot Ga \tag{3-43}$$

O número de capilaridade, Ca, que correlaciona as forças viscosas com interfaciais é dado por

$$Ca = \frac{\mu_1 \sqrt{g'D}}{\sigma} = \frac{1}{Ga \cdot \sigma^*} \tag{3-44}$$

O número de WeberWe,razão entre forças inerciais e interfaciais, é definido como

$$We = \frac{\rho_2 V \sqrt{g' D} D}{\sigma} = \frac{V^*}{\sigma^*} \tag{3-45}$$

Uma vez determinados os grupos adimensionais, pode-se predizer a relação funcional entre eles. Entretanto, como o problema em questão possui 7 grupos adimensionais, considera-se o caso de semelhança incompleta e nos deparamos com problemas intrínsecos da mudança de escala. Uma preocupação

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>Optou-se pela mudança de nomenclatura pois Fr em geral é empregado em problemas que descrevem fluxos com efeitos de superfícies livres relevantes, como por exemplo a formação de ondas na superfície de um fluxo.
no modelo utilizado diz respeito aos efeitos de tensão interfacial que são desprezíveis em operações de campo.

Observe que o escoamento de uma gota ou de um *slug* é influenciado por uma gama de parâmetros governantes, a saber D, d, L,  $\mu_1$ ,  $\mu_2$ ,  $\rho_1$ ,  $\Delta\rho$ ,  $\sigma$  e g. Essa lista poderia ser mais extensa caso fossem considerados efeitos térmicos, magnéticos e elétricos presentes em outras aplicações. Contudo, é extremamente difícil realizar um estudo paramétrico experimental com tantas variáveis. Portanto, convém destacar que a determinação dos grupos adimensionais é fundamental para correta interpretação dos resultados.

### 3.6.2

# Adimensionalização dos parâmetros governantes dos testes com fluido não newtoniano

A Figura 3.22 apresenta um desenho esquemático do escoamento de inversão por gravidade com fluido não newtoniano. O líquido de cima, elastoviscoplástico e mais denso, é representado pelo índice 2 e o líquido newtoniano é representado pelo índice 1.



Figura 3.22: Desenho esquemático do escoamento considerando fluido não newtoniano

Ao comparar as Figs. 3.21 e 3.22 note que a diferença refere-se ao parâmetro governante d. No caso não newtoniano, em geral não há formação de slug, logo d não é constante em velocidade terminal. Sendo assim, desconsidera-

se d<sup>\*</sup>. Os demais parâmetros adimensionais, a saber,  $L^*$ ,  $\Delta \rho^*$ ,  $\mu^*$ , Ga,  $\sigma^* \in V^*$ , são aqui considerados.

Entretanto, no caso de  $\mu^*$ , a viscosidade do fluido newtoniano  $\mu_2$  da Eq. D-2 é substituída pela viscosidade do fluido não newtoniano  $\eta_2(\dot{\gamma})$ . Esta é avaliada na taxa de deformação característica,  $\dot{\gamma}_c$ , definida como

$$\dot{\gamma_c} = \frac{V}{D} \tag{3-46}$$

Logo,

$$\begin{cases} \eta_2(\dot{\gamma}_c) = \tau_y / \dot{\gamma}_c + k \dot{\gamma}_c^{n-1}, & \text{se } \tau > \tau_y \\ \dot{\gamma}_c = 0 \quad e \quad \eta_{2,c}(\dot{\gamma}_c) \to \infty, & \text{caso contrário.} \end{cases}$$
(3-47)

e consequentemente

$$\begin{cases} \mu^*(\dot{\gamma}_c) = \eta_2(\dot{\gamma}_c)/\mu_1, & \text{se } \tau > \tau_y \\ \mu^*(\dot{\gamma}_c) \to \infty, & \text{caso contrário.} \end{cases}$$
(3-48)

Outro parâmetro adimensional que descreve o escoamento é  $\tau_y^*$ , o qual é resultado do balanço de forças do tampão em equilíbrio estático. A Figura 3.23 ilustra as forças atuantes, sendo  $F_W$  o peso do tampão,  $F_B$  a força de empuxo e  $F_{\mu}$  as forças viscosas. Essa análise somente é válida se as forças interfaciais forem desprezíveis.



Figura 3.23: Balanço de forças do tampão sob equilíbrio estático

Para condição de equilíbrio estático,

$$\sum F_y = 0$$

Sendo assim,

$$F_W - F_\mu - F_B = 0$$

$$\rho_2 \forall g - \rho_1 \forall g - \tau_w A = 0$$

sendo  $\tau_w$  a tensão na parede,  $\forall = \pi D^2 L/4$  e  $A = \pi DL$ . Logo,

$$\frac{4\tau_w}{\Delta\rho gD} = 1 \tag{3-49}$$

Sendo assim, a tensão limite de escoamento adimensional  $\tau_y^*$  é definida no limite quando  $\tau_w$  é igual a  $\tau_y$ ,

$$\tau_y^* = \frac{4\tau_y}{\Delta\rho gD} \tag{3-50}$$

Uma análise de equilíbrio é realizada a partir do balanço de forças do tampão em equilíbrio estático descrito na Fig. 3.23 e a partir das Equações 3-40, 3-48, 3-46 e 3-50. A tensão limite de escoamento adimensional  $\tau_y^*$  e a razão de viscosidade são relacionadas com a velocidade adimensional  $V^*$  a fim de determinar se o tampão escoa ou não. A velocidade terminal adimensional caracteriza a transição da zona com velocidade nula para não nula. Analogamente, analise-se a razão de viscosidade crítica  $\mu_c^*$  com esta mesma finalidade.

O estudo da estática de um corpo é caracterizado por duas condições: a soma das forças que atuam sobre o corpo deve ser zero, assim como o somatório dos torques. O comportamento deste corpo sob influência de uma perturbação define as condições de equilíbrio. No caso do posicionamento do tampão, há essencialmente três regimes: estável, quase-estável e instável.

O equilíbrio é dito estável se as forças viscosas são altas o suficiente para neutralizar os efeitos das forças gravitacionais ( $\mu^* \ge \mu_c^*$ ) e manter o tampão estático ( $V^* = 0$ ). Caso contrário, o regime é considerado instável ( $\mu^* < \mu_c^*$ ) e há escoamento do tampão ( $V^* \ne 0$ ). A exceção ocorre na faixa de valores de  $\mu^*$  na qual a velocidade é muito pequena e tende a zero. Essa zona caracteriza o regime quase-estável.

## 4 Resultados e discussão

## 4.1 Resultados obtidos com fluidos newtonianos

4.1.1 Testes preliminares

## 4.1.1.1 Queda de esferas rígidas dentro de um tubo com fluido newtoniano

Foram realizados testes preliminares com esferas rígidas de aço a fim de verificar a metodologia de processamento de imagens e a escolha das correlações empregadas para determinar o fator de parede f necessário para o cálculo da velocidade terminal (vide seção 4.1.3.1).

Testes foram realizados com uma esfera com d = 3.96 mm em queda dentro de um tubo com D = 25.4 mm. Inicialmente, o tubo foi preenchido com uma solução aquosa com 60% v/v de etanol a 24°C ( $\rho = 908.9 \text{ Kg/m}^3$ ,  $\mu = 2.313 \text{ mPa.s}$ ). Após equilíbrio térmico, a esfera foi posicionada no centro do tubo e projetada de uma altura H = 15D com velocidade inicial nula. Paralelamente, um video foi gerado para permitir a visualização do movimento da esfera. Por fim, a velocidade terminal foi medida e comparada com valores obtidos através das Eqs. da seção 4.1.3.1.

A Figura 4.1 apresenta a comparação dos resultados obtidos. A curva azul apresenta a evolução da velocidade com a posição de uma esfera rígida em queda em meio infinito. O círculo vermelho apresenta o resultado obtido experimentalmente e o asterisco magenta apresenta o resultado experimental desconsiderando os efeitos de parede (extrapolação para meio infinito). Observe que há uma boa concordância entre os resultados. Note que a região de velocidade terminal pode ser sempre prevista antes da execução de um experimento. Isso facilita a escolha dos fluidos a serem investigados pois permite selecionar propriedades que acarretem velocidade terminal.

Um dos principais problemas observados refere-se à baixa freqüência do video gerado. A câmera Canon EOS 7D impõe uma limitação de 60 fps com resolução espacial de 1280 x 720 pixels. Entretanto, para visualizarmos o



Figura 4.1: Queda de esferas rígidas em meio infinito e dentro de um tubo: comparação entre dados teóricos e experimentais

movimento da esfera é necessário um número maior de fotos por segundo em função da alta velocidade de queda. Sendo assim, os pares de fluidos a serem investigados devem ser selecionados de modo que baixas velocidades sejam atingidas para que os contornos dos fluidos sejam bem identificados.

#### 4.1.1.2

## Escoamento de inversão por gravidade

Testes preliminares de escoamento de inversão por gravidade com fluidos newtonianos foram realizados com objetivo de definir e aprimorar a bancada experimental. Concomitantemente, investigou-se a influência da razão de viscosidade no escoamento. Foram realizados testes com dois pares de fluidos de modo que o fluido de cima é sempre mais denso porém menos viscoso que o fluido de baixo.

Neste primeiro instante, a bancada experimental é mais simples que a versão definitiva e com diversas limitações. A Figura 4.2 (a) apresenta uma fotografia da seção de testes e Fig. 4.2 (b) ilustra o procedimento experimental. Além do tubo de acrílico, essa bancada é composta por um suporte para posicionamento e alinhamento do tubo, uma bomba de vácuo, um pissete e um ar condicionado para controle de temperatura. O procedimento experimental consiste em preencher o tubo com o fluido menos denso (e mais viscoso) através

da bomba de vácuo a fim de ocupar um volume equivalente a L = 10D. Em seguida, posiciona-se o fluido mais denso na interface com um pissete. Por fim, o tubo é rotacionado manualmente e fotografias do escoamento registram a evolução temporal da interface.



Figura 4.2: Fotografia da bancada experimental empregada no estudo preliminar com fluidos newtonianos

O primeiro par de fluidos estudado é composto por água e óleo Lubrax GL-05. A viscosidade  $\mu$ , densidade  $\rho$  e tensão superficial  $\Gamma$  de cada fluido é apresentada em função da temperatura T nas Tabelas 4.1 e 4.2. A tensão interfacial  $\sigma$  é estimada como a diferença entre as tensões superficiais (7).

$T_1$ [°C]	18	20	21	22	24
$ ho_1  [{ m Kg/m^3}]$	954.0	952.8	952.1	950.7	950.0
$\mu_1$ [Pa.s]	33.35	25.85	22.61	19.70	14.89
$\Gamma_1  [mN/m]$	39.00	36.60	35.40	34.20	31.80

Tabela 4.1: Propriedades do óleo Lubrax GL-05

Tabela 4.2: Propriedades da água

$T_2$ [°C]	18	20	21	22	24
$\rho_2  [{\rm Kg/m^3}]$	999.5	999.2	998.9	998.3	997.1
$\mu_2 \text{ [mPa.s]}$	1.07	1.02	0.99	0.97	0.92
$\Gamma_2  [mN/m]$	73.03	72.73	72.58	72.43	72.13

A Fig. 4.3 apresenta um exemplo das imagens obtidas, sendo o óleo representado pela cor preta e a água pela tonalidade transparente. O conjunto

de fotografias apresenta, da esquerda para direita, a evolução temporal do escoamento ascendente de óleo. Pode-se observar que o óleo desloca-se para cima por um dos lados do tubo porém não é possível visualizar o escoamento da água. O óleo, de alta viscosidade, adere-se às paredes tornando impossível observar o movimento da água. Entretanto, pode-se afirmar que a água desloca-se para baixo devido a conservação de massa. Esse movimento de inversão dos fluidos é conhecido na literatura como escoamento lado-a-lado (*side-by-side*).



Figura 4.3: Teste com Lubrax GL-05 e água a 20°C e D = 34mm

Uma das limitações imposta pela escolha dos fluidos, refere-se à medição da velocidade. Mede-se diretamente a velocidade do óleo pois não é possível visualizar o escoamento da água. Contudo, o regime de escoamento é o ladoa-lado e, no instante terminal, em torno da metade do tubo é preenchida com cada fluido. Logo, espera-se que a velocidade da água seja próxima a do óleo. Embora haja uma incerteza associada à essa aproximação, as tendências qualitativas dos parâmetros adimensionais se mantém.

A Figura 4.4 apresenta um gráfico com os dados, na forma adimensional, obtidos com Lubrax GL-05 e água em diferentes temperaturas (T = 18, 20, 21, 22 e 24°C) e diâmetros (D = 16, 20, 22, 24, 26, 32, 34 e 44mm). Todos os resultados foram obtidos com  $\Delta \rho^* = 0.05$  e  $L^* = 5$ .

A Figura 4.4 ilustra a influência da viscosidade. Para todos os valores de  $\mu^*$  investigados, pode-se observar que conforme 1/Ga aumenta,  $V^*$  diminui. Isso significa que, conforme as forças viscosas tornam-se mais significativas, a velocidade terminal adimensional diminui. Em geral também foi observado que, para um mesmo valor de 1/Ga, quanto maior  $\mu^*$ , menor  $V^*$ . Ou seja, quanto maior a viscosidade do fluido de cima, maior a resistência ao escoamento e consequentemente menor é a velocidade de inversão.

A Figura 4.5 ilustra a influência da tensão interfacial. Não houve inversão dos fluidos ( $V^* = 0$ ) para os testes realizados com os menores diâmetros de cada par de fluidos ( $\sigma^* < 0.2$ ). Esse comportamento é função da tensão interfacial



Figura 4.4: Velocidade terminal adimensional em função de 1/Gapara Lubrax GL-05 e água

visto que conforme esta aumenta há uma força adicional no tampão que inibe o escoamento. Pode-se observar que para um valor fixo de  $\sigma^*$ ,  $V^*$  aumenta com  $\mu^*$ .

Um segundo par de fluidos newtonianos foi investigado, a saber solução aquosa com 45% v/v de etanol e óleo de soja. As respectivas propriedades são apresentadas nas Tabelas 4.3 e 4.4. A tensão interfacial apresenta os seguintes valores em ordem crescente de temperatura: 7.30, 6.40, 4.90 e 2.80 mN/m.

Tabela 4.3: Propriedades do óleo de soja

$T_1 \ [^{\circ}C]$	18	20	22	24
$\rho_1 \; [{\rm Kg/m^3}]$	921.90	919.9	918.7	917.7
$\mu_1 \text{ [mPa.s]}$	65.80	59.96	55.60	51.67

Tabela 4.4: Propriedades de solução aquosa com 45% de etanol

$T_2 \ [^{\circ}\mathrm{C}]$	18	20	22	24
$\rho_2  [{\rm Kg/m^3}]$	942.0	941.0	940.0	939.0
$\mu_2 \text{ [mPa.s]}$	5.57	5.15	4.80	4.49



Figura 4.5: Velocidade terminal adimensional  $V^*$  em função de  $\sigma^*$  para Lubrax GL-05 e água

Baseada na experiência obtida durante os testes com Lubrax GL-05, adaptou-se a bancada da Fig. 4.2 para aprimorar o controle de temperatura, a interface no início do teste e a visualização do escoamento. A Figura 4.6 ilustra a bancada experimental adaptada. O procedimento experimental consiste em manter o reservatório com água conectado a um banho de circulação externa. Após o equilíbrio térmico, coloca-se a seção de teste no suporte dentro do reservatório. O tubo é preenchido com o fluido menos denso e a seguir o fluido mais denso é posicionado com um pissete. Um video é realizado para visualizar a interface entre os fluidos e a velocidade de inversão das fases é mensurada.

Foram feitos testes em diferentes temperaturas (T = 18, 20, 22 e 24°C) e diâmetros (D = 16, 20, 22, 24, 26, 34 e 44mm) e a velocidade do fluido mais denso foi mensurada. Todos os resultados foram obtidos com  $\Delta \rho^* = 0.02$  e  $L^* = 5$ .

A Figura 4.7 ilustra um resultado típico obtido com solução aquosa de 45% v/v de etanol posicionada acima de óleo de soja, a T = 24°C e D = 22 mm. O óleo é representado pela cor amarela e a solução de etanol pela tonalidade preta, obtida com acréscimo de corante. Observa-se que o fluido mais denso escoa pela região central do tubo enquanto o fluido menos denso sobe pelas paredes. Esse tipo de escoamento é denominado escoamento anular



Figura 4.6: Fotografia da bancada experimental aprimorada empregada no estudo preliminar com fluidos newtonianos

(core-annular flow).



Figura 4.7: Evolução temporal de teste com solução aquosa com 45% de etanol e óleo de soja a 24°C e D = 22mm

As Figuras 4.8 e 4.9 apresentam  $V^*$  em função de 1/Ga e  $\sigma^*$ , respectivamente. Observa-se o mesmo comportamento qualitativo verificado nas Figs. 4.4 e 4.5:  $V^*$  diminui conforme 1/Ga e  $\sigma^*$  aumentam. Na Figura 4.8, para um mesmo valor de 1/Ga, pode-se observar que conforme  $\mu^*$  aumenta  $V^*$  diminui.

A Figura 4.9 apresenta a influência da tensão interfacial. Em antinomia a Fig. 4.5, observou-se a presença de escoamento em todos os casos investigados. Ademais, pode-se observar que conforme  $\sigma^*$  aumenta a  $V^*$  diminui e tende para um valor em torno de 0.02.

Ao comparar as Fig. 4.3 e 4.7, observa-se que houve uma mudança significativa do tipo de regime de escoamento com a alteração das propriedades



Figura 4.8: Velocidade terminal adimensional em função de 1/Ga para solução aquosa com 45% v/v de etanol e óleo de soja



Figura 4.9: Velocidade terminal adimensional em função de  $\sigma^*$ para solução aquosa com 45% v/v de etanol e óleo de soja

dos fluidos. Nota-se que tampões mais viscosos apresentam menor velocidade de queda.

Os testes preliminares foram fundamentais para definir a versão final da bancada experimental, assim como para aperfeiçoar as técnicas de visualização do escoamento e tratamento de imagens. Com base nos resultados obtidos e nas dificuldades enfrentadas, os experimentos com fluidos newtonianos da subseção seguinte foram planejados e executados.

## 4.1.2 Resultados experimentais

Foram realizados experimentos com pares de fluidos newtonianos, sendo o fluido de cima mais denso e mais viscoso que o fluido de baixo. Executaramse testes com soluções aquosas com 57.5, 58.5 e 60% v/v de etanol e óleo de soja a 24°C e D = 44 mm. As propriedades desses fluidos são apresentadas na Tab. 4.5. A tensão interfacial  $\sigma$  é estimada como a diferença entre as tensões superficiais (7). Sendo assim,  $\sigma$  é igual a 6.075, 5.900 e 5.475, respectivamente.

Tabela 4.5: Propriedades dos fluidos Newtonianos a T=24°C

Fluido	$ ho  [{ m Kg/m^3}]$	$\mu \ [\mathrm{mPa.s}]$	$\Gamma [mN/m]$
Óleo de soja	917.7	51.370	34.650
Solução aquosa com $60\%$ de etanol	908.9	2.433	29.175
Solução aquosa com $58.5\%$ de etanol	911.1	2.445	28.750
Solução aquosa com $57.5\%$ de etanol	912.5	2.454	28.575

As forças gravitacionais, resultantes da diferença de densidade entre os fluidos, são dominantes nos escoamentos em análise. Em geral, há um escoamento bi-direcional, no qual o fluido mais denso move-se para baixo deslocando o menos denso para cima. As Figuras 4.10, 4.11 e 4.12 ilustram os padrões de escoamento tipicamente observados. São representadas a evolução temporal de gotas esféricas, elipsoidais e escoamento de inversão por gravidade, respectivamente.

Resultados experimentais demonstram que as gotas são esféricas quando  $d^* \leq 0.15$ . Conforme o volume da gota aumenta, os efeitos de parede tornamse mais pronunciados e o formato esférico da gota é convertido em formato elipsoidal, vide Fig. 4.11. Para volumes ainda maiores de gota, observa-se a formação de um *slug* que geralmente ocorre quando  $d^* \gtrsim 0.8$ .

Em escoamentos de inversão por gravidade com fluidos newtonianos, a situação de equilíbrio é usualmente instável, ou seja, o fluido de cima (mais denso) tende a descer deslocando o menos denso para cima. Entretanto, nem sempre há uma inversão das posições dos fluidos. A exceção ocorre quando o sistema está sob influência das forças devidas à tensões interfaciais. Neste caso é possível haver uma situação estável e estática, ou seja, sem movimento. Isso ocorre quando as forças interfaciais são contrabalançadas pelas forças gravitacionais. No caso aqui investigado, a situação estática ocorre quando  $\sigma^* \gtrsim 0.1$ , caso contrário observa-se um escoamento caracterizado pelo regime de *slug*.

Todos os testes de inversão por gravidade realizados com os fluidos da Tab. 4.5 apresentam o mesmo padrão de escoamento apresentado na Fig. 4.12. No início do escoamento observa-se o regime de escoamento lado-a-lado. Em seguida, o fluido mais denso descola-se das paredes e um escoamento anular, com fluido mais denso descendo pelo centro, desenvolve-se. Observe que o escoamento lado-a-lado mantém-se até a depleção do líquido 2 no topo. Esse escoamento descola-se das paredes e verte gotas que caem mais rápido e alcançam o *slug*. Por fim, essas gotas coalescem ao *slug*, entretanto esse acréscimo de massa não afeta a velocidade terminal.

Comparando com os resultados de Stevenson e Blake (163), o mesmo padrão de escoamento é observado, embora os fluidos deles sejam miscíveis (baixos  $\sigma^*$ ) e a densidade adimensional seja mais de uma ordem de grandeza



Figura 4.10: Evolução temporal de um gota esférica em queda dentro de um tubo



Figura 4.11: Evolução temporal de um gota elipsoidal em queda dentro de um tubo



Figura 4.12: Evolução temporal de um escoamento de inversão por gravidade caracterizado por regime de slug

maior que a aqui investigada para a mesma faixa de razão de viscosidade. Por outro lado, em oposição às observações de Beckett et al. (24), verificou-se que tanto a razão de viscosidade como efeitos de tensão interfacial governam o escoamento e, portanto, ambos devem ser considerados. Analogamente, Huppert e Hallworth (100) visualizaram escoamento anular com fluido menos denso no centro e propuseram um modelo teórico simples baseado somente no número de Reynolds.

O escoamento *core-annular flow* com a presença do fluido mais viscoso no centro está de acordo com as observações realizadas com escoamento de dois líquidos de diferentes viscosidades em escoamento uni-direcional (67, 114, 161, 162, 108). Uma afirmação interessante de Joseph e colaboradores (108) resume esse fenômeno de encapsulamento: "Líquidos muito viscosos odeiam trabalhar. Líquidos de baixa viscosidade são vítimas da preguiça dos fluidos mais viscosos porque são fáceis de empurrar."

Em geral, estima-se a forma da interface através do princípio de dissipação viscosa ou, de forma equivalente, pelo princípio de maximização da vazão volumétrica. O primeiro princípio assume que a interface é determinada a fim de minimizar a dissipação viscosa para uma determinada vazão enquanto o segundo princípio visa maximizar a vazão volumétrica para um dado gradiente de pressão (161, 108, 111). Everage (67) aplicou o princípio de minimização da dissipação viscosa a um escoamento uni-direcional de dois líquidos de diferentes viscosidades. Ele observou, teoricamente e experimentalmente, que a configuração otimizada de interface corresponde ao escoamento *core-annular flow* (concêntrico) com o fluido mais viscoso no centro. Por outro lado, Joseph et al. (109) investigaram numericamente o princípio de dissipação viscosa. Demonstraram que o escoamento é estável quando o fluido mais viscoso ocupa a maior parte do tubo. Portanto, há um escoamento concêntrico com o fluido mais viscoso no centro. Em contrapartida, observaram um escoamento instável quando há um maior volume do fluido menos viscoso. Desta forma, nem sempre o princípio de dissipação viscosa é válido. Contudo, torna-se nítida a importância dos efeitos viscosos e do volume dos fluidos na determinação do regime de escoamento.

Análise semelhante foi feita por kerswell (111) para escoamento de inversão por gravidade. Entretanto, o autor observou que o escoamento que maximiza a vazão volumétrica é sempre assimétrico. Por outro lado, Beckett et al. (24) observaram experimentalmente uma vazão menor que a prevista pelo princípio de maximização da vazão volumétrica para o regime *core-annular flow*. Isto implica que a posição da interface não é otimizada por este princípio e que análises mais complexas de estabilidade devem ser feitas para avaliar a evolução da forma da interface.

A seguir serão apresentados os resultados quantitativos (válidos) de gotas em queda e escoamento de inversão por gravidade. Foram descartados os resultados obtidos com gotas oscilando axialmente ou escoando excentricamente. Todos os testes de escoamento de inversão por gravidade foram realizados com  $L^* = 5$ , sendo assim a influência desse parâmetro não foi investigada. Entretanto, Barr (23) e Zukoski (177) afirmam que a velocidade terminal de uma bolha (ou gota) independe do comprimento se  $L^* \geq 1.5$ .

A Figura 4.13 apresenta velocidade terminal adimensional  $V^*$  em função do diâmetro adimensional  $d^*$ , para diferentes valores de  $\sigma^*$ . Todos os testes foram realizados com razão de viscosidade constante, sendo  $\mu^* = 21$ . Para cada  $\sigma^*$  foi observado que  $V^*$  aumenta até atingir um ponto máximo, em torno de  $0.40 < d^* < 0.47$ . Acima desta faixa, as paredes do tubo têm efeito dominante. Subsequentemente,  $V^*$  diminui e tende a zero quando  $d^* \rightarrow 1$ . Na presença de tensão interfacial e para um valor fixo de  $d^*$ ,  $V^*$  aumenta com o decréscimo de  $\sigma^*$ . A influência da tensão interfacial é minimizada quando  $\sigma^* \leq 0.1$ , visto que as curvas se sobrepõem.

A dependência da forma da gota com o diâmetro adimensional também pode ser observada na Fig. 4.13. Resultados experimentais demonstram que os efeitos de parede são desprezíveis para  $d^* \leq 0.15$  visto que as gotas são esféricas e  $V^*$  praticamente independe de  $\sigma^*$  (curvas de sobrepõem). O regime de *slug* é observado para  $d^* \gtrsim 0.8$ . Na faixa de  $0.15 \leq d^* \leq 0.8$  as gotas são elipsoidais, conforme ilustrado na Fig. 4.11.

A Figura 4.14 apresenta a velocidade máxima adimensional  $V_{max}^*$  em função da razão entre as forças viscosas e gravitacionais 1/Ga e a Fig. 4.15 apresenta  $V_{max}^*$  em função da razão entre forças interfaciais e gravitacionais  $\sigma^*$ .



Figura 4.13:  $V^*$  em função de  $d^*$  para diferentes  $\sigma^*$  considerando todos os fluidos newtonianos investigados

A partir da análise desses gráficos, fica evidente a predominância dos efeitos gravitacionais no escoamento. Todos os testes foram foram realizados na faixa de  $1/Ga \ll 0.1$ , o que implica que o fluido menos denso impõe baixa resistência viscosa em relação às forças gravitacionais. Por outro lado, a Fig. 4.15 indica que os efeitos devidos às tensões interfaciais reduzem  $V_{max}^*$ . Conforme  $\sigma^*$  tende a zero, a importância da influência da tensão interfacial cessa, logo espera-se que  $V_{max}^*$  tenda para um valor limite constante (177). Entretanto, devido a limitações experimentais, essa faixa de baixos valores de  $\sigma^*$  não foi investigada. É importante ressaltar que a influência de  $\Delta \rho^*$  em  $V_{max}^*$  torna-se mais pronunciada conforme  $\sigma^*$  e 1/Ga aumentam.

A dependência de  $V^*$  com o número de capilaridade também foi estudada. Os resultados experimentais foram comparados com as predições das correlações para escoamentos de deslocamento uni-direcional (70, 169, 36, 11, 63, 81, 88, 89). Entretanto, para todos os casos avaliados houve péssima concordância entre os resultados. Esse fato deve-se essencialmente às diferenças das situações físicas visto que os fluidos movem-se em direções opostas no escoamento de inversão por gravidade. Neste último, observa-se que a camada de filme na parede é sempre maior que a do caso unidimensional.

Existem diversos trabalhos na literatura de escoamentos unidirecionais de dois diferentes fluidos ao longo de um tubo dedicados à proposição de mapas



Figura 4.15:  $V^*_{max}$  em função de  $\sigma^*$ 

para correlacionar os padrões de escoamento aos parâmetros governantes. Visto que este tipo de escoamento é raramente estável (97, 149, 107), em geral pode-

se observar diversos regimes incluindo a formação de bolhas, *slugs* e escoamento anular. Seria interessante a elaboração de um mapa similar para escoamentos bidirecionais de inversão por gravidade.

### 4.1.3

# Comparação dos resultados experimentais com previsões empíricas e teóricas de velocidade terminal de escoamentos ideais

O principal objetivo de um processo de tamponamento de poços é que o fluido mais denso mantenha-se estático sobre o fluido menos denso. Essa situação é altamente instável no caso de fluidos newtonianos e, como consequência, suas posições se invertem. Entretanto, uma velocidade de inversão suficientemente baixa é capaz de assegurar o sucesso da operação de tamponamento. Sendo assim, é fundamental prever a velocidade terminal de queda do tampão para avaliar o comprometimento da operação.

A velocidade terminal de queda em escoamento de inversão por gravidade é função dos parâmetros geométricos, dinâmicos e reológicos. Devido a conservação de massa, se o fluido mais denso desloca-se para baixo, consequentemente o fluido mais leve deve deslocar-se para cima. Entretanto, não é óbvio como esse escoamento desenvolve-se. A Figura 4.16 apresenta possíveis padrões de escoamento. O fluido mais denso pode escoar no formato de gotas, em blocos ou *slugs*, pelo centro do tubo, por um dos lados ou de forma desordenada.



Figura 4.16: Possíveis padrões de escoamento em escoamento de inversão por gravidade: (a) caso ideal, (b) slug flow, (c) gotas e (d) múltiplas gotas

A velocidade terminal de queda de um tampão pode ser prevista através da aplicação da Dinâmica dos Fluidos Computacional. Essa é uma poderosa ferramenta capaz de predizer os campos de concentração, velocidade e pressão mediante um determinado custo computacional. A fim de estimar de forma rápida e simples a velocidade terminal de queda de um tampão de fluido newtoniano em queda dentro de um tubo com fluido newtoniano, uma velocidade crítica baseada em escoamentos ideais é proposta neste trabalho. Equações empíricas e analíticas de escoamentos simples foram avaliadas a fim de comparar os resultados previstos com os resultados experimentais. A determinação dos casos a serem estudados foi baseada na similaridade com escoamentos ideais, conforme exemplificado na Fig. 4.16. Foram investigadas esferas e cilindros em queda dentro de um tubo, além do escoamento de Hagen-Poiseuille.

O escoamento de Hagen-Poiseuille simula a queda livre de um único fluido, com densidade equivalente a  $\Delta \rho$ , dentro de um tubo. É um escoamento dominado pelos efeitos gravitacionais e sem resistência viscosa devido à ausência de outro fluido dentro do tubo.

O caso de um cilindro em queda dentro de um tubo preenchido com um fluido newtoniano é mais conservador, pois há uma força adicional, a saber força de arrasto, atuando no cilindro.

Para determinada combinação dos parâmetros governantes do processo de tamponamento de poços, é possível que o fluido mais denso desloque-se no formato de gotas. Sendo assim, foi avaliada a queda de esferas rígidas dentro de um tubo preenchido com um fluido newtoniano. Dentre os casos investigados, esse é o mais conservador.

A situação da queda de múltiplas esferas dentro de um tubo preenchido com um fluido newtoniano não foi considerada pois seria um caso extremamente conservador, isto é, a velocidade terminal de uma única esfera é sempre maior que a velocidade de múltiplas esferas (105).

A partir da análise de diversos escoamentos ideais, pretende-se propor uma velocidade característica que represente quantitativamente a queda de um tampão. As seções a seguir descrevem cada um dos escoamentos investigados e apresentam suas respectivas velocidades terminais.

## 4.1.3.1

#### Queda de uma esfera rígida em meio contendo fluido newtoniano

A velocidade terminal de uma esfera rígida em queda dentro de um tubo preenchido com fluido newtoniano é obtida em função da velocidade terminal dessa mesma esfera em queda em um meio infinito. Sendo assim, deve-se primeiro analisar o escoamento em meio infinito, desconsiderando os efeitos de parede.

Desta forma, a Fig. 4.17 ilustra as forças que atuam sobre uma esfera rígida em queda em um meio infinito contendo fluido newtoniano, sendo  $F_D$  a força de arrasto, P o peso e E o empuxo. A partir do balanço dessas forças e de correlações da literatura para determinar o coeficiente de arrasto, determinase a velocidade terminal em função dos parâmetros governantes. Considera-se fluido incompressível, processo isotérmico, escoamento desenvolvido, laminar e permanente.



Figura 4.17: Forças atuantes em uma esfera rígida em queda em um meio infinito contendo fluido newtoniano

Considerando um meio infinito com densidade  $\rho_1$ , esfera com diâmetro de massa m, o balanço de forças da Fig. 4.17 é

$$\sum \vec{F}_{ext} = m\vec{a} \tag{4-1}$$

$$\sum dV \,\vec{f}_{ext} = \rho_1 \, dV \frac{DV}{Dt} \tag{4-2}$$

Logo,

$$\rho_1 \frac{DV}{Dt} = \vec{f}_c + \vec{f}_s = \vec{f}_g + \vec{f}_p + \vec{f}_\mu$$
(4-3)

onde  $f_c$  e  $f_s$  representam as forças volumétricas de corpo e de superfície, respectivamente. Nesse caso, as forças de corpo são descritas pelas forças gravitacionais,  $f_g$ , e as forças de superfície são representadas pelas forças de pressão,  $f_p$ , somadas às forças viscosas,  $f_{\mu}$ .

As forças gravitacionais são descritas através da relação do peso com empuxo da esfera:

$$F_g = P - E = \Delta \rho g V = \frac{\Delta \rho g \pi d^3}{6}$$
(4-4)

sendo  $\Delta \rho$  a diferença de densidade entre a esfera e o meio.

A força de arrasto é representada pela soma das forças de pressão com as forças viscosas e é descrita como:

$$\vec{F_D} = \vec{F_p} + \vec{F_\mu} \tag{4-5}$$

$$F_D = C_D \frac{1}{2} \rho_1 V^2 A_p = C_D \frac{1}{2} \rho_1 V^2 \left(\frac{\pi d^2}{4}\right)$$
(4-6)

sendo  $C_D$  o coeficiente de arrasto, V a velocidade da esfera e  $A_p$  a área projetada. O coeficiente de arrasto é função do número de Reynolds,  $Re_{\infty}$ , o qual é definido abaixo:

$$Re_{\infty} = \frac{\rho_1 V_{T_{\infty}} d}{\mu_1} \tag{4-7}$$

sendo  $\mu_1$  a viscosidade do meio.

Por definição, a velocidade terminal,  $V_{T_{\infty}}$  é atingida no instante que a aceleração é nula. Sendo assim,

$$\sum \vec{F}_{ext} = m \frac{d\vec{V}}{dt} = 0 \tag{4-8}$$

$$\vec{F}_{g} + \vec{F}_{p} + \vec{F}_{\mu} = 0 \tag{4-9}$$

Logo,

$$\frac{\Delta\rho g\pi d^3}{6} = C_D \frac{1}{2} \rho_1 V_{T_\infty}{}^2 \left(\frac{\pi d^2}{4}\right)$$

Reorganizando os termos obtém-se a velocidade terminal de uma esfera rígida em meio infinito como

$$V_{T_{\infty}} = \left(\frac{4\Delta\rho gd}{3\rho_1 C_D}\right)^{0.5} \tag{4-10}$$

Clift (47) propôs uma correlação entre o coeficiente de arrasto de uma esfera lisa e o número de Reynolds. Baseado em uma análise crítica de dados da literatura, obteve graficamente  $C_D$  em função de  $Re_{\infty}$ , conforme Fig. 4.18. Clift dividiu toda faixa de  $Re_{\infty}$  em 10 subintervalos, com uma distinta correlação para cada intervalo. A Equação 4-11 descreve essas correlações.



Figura 4.18: Coeficiente de arrasto de uma esfera lisa em função do número de Reynolds

$$C_D = \frac{24}{Re_\infty} \left( 1 + \frac{3Re_\infty}{16} \right), \qquad \text{se } Re_\infty < 0.01$$

$$C_D = \frac{24}{Re_{\infty}} \left( 1 + 0.1315 Re_{\infty}^{0.82 - 0.05 \log(Re_{\infty})} \right), \qquad \text{se } 0.01 \le Re_{\infty} \le 20$$

$$C_D = \frac{24}{Re_{\infty}} \left( 1 + 0.1935 Re_{\infty}^{0.6305} \right), \qquad \text{se } 20 < Re_{\infty} \le 260$$

$$C_D = 10^{1.6435 - 1.1242 \log(Re_\infty) + 0.1558 \log(Re_\infty)^2}$$
, se  $260 < Re_\infty \le 1500$ 

$$C_D = 10^{-2.4571 + 2.5558 \log(Re_{\infty}) - 0.9295 \log(Re_{\infty})^2 + 0.1049 \log(Re_{\infty})^3}, \text{ se } 1500 < Re_{\infty} \le 1.2 \cdot 10^4$$
$$C_D = 10^{-1.9181 + 0.6370 \log(Re_{\infty}) - 0.0636 \log(Re_{\infty})^2}, \text{ se } 1.2 \cdot 10^4 < Re_{\infty} \le 4.4 \cdot 10^4$$

$$C_D = 10^{-4.3390 + 1.5809 \log(Re_{\infty}) - 0.1546 \log(Re_{\infty})^2}, \qquad \text{se } 4.4 \cdot 10^4 < Re_{\infty} \le 3.38 \cdot 10^5$$

$$C_D = 29.78 - 5.3 \log (Re_{\infty}), \qquad \text{se } 3.38 \cdot 10^5 < Re_{\infty} \le 4 \cdot 10^5$$

$$C_D = 0.1 \log (Re_\infty) - 0.49,$$
 se  $4 \cdot 10^5 < Re_\infty \le 10^6$ 

$$C_D = 0.19 - \left(\frac{8 \cdot 10^4}{Re_\infty}\right), \qquad \text{se } 10^6 < Re_\infty$$

(4-11)

Conhecendo a velocidade terminal de uma esfera rígida em queda em um meio infinito, pode-se analisar a queda desta mesma esfera em um tubo preenchido fluido newtoniano. Sendo assim, a Fig. 4.19 ilustra essa situação.

A Figura 4.20 descreve as forças que atuam sobre essa esfera: força de arrasto,  $F'_D$ , e as forças gravitacionais representadas pela diferença entre a força peso P e o empuxo E. As paredes do tubo aumentam a resistência ao movimento da esfera, de modo que  $F'_D > F_D$ . Consequentemente, a velocidade terminal de uma esfera rígida dentro de um tubo,  $V_{T_{esf}}$ , é menor que a velocidade em meio infinito.

Um dos meios de quantificar os efeitos de parede na força de arrasto é através do fator de correção f. Este é definido como a razão entre a velocidade de uma esfera rígida em queda em um meio infinito contendo fluido newtoniano e a velocidade dessa mesma esfera dentro de um tubo. Desta forma, f varia entre 0 e 1, conforme:



Figura 4.19: Desenho esquemático de uma esfera rígida em queda dentro de um tubo preenchido fluido newtoniano



Figura 4.20: Forças atuantes em uma esfera rígida em queda dentro de um tubo preenchido fluido newtoniano

$$f = \frac{V_{T_{esf}}}{V_{T_{\infty}}} \tag{4-12}$$

Substituindo a equação 4-10 na equação acima, obtém-se a velocidade terminal:

$$V_{T_{esf}} = f \cdot \left(\frac{4\Delta\rho gd}{3\rho_1 C_D}\right)^{0.5}$$
(4-13)

O fator de correção f é função do número de Reynolds, Re, e da razão entre o diâmetro da esfera e do tubo,  $d^*$ . Existem diversas correlações para f na literatura, entretanto não foi encontrada uma única correlação capaz de descrever os valores de f para qualquer faixa de Re e  $d^*$ . Adicionalmente, dados experimentais, analíticos e numéricos indicam que o fator de correção independe de Re nos regimes viscoso e totalmente turbulento. Sendo assim, é conveniente apresentar as correlações de f em função do regime de escoamento.

A seguir apresentam-se as correlações selecionadas para determinar o fator de correção para cada tipo de regime de escoamento, além da definição dos valores críticos de transição entre os regimes.

#### 4.1.3.1.1 Região com regime viscoso

Uma das correlações mais utilizadas para descrever f na região de regime viscoso foi proposta por Haberman e Sayre (86). Eles desenvolveram uma expressão analítica para f válida para o intervalo de  $0 \le d^* \le 0.8$ :

$$f = \frac{1 - 2.105d^* + 2.0865d^{*3} - 1.7068d^{*5} + 0.72603d^{*6}}{1 - 0.75857d^{*5}}$$
(4-14)

#### 4.1.3.1.2 Região valores intermediários de número de Reynolds

Há poucos estudos numéricos acerca dos efeitos de parede na região que engloba valores intermediários do número de Reynolds. Também há uma escassez de correlações empíricas que descrevem f em função de  $d^* e Re_{\infty}$  nessa região. Dentre as opções da literatura, as equações 4-15 a 4-17 propostas por Kehlenbeck e DiFelice (110) se destacam. A Eq. 4-15 é válida para  $0 \le d^* \le 0.9$ .

$$f = \frac{1 - d^{*^{p}}}{1 + \left(\frac{d^{*}}{d_{0}^{*}}\right)^{p}} \tag{4-15}$$

onde  $d_0^* \in p$  são relacionados com o número de Reynolds através das equações abaixo.

$$d_0^* = \frac{0.283 + 0.0492 R e_\infty^{0.524}}{1 + 0.041 R e_\infty^{0.524}}$$
(4-16)

$$\begin{cases} p = 1.44 + 0.5466 R e_{\infty}^{0.434}, & \text{if } R e_{\infty} \le 35\\ p = 2.3 + 37.3 R e_{\infty}^{-0.8686}, & \text{if } R e_{\infty} > 35 \end{cases}$$
(4-17)

#### 4.1.3.1.3 Região em regime totalmente turbulento

Quando o escoamento é dominado pelas forças inerciais, Newton (135) propôs a seguinte expressão:

$$f = \frac{1 - d^{*2}}{\left(1 - 0.5d^{*2}\right)^2} \tag{4-18}$$

#### 4.1.3.1.4 Definição dos regimes de escoamento

O gráfico da Fig. 4.21 descreve a transição entre os regimes de escoamento para o caso da esfera em queda dentro de um tubo preenchido com fluido newtoniano. Pode-se observar uma forte dependência entre os valores críticos de  $Re \ e \ d^*$ . De acordo com Chhabra (43), devido a ausência de dados experimentais, não é possível determinar a transição entre os regimes para  $d^* > 0.8$ . Entretanto, uma boa estimativa para essa região é considerar a extensão das curvas apresentadas.



Figura 4.21: Transições entre os regimes de escoamento

As curvas da Fig. 4.21 foram inicialmente apresentadas por Chhabra (43), o qual usou um critério arbitrário para determinar a transição entre os regimes de escoamento. No caso do fim do regime viscoso, Chhabra (43) define o número de Reynolds crítico como o valor no qual o fator de correção  $f \in 5\%$  maior que o valor correspondente determinado pela equação 4-14. Sendo assim, esse critério foi aplicado a alguns resultados experimentais da literatura que resultaram nos valores limites do número de Reynolds representados pela curva contínua da Fig. 4.21. O início do regime totalmente turbulento é definido de forma similar: o número de Reynolds crítico é definido como sendo o valor no qual o fator de correção f equivale a 95% do valor previsto pela equação 4-18 para um valor fixo de  $d^*$ . Baseado nesse critério, valores críticos do número de Reynolds foram determinados a partir da dados da literatura e seus respectivos resultados são representados pela curva pontilhada da Fig. 4.21.

## 4.1.3.2 Cilindro em queda dentro de um tubo preenchido fluido newtoniano

A Figura 4.22 ilustra um desenho esquemático de um cilindro em queda dentro de um tubo contendo fluido newtoniano.

Para determinar a velocidade terminal de queda do cilindro, deve-se analisar separadamente as forças que atuam no cilindro e no fluido (29). Sendo assim, a primeira parte dessa análise consiste em avaliar o escoamento do fluido no espaço anular definido entre o cilindro e o tubo. Considera-se um tubo com volume fixo (com conservação de massa) e sem deslizamento nas paredes. As hipóteses assumidas são:



Figura 4.22: Desenho esquemático de um cilindro em queda dentro de um tubo contendo fluido newtoniano.

- Fluido newtoniano;
- Fluido incompressível;
- Processo isotérmico;
- Simetria angular;
- Escoamento desenvolvido;
- Escoamento para cima pelo espaço anular;
- Escoamento laminar;
- Escoamento avaliado no regime permanente.

O perfil de velocidade e as condições de contorno do escoamento na seção transversal entre o cilindro e o tubo são ilustrados no desenho esquemático da Fig. 4.23.

Considerando conservação de massa,

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \vec{V}) = 0 \tag{4-19}$$

sendo  $\partial \rho / \partial t = 0$ , obtém-se

$$\nabla \cdot \vec{V} = 0 \tag{4-20}$$

Logo,

$$\vec{V} = v_z(r)\vec{k} \tag{4-21}$$

As condições de contorno são:

$$\begin{cases} r = D/2 \rightarrow v_z = 0\\ r = d/2 \rightarrow v_z = -V_{T_{cil}} \end{cases}$$
(4-22)

A partir da equação de conservação da quantidade de movimento linear,



Figura 4.23: Desenho esquemático de um fluido aproximado como um cilindro em queda dentro de um tubo com fluido newtoniano: perfil de velocidade

$$\sum \vec{F}_{ext} = m\vec{a} \tag{4-23}$$

$$\sum dV \,\vec{f}_{ext} = \rho \, dV \frac{DV}{Dt} \tag{4-24}$$

$$\rho \frac{D\vec{V}}{Dt} = \vec{f}_c + \vec{f}_s = \vec{f}_g + \vec{f}_p + \vec{f}_\mu$$
(4-25)

onde  $f_c$  e  $f_s$  representam as forças volumétricas de corpo e de superfície, respectivamente. Nesse caso, as forças de corpo são descritas pelas forças gravitacionais,  $f_g$ , e as forças de superfície são representadas pelas forças de pressão  $f_p$  somadas às forças viscosas  $f_{\mu}$ .

Logo,

$$\rho \frac{D\vec{V}}{Dt} = \rho \vec{g} - \vec{\nabla} P + \nabla \cdot \vec{\tau}$$
(4-26)

Na direção z,

$$\rho\left(\frac{\partial v_z}{\partial t} + v_r \frac{\partial v_z}{\partial r} + \frac{v_\theta}{r} \frac{\partial v_z}{\partial \theta} + v_z \frac{\partial v_z}{\partial z}\right) = -\Delta\rho g_z - \frac{\partial p}{\partial z} + \mu_1 \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial v_z}{\partial r}\right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 v_z}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 v_z}{\partial z^2}\right]$$
(4-27)

Considerando as hipóteses assumidas,

$$-\Delta\rho g_z - \frac{\partial p}{\partial z} + \mu_1 \left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial v_z}{\partial r} \right) \right] = 0$$
(4-28)

Reorganizando,

$$-\Delta\rho g_z - \frac{\partial p}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial \left(r\tau_{rz}\right)}{\partial r} = 0$$
(4-29)

Obtém-se:

$$\frac{1}{r}\frac{\partial \left(r\tau_{rz}\right)}{\partial r} = \Delta\rho g_z + \frac{\partial p}{\partial z} = K$$
(4-30)

sendo K uma constante.

Assim,

$$\tau_{rz}(r) = \frac{Kr}{2} + \frac{C1}{r} = \mu_1 \frac{\partial v_z}{\partial r}$$
(4-31)

Integrando obtém-se:

$$v_z(r) = \frac{Kr^2}{4\mu_1} + \frac{C1}{\mu_1}\ln r + C2$$
(4-32)

Aplicando as condições de contorno,

$$v_z(r) = \frac{\Delta P}{4\mu_1 L} \left[ R^2 \left( \left(\lambda^2 - 1\right) + \left(1 - d^{*2}\right) \frac{\ln \lambda}{\ln d^*} \right) \right) + \frac{V_{T_{cil}} \ln \left(\frac{1}{\lambda}\right)}{\ln d^*}$$
(4-33)

sendo  $\lambda = \frac{r}{R} \in D = 2R.$ 

Considerando conservação de massa, a vazão volumétrica pode ser descrita conforme

$$Q = \int_0^{2\pi} \int_{d/2}^{D/2} v_z(r) r dr d\theta = V_{T_{cil}} A_t$$
(4-34)

sendo  $A_t = \pi d^2/4$ .

Logo, a velocidade no espaço anular é descrita em função de r como

$$v_{z}(r) = -\frac{V_{T_{cil}}\left[\left(1 - \lambda^{2}\right) - \left(1 + d^{*2}\right)\ln\left(\frac{1}{\lambda}\right)\right]}{\left(1 - d^{*2}\right) - \left(1 + d^{*2}\right)\ln\left(\frac{1}{d^{*}}\right)}$$
(4-35)

A segunda parte da análise do problema refere-se ao balanço de forças que atuam no cilindro, conforme ilustrado na Fig. 4.24.



Figura 4.24: Balanço de forças no cilindro.

A partir da consideração da conservação da quantidade de movimento linear,

$$\sum \vec{F}_{ext} = m\vec{a} \tag{4-36}$$

$$\rho \frac{D\vec{V}}{Dt} = \vec{f}_c + \vec{f}_s = \vec{f}_g + \vec{f}_p + \vec{f}_\mu$$
(4-37)

As forças gravitacionais são representadas pela diferença entre a força peso e o empuxo, conforme equação abaixo:

$$F_g = P - E = \Delta \rho g V = \frac{\Delta \rho g \pi d^2 L}{4}$$
(4-38)

As forças de pressão são definidas como:

$$F_p = \Delta P A_t \tag{4-39}$$

Sendo,

$$F_p = -\int_0^L \frac{\partial P}{\partial z} dz \frac{\pi d^2}{4} \tag{4-40}$$

e  $\tau(d/2)$  determinado pela equação 4-31, sendo  $C1 = \left[-V_{T_{cil}} + \frac{\Delta P}{4\mu_1 L}R^2(1-\lambda^2)\right]/ln\lambda.$ Logo,

$$F_{p} = \frac{4V_{T_{cil}}L\pi d^{2}}{D^{2}\left[\left(1 - d^{*2}\right) - \left(1 + d^{*2}\right)\ln\left(\frac{1}{d^{*}}\right)\right]}$$
(4-41)

As forças viscosas são definidas como

$$F_{\mu} = -\tau A_t = -\pi dL \tau = -\pi dL \mu_1 \frac{dv_z}{dr}\Big|_{r=d}$$
(4-42)

Assim,

$$F_{\mu} = -2\mu_1 V_{T_{cil}} \pi d^* L \left[ \frac{2d^* - \left(1 + d^{*2}\right) \left(\frac{1}{d^*}\right)}{\left(1 - d^{*2}\right) - \left(1 + d^{*2}\right) \ln\left(\frac{1}{d^*}\right)} \right]$$
(4-43)

Através da substituição das equações 4-38, 4-41 e 4-43 na equação 4-36, obtém-se a velocidade terminal do cilindro em queda dentro de um tubo:

$$V_{T_{cil}} = \frac{\Delta \rho g d^2}{8\mu_1} \left( \ln \frac{1}{d^*} - \frac{1 - d^{*2}}{1 + d^{*2}} \right)$$
(4-44)

## 4.1.3.3 Escoamento de Hagen-Poiseuille

A Figura 4.25 ilustra um desenho esquemático de um fluido escoando dentro de um tubo. Esse escoamento pode ser modelado como o escoamento de Hagen-Poiseuille (29). Considera-se que o líquido escoa para baixo devido a influência da diferença de pressão e gravidade.

Hipóteses assumidas:

- Fluido newtoniano;
- Propriedades constantes;
- Escoamento em regime permanente;
- Simetria angular;
- Escoamento desenvolvido;
- Escoamento laminar;
- Sem deslizamento nas paredes.



Figura 4.25: Desenho esquemático representando o escoamento de Hagen-Poiseuille

De forma análoga à seção anterior, para o cálculo da velocidade terminal deve-se aplicar a equação de continuidade e a conservação de quantidade do movimento linear. É postulado que  $v_z = v_z(r)$ ,  $v_r = v_\theta = 0$  e que p = p(z).

As seguintes condições de contorno devem ser consideradas:

$$\begin{cases} r = R = D/2 \rightarrow v_z = 0\\ r = 0 \rightarrow \tau_{rz} = finito \end{cases}$$
(4-45)

A partir da conservação de quantidade do movimento linear,

$$\rho \frac{DV}{Dt} = \rho \vec{g} - \vec{\nabla} P + \nabla \cdot \vec{\tau}$$
(4-46)

Sendo,

$$\tau_{rz} = \tau_{zr} = -\mu_1 (dv_z/dr) \tag{4-47}$$

Na direção z, obtém-se

$$\rho \left( \frac{\partial v_z}{\partial t} + v_r \frac{\partial v_z}{\partial r} + \frac{v_\theta}{r} \frac{\partial v_z}{\partial \theta} + v_z \frac{\partial v_z}{\partial z} \right) =$$

$$\Delta \rho g_z - \frac{\partial p}{\partial z} - \left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \tau_{rz} \right) + \frac{1}{r} \frac{\partial \tau_{\theta z}}{\partial \theta} + \frac{\partial \tau_{zz}}{\partial z} \right]$$
(4-48)

Considerando as hipóteses assumidas, a equação acima reduz-se a

$$\Delta \rho g_z - \frac{\partial p}{\partial z} - \left[\frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left(r\tau_{rz}\right)\right] = 0 \tag{4-49}$$

Logo,

$$\frac{1}{r}\frac{\partial\left(r\tau_{rz}\right)}{\partial r} = \Delta\rho g_z - \frac{\partial p}{\partial z} = -\frac{\Delta\wp}{L}r \tag{4-50}$$

sendo  $\wp = p - \Delta \rho g z$  a pressão modificada, a qual é uma forma conveniente de apresentar a soma dos termos de pressão e gravidade.

Integrando,

$$\tau_{rz}(r) = -\frac{\Delta \wp}{2L}r + \frac{C1}{r} \tag{4-51}$$

Considerando que para r = 0,  $\tau_{rz}$  deve ser finito, C1 = 0. Logo, a equação acima reduz-se a

$$\tau_{rz}(r) = -\left(\frac{\Delta\wp}{2L}\right)r\tag{4-52}$$

Substituindo a Equação 4-47 na Equação 4-52 e integrando, obtém-se

$$v_z(r) = \left(\frac{\Delta\wp}{4\mu_1 L}\right)r^2 + C2 \tag{4-53}$$

Aplicando a condição de contorno de não-deslizamento na parede, obtém-

$$v_z(r) = \left(\frac{-\Delta \wp R^2}{4\mu_1 L}\right) \left[1 - \left(\frac{r}{R}\right)^2\right]$$
(4-54)

A velocidade média  $v_{HP}^-$ é obtida através da razão entre a vazão volumétrica e a área transversal, logo

$$v_{HP}^{-} = \frac{\int_{0}^{2\pi} \int_{0}^{R} v_{z} r dr d\theta}{\int_{0}^{2\pi} \int_{0}^{R} r dr d\theta}$$
(4-55)

Assim,

se

$$v_{HP}^{-} = \frac{-\Delta \wp R^2}{8\mu_1 L} = \frac{-\Delta \wp D^2}{32\mu_1 L}$$
 (4-56)

Considerando que  $\Delta p = 0$ ,

$$\bar{v_{HP}} = \frac{\Delta \rho g D^2}{32\mu} \tag{4-57}$$

## 4.1.3.4 Resultados gráficos

A Figura 4.26 apresenta um exemplo das comparações realizadas. A modelagem do problema através do escoamento de Hagen-Poiseuille mostrouse ineficiente pois a velocidade é ordens de grandeza maior que a observada nos dados experimentais. A velocidade máxima adimensional de um cilindro em queda é aproximadamente 5 vezes maior que a velocidade experimental. Em contrapartida, a velocidade do cilindro para  $d^* > 0.75$  é menor que a velocidade experimental. Em contrapartida, a velocidade do cilindro para  $d^* > 0.75$  é menor que a velocidade experimental. Logo, cilindro em queda dentro de um tubo não descrevem bem o escoamento em questão, nem mesmo na região de formação de *slugs*. Por outro lado, a previsão empírica de uma esfera em queda apresenta boa concordância com os dados experimentais em todas as faixas de  $d^*$ .

Figuras 4.27, 4.28 e 4.29 apresentam a comparação da velocidade terminal calculada através da Eq. 4-13 com os dados experimentais. Os desvios entre os



Figura 4.26: Velocidade característica baseada em escoamentos ideais comparada com resultados experimentais

valores deve-se a efeitos não-determinísticos que causam flutuações aleatórias. Em geral, pode-se observar boa concordância entre os resultados previstos e os experimentais, considerando tanto as gotas em queda quanto o escoamento por inversão de gravidade dentro de um tubo.

#### 4.1.4

## Comparação entre velocidade terminal de esferas e simulações numéricas de casos de campo

A fim de avaliar a eficácia do equacionamento proposto, foram feitas comparações entre casos de campo simulados no Fluent<sup>®</sup> (54) e os resultados dos mesmos parâmetros avaliados através da queda de esferas em um tubo.

De acordo com (54), a velocidade de migração do tampão foi avaliada com dois pares de fluidos: fluido peso 1 com WARP e fluido peso 1 com BR-Mul. O WARP apresenta  $k = 0.0736 \text{ Pa.s}^n$  e n = 0.7172 e o BR-Mul apresenta  $k = 1.3997 \text{ Pa.s}^n$  e n = 0.468. A Tabela 4.6 apresenta as propriedades dos fluidos e suas respectivas velocidades terminais. Todos os casos foram simulados considerando diâmetro de 9"(0.2286 m) e comprimento do tampão equivalente a 10 vezes o diâmetro, ou seja, 2.286 m.

A taxa de deformação característica utilizada para determinar a viscosidade do fluido em velocidade terminal é obtida a partir da consideração de que



Figura 4.27: Soluções empíricas de uma esfera em queda (linhas) e dados experimentais (símbolos) para  $\Delta\rho^*=9.7\cdot10^{-3}$ 



Figura 4.28: Soluções empíricas de uma esfera em queda (linhas) e dados experimentais (símbolos) para  $\Delta\rho^*=8.0\cdot10^{-3}$ 



Figura 4.29: Soluções empíricas de uma esfera em queda (linhas) e dados experimentais (símbolos) para  $\Delta \rho^* = 7.2 \cdot 10^{-3}$ 

Tabela 4.6: Dados das simulações no Fluent<sup>®</sup>: propriedades dos fluidos, parâmetros geométricos e respectivas velocidades terminais de queda do tampão

Fluido 2	Fluido 1	$\rho_2 [ppg]$	$\mu_2 \text{ [mPa.s]}$	$\rho_1 \text{ [ppg]}$	$\mu_1 \text{ [mPa.s]}$	V [m/s]
Peso 1	WARP	12.5	3.49	10.00	3.49	0.129
Peso 1	WARP	12.5	3.64	10.25	3.64	0.224
Peso 1	WARP	12.5	3.81	10.50	3.81	0.219
Peso 1	WARP	12.5	4.02	10.75	4.02	0.237
Peso 1	WARP	12.5	4.27	11.00	4.27	0.183
Peso 1	WARP	12.5	4.59	11.25	4.59	0.181
Peso 1	WARP	12.5	5.01	11.50	5.01	0.176
Peso 1	WARP	12.5	5.61	11.75	5.61	0.135
Peso 1	WARP	12.5	6.58	12.00	6.58	0.117
Peso 1	WARP	12.5	8.65	12.25	8.65	0.075
Peso 1	BR-Mul	12.5	6.06	10	6.06	0.061
Peso 1	BR-Mul	12.5	6.83	10.25	6.83	0.179
Peso 1	BR-Mul	12.5	7.81	10.50	7.81	0.194
Peso 1	BR-Mul	12.5	9.09	10.75	9.09	0.153
Peso 1	BR-Mul	12.5	10.80	11.00	10.80	0.121
Peso 1	BR-Mul	12.5	13.30	11.25	13.30	0.135

as forças gravitacionais equivalem às forças viscosas. Sendo assim, a equação 4-58 descreve a viscosidade equivalente considerada.

$$\eta = k^{1/n} \left(\frac{\Delta \rho g D}{4}\right)^{\frac{n-1}{n}} \tag{4-58}$$

A Figura 4.30 apresenta o caso descrito na primeira linha da Tab. 4.6. A velocidade terminal adimensional obtida no Fluent<sup>®</sup> não foi avaliada em relação a um diâmetro específico e por isso é representada por uma linha vermelha. Os pontos azuis representam simulações de esferas em queda dentro de um tubo. Pode-se observar que a velocidade máxima de uma esfera em queda dentro do tubo é 5 vezes maior que a do caso de campo. Isso demonstra que a escolha das esferas representa um caso mais conservador que o caso de campo. Esse mesmo comportamento foi observado nos demais casos da Tab. 4.6.



Figura 4.30: Comparação entre o equacionamento e simulação no Fluent.

## 4.1.5 Comparação entre estudo paramétrico da velocidade terminal de esferas e dados de campo

A fim de avaliar o efeito da viscosidade do meio, foi realizado um estudo paramétrico. Quatro diferentes pares de fluidos ideais foram investigados através de viscosidades de 0.00001 a 100 Pa.s em um tubo com D = 32 mme H = 15D. Sendo assim, foram geradas quatro curvas de  $\Delta \rho^*$  para avaliar como  $V_{max}^*$  comporta-se em função de 1/Ga. Não foram considerados efeitos interfaciais ( $\sigma^* \to 0$ ) e a esfera é considerada rígida ( $\mu^* \to \infty$ ). A Figura 4.31 apresenta os resultados obtidos. Conforme a viscosidade do meio diminui, 1/Ga diminui e a velocidade máxima adimensional  $V_{max}^*$ aumenta. Comportamento oposto é observado em relação ao  $\Delta \rho$ : conforme  $\Delta \rho$ aumenta,  $V_{max}^*$  aumenta.



Figura 4.31: Estudo paramétrico: velocidade máxima adimensional em função de  $\mu_1/\Delta\rho\sqrt{gD}D$ 

A Figura 4.32 apresenta uma comparação entre o estudo paramétrico e as simulações do Fluent<sup>®</sup> apresentadas na subseção anterior. Para todos os casos investigados, a velocidade dos casos de campo simulados no Fluent<sup>®</sup> é menor que a velocidade máxima de uma esfera com as propriedades equivalentes. Logo, resultados obtidos com esferas são sempre mais conservadores que as obtidas nos casos de campo.

## 4.2 Resultados obtidos com fluidos não newtonianos

Após a realização de testes com fluidos newtonianos, investigou-se os efeitos não newtonianos na estabilidade de um tampão. A influência da tensão interfacial foi avaliada através do uso de surfactantes. Portanto, realizou-se um estudo experimental acerca de escoamentos de inversão por gravidade com fluidos imiscíveis em tubo vertical.


Figura 4.32: Comparação entre os os dados do estudo paramétrico e as simulações no Fluent.

### 4.2.1 Fluidos empregados no estudo de efeitos não newtonianos

Foram executados experimentos com fluidos não newtonianos posicionados acima de fluidos newtonianos de menor densidade. Os fluidos viscoplásticos são representados por diferentes concentrações de soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> preparados com diferentes bases a fim de variar a densidade, a saber, base exclusivamente aquosa e base com solução aquosa de glicerina. Os fluidos newtonianos são representados pelos óleos Shell Tellus Premium 46 e de soja da marca Soya, com e sem a adição do surfactante Span<sup>®</sup> 80. Todos os testes foram realizados a 24°C e em tubo com D = 44 mm.

Uma ampla caracterização reológica de uma determinada solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> é apresentada a seguir. Utilizou-se a concentração de 0.123% para avaliar as principais características e propriedades reológicas deste fluido. Os resultados qualitativos podem ser extrapolados para as demais concentrações poliméricas.

A Figura 4.33 apresenta o primeiro teste realizado. Em linhas gerais, o teste de varredura de tensão consiste em impor uma frequência constante e observar como o módulo de armazenamento G' e de dissipação G'' variam com a tensão senoidal aplicada. Em função do escoamento não-homogêneo de fluidos viscoplásticos na geometria placas paralelas, aplicou-se a correção proposta por de Souza Mendes et al. (55) através da Eq. 3-15. Vale ressaltar que essa correção deve ser realizada para os demais testes oscilatórios.

Observa-se na Fig. 4.33, em todas as freqüências avaliadas e na maior parte da faixa de tensão investigada, que G' é maior que G'' indicando predominância dos efeitos elásticos na região sem escoamento. Segundo Piau (140), isso pode estar relacionado a baixa dissipação interna no interior dos micro-gels e a insignificante fricção elasto-hidrodinâmica entre as micro partículas do Carbopol<sup>®</sup>.

Esta zona, denominada região viscoelástica linear, ocorre em baixas amplitudes de tensão e é caracterizada por valores constante de G' e G''. Após essa região, G' diminui com a amplitude de tensão, indicando a presença de escoamento. O cruzamento de G' e G'' ocorre aproximadamente no ponto máximo da curva de G''.



Figura 4.33: Teste oscilatório de var<br/>redura de tensão de solução aquosa com 0.123% de Carbopol<br/>  $^{\ensuremath{\mathbb{G}}}$ 

Observa-se na Fig. 4.33, para qualquer freqüência avaliada, que a região viscoelástica linear ocorre abaixo de 0.2 Pa. A partir deste valor, G' diminui com a amplitude de tensão até a região de cruzamento dos módulo, caracterizada pela faixa entre 8 e 11 Pa. Sendo assim, para realização dos demais

testes oscilatórios, considera-se  $\tau_{a,max} = 0.08$  Pa como um valor de amplitude de tensão dentro da região viscoelástica linear.

A Figura 4.34 apresenta o teste de varredura de tempo com f = 1 Hz e  $\tau = 0.08$  Pa. Nesse teste, avalia-se a evolução temporal de G' e G''. Amostras estáveis, como o Carbopol<sup>®</sup>, apresentam G' e G'' constantes ao longo do tempo. Sendo assim, demonstra-se confiabilidade nos testes realizados em um intervalo de até  $t_{max} = 10$  horas. Como as características do Carbopol<sup>®</sup> variam muito pouco com a concentração, assume-se que todos os testes podem ser realizados neste intervalo e com qualquer concentração de Carbopol<sup>®</sup>.



Figura 4.34: Teste de varredura de tempo de solução aquosa com 0.123% de Carbopol<sup>®</sup>

A Figura 4.35 apresenta a variação da tensão de cisalhamento com o tempo de dois testes a taxa de deformação constante, a saber 1001/s e 0.011/s. Observa-se que o regime permanente é rapidamente atingido com a imposição de 1001/s, enquanto no caso de 0.011/s há necessidade de mais de 100 segundos. Pode-se concluir que conforme diminui-se a taxa de deformação aumenta-se o tempo para atingir o regime permanente.

As Figuras 4.36 e 4.37 apresentam a tensão e viscosidade em função da taxa de deformação, respectivamente. Devido ao escoamento não-homogêneo, os valores medidos foram corrigidos através da Equação de Weissenberg-Rabinowitsch, vide Eq. 3-14. Não foi possível medir a força normal neste teste



Figura 4.35: Testes a taxa de deformação constante de solução aquosa com 0.123% de Carbopol®

pois os valores identificados são muito pequenos e são da ordem de grandeza da incerteza do equipamento.

A faixa de taxa de deformação investigada foi de  $100 \, 1/s$  até  $10^{-4} \, 1/s$ . A curva de escoamento é realizada impondo  $1000 \, s$  de tempo máximo de leitura para cada valor de taxa de deformação. Não foi possível investigar uma faixa com maiores valores de taxa de deformação com a geometria placas paralelas ranhuradas em função dos efeitos de inércia e de escoamento secundário. Nesse caso, deve-se utilizar a geometria cilindros concêntricos, como demonstrado na anexo B em relação à um tampão viscoso.

Na curva de escoamento é possível identificar o comportamento viscoplástico do Carbopol<sup>®</sup> através do ajuste da curva pela Eq. de Herschel-Bulkley, vide Eq. 2-2. Os parâmetros reológicos obtidos com solução aquosa com 0.123% de Carbopol<sup>®</sup> foram  $\tau_u = 4.626$  Pa, k = 2.24 Pa.s<sup>n</sup> e n = 0.415.

No gráfico da Fig. 4.35, a tensão de cisalhamento em regime permanente a 1001/s é aproximadamente 23.5 Pa. Porém esse valor é maior que o obtido na curva de escoamento a mesma taxa de cisalhamento. Essa diferença é justificada pela não-homogeneidade do escoamento de fluido viscoplástico entre as placas paralelas. Contudo, há concordância entre os dados ao comparar a curva de escoamento não corrigida com o teste a taxa de deformação constante.

A Figura 4.38 apresenta o conjunto de testes a tensão constante realiza-



Figura 4.36: Tensão em função da taxa de deformação de solução aquosa com 0.123% de Carbopol®



Figura 4.37: Viscosidade em função da taxa de deformação de solução aquosa com 0.123% de Carbopol®

dos a fim de determinar a tensão limite de escoamento estática. Esse gráfico apresenta a taxa de deformação em função do tempo através da imposição de tensão constante no intervalo de 1.5 horas (tempo característico do experimento de inversão por gravidade). Quando a tensão imposta é maior que a tensão limite de escoamento, observa-se presença de escoamento. Portanto, verifica-se taxa de deformação variando com o tempo até alcançar o regime permanente, ou seja, até atingir uma taxa de deformação constante ao longo do tempo. Por outro lado, a ausência de escoamento é caracterizada por taxa de deformação que tende a zero.



Figura 4.38: Testes a tensão constante de solução aquosa com 0.123% de Carbopol®

Note na Fig. 4.38 que conforme a tensão imposta aumenta, há um decréscimo no tempo necessário para alcançar o regime permanente. Sendo assim, para valores de tensão próximos a tensão limite de escoamento há um tempo muito longo de escoamento transiente. Este tempo de retardo é função do nível de tensões: quanto mais próxima é a tensão da tensão limite de escoamento, maior é o tempo de retardo.

Ainda na Figura 4.38, pode-se observar a presença de escoamento para as tensões acima de 7 Pa e ausência para tensões menores que 6 Pa. Portanto, conclui-se que a tensão limite de escoamento ocorre entre 6 e 7 Pa. Entretanto, essa informação diverge do valor de 4.6 Pa obtido através da curva de escoamento (vide Fig. 4.36). Esse comportamento não é esperado para um fluido



Figura 4.39: Teste de construção da micro<br/>estrutura de 20 Pa para 4 Pa de solução aquosa com <br/> 0.123% de Carbopol<sup>®</sup>



Figura 4.40: Teste de construção da micro<br/>estrutura de 8 Pa para 4 Pa de solução aquosa com 0.123% <br/>de Carbopol^®

modelo simples como o Carbopol<sup>®</sup>. A explicação para essa incoerência deve-se ao tempo característico do experimento. Provavelmente, caso o tempo imposto fosse suficientemente longo, para os testes realizados com tensões próximas a tensão limite de escoamento dinâmica, inicialmente observaria-se a taxa de deformação tendendo a zero e posteriormente haveria um ponto de inflexão e a taxa de deformação aumentaria até alcançar o regime permanente. Deve-se ressaltar que essa discrepância de valores obtidos para tensão limite de escoamento é de extrema importância e suas implicações serão discutidas adiante.

As Figuras 4.39 - 4.42 apresentam avaliações de efeitos temporais em fluidos viscoplásticos. Nas Figs. 4.39 e 4.40 impõe-se uma tensão de cisalhamento acima da tensão limite de escoamento a fim de destruir a microestrutura e em seguida avalia-se sua reconstrução e nas Figs. 4.41 e 4.42 avalia-se o caso contrário. Foram realizados testes de 20 para 4 Pa e 8 para 4 Pa e os respectivos casos inversos.

Não foi observada a presença de efeitos tixotrópicos nos testes de construção ou destruição da microestrutura. Observe que a resposta do fluido é



Figura 4.41: Teste de destruição da micro<br/>estrutura de 4 Pa para 20 Pa de solução aquosa com 0.123% <br/>de Carbopol<sup>®</sup>



Figura 4.42: Teste de destruição da micro<br/>estrutura de 4 Pa para 8 Pa de solução aquosa com 0.123% <br/>de Carbopol®

instantânea (ou praticamente instantânea) na transição entre as tensões impostas, isto é, não há tempo de retardo antes do escoamento começar ou parar. Isso significa que os tempos de destruição e de construção da microestrutura são da mesma ordem de grandeza e que as cadeias poliméricas são facilmente deformáveis.

Esse comportamento é discutido por de Souza Mendes e Thompson (57). Destaca-se a afirmação: "algum nível de tixotropia é sempre presente nos fluidos estruturados, isto é, a resposta da microestrutura à uma mudança de tensão nunca é estritamente instantânea." De fato, quando uma tensão mais próxima da tensão limite de escoamento é imposta (como no caso da tensão de 7 Pa na Fig. 4.38), há um tempo de retardo no qual o material deforma-se sem escoar pois a viscosidade ainda é muito alta. Após esse tempo, a viscosidade decresce abruptamente e o material escoa. Esse fenômeno é conhecido como efeito avalanche (49) e é característico de fluidos tixotrópicos.

Provavelmente caso fosse realizado um teste com imposição de uma tensão ligeiramente acima da tensão limite de escoamento e na sequência fosse imposta uma tensão um pouco menor que a tensão limite de escoamento seria observada uma resposta não instantânea do fluido à mudança de tensões. Em termos práticos de engenharia, para o Carbopol<sup>®</sup> os efeitos tixotrópicos somente são relevantes na faixa de tensões em torno da tensão limite de escoamento. Através dos testes acima, conclui-se que para tensões fora desta faixa os efeitos tixotrópicos são desprezíveis pois o tempo de resposta do fluido é muito pequeno.

No teste de construção da microestrutura caracterizado pelos intervalos de imposição de tensão constante de 20 Pa para 4 Pa (vide Fig. 4.39), a tensão imposta no primeiro intervalo é quatro vezes maior que a tensão limite de escoamento. Neste caso, observa-se um aumento linear da deformação com tempo a partir de 1s. Para tempos menores, há grande influência do efeito de inércia e os dados são desconsiderados. Sendo assim, não é possível investigar a deformação elástica do material. Tal incremento linear da deformação é constante ao longo do tempo. No segundo intervalo, após a redução da tensão imposta, verifica-se a deformação residual e permanente e a taxa de deformação tendendo a zero. Neste caso, não ocorre nenhuma relaxação da microestrutura visto que não houve redução da deformação ao longo do tempo, portanto o material se comporta como um sólido Hookeano. É pertinente ressaltar que a magnitude da deformação residual é função do tempo e da tensão imposta.

Já no teste de construção da microestrutura com tensão inicial de 8 Pa e final de 4 Pa (Fig. 4.40), um comportamento diferente é observado. Em oposição ao resultado do primeiro intervalo da Fig. 4.39, a deformação cresce de forma não-linear com o tempo, o que caracteriza um material viscoelástico. Note que o ajuste dos dados a uma equação linear apresenta péssima concordância. Comportamento similar ao da Fig. 4.39 é observado no gráfico de taxa de deformação em função do tempo: em altas tensões o material rapidamente alcança regime permanente e abaixo da tensão limite de escoamento a taxa de deformação tende a zero.

No teste de desconstrução da microestrutura com intervalo de 4 Pa seguido por imposição de 20 Pa, inicialmente observa-se a taxa de deformação tendendo a zero, caracterizando a ausência de escoamento. Com o aumento da tensão imposta, observa-se o incremento instantâneo da taxa de deformação, a qual rapidamente alcança o regime permanente. Note que abaixo da tensão limite de escoamento (primeiro intervalo) o material deforma-se lentamente e indefinidamente com o tempo pois não há ruptura do material. Já no segundo intervalo, com tensão acima da tensão limite de escoamento, o comportamento do material é análogo ao do primeiro intervalo da Fig. 4.39. O teste de desconstrução da microestrutura (4 Pa para 8 Pa), com um valor de tensão menor que o valor imposto no segundo intervalo da Fig. 4.41, apresenta comportamento semelhante em relação à avaliação da taxa de deformação em função do tempo. O primeiro intervalo, que caracteriza a imposição de uma tensão menor que a tensão limite de escoamento, apresenta resultados análogos aos observados na Fig. 4.41 à mesma tensão. Entretanto, quando a tensão é mais próxima da tensão limite de escoamento, observa-se um comportamento viscoelástico do material pois a deformação não aumenta linearmente com o tempo. Neste caso, há uma competição entre os efeitos elásticos e viscosos no material.

Resumindo, para tensões extremamente acima da tensão limite de escoamento, o Carbopol<sup>®</sup> comporta-se como um material com predominância dos efeitos viscosos aos efeitos elásticos. Para tensões um pouco acima da tensão limite de escoamento, um comportamento viscoelástico é observado. Em contrapartida, abaixo da tensão limite de escoamento, o material apresenta predominância dos efeitos elásticos, assim como foi observado na Fig. 4.33.

Após a discussão das Figs. 4.33 - 4.42, pode-se concluir que o Carbopol<sup>®</sup>: (i) é um material elasto-viscoplástico tixotrópico; (iii) é bastante estável ao longo do tempo; (iv) apresenta predominância dos efeitos elásticos quando a microestrutura está totalmente estruturada, caso oposto há predominância dos efeitos viscosos; (v) para a tensão de cisalhamento dinâmica ser equivalente a estática, deve-se impor um longo tempo de observação o qual é maior que o tempo característico do processo.

Dadas essas informações, conclui-se que o Carbopol<sup>®</sup> apresenta características típicas de tampões viscosos, conforme demonstra o anexo B. O anexo C apresenta uma investigação reológica similar que foi realizada com solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina. De maneira geral, obteve-se o mesmo comportamento qualitativo de solução exclusivamente aquosa de Carbopol<sup>®</sup>.

Para análise do escoamento de inversão por gravidade não há necessidade de realizar todos os testes reológicos apresentados anteriormente. Optou-se por utilizar somente a curva de escoamento para definir a tensão limite de escoamento do material e os demais parâmetros reológicos. Entretanto esta escolha pode ser excessivamente conservadora visto que é mais representativo considerar os testes a tensão constante do que a curva de escoamento em função da semelhança física com experimento. É conveniente relembrar que a curva de escoamento caracteriza medições reológicas dinâmicas e testes a tensão constante (*creep*) representam medida estática da tensão limite de escoamento.

Conforme discutido anteriormente, o experimento do escoamento de inversão por gravidade apresenta duração máxima de 1.5 horas. Esse tempo

característico é menor que o tempo necessário para destruir a microestrutura em tensões próximas a tensão limite de escoamento. Logo, a tensão limite de escoamento dinâmica é menor que a estática em função dos efeitos tixotrópicos nesse intervalo de tempo. Todavia demanda muito tempo realizar um conjunto completo de testes a tensão constante para observar o fenômeno de bifurcação da viscosidade para determinar a tensão limite de escoamento. Além disso, durante a execução deste trabalho não foi possível aumentar a carga de testes em função da elevada demanda do uso dos reômetros no Grupo de Reologia da PUC-Rio. Consequentemente, elegeu-se a realização das curvas de escoamento, ainda que tal escolha possa implicar aumento da incerteza associada ao experimento. Mais adiante será apresentada uma comparação a fim de quantificar os impactos dessa escolha.

Desta forma, para cada solução de Carbopol<sup>®</sup> preparada obteve-se uma curva de escoamento a 24°C. Como foram preparadas mais de 70 soluções, apenas algumas delas são apresentadas nas Figs. 4.43 e 4.44 para efeitos de ilustração. Os respectivos parâmetros reológicos, obtidos através da Eq. 2-2, são apresentados na legenda.



Figura 4.43: Curva de escoamento de diversas concentrações de soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup>: tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação

Não foi possível investigar maiores valores de taxa de deformação em função da limitação da disponibilidade do reômetro AR-G2 e do elevado



Figura 4.44: Curva de escoamento de diversas concentrações de soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup>: viscosidade em função da taxa de deformação

número de soluções de Carbopol<sup>®</sup> investigadas. Neste caso, deveria ter sido usada a geometria cilindros concêntricos e o tempo total de testes aumentaria significativamente. Por outro lado, foram feitos alguns testes em elevadas taxas de deformação com Carbopol<sup>®</sup> e não foi observada uma variação significativa dos parâmetros reológicos após ajuste da curva com a Eq. 2-2.

As curvas da Fig. 4.43 e 4.44 ilustram o comportamento viscoplástico do Carbopol<sup>®</sup>: apresentam tensão limite de escoamento, a tensão abaixo da qual o material não escoa, se comportando como um sólido, e acima da qual o material escoa como um líquido. Conforme a taxa de deformação decresce, a tensão de cisalhamento tende assintoticamente para um valor constante, a saber a tensão limite de escoamento dinâmica. Note que a viscosidade é função da taxa de deformação e à medida que o fluido é cisalhado há uma queda drástica na viscosidade.

Vale ressaltar que as propriedades reológicas do Carbopol<sup>®</sup> não são muito sensíveis à temperatura. A Figura 4.45 apresenta a influência da temperatura através de curvas de escoamento de solução aquosa com 0.15% de Carbopol<sup>®</sup> e glicerina medidas a 20 e 25°C. Observa-se que há ótima concordância entre as medições.

A densidade de soluções de Carbopol<sup>®</sup> independe da concentração e



Figura 4.45: Influência da temperatura: curva de escoamento de solução aquosa com 0.15% de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina

apresenta valores bem próximos à densidade do solvente que compõe sua base. Contudo, determinou-se através de medições com um picnômetro que soluções com base aquosa apresentam densidade de  $998.0 \text{ Kg/m}^3$  e de solução com glicerina  $1090.4 \text{ Kg/m}^3$ .

Conforme descrito na subseção 3.4.5, a tensão superficial do Carbopol<sup>®</sup> é aproximada como sendo a tensão superficial medida somente com o solvente, ou seja, sem a presença do polímero. Já a tensão interfacial é estimada como a diferença entre as tensões superficiais (7). Sendo assim, a Tab. 4.7 apresenta a densidade e viscosidade dos fluidos newtonianos investigados e a tensão interfacial de cada um desses líquidos com soluções de Carbopol<sup>®</sup> com água e com glicerina, respectivamente.

Fluido	$ ho  [{ m Kg/m^3}]$	$\mu \; [\mathrm{mPa.s}]$	$\sigma_{C_{H_2O}}  [\mathrm{mN/m}]$	$\sigma_{C_{Glic}}   \mathrm{[mN/m]}$
Óleo de soja	917.9	53.10	11.30	13.47
Óleo de soja				
com 1% m/m Span 80	918.7	53.62	5.15	1.24
Óleo Tellus Premium 46	866.8	91.79	19.80	6.85
Óleo Tellus Premium 46				
com 1% m/m Span 80	866.7	91.78	1.80	3.28

Tabela 4.7: Propriedades dos fluidos newtonianos a  $T=24^{\circ}C$ 

# 4.2.2 Resultados de visualização

As Figuras 4.46 - 4.49 ilustram todos os padrões de escoamento observados. A Figuras 4.46 apresentam o regime *wavy core-annular flow*, as Figs. 4.47 e 4.48 apresentam o regime *transitional wavy core-annular flow* e a Fig. 4.49 ilustra o regime *plug flow*.

Como no caso newtoniano anteriormente apresentado, observa-se a presença de regimes com o líquido mais denso escoando pelo centro. Entretanto, no caso não newtoniano o líquido mais denso desloca-se para baixo com movimento oscilatório ondulado em torno no centro do tubo e por isso é denominado *wavy core-annular flow.* Quando há uma descontinuidade neste escoamento, caracteriza-se o regime *transitional wavy core-annular flow.* 



Figura 4.46: Evolução temporal de testes com Carbopol<sup>®</sup> ( $\tau_y = 2.42$  Pa, k = 1.07 Pa.s<sup>n</sup> e n = 0.45) acima de óleo Shell Tellus Premium 46 com 1% m/m de Span<sup>®</sup> 80

De acordo com Joseph et al. (107), determina-se o regime de escoamento através da análise de estabilidade. Neste trabalho, observa-se que o tipo de regime de escoamento é função da combinações dos parâmetros adimensionais que regem o problema. Embora reconheça-se que as forças gravitacionais são dominantes na presença de escoamento, há casos com significativa influência da tensão interfacial, representada por  $\sigma^*$ , e da relação entre as forças viscosas e gravitacionais, 1/Ga.

Sendo assim, Em geral observa-se para um mesmo par de fluidos, que o regime wavy core-annular flow apresenta maior  $V^*$  e menor valor de  $\mu^*$ . Conforme  $V^*$  diminui e  $\mu^*$  aumenta, o regime altera-se para transitional wavy core-annular flow. Na mesma lógica obtém-se o regime plug flow, entretanto esse regime só foi observado nos experimentos realizados com fluidos viscoplásticos de base exclusivamente aquosa. Por fim não há escoamento nos testes



Figura 4.47: Evolução temporal de testes com Carbopol<sup>®</sup> ( $\tau_y = 2.42$  Pa, k = 1.07Pa.s<sup>n</sup> e n = 0.45) acima de óleo Shell Tellus Premium 46 sem surfactante



Figura 4.48: Evolução temporal de testes com Carbopol<sup>®</sup> ( $\tau_y = 2.74$  Pa, k = 1.32 Pa.s<sup>n</sup> e n = 0.44) acima de óleo de soja com 1% m/m de Span<sup>®</sup> 80

realizados com valores de  $\mu^*$  tendendo ao infinito. Maiores detalhes da influência de  $\mu^*$  e as demais correlações entre os parâmetros adimensionais e os regimes de escoamento são apresentados na subseção seguinte.

Uma constatação interessante refere-se à formulação dos fluidos viscoplásticos. Observou-se que esta afeta a forma com que o fluido mais denso desloca-se no regime *transitional wavy core-annular flow*. Constatou-se que o fluido viscoplástico com base exclusivamente aquosa apresenta *slugs* mais compridos e com maior volume de fluido escoando continuamente que os fluidos viscoplásticos com base composta por solução aquosa de glicerina. Também foi observada a ausência do regime *plug flow* nos casos envolvendo fluidos viscoplásticos com base composta por solução aquosa de glicerina. Convém



Figura 4.49: Evolução temporal de testes com Carbopol<sup>®</sup> ( $\tau_y = 10.64 \,\mathrm{Pa}$ ,  $k = 4.70 \,\mathrm{Pa.s}^n$  e n = 0.37) acima de óleo Shell Tellus Premium 46 com 1% m/m de Span<sup>®</sup> 80

relembrar que este último é o fluido viscoplástico de maior densidade e com solvente mais viscoso.

Uma hipótese para justificar essa diferença de comportamento refere-se às distintas formas de interação solvente-solvente e polímero-solvente. Interações moleculares influenciam a forma, tamanho, flexibilidade, solubilidade e estabilidade de sistemas. De acordo com Islam et al. (102), a presença de glicerina pode modificar as características das pontes de hidrogênio entre o solvente e o polímero alterando as propriedades viscoelásticas da solução. O uso de um solvente mais viscoso aumenta as forças de atração entre as partículas dispersas, em função das interações favoráveis entre o solvente e o polímero, e afeta o grau de emaranhamento entre as cadeias poliméricas (33). Ademais também é possível que os efeitos tixotrópicos sejam modificados.

A Figura 4.50 ilustra os movimentos oscilatórios do regime *wavy core*annular flow. Usualmente, observa-se uma redução do diâmetro do núcleo com o líquido mais denso e, em alguns casos, o núcleo afina tanto que há uma descontinuidade. Isso ocorre pois com a redução do diâmetro do núcleo e assumindo conservação da quantidade de movimento, há um aumento da velocidade do líquido menos denso que tende a romper a continuidade do movimento do líquido mais denso. Por outro lado, o líquido mais denso tende a resistir à ruptura e torna-se mais tortuoso. A magnitude dessa variação de velocidade depende da razão de viscosidade entre os líquidos (98). Como o fluido mais denso é viscoplástico, a razão de viscosidade diminui com o tempo até que o regime permanente seja alcançado.

Em algumas condições, o fluido mais denso, descrito na Fig. 4.50, não resiste às oscilações, há um grande afinamento da seção transversal do núcleo,



Figura 4.50: Ilustração dos movimentos oscilatórios do regime *wavy core*annular flow

gera-se a ruptura e forma-se um *slug* sinuoso, como o da Fig. 4.48. Caso hajam diversas rupturas, com pequenos volumes do fluido em cada uma, verifica-se a presença de múltiplas gotas em queda. O regime caracterizado por presença de fraturas é denominado *transitional wavy core-annular flow*. Ademais, observase que após o início do empescoçamento do núcleo há um tempo relativamente curto até o rompimento do filamento. Isso ocorre pois a taxa de cisalhamento aumenta muito neste instante, reduz-se abruptamente a viscosidade localmente e por fim há o rompimento.

Esse comportamento foi previamente observado por Davidson e Cooper-White (52) em estudo sobre a formação de gota pendente em fluido viscoplástico. Por outro lado, comportamento similar é descrito por Ghosh et al. (78) para o caso de escoamento unidirecional de dois líquidos newtonianos de mesma densidade. Os autores afirmam que esse fenômeno é função da razão de viscosidade e da tensão interfacial. De fato, menores valores de razões de viscosidade e de tensões interfaciais aumentam a probabilidade de haver ruptura do núcleo. Neste caso, há menor resistência contrabalançando as forças gravitacionais.

A descontinuidade observada na transição do regime *wavy core-annular* flow para o transitional wavy core-annular flow também pode ser função dos efeitos elásticos representados pela deformação/tensão extensional. Pode-se fazer uma comparação deste regime, caracterizado pelo rompimento do núcleo, com experimentos de reologia extensional e de deformação de gotas e filamentos de fluidos viscoplásticos. Balmforth et al. (13, 14) investigaram comportamento semelhante em pesquisa sobre os efeitos extensionais em filamentos esbeltos de fluidos viscoplásticos.

De acordo com Niedzwiedz et al. (136), a vida útil do filamento de uma emulsão elasto-viscoplástica em experimento de extensão é proporcional à sua viscosidade. Logo, quanto mais concentrada a solução e maior a tensão limite de escoamento, maior é o tempo de existência de uma fase contínua (sem rompimento). Neste caso, observaram que a tensão limite de escoamento elongacional  $\tau_{y,e}$  é maior que a tensão limite de escoamento sob cisalhamento  $au_y$ . Já para elevadas frações volumétricas, há uma razão constante  $au_{y,e}/ au_y =$  $2.8 \neq \sqrt{3}$  que viola o critério de Von Mises. Os autores acreditam que esta divergência seja causada por negligenciar a contribuição do terceiro invariante do tensor taxa de deformação III = det 2D no tensor extra-tensão. Por outro lado, Martinie et al. (124) observaram experimentalmente que  $\tau_{y,e}/\tau_y = \sqrt{3}$ para diversos fluidos. Portanto, verificaram concordância com o critério de plasticidade de von Mises. Contudo, embora haja divergências sobre a aplicação deste critério aos materiais classificados como *soft matter* (polímeros, géis, emulsões, espumas etc), há um entendimento de que a contribuição de  $\tau_{y,e}$  é maior que a de  $\tau_y$ . De fato, intuitivamente é difícil concordar que existe uma única relação entre a tensão limite de escoamento sob cisalhamento e sob efeitos elongacionais capaz de prever o comportamento de fluidos tão complexos e distintos.

Essa observação em relação aos efeitos elásticos é corroborada por Lindner e Wagner (116). Os autores realizaram um experimento com uma gota de água em queda e compararam com resultados obtidos com adição de baixa concentração do polímero PEO, a fim de aumentar a elasticidade sem alterar a viscosidade. No primeiro caso a gota rompe-se imediatamente, sem empescoçamento significativo. Já no segundo caso, quando o movimento é suficiente para alongar as cadeias poliméricas, interrompe-se a singularidade finita de tempo do processo de quebra da gota e um longo filamento é observado. Portanto, concluem que as tensões elásticas, que são balanceadas pela tensão superficial, são relativamente maiores e relevantes que no caso do solvente puro.

Pode-se analisar a Fig. 4.50 considerando tanto a importância do efeitos viscosos quanto dos elásticos. Logo após o início do escoamento as forças gravitacionais não são mais balanceadas pelas forças viscosas, inerciais e forças devidas a tensão interfacial. Em função da diferença de densidades, o fluido mais denso escoa e inicialmente apresenta baixa velocidade devida a elevada viscosidade do fluido não newtoniano no regime transiente. Possivelmente

em razão da elasticidade, o núcleo do fluido em queda alonga-se e seu raio diminui ao longo do tempo. A frente do núcleo apresenta menor viscosidade em função do início do movimento enquanto a região do topo do fluido mais denso mantém-se com elevada viscosidade. Neste instante, ambas as forças devido às tensões de cisalhamento (associada ao movimento axial) e normal (associada à extensão do fluido) podem ser relevantes. Isto é, as forças viscosas de cisalhamento geram resistência ao escoamento assim como as forças elongacionais que tentam manter o fluido como um bloco contínuo. Próximo ao instante de romper o filamento, as forças extensionais são predominantes às forças devido a tensão limite de escoamento na região do núcleo com raio reduzido. Supõe-se que as forças gravitacionais não sejam mais balanceadas pela tensão interna do núcleo, graças aos efeitos de inércia. Logo, o filamento rompe-se como apresentado na Fig. 4.48.

Deve-se ressaltar que a partir dos experimentos e das hipóteses e observações discutidas acima, não é possível identificar a proporção da contribuição dos efeitos elásticos, viscosos e de tensão interfacial na ruptura do núcleo. Para isto, uma caracterização mais complexa do fluido viscoplástico deve ser realizada.

A contribuição do movimento oscilatório do núcleo no estabelecimento da velocidade terminal foi avaliada. No caso do teste reportado na Fig. 4.50, investigou-se como a velocidade, em cada uma das direções vetoriais, evolui ao longo do tempo e posição. Considerando que durante o experimento visualizase um plano do tubo, assume-se que não há velocidade na direção angular. Portanto, através da variação temporal da posição da frente da interface, determinou-se as componentes da velocidade na direção radial,  $V_x$ , e axial,  $V_y$ .

O gráfico da Fig. 4.51 apresenta os resultados obtidos em uma determinada faixa do tubo, sendo  $V_T$  o módulo das velocidades radial e axial e  $\bar{V}_T$ a respectiva velocidade média. Pode-se observar no gráfico que o módulo das velocidades é aproximadamente equivalente ao valor da velocidade na direção axial. Note que a velocidade radial oscila em torno de zero em função dos movimentos sinuosos do núcleo em queda. Contudo despreza-se tal influência na velocidade terminal.

O regime *plug flow*, detalhado na Fig. 4.52 é caracterizado por um longo e largo *slug* concêntrico deslocando-se a velocidade que tende a zero. Em geral, o *slug* é contínuo e composto por todo volume do fluido mais denso posicionado acima da guilhotina. Ademais, observa-se uma pequena camada do fluido menos denso ascendendo pelas paredes. Por analogia, é como se houvesse um corpo rígido em queda dentro de um tubo preenchido de líquido newtoniano.



Figura 4.51: Evolução da velocidade do núcleo em regime *wavy core-annular flow* em função da altura de queda.

Isso significa que o fluido viscoplástico apresenta elevada viscosidade, portanto deforma-se pouco e resiste ao movimento do fluido menos denso.



Figura 4.52: Il<br/>ustração dos movimentos oscilatórios do regime $wavy\ core-annular\ flow$ 

Convém relembrar que no início do experimento, quando abre-se a vál-

vula guilhotina, há um cisalhamento da interface que quantitativamente não é contabilizado. Neste instante, pode haver a redução local da viscosidade do fluido mais denso e viscoplástico. Maimouni et al. e (122) e (4) justificam discrepâncias experimentais em função deste argumento. Porém, nesta pesquisa selecionou-se um material deformável, de pequena espessura e com características típicas do fenômeno de deslizamento para construir a válvula guilhotina. Sendo assim, acredita-se que este seja um obstáculo superado e assume-se que as condições iniciais não alteram a dinâmica do escoamento de inversão por gravidade. Analogamente, Balmforth et al. (14) afirmam que a dinâmica da frente de uma gota viscoplástica sob extrusão não afeta a forma com que o filamento afina. Sob outra ótica, Beckett et al. (24) observaram que a velocidade terminal de fluidos newtonianos em escoamento de inversão por gravidade não é influenciada pela condição inicial.

Comparando as Figs. 4.50 e 4.52, pode-se observar uma diferença nítida da forma da frente do escoamento. O primeiro caso apresenta interface com formato quase-esférico, pois tanto forças viscosas quanto as forças inerciais são relevantes. Já no regime *plug flow*, a elevada tensão limite de escoamento domina o escoamento e sua frente permanece mais plana.

Em linhas gerais, a continuidade e extensão do *slug* mais denso em queda pode ser comparada quantitativamente com o estudo da quebra de filamentos de fluidos newtonianos. Eggers (64) afirma que um comportamento típico do rompimento de um filamento de fluido de alta viscosidade é caracterizado pela tendência de produzir filamentos longos e finos. Ademais, Castrejón-Pita et al. (40) investigaram as condições nas quais os filamento rompem-se, ou não, através do número de Ohnesorge, *Oh*. Portanto, neste trabalho avaliou-se o comprimento do fluido mais denso em queda nos experimentos de inversão por gravidade através do número de Ohnesorge. Este correlaciona as forças viscosas com forças inerciais e de tensão interfacial e é definido como

$$Oh = \frac{F_{\mu}}{\sqrt{F_i F_{\sigma}}} = \frac{1/Ga}{\sqrt{V^* \sigma^*}} = \frac{\mu_1}{\sqrt{\rho_2 \sigma D V^*}}$$
(4-59)

De acordo com McKinley (126), *Oh* também pode ser interpretado como um número de Reynolds baseado na velocidade capilar característica  $V_{cap} = \sigma/\mu_1$ . Esta é a velocidade na qual um filamento de fluido viscoso (como a glicerina) apresenta redução da seção reta e em seguida rompe-se.

Constata-se que quando não há escoamento, isto é  $V^* = 0$ , obtém-se razão indefinida de Oh e seu limite tende ao infinito. Castrejón-Pita et al. (40) afirmam que elevados valores de Oh indicam predominância dos efeitos viscosos e caracterizam filamentos que nunca se rompem, independente da razão de aspecto. No caso de fluidos viscoplásticos em escoamentos de inversão por gravidade, a predominância dos efeitos viscosos traduz-se na ausência de movimento em função da elevada razão de viscosidades.

Para 1.4 < Oh < 11 observou-se experimentalmente a presença do regime plug flow, porém somente para casos de fluidos viscoplásticos de base aquosa. Fluidos viscoplásticos com glicerina não apresentaram o regime plug flow. Analogamente Castrejón-Pita et al. (40) não observaram quebra de filamentos para Oh > 1.

Os regime wavy core-annular flow e transitional wavy core-annular flow foram observados na faixa 0.16 < Oh < 0.99. Isso significa que nesta faixa há uma maior instabilidade em função da redução dos efeitos viscosos e da predominância dos efeitos interfaciais associados aos gravitacionais. Para filamentos newtonianos em valores intermediários de Oh, Castrejón-Pita et al. (40) afirmam que há tendência do rompimento do filamento em uma ou mais gotas.

Por fim não foi encontrado na literatura nenhum artigo de escoamento de inversão por gravidade acerca de um fluido viscoplástico acima de um fluido newtoniano em tubo vertical. Portanto, não é possível realizar uma comparação direta em relação à forma da interface.

# 4.2.3 Resultados gráficos

Nesta subseção são apresentados os resultados quantitativos a respeito do escoamento de inversão por gravidade de um fluido elasto-viscoplástico tixotrópico acima de um óleo newtoniano. Todos os testes foram realizados com  $L^* = 5 \text{ e } 4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$ . Portanto, a influência do comprimento (ou do volume) da coluna do fluidos mais denso não foi investigada. Ademais a faixa de 1/Ga avaliada é bastante estreita, logo não averiguou-se a completa extensão dos efeitos da razão entre as forças viscosas e gravitacionais. Por outro lado, pode-se afirmar que os efeitos gravitacionais são predominante pois  $1/Ga \ll 1$ .

A faixa investigada do parâmetro adimensional acerca da diferença de densidades também é estreita visto que  $0.09 \leq \Delta \rho^* \leq 0.26$ . Aliás, este é um entrave do experimento pois maiores  $\Delta \rho^*$  implicam maiores velocidades e a câmera Canon EOS 7D limita-se a 30 quadros por segundo em full HD. Portanto o incremento de  $\Delta \rho^*$  aumenta as incertezas associadas à determinação da velocidade terminal em função da pouco disponibilidade de imagens para pós-processamento.

As velocidades adimensionais avaliadas apresentam-se em uma faixa de  $0 \leq V^* \leq 0.33$ . Logo a velocidade terminal é sempre menor que a velocidade

gravitacional característica  $\sqrt{g'D}$ .

Os efeitos de tensão interfacial são investigados, por intermédio da adição de surfactante ao óleo, através da razão entre as forças interfaciais e gravitacionais  $\sigma^*$ . Examinou-se a faixa de  $3.81 \cdot 10^{-4} \lesssim \sigma^* \lesssim 7.95 \cdot 10^{-3}$ . Logo, há predominância dos efeitos gravitacionais aos interfaciais. Em relação à tensão limite de escoamento adimensional e razão de viscosidade, explorou-se experimentalmente uma ampla faixa de valores e uma análise extensa desses parâmetros adimensionais é realizada.

As Tabelas 4.8 e 4.9 apresentam os grupos adimensionais que caracterizam cada par de fluidos na ausência e presença de surfactante, respectivamente. Para minimizar o excesso de informações nas legendas dos gráficos a seguir, apresenta-se apenas o par formado por  $\Delta \rho^* \in \sigma^*$ , que caracterizam cada par de fluidos.

Tabela 4.8: Grupos adimensionais que caracterizam cada par de fluidos investigado na ausência de 1% m/m de  ${\rm Span}^{\circledast}$ 80

Fluidos (base de Sol.	aquosa /	aquosa /
de Carbopol <sup>®</sup> / óleo)	soja	Tellus
$\Delta \rho^*$	0.09	0.15
1/Ga	$6.50 \cdot 10^{-3}$	$8.78 \cdot 10^{-3}$
$\sigma^*$	$7.43 \cdot 10^{-3}$	$7.95 \cdot 10^{-3}$

Tabela 4.9: Grupos adimensionais que caracterizam cada par de fluidos investigado na presença de 1% m/m de  $\text{Span}^{\textcircled{B}}$  80

Fluidos (base de Sol.	aquosa /	aquosa /	glicerina /	glicerina /
de Carbopol <sup>®</sup> / óleo)	soja	Tellus	soja	Tellus
$\Delta \rho^*$	0.09	0.15	0.19	0.26
1/Ga	$6.59 \cdot 10^{-3}$	$8.78 \cdot 10^{-3}$	$4.29 \cdot 10^{-3}$	$6.43 \cdot 10^{-3}$
$\sigma^*$	$3.42 \cdot 10^{-3}$	$7.22 \cdot 10^{-4}$	$3.81 \cdot 10^{-4}$	$7.73 \cdot 10^{-4}$

As Figuras 4.53 e 4.54 apresentam a velocidade terminal adimensional em função da tensão limite de escoamento adimensional e em função da razão de viscosidade, respectivamente. Os símbolos cor salmão e azul claro representam escoamentos de soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> sem presença de surfactante caracterizados por  $\Delta \rho^* = 0.09$  e  $\Delta \rho^* = 0.15$ , respectivamente. Estas mesmas soluções de Carbopol<sup>®</sup>, porém na presença de surfactante, são representadas pelas cores vermelho e azul escuro. As cores magenta e verde referem-se aos testes realizados com soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina posicionados acima de óleos com surfactante. Para todos os pares de fluidos investigados investigados, de maneira geral, conforme  $\tau_y^*$  aumenta,  $V^*$  diminui até o instante em que  $V^* = 0$ . Isto ocorre quando  $\mu^*$  é alto o suficiente e o fluido viscoplástico comporta-se quase como um sólido, de elevada viscosidade, e não escoa. Deve-se ressaltar que  $\mu^*$  é elevado porém não necessariamente  $\mu^* \to \infty$ . Para caracterizar a transição dos valores dos parâmetros adimensionais que caracterizam a presença ou ausência de escoamento, deve-se avaliar  $V^*$  em função da razão de viscosidade crítica,  $\mu_c^*$ . Consequentemente é válido observar a tensão limite de escoamento adimensional crítica,  $\tau_{y,c}^*$ . Quando não há escoamento o fluido mais denso mantém-se em repouso acima do fluido menos denso, e portanto obtém-se  $\mu^* > \mu_c^*$ .



Figura 4.53: Velocidade terminal adimensional em função da tensão limite de escoamento adimensional para  $L^* = 5$  e  $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$ 

É fundamental destacar que  $\mu^*$  é forte função da definição da taxa de deformação característica que representa o escoamento do fluido não newtoniano. O anexo D apresenta o estudo realizado acerca da seleção da taxa de deformação característica, seu impacto na determinação de  $\eta_2(\dot{\gamma}_c)$  e consequentemente em  $\mu^*$ .

#### 4.2.3.1



Figura 4.54: Velocidade terminal adimensional em função da razão de viscosidade para  $L^* = 5$  e  $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$ 

#### Influência da tensão interfacial

A Figura 4.55 apresenta uma comparação das Figs. 4.46 e 4.47 a fim de avaliar os efeitos de tensão interfacial. Estas imagens exibem a evolução temporal de testes com Carbopol<sup>®</sup> ( $\tau_y = 2.42 \text{ Pa}, k = 1.07 \text{ Pa.s}^n$  e n = 0.45) acima de óleo Shell Tellus Premium 46 com e sem 1% m/m de Span<sup>®</sup> 80, respectivamente. Os parâmetros adimensionais que descrevem tais escoamentos são  $\Delta \rho^* = 0.15, \ \mu^* = 31, \ 1/Ga = 8.78 \cdot 10^{-3}, \ \tau_y^* = 0.17$  e  $V^* = 0.23$ , sendo que  $\sigma^* = 7.22 \cdot 10^{-4}$  e  $\sigma^* = 7.95 \cdot 10^{-3}$  para os casos com e sem surfactante, respectivamente.

Observa-se na Fig. 4.55 que não há uma mudança significativa no padrão de escoamento. O regime wavy core-annular flow é observado na presença de surfactante, conforme pode ser observado na imagem da esquerda. Por outro lado, a ausência de surfactante promove o aumento da contribuição dos efeitos interfaciais. Adiciona-se resistência ao escoamento, logo o núcleo torna-se um pouco mais estreito. A consequência é a transição para o regime transitional wavy core-annular flow. Contudo essa transição de regimes não foi observada em todos os casos investigados. De fato, há uma diferença sutil no padrão do escoamento visto que em ambos os casos há o estreitamento da seção reta e movimento oscilatório do slug. A principal diferença observada no caso com maior



Figura 4.55: Evolução temporal de testes com Carbopol ( $\tau_y = 2.42 \,\mathrm{Pa}$ ,  $k = 1.07 \,\mathrm{Pa.s}^n$  e n = 0.45) acima de óleo Shell Tellus Premium 46 com e sem 1% m/m de Span<sup>®</sup> 80, respectivamente.

tensão interfacial.

Compara-se os dois testes expostos na Fig. 4.55 com os gráficos das Figs. 4.53 e 4.54. Para um mesmo  $\Delta \rho^*$  e velocidades não nulas, observase que a variação de  $\sigma^*$  não altera significativamente a velocidade terminal adimensional. Porém, observou-se em alguns casos um ligeiro incremento de  $V^*$  com o decréscimo de  $\sigma^*$ .

Já para os casos caracterizados pela transição do regime transitional wavy core-annular flow para regime caracterizado pela ausência de escoamento, naturalmente a afirmação acima não é verdadeira. A Figura 4.56 ilustra uma comparação das Figs. 4.48 e 4.49. Estas figuras apresentam a evolução temporal de testes com Carbopol<sup>®</sup> ( $\tau_y = 2.74$  Pa, k = 1.32 Pa.s<sup>n</sup> e n = 0.44) acima de óleo de soja com e sem 1% m/m de Span<sup>®</sup> 80, respectivamente. Os parâmetros adimensionais comuns são  $\Delta \rho^* = 0.09$ ,  $\mu^* \approx 5.3$ ,  $1/Ga \approx 6.5 \cdot 10^{-3}$ ,  $\tau_y^* = 0.32$ . Além desses, para  $\sigma^* = 3.42 \cdot 10^{-3}$  a velocidade correspondente é  $V^* = 0.24$  e  $\mu^* = 76$  e para  $\sigma^* = 7.43 \cdot 10^{-3}$  obtém-se  $V^* = 0$  e  $\mu^* \to \infty$ .

A Figura 4.57 apresenta a velocidade terminal adimensional em função da tensão limite de escoamento adimensional e da razão de viscosidade para soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> com óleo de soja, ou seja, para  $\Delta \rho^* = 0.09$ e  $1/Ga \approx 6.5 \cdot 10^{-3}$ . Observe neste gráfico os casos descritos na Fig. 4.56. Para uma determinada faixa de  $\mu^*$  e  $\tau_y^*$ , há variação de  $V^*$  em função dos efeitos interfaciais. Quando há presença de surfactante (símbolo vermelho), observa-se uma velocidade finita e não nula. Caso contrário (símbolo salmão), a velocidade é nula. Portanto a adição de surfactante altera o balanço de forças, através da redução da contribuição da tensão interfacial, e favorece a ocorrência de escoamento. Contudo, é evidente que há mudanças no regime de escoamento, ou seja, no limite de um caso instável a tensão interfacial pode



Figura 4.56: Evolução temporal de testes com Carbopol<sup>®</sup> ( $\tau_y = 2.74 \,\mathrm{Pa}$ ,  $k = 1.32 \,\mathrm{Pa.s}^n$  e n = 0.44) acima de óleo de soja com e sem 1% m/m de Span<sup>®</sup> 80, respectivamente

ser determinante no estabelecimento do escoamento.

Em parte, a própria definição de  $\tau_y^*$  causa a disparidade observada de  $\tau_y^*$  ser uma função sobrejetora. Isto é consequência da seleção de  $\tau_y^*$  ser composta pelo balanço das forças gravitacionais e viscosas do tampão em equilíbrio estático. Visto que  $\tau_y^*$  não considera as forças interfaciais, os resultados quantitativos dos testes sem surfactante são comprometidos. Entretanto, a conclusão relevante desta comparação é que os efeitos de tensão interfacial não podem ser desprezados. Aliás, a influência da tensão interfacial em escoamentos de inversão por gravidade foi pouco explorada na literatura e grande parte dos pesquisadores não avalia ou considera sua relevância.

A Figura 4.58 exibe a velocidade terminal adimensional em função da tensão limite de escoamento adimensional para soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> com óleo Shell Tellus Premium 46 ( $\Delta \rho^* = 0.15$  e  $1/Ga = 8.78 \cdot 10^{-3}$ ). Resultados correspondentes às imagens apresentadas na Fig. 4.55 podem ser observados neste gráfico. Para quaisquer valores de  $\tau_y^*$  e  $\mu^*$ , constata-se que não há influência significativa de  $\sigma^*$  na velocidade terminal adimensional.

Através de análise comparativa entre as Fig. 4.57 e 4.58, identifica-se que o aumento de  $\Delta \rho^*$  provoca maior dispersão dos valores adimensionais da velocidade terminal e ocasiona menor influência relativa dos efeitos interfaciais. Isso ocorre pois We, a razão entre as forças de inércia e forças devidas a tensão interfacial, aumenta significativamente, vide Fig. 4.59.

Como a motivação deste trabalho provém do posicionamento de tampões de cimento, deve-se minimizar a influência dos efeitos de tensão interfacial para assegurar semelhança dinâmica. Portanto os resultados das seções seguintes compreendem somente testes executados com surfactante. Logo, espera-se que  $\sigma^* \rightarrow 0$  pois  $\sigma^* << 1$ .



Figura 4.57: Velocidade terminal adimensional em função da tensão limite de escoamento adimensional e da razão de viscosidade para  $L^* = 5$ ,  $\Delta \rho^* = 0.09$  e  $1/Ga \approx 6.5 \cdot 10^{-3}$ .

#### 4.2.3.2

### Análise dos regimes de escoamento e de equilíbrio da interface em função dos parâmetros governantes

A Figura 4.60 reapresenta os resultados da Fig. 4.53 considerando somente os casos com  $\sigma^* \to 0$ . Apresenta-se a velocidade terminal adimensional em função da tensão limite de escoamento adimensional e da razão de viscosidade, respectivamente. Definem-se as condições de equilíbrio equivalentes através da declaração de que  $\mu^* \approx 10^7 \to \infty$ .

Para todos os casos, observa-se que  $\mu^*$  aumenta conforme  $V^*$  diminui até o instante em que  $\mu^*(V^* = 0) = \mu_c^*$ . Analogamente,  $\tau_y^*$  diminui com  $V^*$  até  $\tau_y^*(V^* = 0) = \tau_{y,c}^*$ . Esta é denominada a região de equilíbrio estável,



Figura 4.58: Velocidade terminal adimensional em função da tensão limite de escoamento adimensional e da razão de viscosidade para  $L^* = 5$ ,  $\Delta \rho^* = 0.15$  e  $1/Ga = 8.78 \cdot 10^{-3}$ .

caracterizada por velocidade terminal adimensional nula, ou seja, há equilíbrio estático e o fluido mais denso não escoa. O regime é dito quase-estável quando  $V^* \rightarrow 0$  e consequentemente  $\mu^* \rightarrow \mu_c^* \rightarrow \infty$ . Por fim, o regime é instável quando  $V^* \neq 0$ , logo  $\mu^* < \mu_c$ . É conveniente ressaltar que  $\mu_c^*$  depende do par de fluidos, portanto de  $\Delta \rho^*$ ,  $\sigma^*$  e 1/Ga. Logo, pode ocorrer uma transição diferente entre os regimes para cada par de fluidos avaliado.

As Figuras a seguir apresentam outra forma de interpretar os resultados da Fig. 4.60. A Figura 4.61 apresenta a correlação entre a tensão limite de escoamento adimensional e razão de viscosidade para cada par de fluidos. Através da análise de uma única curva, ou seja, para um mesmo  $\Delta \rho^*$ ,  $\sigma^*$  e 1/Ga, em geral quanto maior for sua tensão limite de escoamento adimensional



Figura 4.59: Número de Weber em função da razão de viscosidade para cada par de fluidos considerando  $L^* = 5$ ,  $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$  e  $\sigma^* \to 0$ 

maior será  $\mu^*$ . Esse argumento só é válido ao desconsiderar os testes do regime quase-estável, caracterizado por elevada viscosidade. Observe na Fig. 4.62 o domínio das forças viscosas neste regime. Note que não há uma tendência definida do comportamento de  $\mu^*$  com  $\Delta \rho^*$ .

A Figura 4.63 apresenta casos com velocidade não nula e que não tendem a zero, ou seja, observa-se somente o regime instável com escoamento *wavy core-annular flow* e *transitional wavy core-annular flow*.

Este gráfico foi desenvolvido através de técnica de mineração de dados, denominada clusterização, a fim de agrupar automaticamente, por aprendizado não supervisionado, as informações de uma base de dados em k grupos (ou *clusters*). O princípio da técnica consiste em obter *clusters* com elementos de alta similaridade porém que sejam dissimilares aos elementos dos outros *clusters*. O algoritmo *K-means* é um dos mais populares e é baseado no conceito da centróide. Assim foi possível segmentar os dados em 4 faixas de razão de viscosidade.

Observa-se um padrão na segmentação dos grupos de  $\mu^*$  na Fig. 4.63. Para um mesmo  $\Delta \rho^*$ , observa-se que conforme  $\tau_y^*$  aumenta,  $\mu^*$  também aumenta até um valor limite, a partir do qual há ausência de escoamento. Em geral o aumento de  $\mu^*$  é associado ao acréscimo de  $\tau_y^*$ , pois em suas definições ambos apresentam  $\tau_y$  no numerador. Porém os valores quantitativos das faixas



Figura 4.60: Velocidade terminal adimensional em função da tensão limite de escoamento adimensional e razão de viscosidade, respectivamente, para  $L^* = 5$ ,  $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3} \text{ e } \sigma^* \to 0$ .



Figura 4.61: Tensão limite de escoamento adimensional em função da razão de viscosidade para cada par de fluidos considerando  $L^* = 5$ ,  $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$  e  $\sigma^* \to 0$ 

de  $\mu^*$  são maiores quanto menor for  $\Delta \rho^*$ , pois por definição,  $\tau_y^*$  apresenta relação inversamente proporcional entre  $\tau_y \in \Delta \rho$ . Portanto pares de fluido com o mesmo  $\tau_y$  possuem maiores  $\tau_y^*$  em função da redução de  $\Delta \rho$ .

Ademais o aumento de  $\mu^*$  pode estar relacionado à redução de viscosidade do fluido de baixo,  $\mu_1$ , e à redução da velocidade de queda do tampão, expressa por  $\dot{\gamma}$ . Enfatiza-se que o óleo de soja apresenta menor  $\mu_1$  ( $\Delta \rho^* = 0.09 \ e \ 0.19$ ) e que a V diminui com o aumento de  $\Delta \rho$ . Note que esse comportamento é o inverso do caso adimensional,  $\Delta \rho^*$ , pois o objetivo deste último é incorporar o efeito do empuxo. Em relação à influência de 1/Ga no escoamento, verifica-se na Tabela 4.9 que não há um tendência de comportamento entre  $1/Ga \ e \ \Delta \rho^*$ . Os valores oscilam em função da dependência tanto de  $\Delta \rho \ e \ \mu_1$ . Entretanto, comportamento antagônico é observado em relação à  $\sigma^*$ .

Contudo a outra interessante forma de observar tais influências é através do número de capilaridade, que compara a influência das forças viscosas às interfaciais através de  $Ca = 1/Ga/\sigma^*$ . Dito isso, o gráfico da Fig. 4.64 apresenta uma melhor forma de identificar cada uma destas contribuições no escoamento, visto que a influência do campo de velocidades é desconsiderada. Este gráfico apresenta o número de Reynolds,  $Re = Ga \cdot V^*$ , em função do número de Laplace, La, para cada par de fluidos, agora representados por  $Ca \in \Delta \rho^*$ .



Figura 4.62: Número de Reynolds em função da razão de viscosidade para cada par de fluidos considerando  $L^* = 5$ ,  $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$  e  $\sigma^* \to 0$ 

Deve-se recordar que  $Re = f(F_I/F_{\mu})$ ,  $La = f(F_I \cdot F_{\sigma}/F_{\mu})$  e  $Ca = f(F_{\mu})/F_{\sigma}$ . É importante observar que a influência direta da força gravitacional só é expressa em Ca, que é a inclinação de cada curva.

Observa-se no gráfico da Fig. 4.64 que há dois pares de fluidos com praticamente o mesmo número de Capilaridade, a saber  $\Delta \rho^* = 0.15$  e  $\Delta \rho^* = 0.19$ . Pode-se afirmar que tais fluidos apresentam a mesma relação entre as forças viscosas, representadas pela resistência do fluido menos denso  $\mu_1$ , e as forças interfaciais traduzidas por  $\sigma$ . Como  $Ca = 1/Ga \cdot \sigma^* \approx 12$ , observa-se que este parâmetro adimensional lineariza a contribuição das forças viscosas com interfaciais, mesmo para diferentes  $\Delta \rho^*$ .

Sendo assim, a análise desse par de fluidos apresenta a mesma proporção destes efeitos secundários. Embora não sejam desprezíveis em relação à outras forças governantes, em termos comparativos é possível desconsiderar a influência destes parâmetros em análises subsequentes. Essa é uma grande vantagem pois, em uma análise adimensional, é importante fixar todos os parâmetros governantes e variar apenas um deles para avaliar sua real influência no escoamento.

Por outro lado, em geral despreza-se a influência parâmetros que apresentam valor muito menor que um. Por exemplo, quando  $\sigma^* << 1$  é comum



Figura 4.63: Tensão limite de escoamento adimensional em função da diferença de densidade adimensional para diversas faixas de razão de viscosidade considerando  $L^* = 5, 4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$  e  $\sigma^* \to 0$ 

afirmar que há predominância de efeitos gravitacionais e desconsiderar a influência das forças de interfaciais. Entretanto essa afirmação só é verdadeira se esse comportamento for mantido para todos os casos investigados. Nesse caso específico, constata-se que os efeitos interfaciais em escoamento complexo apresentam elevada relevância no instante de início do escoamento.

Tais parâmetros adimensionais são comumente empregados para construir mapas que caracterizam a transição entre diferentes regimes de escoamento bifásico, especialmente no que diz respeito aos escoamentos com *slugs*. Kreutzer et al. (112) desenvolveram um modelo fenomenológico, para escoamento bifásico em capilar, e determinaram a queda de pressão e espessura do filme através do comprimento do *slug L*, *Re* e *Ca*. Afirmam que, na maioria das vezes, tais mapas são desenvolvidos sem considerar os efeitos das propriedades dos fluidos e/ou dimensões geométricas.

Posteriormente Walsh et al. (174) aprimorou o modelo e propôs superposição assintótica de escoamento de Poiseuille com derivação empírica do escoamento de Taylor. Demonstraram que a transição de um escoamento de Poiseuille (um único fluido) para *slugs* ocorre quando  $(L/d) \cdot (Ca/Re)^{0.33} > 1$ . Abaixo desse valor, observaram contribuição significativa da pressão de Laplace na queda de pressão total.



Figura 4.64: Número de Reynolds em função do número de Laplace para cada diferença de densidade adimensional considerando  $L^* = 5$ .

Portanto, há indícios na literatura demonstrando que é possível segmentar este gráfico em função dos regimes de escoamento. A Figura 4.65 abaixo apresenta uma segmentação dos dados da Fig. 4.64 considerando somente os casos caracterizados por Ca = 12.15 e Ca = 11.24, sendo WCAF o regime wavy core-annular flow, TCAF o regime transitional wavy core-annular flow e PF significa plug flow. Pode-se afirmar que o regime quase-estático (caracterizado por plug flow) ocorre quando Re < 1 e La < 1. Por outro lado, ainda não é possível determinar uma relação mais completa, que englobe todos os regimes.

A Figura 4.66 apresenta um resumo ilustrativo das conclusões e discussão apresentadas anteriormente. Correlaciona-se os regimes de escoamento, os regimes de estabilidade e os parâmetros adimensionais para  $L^* = 5$ , 4.29 ·  $10^{-3} \leq 1/Ga \leq 8.78 \cdot 10^{-3}$  e  $\sigma^* \to 0$ .

Através das Figs. 4.60 e 4.66, conclui-se que a menor faixa de razões de viscosidade da Fig. 4.63 engloba quase a totalidade do testes caracterizados por escoamento wavy core-annular flow. A faixa seguinte apresenta dois testes realizados no regime transitional wavy core-annular flow e todos os testes com  $\Delta \rho^* = 0.19$  caracterizados por wavy core-annular flow. Não houve nenhum teste com  $\Delta \rho^* = 0.26$  neste regime. Para  $\mu^* > 100$  observa-se na Fig. 4.63



Figura 4.65: Segmentação dos regimes de escoamento através do número de Reynolds em função do número de Laplace para cada diferença de densidade adimensional considerando  $L^* = 5$ .



Figura 4.66: Resumo da morfologia do escoamento em função dos regimes de estabilidade e dos parâmetros adimensionais
somente o regime transitional wavy core-annular flow. Além disso, o regime instável é observado quando  $V^* \to 0$ , e consequentemente obtém-se  $\mu^* \to \infty$ .

As subseções abaixo apresentam discussões específicas acerca dos principais efeitos que atuam sobre o escoamento de inversão por gravidade. Avalia-se detalhadamente influência temporal gerada pelo tempo característico do experimento e por efeitos tixotrópicos. Em seguida, compara-se a influência de efeitos interfaciais e viscosos para diversos pares de fluidos.

### 4.2.3.2.1 Efeitos temporais

As condições de equilíbrio apresentam efeitos temporais distintos quando a velocidade não é nula. Na região de regime instável observa-se instantaneamente a presença de escoamento após abrir a válvula guilhotina. Isso ocorre pois as forças gravitacionais são significativamente maiores que as forças viscosas e esta zona é caracterizada por baixa razão de viscosidade. O incremento da tensão limite de escoamento adimensional e da razão de viscosidade, favorecem a ocorrência do regime quase-estável. Neste caso, após a abertura da guilhotina há um tempo de retardo no qual o fluido mais denso fica em repouso acima do fluido menos denso. Após esse tempo característico, o fluido escoa lentamente, caracterizando o efeito avalanche (49). Como a duração do experimento é de 1.5 horas, se não houver escoamento durante este intervalo de tempo define-se pertencente à região de equilíbrio estável. Nesta região os efeitos viscosos do fluido mais denso são predominantes aos do fluido menos denso, visto que  $\eta_{2,c}/\mu_1 >> 1$ .

Conforme observado e discutido na Fig. 4.38 acerca dos testes reológicos a tensão constante, o efeito avalanche é uma característica de fluidos tixotrópicos. Constatou-se que o tempo de retardo é função do nível de tensões e do tempo de equilíbrio. Já na bancada experimental, a região de regime quase-estável é caracterizada por  $\tau_y^* \to \tau_{y,c}^*$ , logo apresenta uma tensão de cisalhamento próxima a tensão limite de escoamento. Ao iniciar o experimento em t = 0 s, o material elasto-viscoplástico tixotrópico, que estava totalmente estruturado, é submetido à uma variação de tensões caracterizada pelo instante da abertura da válvula guilhotina. Como observado na Fig. 4.38, a resposta da microestrutura à mudança de tensão não é instantânea. Há um tempo de retardo no qual o material deforma-se sem escoar pois sua viscosidade ainda é muito alta. Após esse tempo característico a microestrutura do material é significativamente desestruturada e consequentemente a viscosidade decresce abruptamente. Neste momento, observa-se um escoamento repentino como o observado em uma avalanche (157). Além disso, a região de regime quaseestável apresenta elevada razão de viscosidade, portanto mesmo após a quebra da microestrutura a velocidade tende a zero e o material pouco se deforma.

Presenciou-se uma situação interessante que exemplifica a importância do efeito temporal na definição e classificação de cada regime de escoamento. Após a conclusão de alguns testes caracterizados pelo regime estável (sem presença de escoamento no intervalo de 1.5 hs), manteve-se o experimento inalterado até o dia seguinte para posterior limpeza da bancada experimental. Embora o banho de circulação externa seja desligado a noite, a temperatura da sala (e consequentemente dos fluidos) não varia significativamente neste período. Em algumas condições, 8 ou até 24 hs após a conclusão dos testes, observouse a inversão completa dos fluidos. Ou seja, alguns experimentos classificados como regime estável na faixa de  $\tau_{y,c}^*(t = 1.5 hs) < \tau_y^*(t > 1.5 hs) < 1$  e  $\mu_c^*(t = 1.5 hs) < \mu^*(t > 1.5 hs) < \infty$  poderiam ser considerados pertencentes ao regime quase-estável se a duração do experimento fosse maior que 1.5 horas. Comportamento similar foi observado nos testes apresentados na Fig. 4.38.

Contudo o anexo F apresenta uma discussão acerca da influência temporal do método de determinação da tensão limite de escoamento nos resultados experimentais. Concluiu-se que a diferença entre as tensões limite de escoamento estática e dinâmica não pode ser desprezada para os fluidos estudados no intervalo de 1.5 horas. Neste trabalho, optou-se por definir a tensão limite de escoamento dinâmica como a tensão limite de escoamento característica. A consequência desta escolha é a obtenção de resultados mais conservadores.

O regime *plug flow* foi observado somente nos testes com os pares de fluidos caracterizados por  $\Delta \rho^* = 0.09$  e  $\Delta \rho^* = 0.15$ . Há dois fatores que podem justificar tal comportamento: (i) contribuição das forças viscosas em relação às demais e (ii) efeitos tixotrópicos associados à formulação de fluidos.

A competição entre forças viscosas em oposição às interfaciais somadas às inerciais, para um dado par de fluidos, é determinada por La, que é caracterizado por Re/Ca. No regime *plug flow*, observa-se que a elevada razão de viscosidade mantém a continuidade do fluido mais denso em queda. Este pouco se deforma e escoa como um pistão rígido dentro do tubo. Os testes caracterizados por  $\Delta \rho^* = 0.19$  e  $\Delta \rho^* = 0.26$  apresentam elevados valores de La em função da elevada força de inércia gerada com aumento de  $\Delta \rho^*$ . Embora todos os testes apresentam  $1/Ga \mathcal{O}(10^{-3})$ , deve-se atentar para sua contribuição em conjunto com as demais forças atuantes no balanço do tampão.

No caso limite de estabilidade, para  $\Delta \rho^* = 0.09$ , observou-se  $\mu_c^* \approx 28019$ e  $\tau_{y,c}^* \approx 0.8$ . Já para  $\Delta \rho^* = 0.15$ , observou-se 2300  $\lesssim \mu_c^* \lesssim 8600$  e  $0.41 \lesssim \tau_{y,c}^* \lesssim 0.77$ . Nestas mesmas faixas de  $\tau_y^*$ , não foi observado escoamento em nenhum dos testes com  $\Delta \rho^* = 0.19$  e  $\Delta \rho^* = 0.26$ . Por outro lado, acredita-se que esta dissemelhança possa também ser função da formulação dos fluidos viscoplásticos. Soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> apresentam fortes interações inter e intra moleculares, resultantes das pontes de hidrogênio, que implicam em uma configuração de rede estrutural que requer aplicação de uma tensão (a saber  $\tau_y^*$ ) para quebrar a microestrutura e estabelecer escoamento. A presença de glicerina (ou propanotriol) no Carbopol<sup>®</sup>, um co-solvente de maior viscosidade e densidade, enfraquece as pontes de hidrogênio entre o solvente e o polímero e aumenta as forças de atração entre os solventes e entre o polímero e solvente, o que afeta o emaranhamento entre as longas cadeias poliméricas (33). Sendo assim, a Fig. 4.67 ilustra a avaliação desses efeitos.



Figura 4.67: Avaliação dos efeitos tixotrópicos em soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> com e sem glicerina.

A Figura 4.67 apresenta curvas de escoamento de soluções poliméricas caracterizadas por  $\tau_y \approx 2.7 \,\mathrm{Pa}$ , sendo uma sem e outra com glicerina em sua formulação. Os círculos azuis representam testes com solução aquosa com 0.1%de Carbopol<sup>®</sup> e os círculos vermelhos caracterizam testes com solução aquosa com 0.125% de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina. Tais soluções possuem concentrações poliméricas diferentes porém apresentam o mesmo valor de tensão limite de escoamento, ou seja, na presença de glicerina é necessária uma quantidade maior de polímero para obter o mesmo valor de  $\tau_y$ . Ademais para cada valor imposto de  $\dot{\gamma}$ , há um maior tempo requerido para atingir o regime permanente na solução aquosa com glicerina. Contudo, é possível que esta resposta mais lenta seja a responsável pela ausência do regime *plug flow* em testes com glicerina. Portanto é possível que experimentos classificados como regime estável na faixa de  $\mu_c^* < \mu^* < \infty$ fossem reclassificados como pertencentes ao limite do regime quase-estável se a duração do experimento fosse maior. Neste caso, obteria-se um novo valor limite da razão de viscosidade para a transição entre os regimes, de modo que  $\mu_c^*(t = 1.5 hs) < \mu^*(t > 1.5 hs) < \infty$ .

Para separar a contribuição dos efeitos temporais, deve-se avaliar o efeito avalanche, para diversas formulações e concentrações de Carbopol<sup>®</sup>, através de caracterizações reológicas (testes a tensão constante e curvas de escoamento) e/ou de testes mais longos na bancada experimental. Para investigar sua influência em  $\tau_y^*$ , deve-se comparar os resultados obtidos na bancada experimental em função de  $V^*$  e t, especialmente. Deve-se também realizar caracterizações de reologia extensional para avaliar a possibilidade de contribuição de efeitos de elasticidade, embora esta tenda a ter menor parcela de atuação.

### 4.2.3.2.2 Efeitos viscosos

Para  $V^* \approx 0.24$ ,  $\tau_y^* \approx 0.15$  e  $\sigma^* \approx 7 \cdot 10^{-4}$ , observa-se diferentes comportamentos para escoamentos caracterizados por  $\Delta \rho^* = 0.15$  e  $\Delta \rho^* =$ 0.26 (ambos são testes realizados com óleo Shell Tellus Premium 46 com surfactante e diferentes bases de Carbopol<sup>®</sup>). Observe na Fig. 4.68 o regime wavy core-annular flow caracterizado por  $\Delta \rho^* = 0.15$ ,  $\mu^* = 28$  e 1/Ga = $8.78 \cdot 10^{-3}$ ; enquanto para  $\Delta \rho^* = 0.26$ , observa-se regime transitional wavy core-annular flow com  $\mu^* = 45$  e  $1/Ga = 6.43 \cdot 10^{-3}$ . Portanto, quanto maior a influência das forças gravitacionais maior deve ser a resistência viscosa para atingir a mesma condição de  $V^*$  sob escoamento. Como  $\tau_y^* = 4\tau_y/\Delta\rho gD$ , o fluido mais denso deve apresentar maior tensão limite de escoamento, que se traduz em maior viscosidade, para atingir o mesmo  $\tau_y^*$ . Essa observação só é válida se considerarmos a mesma contribuição das forças interfaciais, isto é  $\sigma^* \to 0$ , e de 1/Ga, visto que apresentam mesma ordem de grandeza.



Figura 4.68: Comparação dos efeitos viscosos com os gravitacionais.

Da mesma maneira, a Fig. 4.69 apresenta testes realizados com óleo Shell Tellus Premium 46 com surfactante e diferentes bases de Carbopol<sup>®</sup>. Para  $V^* \approx 0.23$  e  $\sigma^* \approx 7 \cdot 10^{-4}$ , observa-se mudança de regime de escoamento com incremento de  $\Delta \rho^*$  e da resistência viscosa. Para  $\Delta \rho^* = 0.15$ ,  $\mu^* = 24$ ,  $\tau_y^* = 0.11$  e  $1/Ga = 8.78 \cdot 10^{-3}$  observa-se o regime wavy core-annular flow enquanto para  $\Delta \rho^* = 0.26$ ,  $\mu^* = 61$ ,  $\tau_y^* = 0.21$  e  $1/Ga = 6.43 \cdot 10^{-3}$  há o regime transitional wavy core-annular flow. Como as forças gravitacionais e viscosa atuam em sentidos opostos, verifica-se que o fluido mais denso e mais viscoso deforma-se pouco e escoa em movimento concêntrico. Por outro lado, quanto menor  $\mu^*$  e  $\Delta \rho^*$ , mais o fluido se deforma e consequentemente escoa em movimentos tortuosos para minimizar a probabilidade de fratura do núcleo.

### 4.2.3.2.3 Efeitos interfaciais

Para  $V^* \approx 0.24$ ,  $\mu^* \approx 60$  e  $1/Ga = 6.5 \cdot 10^{-3}$ , observa-se comportamentos ligeiramente diferentes para escoamentos caracterizados por  $\Delta \rho^* = 0.09$  e  $\Delta \rho^* = 0.26$  (testes realizados com diferentes óleos na presença de surfactante posicionados acima de diferentes bases de Carbopol<sup>®</sup>). Para  $\Delta \rho^* = 0.09$  obtémse  $\tau_y^* = 0.26$  e  $\sigma^* = 3.42 \cdot 10^{-3}$  e para  $\Delta \rho^* = 0.26$  obtém-se  $\tau_y^* = 0.21$  e  $\sigma^* = 7.73 \cdot 10^{-4}$ . Para ambos os casos, observa-se na Fig. 4.70 o regime transitional



Figura 4.69: Comparação dos efeitos viscosos com os gravitacionais.

wavy core-annular flow, entretanto com menor  $\Delta \rho^*$  há maior continuidade do núcleo sob escoamento. Ou seja, observa-se pequenos núcleos com maior volume do fluido mais denso enquanto com maior  $\Delta \rho^*$  há pequenas gotas em queda. Embora ambos os valores de  $\sigma^* \to 0$ , eles não são nulos ou idênticos para excluir-se completamente sua influência no escoamento. Portanto quanto maior a influência das forças interfaciais menor é a probabilidade de fratura do núcleo. Neste caso, para justificar a mesma resistência viscosa e mesmo valor de  $V^*$ , quanto maior a influência das forças interfaciais menor deve ser a contribuição das forças gravitacionais.

### 4.2.3.3 Critério para classificar ausência de escoamento

Um dos objetivos deste trabalho é determinar um valor crítico, ou grupo de parâmetros, que caracterize se há ou não inversão dos fluidos. Em outras palavras, pretende-se antever se o posicionamento de um dado fluido viscoplástico sobre um newtoniano de menor densidade será estável e com velocidade nula, ou suficientemente baixa, após um determinado instante de tempo. Com esta finalidade e dependendo da aplicação, é possível definir



Figura 4.70: Comparação dos efeitos interfaciais com os gravitacionais.

diferentes critérios baseados na velocidade terminal adimensional. Note que  $V_c^*$ ,  $\mu_c^* \in \tau_{y,c}^*$  são forte função da escolha do ponto de corte da velocidade terminal.

A Figura 4.71 ilustra uma proposta de critério para definir se há ou não existência de escoamento de inversão por gravidade. Apresenta-se a razão entre a velocidade terminal adimensional e seu respectivo caso crítico,  $V^*/V_c^*$ , em função da razão de viscosidade  $\mu^*$ . Note que  $V^*/V_c^* = V/V_c$  e que a influência das forças gravitacionais na velocidade são reinseridas em nossa análise. Logo quando  $V^*/V_c^* < 1$  não há escoamento. Neste caso define-se a viscosidade crítica,  $\mu_c$ . Por fim elabora-se um gráfico com sumário dos resultados através de  $\mu_c = f(\Delta \rho^*)$ .

O caso crítico define o limite no qual a presença de escoamento não é tolerada. Sendo assim, define-se no gráfico a região caracterizada pela ausência de escoamento como  $V^*/V_c^* < 1$ ,  $\forall \mu^*$ . A partir do comprimento admissível de queda do tampão  $l_c$ , e do tempo crítico  $t_c$ , determina-se a correspondente velocidade  $V_c$ . É fundamental ressaltar que esse é um dado de entrada do problema e que deve ser definido exclusivamente para cada diferente aplicação.

No caso do tamponamento, embora o objetivo seja manter o tampão



Figura 4.71: Ilustração de proposta de critério de escoamento de escoamento de inversão por gravidade.

estático, deve-se impor como dado de entrada  $lc \neq 0$  e  $lc \rightarrow 0$  e o tempo como  $t_c = fs \cdot (t_{cura} - t_{bombeio})$ , sendo fs um fator de segurança. Outras análises sobre possíveis critérios para determinação da velocidade mínima de escoamento são apresentadas no anexo E.

Para concluir o conjunto de parâmetros que representa o caso crítico, emprega-se a Eq. 3-40 para estimar  $V_c^*$ . A viscosidade adimensional característica pode ser determinada através da Eq. 3-48, considerando  $\dot{\gamma}_c = 1/t_c$ . Sendo assim, obtém-se maior velocidade terminal adimensional crítica quanto menor for  $t_c$  e maior for  $l_c$ .

A razão de velocidades  $V^*/V_c^*$  é relacionada com a razão de viscosidade  $\mu^*$  através de função racional  $V^*/V_c^* = P(\mu^*)/Q(\mu^*)$ , sendo o domínio definido como o conjunto de todos os números reais e positivos exceto o zero, pois não está definido. Apresenta uma descontinuidade pois os valores das duas funções se tornam ilimitados quando  $\mu^* \to 0$ . Esse é um comportamento típico de fluidos viscoplásticos: a viscosidade tende ao infinito quando a velocidade tende a zero pois  $\eta(\dot{\gamma} = v_c/l_c)$ .

A Figura 4.72 apresenta o gráfico equivalente aos dados experimentais realizados no intervalo de  $t_c = 1.5$  hs e  $l_c = 9D$ . A partir desse dado pode-se determinar a relação entre  $\mu_c^*(V^*/V_v^* = 1) = f(\Delta \rho^*)$ .



Figura 4.72: Critério de definição de escoamento aplicado aos dados experimentais para  $l_c = 9D$  e  $t_c = 5400$  s: gráficos da razão entre a velocidade terminal adimensional e seu respectivo caso crítico,  $V^*/V_c^*$ , em função da razão de viscosidade  $\mu^*$  em escala semi-log e log-log, respectivamente.

### influência da seleção do caso crítico

Através dos dados obtidos experimentalmente, foi feita uma análise hipotética, com dois valores de  $t_c$  para  $l_c$  fixo, com a finalidade de avaliar a influência da seleção do tempo característico no critério de escoamento. Imagine que esse critério será aplicado em operação fictícia de tamponamento de poços. Em função do tempo de cura da pasta de cimento e da zona do poço a ser isolada, define-se os parâmetros críticos. Embora o objetivo seja sempre manter o tampão estático, determina-se a velocidade terminal máxima que o fluido pode atingir sem prejudicar a operação.

Os dados experimentais são utilizados para exemplificar a metodologia proposta. Contudo deve-se garantir semelhança dinâmica, ou seja, deve-se assegurar que as forças atuantes na bancada experimental são as mesmas consideradas na aplicação. Sendo assim, os resultados adiante consideram somente os testes com mesma contribuição das forças ditas não dominantes.

Conforme discutido acerca da Fig. 4.64, testes com  $\Delta \rho^* = 0.15$  e  $\Delta \rho^* = 0.19$  apresentam mesmo valor de *Ca*. Pode-se afirmar que tais fluidos apresentam a mesma relação entre as forças viscosas e interfaciais através de  $Ca = 1/Ga \cdot \sigma^* \approx 12$ . Ademais para  $\Delta \rho^* = 0.09$  obtém-se *Ca* uma ordem de grandeza menor. Portanto, optou-se por avaliar somente os casos com mesmo *Ca* para avaliações acerca de operações industriais e aplicações da metodologia de critério de escoamento.

Considerando  $l_c = 7D$ , avaliou-se a evolução da velocidade para  $t_c = 60$  s e  $t_c = 1500$  s. É essencial recordar que os testes experimentais foram originalmente realizados considerando  $t_c = 1.5$  hs, portanto a análise apresentada é apenas qualitativa<sup>1</sup>. As Figuras 4.73 e 4.74 apresentam os dados pósprocessados considerando  $t_c = 60$  s e  $t_c = 1500$  s, respectivamente. As zonas coloridas de rosa indicam a região sem escoamento e são delimitadas pelas linhas pontilhadas nos gráficos  $V^*/V_c^* = f(\mu^*, t_c, l_c, ...)$ .

A Figura 4.73 apresenta um critério mais rígido visto que apresenta menor  $t_c$ . Observa-se, no gráfico log-log, que alguns testes anteriormente considerados em regime instável ou quase-estável, agora são classificados em regime estável em função da limitação temporal. Ou seja, testes caracterizados por elevada razão de viscosidade e baixa velocidade relativa de escoamento não comprometem o cenário do projeto. Considerando a aplicação acerca da operação de posicionamento de tampão, isso significa que são toleradas velocidades não nulas pois o comprimento característico  $l_c$  não é alcançado no

 $<sup>^1</sup>$ Caso haja real interesse em investigar os resultados experimentais a  $t_c<1.5\,\rm hs,$  deve-se recalcular a viscosidade através dos parâmetros reológicos, que devem ser avaliados neste mesmo $t_c$ 



Figura 4.73: Critério de definição de escoamento aplicado aos dados experimentais para  $l_c=7D$  e  $t_c=60\,{\rm s}.$ 



Figura 4.74: Critério de definição de escoamento aplicado aos dados experimentais para  $l_c=7D$  e  $t_c=1500\,{\rm s}.$ 

tempo estipulado.

Por outro lado, na Figura 4.74 classifica-se os regimes exatamente como no caso experimental. Portanto todos os casos em que uma velocidade não nula foi mensurada são considerados pertencentes à neste critério de escoamento. Logo, os pontos do gráfico caracterizados por  $V^* = 0$  também não apresentaram escoamento em  $t_c = 5400$  s.

Para razão fixa de  $V^*/V_c^*$ , verifica-se incremento de  $\mu^*$  com  $t_c$  pois  $v_c^* = f(v_c, t_c)$  é constante para cada par de parâmetros característicos. Analogamente, para um valor constante de  $\mu^*$  observa-se o aumento de  $V^*/V_c^*$  com  $t_c$ .

### 4.2.4

### Extrapolação de dados em escala para dados de campo

A Figura 4.74 apresentada anteriormente é peça fundamental no estudo de escoamentos de inversão por gravidade. Esse gráfico apresenta um sumário do critério para definir escoamento através de um exemplo aplicado aos resultados obtidos experimentalmente. Expressa-se a razão de velocidades  $V^*/V_c^*$  em função de  $\mu^*$  para diversas diferenças de densidade adimensionais, considerando  $L^* = 5$  e  $Ca \approx 12$ . Este gráfico exibe o espectro de parâmetros adimensionais que caracterizam a presença ou ausência de escoamento na faixa investigada.

Essa é uma informação valiosa porém só há serventia se puder ser interpretada a fim de permitir que os dados obtidos em escala de laboratório possam possam ser extrapolados para o processo de tamponamento de poços ou qualquer outra aplicação industrial.

#### 4.2.4.1

### Metodologia de análise de dados

A Figura 4.75 apresenta um diagrama de fluxo de dados que descreve a metodologia proposta para avaliação do posicionamento de tampão.

Inicialmente, o processo consiste em formular um par de fluidos que atenda aos dados de projeto. Em seguida, mede-se as propriedades dos fluidos sob análise. Avalia-se o critério de escoamento, a partir do dado crítico de entrada,  $\mu_c^*(\Delta \rho^*)$ . Emprega-se as equações descritas na seção 3.6, calculase a velocidade estimada de queda do tampão e por fim deve-se verificar se a velocidade estimada é menor que seu correspondente valor crítico. Se  $V^*/V_c^* < 1$ , o processo é concluído com sucesso. Caso contrário, uma nova formulação de fluidos deve ser proposta a fim de convergir o fluxo de dados.



Figura 4.75: Ilustração de proposta de critério de escoamento de escoamento de inversão por gravidade.

Essa metodologia foi avaliada experimentalmente para uma pequena faixa de parâmetros adimensionais governantes. Para assegurar a eficiência desta proposta para uma nova faixa de parâmetros governantes, é necessário simular numericamente os casos experimentais. Se houver concordância entre os resultados obtidos, a malha é considerada validada e casos da mesma ordem de grandeza dos casos de campo podem ser determinados. Por fim, um banco de dados com a função de  $\mu_c^*(\Delta \rho^*)$ , para a combinação dos demais grupos adimensionais de interesse, pode ser elaborado a partir de um estudo paramétrico numérico.

# 5 Conclusões

Posicionar tampões de cimento é uma operação bastante comum na indústria do petróleo. Visto que todo poço em algum momento de seu ciclo será abandonado, e isto usualmente envolve operações de tamponamento, é fundamental entender os mecanismos que regem tal processo. O principal desafio consiste na compreensão da instabilidade estabelecida por efeitos gravitacionais. Este cenário é altamente instável visto que o cimento geralmente é mais denso que o fluido do poço.

Quando um fluido é posicionado acima de outro menos denso, formase uma interface instável e, como consequência, suas posições tendem a se inverterem. Em segunda escala, este fenômeno é influenciado por efeitos viscosos, inerciais e interfaciais que combinados são capazes de estabelecer um regime estável, ou seja, assegurar posicionamento estático.

Existem diversas ferramentas, técnicas e protocolos na indústria com intuito de atestar estabilidade em operações de tamponamento de poços. Entretanto há elevados custos associados, muitas divergências sobre a física do problema e uma convicção, em geral, baseada em dados empíricos.

Com a finalidade de contribuir na compreensão da física e fenômenos associados à instabilidade gravitacional realizou-se uma análise de escoamentos de inversão por gravidade (*exchange flows*). Experimentos de visualização com um líquido acima de outro de menor densidade em tubo vertical foram executados. Após uma investigação do caso base com dois líquidos newtonianos, foram realizados testes com materiais não newtonianos, elasto-viscoplástico e com características tixotrópicas, posicionados acima de óleo newtoniano menos denso.

Uma bancada experimental exequível foi desenvolvida fundamentada nos materiais e equipamentos do Grupo de Reologia da PUC-Rio. Uma metodologia para garantir resultados repetitivos e confiáveis foi concebida. Apresentouse detalhada descrição dos métodos experimentais, preparo dos fluidos, medições das propriedades, pós-processamento de dados e adimensionalização dos parâmetros governantes para interpretar os resultados. Além do mais identificou-se os parâmetros governantes geométricos como o comprimento transversal entre o fluido mais denso e as paredes do tubo, seu respectivo comprimento axial e as propriedades dos fluidos (densidade e viscosidade do fluido menos denso, viscosidade do fluido mais denso, diferença entre as densidades e tensão interfacial).

A seção de testes, composta essencialmente por um tubo de acrílico, é preenchida com um líquido. Após equilíbrio térmico imposto por banho termostático, volume complementar de um líquido mais denso é posicionado na interface. Diferentes métodos de posicionamento foram avaliados e empregados. Visualiza-se o movimento da interface através de um um video realizado com câmera fotográfica digital. Ademais determina-se a velocidade da interface e configuração do líquido em queda através de processamento e análise de imagens. Contudo, a influência dos parâmetros governantes é avaliada sobre a velocidade de inversão e regime de escoamento. A importância relativa entre as forças gravitacionais, viscosa, inercial e interfacial são exploradas.

A principal limitação do experimento refere-se à baixa freqüência de fotos produzidas pela máquina fotográfica. É necessário um número mínimo de imagens para garantir reprodutibilidade e minimizar as incertezas associadas. Logo, há uma limitação de velocidade de escoamento e consequentemente na diferença de densidades investigadas. Desta forma, parâmetros com valores da ordem de grandeza de processos de tamponamento não podem ser realizados. Outra importante limitação dos experimentos diz respeito ao efeito temporal. Como é necessário definir um tempo característico máximo para realização dos testes, causa-se uma disparidade entre a tensão limite de escoamento estática e dinâmica, posto que há efeitos tixotrópicos associados ao material não newtoniano.

Foram realizados experimentos com pares de fluidos newtonianos e imiscíveis com pequena diferença de densidade, visto que há essa lacuna na literatura. Com o objetivo de avaliar a influência do volume de fluido mais denso, examinaram-se dois regimes de escoamento, a saber gotas e *slugs* em queda. Os resultados experimentais demonstram que a velocidade terminal pode ser estimada por correlações empíricas de esferas rígidas em queda dentro de um tubo. Estudo paramétrico com os dados adimensionais indicam que tal aproximação acarreta em dados consistentes com operações, com materiais não newtonianos, de campo. Entretanto, os resultados são bastante conservadores.

Em relação aos experimentos com materiais não newtonianos constatamse três diferentes regimes de escoamento, denominados instável, quase-estável e estável (sem escoamento). O regime instável é caracterizado por escoamento *wavy core-annular*, com o líquido mais denso no centro, e *transitional wavy core-annular*, que corresponde aos casos marcados por fratura do núcleo em queda. No regime quase-estável, há formação de *plug flow* sob forte influência de efeitos viscosos após um tempo de retardo, que é função dos efeitos tixotrópicos do material.

Os regimes de escoamento são função da combinação de valores dos grupos adimensionais. No caso newtoniano concluiu-se que o comprimento do tampão é característica fundamental, pois gotas esféricas, elipsoidais e *slugs* apresentam distribuição normal de velocidade. Em ambos os casos foi observada a importância dos efeitos interfaciais, visto que a tensão interfacial adimensional pode interferir no estabelecimento do escoamento, pois altera o balanço de forças. A velocidade terminal adimensional determina a presença de escoamento. Por outro lado a razão de viscosidade associada à razão de densidades determinam o tempo necessário para sua ocorrência.

Através da análise dos resultados experimentais é possível identificar, para um dado par de fluidos, a janela de operações no espaço de parâmetros governantes dentro da qual a velocidade de inversão é suficientemente baixa (ou nula). Tais análises podem ser extrapoladas para aplicações industriais através de critério proposto para determinar a presença, ou não, de escoamento. A partir dos dados de projeto, determina-se a razão de viscosidade crítica adimensional, em função da diferença de densidades adimensional, necessária para certificar equilíbrio estático a um dado par de fluidos.

# 5.1 Trabalhos futuros

Escoamentos de inversão por gravidade apresentam diversos desafios a serem investigados. Em especial, recomenda-se a realização de mais testes para dar seguimento a esta pesquisa. Propõe-se realizar novas investigações reológicas afim de comparar a influência da determinação da tensão limite de escoamento, estática ou dinâmica, no critério de escoamento proposto.

Ademais deve-se investigar com maior ênfase os efeitos elásticos e tixotrópicos associados aos fluidos de trabalho. É importante compreender suas influências nos escoamentos de inversão por gravidade, assim como a caracterização e modelagem dos materiais investigados. Uma abordagem complementar pode ser feita para correlacionar efeitos de pressão e temperatura que não foram incorporados nesta tese.

Para permitir a extrapolação dos dados experimentais e conclusões apresentadas, inicialmente propõe-se validar um processo de investigação numérica. Este deve simular as condições examinadas neste trabalho a fim de validar uma metodologia numérica. Após validação, sugere-se a realização de um estudo paramétrico, com parâmetros da ordem de grandeza dos casos de aplicações, a fim de gerar um banco de dados com o critério proposto para definição da ausência de escoamento. Outra sugestão é estender a faixa de parâmetros investigados através do uso de uma câmera de alta velocidade.

Por outro lado, ampla maioria dos casos de tamponamento de poços é caracterizado pela presença de dois materiais não newtonianos. Portanto sugere-se dar continuidade à pesquisa através da realização de testes com pares de fluidos viscoplásticos.

### Referências bibliográficas

- ABDU, A. A. Q.. Deslocamento de fluidos não newtonianos em anulares. Tese de Doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2016.
- [2] AFGHOUL, A. C.; AMARAVADI, S.; BOUMALI, A.; CALMETO, J. C. N.; LIMA, J.; LOVELL, J.; TINKHAM, S.; ZEMLAK, K. ; STAAL, T.. Coiled tubing: The next generation. Oilfield Review, 16(1), 2004.
- [3] AKTAS, S.; KALYON, D. M.; NEZ, B. M. M.-S. ; PÉREZ-GONZÁLEZ, J... Shear viscosity and wall slip behavior of a viscoplastic hydrogel. J. Rheol., 58(2):513–535, 2014.
- [4] ALBA, K.; TAGHAVI, S. M.; BRUYN, J. R.; FRIGAARD, I.. Incomplete fluid-fluid displacement of yield-stress fluids. part 2: Highly inclined pipes. J. Non-Newt. Fluid Mech., 201:80-93, 2013.
- [5] ALEXANDROU, A. N.; MCGILVREAY, T. M.; BURGOS, G. Steady Herschel-Bulkley fluid flow in three-dimensional expansions. J. Non-Newtonian Fluid Mech, 100(1-3):77–96, 2001.
- [6] ALICKE, A. A. LAOS Rheological Characterization of an Elasto-Viscoplastic Material. Tese de Doutorado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2013.
- [7] ANTONOW, G. N.. Sur la tension superficielle des solutions dans la zone critique. J. Chim. Phys, 5(372):364–371, 1907.
- [8] ARAKERI, J.; AVILA, F.; DADA, J.; TOVAR, R.. Convection in a long vertical tube due to unstable stratification – a new type of turbulent flow? Current Science, 79(6):859–866, 2000.
- [9] ARANHA, P. E.; MIRANDA, C. R.; MAGALHÃES, J. V.; CAMPOS, G.; MARTINS, A. L.; RAMALHO, A. B. ; NACCACHE, M. F.. Dynamic aspects governing cement-plug placement in deepwater wells. In: SPE DRILLING & COMPLETION, número SPE-176316-MS, 2011.
- [10] ASTARITA, G.. The engineering reality of the yield stress. J. Rheol., 34(2):275-277, 1990.

- [11] AUSSILLOUS, P.; QUÉRÉ, D.. Quick deposition of a fluid on the wall of a tube. Physics of Fluids, 12(10):2367-2371, 2000.
- [12] BAKER, G. R.; MCCRORY, R. L.; VERDON, C. P. ; ORSZAG, S. A.. Rayleigh-taylor instability of fluid layers. J. Fluid Mech., 178:161– 175, 1987.
- [13] BALMFORTH, N.; DUBASH, N.; SLIM, A. C.. Extensional dynamics of viscoplastic filaments: I. long-wave approximation and the rayleigh instability. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 165(19– 20):1139 – 1146, 2010.
- [14] BALMFORTH, N. J.; DUBASH, N.; SLIM, A. C.. Extensional dynamics of viscoplastic filaments: Ii. drips and bridges. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 165(19–20):1147 – 1160, 2010.
- [15] BALMFORTH, N. J.; FRIGAARD, I. A.; OVARLEZ, G. Yielding to stress: Recent developments in viscoplastic fluid mechanics. Annu. Rev. Fluid Mech., 46:121–146, 2014.
- [16] BARCLAY, I.; PELLENBARG, J.; TETTERO, F.; PFEIFFER, J.; SLATER, H.; STAAL, T.; STILES, D.; TILLING, G.; WHITNEY, C.. The beginning of the end: A review of abandonment and decommissioning practices. Oilfield Review, 13(4):28–41, 2001.
- [17] BARNES, H. A. A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers: its cause, character, and cure. J. Non-Newtonian Fluid Mech., 56(3):221– 251, 1995.
- [18] BARNES, H. A.. The yield stress a review or 'panta rei' everything flows? J. Non-Newtonian Fluid Mech., 81(1-2):133–178, 1999.
- [19] BARNES, H. A. A Handbook of elementary rheology. Institute of Non-Newtonian fuid mechanics University of Wales, 2000.
- [20] BARNES, H. A.. Measuring the viscosity of large-particle (and flocculated) suspensions — a note on the necessary gap size of rotational viscometers. J. Non-Newtonian Fluid Mech., 94:213-217, 2000.
- [21] BARNES, H. A.. The 'yield stress myth?' paper 21 years on. Applied Rheology, 17(4):43110-1 - 43110-5, 2007.

- [22] BARNES, H. A.; WALTERS, K.. The yield stress myth? Rheologica Acta, 24(4):323-326, 1985.
- [23] BARR, G.. The air-bubble viscometer. The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science, 1(2):395–405, 1926.
- [24] BECKETT, F.; MADER, H.; PHILLIPS, J.; RUST, A.; WITHAM, F. An experimental study of low-reynolds-number exchange flow of two newtonian fluids in a vertical pipe. Journal of Fluid Mechanics, 682:652–670, 2011.
- [25] BEIRUTE, R. M.. Flow behavior of an unset cement plug in place. In: SPE ANNUAL FALL TECHNICAL CONFERENCE AND EXHIBITION, número SPE-7589-MS. Society of Petroleum Engineers, 1978.
- [26] BEIRUTE, R. M.; FLUMERFELT, R. W.. Mechanics of the displacement process of drilling muds by cement slurries using an accurate rheological model. Society of Petroleum Engineering, 2007.
- [27] BENSIMON, D.; KADANOFF, L. P.; LIANG, S.; SHRAIMAN, B. I. ; TANG,
  C.: Viscous flows in two dimensions. Rev. Mod. Phys., 58(4):977–999, 1986.
- [28] BINGHAM, E. C., Fluidicity and Plasticity. McGraw-Hill, 1922.
- [29] BIRD, R. B.. Transport Phenomena. John Wiley and Sons Inc, 1960.
- [30] BIRD, R. B.; ARMSTRONG, R. C. ; HASSAGER, O.. Dynamics of polymeric liquids, volumen 1. John Wiley & Sons, second edition, 1987.
- [31] BOFFETTA, G.; MAZZINO, A.. Incompressible rayleigh-taylor turbulence. Annu. Rev. Fluid Mech., 49:119–143, 2017.
- [32] BOGAERTS, M.; KANAHUATI, A.; KHALILOVA, P.; MORETTI, F.; VOON, E. ; DIGHE, S.. Challenges in setting cement plugs in deep-water operations. In: SPE DEEPWATER DRILLING AND COM-PLETIONS CONFERENCE, número SPE-155736-MS. Society of Petroleum Engineers, 2012.
- [33] BONACUCINA, G.; CESPI, M.; MISICI-FALZI, M.; PALMIERI, G. F.. Rheological evaluation of silicon/carbopol hydrophilic gel systems as a vehicle for delivery of water insoluble drugs. The AAPS Journal, 10(1):84–91, 03 2008.

- [34] BOUJLEL, J.; COUSSOT, P.. Measuring the surface tension of yield stress fluids. Soft Matter, 9(25):5898-5908, 2013.
- [35] BOUR, D. L.; SUTTON, D. L.; CREEL, P. G. Development of effective methods for placing competent cement plugs. In: PERMIAN BASIN OIL AND GAS RECOVERY CONFERENCE, número SPE-15008-MS. Society of Petroleum Engineers, 1986.
- [36] BRETHERTON, F. P.. The motion of long bubbles in tubes. J. Fluid Mech., 10:166–188, 1961.
- [37] BUSCALL, R.; MCGOWAN, J. I. ; MORTON-JONES, A. J.. The rheology of concentrated dispersions of weakly attracting colloidal particles with and without wall slip. J. Rheol., 37(4):621–641, July/August 1993.
- [38] CALVERT, D. G.; HEATHMAN, J. F.; GRIFFITH, J. E. Plug cementing: Horizontal to vertical conditions. In: SPE ANNUAL TECHNICAL CONFERENCE AND EXHIBITION. Society of Petroleum Engineers, 1995.
- [39] CALVERT, D. G.; SMITH, D. K. Issues and techniques of plugging and abandonment of oil and gas wells. In: SPE ANNUALTECHNICAL CONFERENCE AND EXHIBITION, p. 507–518, 1994.
- [40] CASTREJÓN-PITA, A. A.; CASTREJÓN-PITA, J. R.; HUTCHINGS, I. M.. Breakup of liquid filaments. Phys. Rev. Lett., 108(7):074506, 2012.
- [41] Chassignet, E. P.; Cenedese, C. ; Verron, J., editors. Buoyancy-Driven Flows. Cambridge University Press, 2012.
- [42] CHENG, D. C.-H.. Yield stress: A time-dependent property and how to measure it. Rheologica Acta, 25:542–554, 1985.
- [43] CHHABRA, R. P.. Bubbles, Drops, and Particles in Non-Newtonian Fluids. Taylor & Francis, 2nd edition, 2007.
- [44] CHOLEMARI, M. R.; ARAKERI, J.. Experiments and a model of turbulent exchange flow in a vertical pipe. Int. J. Heat and Mass Transfer, 48:4467–4473, 2005.
- [45] CHOLEMARI, M. R.; ARAKERI, J. H.. Axially homogeneous, zero mean flow buoyancy-driven turbulence in a vertical pipe. J. Fluid Mech., 621:69–102, 2009.

- [46] CHURAEV, N. V.; SOBOLEV, V. D.; SOMOV, A. N.. Slippage of liquids over lyophobic solid surfaces. J. Colloid Interface Sci., 97(2):574–581, 1984.
- [47] CLIFT, R.; GRACE, J. R.; WEBER, M. Bubbles, Drops and Particles. Academic Press, 1978.
- [48] CONOVER, T. A.; KUMAR, R.. Ldv study of a buoyant exchange flow through a vertical tube. In: PROC. SPIE 2052, FIFTH INTERNA-TIONAL CONFERENCE ON LASER ANEMOMETRY: ADVANCES AND APPLICATIONS, volumen 365, 1993.
- [49] COUSSOT, P.; NGUYEN, Q. D.; HUYNH, H. T.; BONN, D.. Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids. J. Rheology, 46(3):573– 589, 2002.
- [50] CRAWSHAW, J.; FRIGAARD, I.. Cement plugs: Stability and failure by buoyancy-driven mechanism. In: SPE OFFSHORE EUROPE CONFERENCE. Society of Petroleum Engineers, 1999.
- [51] CUTHBERTSON, A. J.; DAVIES, P. A.; COATES, M. J.; GUO, Y.. A modelling study of transient, buoyancy-driven exchange flow over a descending barrier. Environmental Fluid Mechanics, 4(2):127– 155, 2004.
- [52] DAVIDSON, M. R.; COOPER-WHITE, J. J.. Pendant drop formation of shear-thinning and yield stress fluids. Applied Mathematical Modelling, 30(11):1392 – 1405, 2006.
- [53] DE SOUZA MENDES, P. R.. Modeling the thixotropic behavior of structured fluids. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 164(1-3):66-75, 2009.
- [54] DE SOUZA MENDES, P. R.. Cement well: escoamento e reologia de cimentos e fluidos de perfuração na engenharia de poços. Technical report, PUC-Rio, 2016.
- [55] DE SOUZA MENDES, P. R.; ALICKE, A. A. ; THOMPSON, R. L.. Parallel-plate geometry correction for transient rheometric experiments. Applied Rheology, 24:52721, 2014.
- [56] DE SOUZA MENDES, P. R.; THOMPSON, R. L. A critical overview of elasto-viscoplastic thixotropic modeling. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 187 - 188:8 – 15, 2012.

- [57] DE SOUZA MENDES, P. R.; THOMPSON, R. L. A unified approach to model elasto-viscoplastic thixotropic yield-stress materials and apparent yield-stress fluids. Rheologica Acta, 52(7):673-694, 2013.
- [58] DEAWWANICH, T.. Flow displacement of viscoplastic fluids in eccentric annuli. Tese de Doutorado, The University of Adelaide, 2013.
- [59] DEBACQ, M.; FANGUET, V.; HULIN, J. P.; SALIN, D. ; PERRIN, B.. Self-similar concentration profiles in buoyant mixing of miscible fluids in a vertical tube. Physics of Fluids, 13(11):3097, 2001.
- [60] DEBACQ, M.; HULIN, J.-P.; SALIN, D.; PERRIN, B.; HINCH, E. J.. Buoyant mixing of miscible fluids of varying viscosities in vertical tubes. Physics of Fluids, 15(12):3846, 2003.
- [61] DI GIUSEPPE, E.; CORBI, F.; FUNICIELLO, F.; MASSMEYER, A.; SAN-TIMANO, T. N.; ROSENAU, M. ; DAVAILLE, A.. Characterization of carbopol hydrogel rheology for experimental tectonics and geodynamics. Tectonophysics, 642:29–45, 2015.
- [62] DIVOUX, T.; TAMARII, D.; BARENTIN, C. ; MANNEVILLE, S.. Transient shear banding in a simple yield stress fluid. Physical Review Letters, 104(20):208301, 2010.
- [63] EAIN, M. M. G.; EGAN, V. ; PUNCH, J. Film thickness measurements in liquid-liquid slug flow regimes. Int. J. Heat and Fluid Flow, 44:515-523, 2013.
- [64] EGGERS, J.. Nonlinear dynamics and breakup of free-surface flows. Reviews of Modern Physics, 69(3):865–929, 1997.
- [65] EPSTEIN, M.. Buoyancy-driven exchange flow through small openings in horizontal partitions. Journal of Heat Transfer, 110(4a):885– 893, 1988.
- [66] EVANS, I. D.. On the nature of the yield stress. J. Rheol., 36(7):1313– 1316, 1992.
- [67] EVERAGE, A. E.. Theory of bicomponent flow of polymer melts. I. equilibrium newtonian tube flow. Transactions of the Society of Rheology, 17:629–646, 1973.

- [68] EWOLDT, R. H.; JOHNSTON, M. T.; CARETTA, L. M.: Experimental Challenges of Shear Rheology: How to Avoid Bad Data, p. 207– 241. Springer New York, New York, NY, 2015.
- [69] FAGUNDES, L.; MORETTI, F.; SILVESTRI, R.; MORAES, W.; SOBREIRA, M. ; DEBRUIJN, G. Successful cement plug in hpht pre-salt offshore well in brazil. In: OFFSHORE TECHNOLOGY CONFERENCE, número OTC 24292, 2013.
- [70] FAIRBROTHER, F.; STUBBS, A. E.. Studies in electroendosmosis. Part VI. The bubble-tube methods of measurement. J. Chem. Soc., 1:527-529, 1935.
- [71] FENIE, H.; FRIGAARD, I.. Transient fluid motions in a simplified model for oilfield plug cementing. J. Mathematical and Computer Modelling, 30:71–91, 1999.
- [72] FOSSO, S.; SONATRACH, M. T.; FRIGAARD, I. A. ; CRAWSHAW, J. P.. Viscous-pill design methodology leads to increased cement plug success rates; application and case studies from southern algeria. In: 2000 SPE/IADC ASIA PACIFIC DRILLING TECHNOLOGY, 2000.
- [73] FRIGAARD, I.. Stratified exchange flows of two bingham fluids in an inclined slot. J. Non-Newt. Fluid Mech., 78:61–87, 1998.
- [74] FRIGAARD, I.; CRAWSHAW, J.. Preventing buoyancy-driven flows of two bingham fluids in a closed pipe – fluid rheology design for oilfield plug cementing. Journal of Engineering Mathematics, 36(4):327-348, 1999.
- [75] FRIGAARD, I. A.; NGWA, G. A. Upper bounds on the slump length in plug cementing of near-horizontal wells. J. Non-Newt. Fluid Mech., 117:147-162, 2004.
- [76] FRIGAARD, I. A.; SCHERZER, O.. Uniaxial exchange flows of two bingham fluids in a cylindrical duct. IMA Journal of Applied Mathematics, 61(3):237-266, 1998.
- [77] FRIGAARD, I. A.; SCHERZER, O.. The effects of yield stress variation on uniaxial exchange flows of two bingham fluids in a pipe. SIAM Journal on Applied Mathematics, 60(6):1950–1976, 2000.

- [78] GHOSH, S.; DAS, G.; DAS, P. K.. Pressure drop analysis for liquidliquid downflow through vertical pipe. Journal of Fluid Engineering, 133(1):011202–1, 2011.
- [79] GOMES, O. F. M.. Processamento e análise de imagens aplicados à caracterização automática de materiais. Dissertação de Mestrado, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2001.
- [80] GOMEZ, J.; MAMORA, D. ; LILLEDAL, L.. Full-scale well-model tests of a new chemical plug system for zone isolation in horizontal wells. SPE Drilling & Completion, 17(2):83–87, 2002.
- [81] GRIMES, R.; KING, C. ; WALSH, E. Film thickness for two phase flow in a microchannel. Advances And Applications In Fluid Mechanics, 2(1):59–70, 2007.
- [82] GRUBBS, F. E.. Procedures for detecting outlying observations in samples. Technometrics, 11(1):1-21, 1969.
- [83] GUILLOT, D.; COUTURIER, M.; HENDRIKS, H.; CALLET, F. Design rules and associated spacer properties for optimal mud removal in eccentric annuli. SPE, (21594), June 1990.
- [84] GUPTA, N.; BOGAERTS, M. ; ARSHAD, U.. Off-bottom plug and abandonment operations in deepwater caribbean: Challenges and solutions. In: AADE FLUIDS TECHNICAL CONFERENCE AND EXHIBITION, número AADE-14-FTCE-53. Society of Petroleum Engineers, 2014.
- [85] GUTOWSKI, I. A.; LEE, D. ; DE BRUYN, J. R. Scaling and mesostructure of carbopol dispersions. Rheol. Acta, 51(5):441-450, 2012.
- [86] HABERMAN, W. L.; SAYRE, R. M.. Motion of rigid and fluid spheres in stationary and moving liquids inside cylindrical tubes. David taylor model basin report, Department of Navy, Washington, DC, 1958.
- [87] HALLEZ, Y.; MAGNAUDET, J.. Effects of channel geometry on buoyancy-driven mixing. Physics of Fluids, 20(5):053306, 2008.
- [88] HAN, Y.; SHIKAZONO, N.. Measurement of the liquid film thickness in micro tube slug flow. Int. J. Heat and Fluid Flow, 30:842–853, 2009.

- [89] HAN, Y.; SHIKAZONO, N.. Measurement of the liquid film thickness in micro tube slug flow. Int. J. Multiphase Flow, 35:896–903, 2009.
- [90] HARESTAD, K.; HERIGSTAD, T.; TORSVOLL, A.; NODLAND, N. ; SAASEN, A.. Optimization of balanced-plug cementing. SPE Drilling & Completion, 12(3):168–173, 1997.
- [91] HARTNETT, J. P.; HU, R. Y. Z. The yield stress an engineering reality. J. Rheol., 33(4):671–679, 1989.
- [92] HAUT, R. C.; CROOK, R. J.. Primary cementing: the mud displacement process. In: SPE ANNUAL TECHNICAL CONFERENCE AND EXHIBITION, número SPE-8253-MS. Society of Petroleum Engineers, 1979.
- [93] HAUT, R. C.; CROOK, R. J.. Laboratory investigation of lightweight, low-viscosity cementing spacer fluids. J. Petroleum Tech., 34(8):1828–1834, August 1982.
- [94] HEATHMAN, J.; CARPENTER, R.; MARCEL, K.; RIMER, C. ; BADALA-MENTI, A.. Quality management alliance eliminates plug failures. In: SPE ANNUAL TECHNICAL CONFERENCE AND EXHIBITION, número SPE-28321-MS. Society of Petroleum Engineers, 1994.
- [95] HEATHMAN, J. F.. Advances in cement-plug procedures. Journal of Petroleum Technology, 48(9):825–831, 1996.
- [96] HERSCHEL, V. W. H.; BULKLEY, R. Konsistenzmessungen von gummi-benzollösungen. Kolloid-Zeitschrift, 39(4):291–300, 1926.
- [97] HICKOX, C. E.. Instability due to viscosity and density stratification in axisymmetric pipe flow. Physics of Fluids, 14(2):251-262, 1971.
- [98] HINCH, E. J.. A note on the mechanism of the instability at the interface between two shearing fluids. J. Fluid Mech., 144:463-465, 1984.
- [99] HOMSY, G.. Viscous fingering in porous media. Ann. Rev. Fluid Mech., 19:271–311, 1987.
- [100] HUPPERT, H. E.; HALLWORTH, M. A. Bi-directional flows in constrained systems. Journal of Fluid Mechanics, 578:95–112, 2007.

- [101] ISGENDEROV, I.; TAOUTAOU, S.; KURAWLE, I.; MESA, A. M.; KHAN, T.. Modified approach leads to successful off-bottom cementing plugs in highly deviated wells in the caspian sea. In: SPE/IATMI ASIA PACIFIC OIL & GAS CONFERENCE AND EXHIBITION, 2015.
- [102] ISLAM, M. T.; RODRÍGUEZ-HORNEDO, N.; CIOTTI, S. ; ACKERMANN, C.. Rheological characterization of topical carbomer gels neutralized to different ph. Pharmaceutical Research, 21(7):1192–1199, 2004.
- [103] JAKOBSEN, J.; STERRI, N.; SAASEN, A.; AAS, B.; KJOSNES, I.; VIGEN,
  A.. Displacement in eccentric annuli during primary cementing in deviated wells. SPE, (21686), April 1991.
- [104] JOHNSEN, Ø.; TOUSSAINT, R.; MÅLØY, K. J.; FLEKKØY, E. G. ; SCHMITTBUHL, J.. Coupled air/granular flow in linear hele-shaw cell. Physical Review E, 77(1), 2008.
- [105] JOHNSON, A. A.; TEZDUYAR, T. E. Simulation of multiple spheres falling in a liquid-filled tube. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, 134(3-4):351–373, 1995.
- [106] JØRGENSEN, L.; LE MERRER, M.; DELANOË-AYARI, H. ; BARENTIN,
  C.. Yield stress and elasticity influence on surface tension measurements. Soft Matter, 11(25):5111-5121, 2015.
- [107] JOSEPH, D. D.; CHEN, K. P.; RENARDY, Y. Y. Core-annular flows. Annu. Rev. Fluid Mech., 29:65–90, 1997.
- [108] JOSEPH, D. D.; NGUYEN, K.; BEAVERS, G. S.. Non-uniqueness and stability of the configuration of flow of immiscible fluids with different viscosities. J. Fluid Mech., 141:319–345, 1984.
- [109] JOSEPH, D. D.; RENARDY, M.; RENARDY, Y.. Instability of the flow of two immiscible liquids with different viscosities in a pipe. J. Fluid Mech., 141:309-317, 1984.
- [110] KEHLENBECK, R.; DI FELICE, R.. Empirical relationships for the terminal settling velocity of spheres in cylindrical columns. Chem. Eng. Technol., 22(4):303-308, 1999.
- [111] KERSWELL, R. R. Exchange flow of two immiscible fluids and the principle of maximum flux. Journal of Fluid Mechanics, 682:132–159, 2011.

- [112] KREUTZER, M. T.; KAPTEIJN, F.; MOULIJN, J. A.; HEISZWOLF, J. J.. Multiphase monolith reactors: Chemical reaction engineering of segmented flow in microchannels. Chemical Engineering Science, 60(22):5895 – 5916, 2005. 7th International Conference on Gas-Liquid and Gas-Liquid-Solid Reactor Engineering.
- [113] KULL, H. J.. Theory of the rayleigh-taylor instability. Phys. Rep., 206(5):197-325, 1991.
- [114] LEE, B. L.; WHITE, J. L.. An experimental study of rheological properties of polymer melts in laminar shear flow and of interface deformation and its mechanisms in two-phase stratified. Transactions of the Society of Rheology, 18(3):467-492, 1974.
- [115] LEE, H. G.; KIM, J.: Buoyancy-driven mixing of multi-component fluids in two-dimensional tilted channels. European Journal of Mechanics B/Fluids, 42:37–46, 2013.
- [116] LINDNER, A.; WAGNER, C.. Viscoelastic surface instabilities. C. R. Physique, 10:712–727, 2009.
- [117] LIVERSIDGE, D.; TAOUTAOU, S. ; AGARWAL, S.. Permanent plug and abandonment solution for the north sea. In: SPE ASIA PACIFIC OIL & GAS CONFERENCE AND EXHIBITION, número SPE-100771-MS, 2006.
- [118] LOCKYEAR, C. F.; HIBBERT, A. P.. Integrated primary cementing study defines key factors for field success. J. Petroleum Tech., 41(12):1320-1325, December 1989.
- [119] Dispersion techniques for carbopol polymers. Technical report, The Lubrizol Corporation, 2002.
- [120] Neutralizing carbopol and pemulen polymers in aqueous and hydroalcoholic systems. Technical report, The Lubrizol Corporation, 2008.
- [121] Formulating hydroalcoholic gels with carbopol polymers. Technical report, The Lubrizol Corporation, 2012.
- [122] MAIMOUNI, I.; GOYON, J.; LAC, E.; PRINGUEY, T.; BOUJLEL, J.; CHA-TEAU, X.; COUSSOT, P.. Rayleigh-taylor instability in elastoplastic solids: A local catastrophic process. Phys. Rev. Lett., 116:154502, Apr 2016.

- [123] MALEKMOHAMMADI, S.; NACCACHE, M. F.; FRIGAARD, I. ; MARTI-NEZ, D. M.. Buoyancy driven slump flows of non-newtonian fluids in pipes. Journal of Petroleum Science and Engineering, 72:236– 243, 2010.
- [124] MARTINIE, L.; BUGGISCH, H.; WILLENBACHER, N. Apparent elongational yield stress of soft matter. Journal of Rheology, 57(2):627– 646, 2013.
- [125] MCCLOUD, K. V.; MAHER, J. V.. Experimental pertubations to saffman-taylor flow. Phys. Rep., 260:139–185, 1995.
- [126] MCKINLEY, G. H.. Dimensionless groups for understanding free surface flows of complex fluids, 2005.
- [127] MCLEAN, R. H.; MANRY, C. W. ; WHITAKER, W. W. Displacement mechanics in primary cementing. Jornal of Petroleum Technology, 19(2):251–260, 1967.
- [128] MEEKER, S. P.; BONNECAZE, R. T.; CLOITRE, M.. Slip and flow in pastes of soft particles: Direct observation and rheology. J. Rheol., 48(6):1295–1320, 2004.
- [129] MEEKER, S. P.; BONNECAZE, R. T. ; CLOITRE, M. Slip and flow in soft particle pastes. Phys. Rev. Lett., 92(19):198302, 2004.
- [130] MUNAFÒ, M. R.; NOSEK, B. A.; BISHOP, D. V. M.; BUTTON, K. S.; CHAMBERS, C. D.; PERCIE DU SERT, N.; SIMONSOHN, U.; WAGEN-MAKERS, E.-J.; WARE, J. J.; IOANNIDIS, J. P. A. A manifesto for reproducible science. Nature Human Behaviour, 1:0021 EP –, 01 2017.
- [131] MUNRO, C.; FERGUSON, S.; ENGEL, S.. Well plugging operations in west of shetland horizontal wells using coiled tubing techniques.
   In: EUROPEAN PETROLEUM CONFERENCE, 1996.
- [132] NAGELHOUT, A. C. G.; BOSMA, M.; MUL, P.; KROL, G.; VAN VEL-ZEN, J.; JOLDERSMA, J.; JAMES, S.; DARGAUD, B.; SCHREUDER, G. ; THÉRY, F.. Laboratory and field validation of a sealant system for critical plug-and-abandon situations. In: SPE/IADC MID-DLE EAST DRILLING TECHNOLOGY CONFERENCE AND EXHIBITION, 2010.
- [133] NELSON, E. B.; GUILLOT, D.. Well Cementing. Schumberger, 2006.

- [134] NETO, C.; EVANS, D. R.; BONACCURSO, E.; BUTT, H.-J.; CRAIG, V. S. J.. Boundary slip in newtonian liquids: a review of experimental studies. Reports on Progress in Physics, 68(12):2869, 2005.
- [135] NEWTON, I.. Principia. Jussu Societatis Regiae ac Typis Joseph Streater, 1687.
- [136] NIEDZWIEDZ, K.; BUGGISCH, H. ; WILLENBACHER, N. Extensional rheology of concentrated emulsions as probed by capillary breakup elongational rheometry (caber). Rheologica Acta, 49(11):1103– 1116, 2010.
- [137] ON THE BP DEEPWATER HORIZON OIL SPILL, N. C.; DRILLING, O.. Macondo – the gulf disaster. Technical report, Chief Counselś Report, 2011.
- [138] OTSU, N. A threshold selection method from gray-level histograms. IEEE Transactions on Systems, Nan, and Cybernetics, 9(1):62–66, 1979.
- [139] PAPANASTASIOU, T. C., Flows of materials with yield. J. Rheology, 31:385–404, 1987.
- [140] PIAU, J. M.. Carbopolgels: Elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges. Meso- and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws. J. Non-Newt. Fluid Mech., 144:1–29, 2007.
- [141] RABINOWITSCH, B.. Über die Viskosität und Elastizität von Solen. Z. Phys. Chem., A145(1), 1929.
- [142] RAYLEIGH, J. W. S.. Investigation of the character of the equilibrium of an incompressible heavy fluid of variable density. Proc. of London Math. Soc., 14:170–177, 1883.
- [143] ROBERTS, G. P.; BARNES, H. A.. New measurements of the flowcurves for carbopol dispersions without slip artefacts. Rheol. Acta, 40:499-503, 2001.
- [144] ROGERS, H.; THORNTON, P.; FAIRCHILD, M.; AUSTIN, D.. Drillable tailpipe disconnect: Used successfully in more than 120 wells worldwide. In: SPE ANNUAL TECHNICAL CONFERENCE AND EXHI-BITION, 2006.

- [145] ROYE, J.; PICKETT, S.. Don't get stung setting balanced cement plugs: A look at current industry practices for placing cement plugs in a wellbore using a stinger or tail-pipe. In: IADC/SPE DRILLING CONFERENCE AND EXHIBITION, 2014.
- [146] SAFFMAN, P. G.; TAYLOR, G. I.. The penetration of a fluid into a porous medium or hele-shaw cell containing a more viscous liquid. Proc. R. Soc. Lond., 245(1242):312, 329 1958.
- [147] SAHU, K.; VANKA, S.. A multiphase lattice boltzmann study of buoyancy-induced mixing in a tilted channel. Computers & Fluids, (199-215), 2011.
- [148] SAUER, C. W.. Mud displacement during cementing: A state of the art. Journal of Petroleum Technology, p. 1091–1101, 1987.
- [149] SCOFFONI, J.; LAJEUNESSE, E. ; HOMSY, G. M.. Interface instabilities during displacements of two miscible fluids in a vertical pipe. Physics of Fluids, 13(3):553-556, 2001.
- [150] SÉON, T.; HULIN, J.-P.; SALIN, D.; PERRIN, B.; HINCH, E. J. Buoyant mixing of miscible fluids in tilted tubes. Physics of Fluids, 16(12):103-106, 2004.
- [151] SÉON, T.; HULIN, J.-P.; SALIN, D.; PERRIN, B.; HINCH, E. J.. Buoyancy driven miscible front dynamics in tilted tubes. Physics of Fluids, 17(031702), 2005.
- [152] SÉON, T.; HULIN, J.-P.; SALIN, D.; PERRIN, B.; HINCH, E. J.. From turbulent mixing to gravity currents in tilted tubes. Physics of Fluids, 18(9):091103-1, 2006.
- [153] SÉON, T.; HULIN, J.-P.; SALIN, D.; PERRIN, B.; HINCH, E. J.. Laserinduced fluorescence measurements of buoyancy driven mixing in tilted tubes. Physics of Fluids, 18(041701), 2006.
- [154] SÉON, T.; ZNAIEN, J.; PERRIN, B.; HINCH, E. J.; SALIN, D.; HULIN, J. P.. Front dynamics and macroscopic diffusion in buoyant mixing in a tilted tube. Physics of Fluids, 19(125105), 2007.
- [155] SÉON, T.; ZNAIEN, J.; SALIN, D.; HULIN, J.-P.; HINCH, E. J.; PERRIN,
  B.. Transient buoyancy-driven front dynamics in nearly horizontal tubes. Physics of Fluids, 19(123603), 2007.

- [156] SHARP, D. H.. An overview of rayleigh-taylor instability. Physica D: Nonlinear Phenomena, 12:3–18, 1984.
- [157] SIERRA, A. G.; VARGES, P. R.; RIBEIRO, S. S.. Startup flow of elastoviscoplastic thixotropic materials in pipes. Journal of Petroleum Science and Engineering, 147:427 – 434, 2016.
- [158] SIKORSKI, D.; TABUTEAU, H.; DE BRUYN, J. Motion and shape of bubbles rising through a yield-stress fluid. J. Non-Newtonian Fluid Mech., 159:10-16, 2009.
- [159] SMITH, R.; BEIRUTE, R. M.; HOLMAN, G. Improved method of setting successful cement plugs. J. Petroleum Tech., 36(11):1897– 1904, 1984.
- [160] SOCHI, T.. Slip at fluid-solid interface. Polymer Reviews, 51(4):309– 340, 2011.
- [161] SOUTHERN, J. H.; BALLMAN, R. L. Stratified bicomponent flow of polymer melts in a tube. Appl. Polymer Symp., 20:175–189, 1973.
- [162] SOUTHERN, J. H.; BALLMAN, R. L.. Additional observations on stratified bicomponent flow of polymer melts in a tube. Journal of Polymer Science, 13(4):863-869, 1975.
- [163] STEVENSON, D. S.; BLAKE, S.. Modelling the dynamics and thermodynamics of volcanic degassing. Bull Volcanol, 60:307–317, 1998.
- [164] SWEENEY, H.; KERSWELL, R. R. ; MULLIN, T.. Rayleigh-taylor instability in a finite cylinder: linear stability analysis and longtime fingering solutions. Journal of Fluid Mechanics, 734:338–362, 2013.
- [165] SYED, H.. Best practices in designing hp/ht cement plug systems. In: SPE ANNUAL TECHNICAL CONFERENCE AND EXHIBITION. Society of Petroleum Engineers, 2008.
- [166] TABUTEAU, H.; COUSSOT, P. ; DE BRUYN, J. R. Drag force on a sphere in steady motion through a yield stress fluid. Journal of Rheology, 51(1):125–137, 2007.
- [167] TANVEER, S.. Surprises in viscous fingering. J. Fluid Mech., 409:273– 308, 2000.

- [168] TAYLOR, G. I.. The instability of liquid surfaces when accelerated in a direction perpendicular to their planes. Proc. R. Soc. Lond., 201(1065):192-196, 1950.
- [169] TAYLOR, G. I.. Deposition of a viscous fluid on the wall of a tube.J. Fluid Mech., 10:161–165, 1961.
- [170] TETTERO, F.; BARCLAY, I.; STAAL, T.. Optimizing integrated rigless plug and abandonment - a 60 well case study. In: SPE/ICOTA COILED TUBING CONFERENCE AND EXHIBITION. Society of Petroleum Engineers, 2004.
- [171] TRIGGIA, A. A.; CORREIA, C. A.; FILHO, C. V.; OUTROS. Fundamentos de Engenharia de Petróleo. Interciência, 2001.
- [172] VIEIRA, P. R. M.; PACIORNIK, S.. Uncertainty evaluation of metallographic measurements by image analysis and thermodynamic modeling. Materials Characterization, 47:219–226, 2001.
- [173] WALLS, H. J.; CAINES, S. B.; SANCHEZ, A. M. ; KHAN, S. A. Yield stress and wall slip phenomena in colloidal silica gels. J. Rheol., 47(4):847-868, 2003.
- [174] WALSH, E.; MUZYCHKA, Y.; WALSH, P.; EGAN, V. ; PUNCH, J.. Pressure drop in two phase slug/bubble flows in mini scale capillaries. International Journal of Multiphase Flow, 35(10):879 – 884, 2009.
- [175] WOODING, R. A.; MOREL-SEYTOUX, H. J. Multiphase fluid flow through porous media. Ann. Rev. Fluid Mech., 8:233-274, 1976.
- [176] ZHU, D. Z.. Hydraulic controls of exchange flows. Journal of Hydraulic Research, 41(5):503–511, 2003.
- [177] ZUKOSKI, E. E.. Influence of viscosity, surface tension, and inclination angle on motion of long bubbles in closed tubes.
   J. Fluid Mech., 25(4):821–837, 1966.
- [178] ZUKOSKI, E. E.. Review of flows driven by natural convection in adiabatic shafts. Technical Report NIST GCR 95-679, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD, 1995.

# A Estudo da concentração ideal de surfactante em óleos

# A.1 Introdução

A intensidade das forças intermoleculares reflete-se nas propriedades físicas das substâncias. Forças coesivas entre as moléculas de um líquido são responsáveis pela tensão superficial (ou interfacial), assim como por fenômenos capilares e de superfície.

A tensão superficial ou interfacial pode ser definida como o trabalho necessário para aumentar a área de uma superfície, por unidade de área. Por mera convenção, o termo "tensão superficial" refere-se a uma interface gás-líquido, enquanto o termo "tensão interfacial" refere-se a uma interface líquido-líquido. A tensão interfacial é tipicamente reduzida através da adição de surfactantes.

Surfactantes são compostos formados por moléculas que possuem uma parte hidrofílica e outra hidrofóbica. Na presença de fluidos imiscíveis, os surfactantes são responsáveis pela adsorção de moléculas tensoativas na interface. Estas se orientam de modo que o grupo polar, que tem afinidade por água, direcione-se para a fase aquosa e que o grupo apolar volte-se para a fase oleosa. Assim, forma-se um filme molecular ordenado na interface que reduz a tensão superficial.

Conforme aumenta-se a concentração de surfactantes em um sistema imiscível, observa-se a redução da tensão interfacial até que este alcance um valor crítico. Após uma concentração micelar crítica (CMC) de surfactante, as moléculas passam a se agregar sob forma de micelas. Neste instante, atinge-se o menor valor de tensão interfacial.

## A.1.1 Motivação

Testes preliminares, executados nas bancadas experimentais, evidenciaram a importância dos efeitos de tensão interfacial nos escoamentos de inversão por gravidade. A tensão interfacial é capaz de manter estático um líquido mais denso acima de um menos denso em um tubo vertical. Entretanto, esse fenômeno é desprezível nas aplicações industriais do problema, como por exemplo no processo de tamponamento de poços.

A fim de avaliar e posteriormente eliminar a influência da tensão interfacial nos experimentos com fluidos não newtonianos, estuda-se efeitos da adição de surfactantes na fase oleosa.

# A.1.2 Objetivos

Pretende-se determinar a concentração de surfactante que deve ser adicionada ao óleo a fim de reduzir significativamente a tensão interfacial de cada par de fluidos investigado.

## A.2 Procedimento experimental

Devido a complexidade de determinar a tensão interfacial entre uma solução aquosa com tensão limite de escoamento e um óleo newtoniano, optouse por investigar qualitativamente a relação entre água deionizada e óleo na presença de surfactante.

Foram realizados testes no tensiômetro para medir a tensão interfacial entre água e óleo de soja com 0.1, 0.5, 1.0 e 10% m/m de Span 80. Analogamente, investigou-se as mesmas concentrações de surfactante no óleo Shell Tellus Premium 46. Todos os testes foram realizados com anel e placa de platina para avaliar a repetibilidade, a 24°C.

## A.3 Resultados

A Figura A.1 apresenta a influência da concentração de surfactante nos pares de fluidos investigados. O gráfico apresenta a tensão interfacial em função da molaridade do surfactante. A molaridade M, em mol/L, é obtida através da densidade da solução  $\rho_{sol}$  e do peso molecular do surfactante  $\overline{M}$  conforme Eq. A-1.

$$M = T_m \rho_{sol} / \bar{M} \tag{A-1}$$

sendo  $T_m$  o título em massa.

Pode-se observar na Fig. A.1, que na região de baixa molaridade, há pequena redução da tensão interfacial conforme aumenta-se a concentração de surfactante. A partir do instante em que há formação de um filme na interface, a tensão interfacial reduz acentuadamente até o CMC. Em ambos os casos, o CMC é observado em torno de  $2 \cdot 10^{-2}$ mol/L (ou 1% m/m). Aumentando-se a
181



Figura A.1: Tensão interfacial entre óleo de soja/água e óleo Shell Tellus Premium 46/água em função molaridade de Span 80

concentração de surfactante acima da CMC, a tensão superficial é ligeiramente alterada pois o ponto máximo de adsorção já foi atingido.

## A.4 Considerações finais

Determina-se que a concentração de 1% m/m de Span 80 nos óleos de soja e Shell Tellus Premium 46 é capaz de reduzir expressivamente a tensão interfacial com água deionizada. Sendo assim, qualitativamente pode-se estimar que comportamento similar ocorre com as soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup>. Portanto, a concentração de 1% m/m de Span 80<sup>®</sup> é empregada neste trabalho em todos os experimentos com intuito de minimizar efeitos de tensão interfacial.

## B Tampão viscoso

## B.1 Introdução

Fluidos ou lamas de perfuração são misturas complexas de sólidos, líquidos, produtos químicos e, por vezes, até gases (171). Em geral, podem ser caracterizados como suspensões, dispersões coloidais ou emulsões. Portanto, apresentam comportamento não newtoniano elasto-viscoplático com presença de tixotropia, efeitos de temperatura e pressão.

Uma má formulação dos fluidos de perfuração pode ocasionar diversos problemas, como a perda de circulação, má limpeza do poço, poluição do meio ambiente, favorecer a ocorrência de influxo de fluidos (kick) e causar danos à formação. Sendo assim, é fundamental conhecer as propriedades dos fluidos para garantir uma operação de perfuração bem sucedida.

A viscosidade de fluidos de perfuração é freqüentemente avaliada no campo. Em geral, usa-se o viscosímetro Fann 35, o qual impõe uma taxa de deformação constante. Este realiza medições a pressão ambiente e em temperaturas de até 93°C, através do uso da geometria cilindros concêntricos. Esse equipamento possui uma faixa de operação bastante limitada, especialmente em relação a obtenção de valores de viscosidade a baixas taxas de deformação.

Atualmente grande parte da atenção dos pesquisadores está voltada para interpretação de medições reológicas a elevadas temperaturas e pressões. Entretanto, ainda não há um detalhamento na literatura sobre os cuidados que devem ser considerados na caracterização reológica de um fluido de perfuração em condições de pressão e temperatura ambiente. Existem muitos desafios na correta caracterização reológica dos fluidos de perfuração. Pode-se ressaltar os cuidados com a seleção da geometria, seleção de técnica de medição da tensão limite de escoamento, influência do pré-cisalhamento, da presença de partículas sólidas e do tipo de equipamento (reômetro ou viscosímetro), além dos problemas com estabilidade da amostra. Foram realizados testes preliminares com BR-MUL parafínico, adensado com baritina e viscosificado com argila organofílica. Este fluido, cedido pela Petrobras, apresenta densidade igual a 11 lb/gal (1318.09 Kg/m<sup>3</sup>) e comportamento elasto-viscoplástico tixotrópico.

## B.3 Metodologia

O procedimento experimental empregado é definido na subseção 3.4.3. Realizou-se o maior número possível de testes reológicos com uma amostra de 1 L.

## B.4 Caracterização reológica

## B.4.1 Seleção da geometria

A primeira etapa investigada foi a seleção da geometria. Obviamente, as funções materiais não dependem da geometria escolhida para medi-las. Na teoria, um fluido avaliado em duas geometrias diferentes deveria apresentar os mesmos resultados. Entretanto, na prática, algumas características da amostra podem torná-la mais adequada para determinadas geometrias. Além disso, deve-se avaliar se existem bolhas nas amostra, se há sedimentação, qual a quantidade de amostra disponível, se é volátil, entre outros.

Como o fluido de perfuração possui partículas sólidas, a geometria coneplaca é inapropriada pois a folga tende a zero no centro da placa. Por outro lado, a geometria placas paralelas é indicada para suspensões pois permite a variação da folga. A geometria cilindros concêntricos é indicada para fluidos pouco viscosos, que apresentem sedimentação e evaporação, porém requer grandes volumes de amostra.

Essas geometrias podem ter superfícies lisas ou ranhuradas. As geometrias ranhuradas são indicadas para fluidos viscoplásticos a fim de minimizar os efeitos do deslizamento, entretanto não são adequadas para altas taxas de cisalhamento pois geram escoamento secundário.

Considerando os fatores descritos acima, optou-se por utilizar placas paralelas ranhuradas em baixas taxas de cisalhamento e cilindros concêntricos de paredes lisas em altas taxas de cisalhamento. Para os testes oscilatórios e para curva de escoamento implementouse correção devido aos efeitos de escoamento não-homogêneo entre as placas paralelas (55, 141).

#### B.4.1.1 Determinação da folga entre as placas paralelas

Após a seleção da geometria placas paralelas, deve-se determinar o tamanho da folga entre as placas. A fim de minimizar os efeitos de parede, recomenda-se considerar uma folga pelo menos 10 vezes maior que o diâmetro da maior partícula presente na amostra (19). A Figura B.1 ilustra essa preocupação em relação a influência do efeito de paredes.



Figura B.1: Influência do efeito de parede na determinação da folga utilizada na geometria placas paralelas

Na ausência da informação do tamanho das partículas que compõem a amostra, deve-se realizar testes variando a folga até observar convergência dos resultados. A Figura B.2 apresenta os resultados das curvas de escoamento obtidas com folgas de 1.0 a 2.5 mm. Observe que as folgas de 2.0 e 2.5 mm apresentam curvas praticamente sobrepostas, logo sem influência dos efeitos de parede. Portanto, determinou-se que a folga de 2.0 mm entre as placas paralelas ranhuradas deve ser considerada em todos os testes.

#### B.4.2 Teste de varredura de tensão

A Figura B.3 apresenta os resultados de teste de varredura de tensão com frequência de 1 Hz. O intuito desse teste é determinar o limite da região viscoelástica linear, ou seja, determina-se o valor máximo da amplitude de tensão abaixo da qual a microestrutura do material permanece intacta. Note que a região viscoelástica linear mantém-se até aproximadamente 2 Pa. Abaixo desta tensão, os módulos de armazenamento G' e de perda G'' não variam com a amplitude e suas curvas são paralelas entre si. Caso contrário, G' e G''diminuem com a amplitude de tensão. Uma estimativa da ordem de grandeza da tensão limite de escoamento pode ser obtida fora da região viscoelástica



Figura B.2: Avaliação da influência da folga entre as placas na curva de escoamento

linear entre o valor máximo de G' e o cruzamento das curvas dos módulos. Portanto, espera-se que a tensão limite de escoamento apresente valor entre 2 e 10 Pa.



Figura B.3: Varredura de tensão de tampão viscoso

## B.4.3 Teste de varredura de tempo

Realizou-se investigação senoidal de varredura de tempo na região viscoelástica linear. O objetivo é avaliar a existência de mudanças na microestrutura ao longo do tempo, como degradação de cadeia polimérica, evaporação, tempo de cura, tixotropia e sedimentação. A partir do instante em que G' e G'' alteram-se, caracteriza-se a presença dessas mudanças.

A Figura B.4 ilustra um exemplo de aplicação do teste de varredura de tempo. Pode-se avaliar a estabilidade de um fluido correlacionando a separação das fases da amostra da foto com os testes oscilatórios. Dessa forma, a partir do instante em que esse fenômeno indesejado ocorre, verifica-se alteração dos módulos  $G' \in G''$ .



Figura B.4: Fluido de perfuração com separação de fases após 15 minutos de repouso.

A Figura B.5 apresenta os resultados do teste de varredura de tempo. Os testes foram realizados com  $\tau_a = 0.1$  Pa e f = 1 Hz, logo dentro da região viscoelástica linear. Como não há uma queda brusca dos valores dos módulos, dentro da faixa de tempo investigada não há efeitos significativos na microestrutura e pode-se notar estabilidade. Entretanto, observe que G' e G''crescem com o tempo caracterizando uma construção da microestrutura. Isso ocorreu provavelmente devido a um pré-cisalhamento imposto pela seringa na amostra durante sua colocação entre as placas paralelas. Sendo assim, considera-se que a amostra é estável na faixa entre 0 e 10<sup>4</sup> segundos, portanto testes com tempo inferior a esse são realizados.

## B.4.4 Curvas de escoamento

A Figura B.6 apresenta uma curva de escoamento realizada com duas diferentes geometrias, a saber, placas paralelas ranhuradas em baixas taxas de cisalhamento e cilindros concêntricos de paredes lisas em altas taxas de cisalhamento. Observa-se um comportamento viscoplástico ajustado pela Eq. 2-2 denominada Eq. de Herschel-Bulkley (96).

Foi realizada uma comparação entre os dados da curva de escoamento medida na PUC-Rio com o reômetro AR-G2 (Fig. B.6) com os dados obtidos no CENPES com viscosímetro Fann. A Figura B.7 apresenta os dados experi-



Figura B.5: Varredura de tempo de tampão viscoso



Figura B.6: Curva de escoamento de tampão viscoso

mentais e os ajustes da curva pela Eq. 2-2. Note que há uma grande diferença entre as tensões limite de escoamento estimadas.

## B.4.5 Testes a tensão constante

A Figura B.8 apresenta o conjunto de resultados obtidos nos testes a tensão constante, sendo que todas as tensões são maiores de a tensão limite de escoamento. Portanto, ao observar a evolução da taxa de deformação com o tempo, espera-se que a taxa de cisalhamento tenderá para um valor constante e não nulo. Esse comportamento não foi observado devido ao tempo de total de teste.

Conforme discutido em relação ao Carbopol<sup>®</sup>, o tempo para alcançar re-



Figura B.7: Curva de escoamento: uma comparação entre o viscos<br/>ímetro Fa<br/>an e o reômetro AR-G2 $\,$ 

gime permanente é maior quanto mais próxima a tensão imposta for da tensão limite de escoamento. Note que se esperássemos mais tempo, provavelmente haveria escoamento em todas as tensões impostas pois todas são maiores que a tensão limite de escoamento.

Isso significa que o tempo de retardo do tampão viscoso é bastante expressivo e essa é uma característica dos fluidos tixotrópicos.



Figura B.8: Testes a tensão constante

#### Considerações finais

Um estudo preliminar com fluido de perfuração adensado e viscosificado foi realizado. Testes oscilatórios, em regime transiente e permanente foram realizados no reômetro AR-G2. Avaliou-se a seleção da geometria, efeitos da escolha do equipamento de medição, influência dos efeitos de parede, estabilidade do fluido e tensão limite de escoamento.

Pode-se concluir que o tampão viscoso é um fluido elasto-viscoplástico com efeitos tixotrópicos caracterizado por longo tempo de retardo. Ademais, observou-se que a tensão limite de escoamento obtida com um reômetro é menor que a determinada por um viscosímetro. Em geral, é provável que os valores de tensão limite de escoamento medidos em campo sejam mais conservadores que os medidos em um reômetro com menor incerteza. Contudo, haveria um desperdício de recursos e justifica-se o investimento em novos testes e em outras formulações para avaliar o impacto desta disparidade.

## C Caracterização reológica de solução aquosa de Carbopol com glicerina

Foi realizado um estudo acerca das propriedades reológicas de solução aquosa com 0.125% de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina. O objetivo desta investigação é comparar tais resultados com o comportamento qualitativo de soluções exclusivamente aquosas de Carbopol<sup>®</sup> a fim de interpretar a influência da adição de um co-solvente mais denso e viscoso. Deve-se ressaltar que o tempo característico do processo é de 1.5 horas para permitir uma comparação com os resultados obtidos em bancada experimental.

O procedimento experimental empregado para caraterizar reologicamente soluções aquosas de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina é definido na subseção 3.4.3. Analogamente aos testes com soluções exclusivamente aquosas de Carbopol<sup>®</sup>, utilizou-se a geometria placas paralelas ranhuradas com folga de 1 mm. Para os testes oscilatórios e para curva de escoamento implementou-se correção devido aos efeitos de escoamento não-homogêneo entre as placas paralelas (55, 141).

A Figura C.1 apresenta os resultados de teste de varredura de tensão com frequência de 1 Hz. Observa-se a região viscoelástica linear até aproximadamente 0.1 Pa. Abaixo desta tensão, os módulos de armazenamento G' não variam com a amplitude e há predominância dos efeitos elásticos. Caso contrário,  $G' \in G''$  oscilam com a amplitude de tensão. Através da comparação entre o valor máximo de G' e o cruzamento das curvas dos módulos estima-se que a tensão limite de escoamento apresente valor entre 2 e 5 Pa.

A Figura C.2 apresenta os resultados do teste de varredura de tempo. O teste foi realizado com  $\tau_a = 0.1$  Pa e f = 1 Hz, logo dentro da região viscoelástica linear. Como não há uma queda brusca dos valores dos módulos dentro da faixa de tempo investigada conclui-se que não há alterações significativas na microestrutura. Sendo assim, considera-se que a amostra é estável na faixa entre 0 e 43.200 segundos, portanto testes com tempo inferior a esse podem ser realizados com alta confiabilidade.

A Figura C.3 apresenta a curva de escoamento obtida. Esta é ajustada pela Eq. de Herschel-Bulkley (96), Eq. 2-2, que caracteriza comportamento viscoplástico e explicita os parâmetros reológicos  $\tau_y$ ,  $k \in n$ . Observe que  $\tau_y \approx 2.8$  Pa, o que confirma a estimativa feita anteriormente na Fig. C.1.



Figura C.1: Varredura de tensão de solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina.



Figura C.2: Varredura de tempo de solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina.

A Figura C.4 apresenta um conjunto de resultados obtidos através de testes a tensão constante no intervalo de 1.5 horas. Ao observar a evolução da taxa de deformação com o tempo, espera-se que a taxa de cisalhamento tenderá para um valor constante e não nulo quando  $\tau > \tau_y$ . Caso contrário não há escoamento e a taxa de cisalhamento tende a zero. A partir deste gráfico conclui-se que  $2 < \tau_y < 3.5$  Pa. Esta informação é coerente com os gráficos das Figs. C.1 e C.3.

Note que o tempo para alcançar regime permanente é maior quanto mais próxima a tensão imposta for da tensão limite de escoamento. Como exercício, imagine agora que o teste tenha sido realizado até apenas 200 s. Neste caso, com imposição de 3.5 Pa não haveria ponto de inflexão na curva de taxa de



Figura C.3: Curva de escoamento de solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina.



Figura C.4: Testes a tensão constante de solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina.

deformação com o tempo. Logo teria-se a impressão que não há escoamento pois  $\dot{\gamma} \rightarrow 0$ . Por outro lado, com imposição de 5 Pa haveria obtenção de taxa de deformação em regime permanente. Logo para um tempo característico de 200 segundos, obtém-se  $3.5 < \tau_y < 5$  Pa.

A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que o comportamento qualitativo de solução aquosa de Carbopol<sup>®</sup> com glicerina é similar ao de solução exclusivamente aquosa.

# Influência da concentração de polímero em diferentes formulações de Carbopol

Foram realizadas duas curvas de escoamento com mesma concentração polimérica, porém uma das curva é obtida com solução exclusivamente aquosa e a outra com solução aquosa de glicerina, vide Figs. C.5 e C.6. Observe que a adição de glicerina altera significativamente os parâmetros reológicos. Há um expressivo decréscimo de  $\tau_y$  e k e um incremento de n. Contudo observa-se na Fig. C.6 uma redução da viscosidade em toda faixa investigada de taxa de deformação.



Figura C.5: Tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação para 0.125% de Carbopol<sup>®</sup> em solução exclusivamente aquosa e em solução aquosa de glicerina.

Por outro lado, obteve-se a mesma tensão limite de escoamento através de curva de escoamento com 0.1% de Carbopol<sup>®</sup> em solução exclusivamente aquosa e 0.125% de Carbopol<sup>®</sup> em solução aquosa de glicerina. As Figuras C.7 e C.8 ilustram resultados da curva de escoamento. Note que a diferença de viscosidade (ou de forma equivalente tensão de cisalhamento) entre as soluções poliméricas aumenta com a taxa de deformação.



Figura C.6: Viscosidade em função da taxa de deformação para 0.125% de Carbopol® em solução exclusivamente aquosa e em solução aquosa de glicerina.



Figura C.7: Tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação para 0.1% de Carbopol<sup>®</sup> em solução exclusivamente aquosa e para 0.125% de Carbopol<sup>®</sup> em solução aquosa de glicerina.

Apêndice C. Caracterização reológica de solução aquosa de Carbopol com glicerina 195



Figura C.8: Viscosidade em função da taxa de deformação para 0.1% de Carbopol<sup>®</sup> em solução exclusivamente aquosa e para 0.125% de Carbopol<sup>®</sup> em solução aquosa de glicerina.

## Estudo da seleção da taxa de deformação característica empregada para definir a viscosidade do fluido viscoplástico em movimento terminal

Fluidos não newtonianos apresentam dependência não-linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. Portanto sua respectiva viscosidade não é constante e é função da taxa de deformação. Como consequência, não é tarefa trivial determinar a viscosidade destes fluidos sob escoamento complexo.

Para descrever o comportamento mecânico dos fluidos não newtonianos é fundamental conhecer a dependência entre a tensão cisalhante aplicada no fluido e taxa de deformação. Existem diversas equações constitutivas na literatura capazes de prever tal comportamento. Neste trabalho, optou-se pela Equação constitutiva proposta por Herschel e Bulkley (96) em 1926. Esta equação caracteriza o comportamento viscoplástico e a sua função viscosidade é definida como

$$\begin{cases} \eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau_y}{\dot{\gamma}} + k\dot{\gamma}^{n-1}, & \text{se } \tau > \tau_y \\ \dot{\gamma} = 0, & \text{caso contrário.} \end{cases}$$
(D-1)

Note que se  $\tau < \tau_y$  o fluido comporta-se como um sólido e sua respectiva viscosidade tende ao infinito. Essa peculiaridade é fundamental para compreensão dos casos do experimento de inversão por gravidade caracterizados pela ausência de escoamento.

Conforme descrito no Capítulo 4, foram realizados diversos experimentos a fim de aprimorar a compreensão da física envolvida nos escoamentos de inversão por gravidade. Com esta finalidade, é essencial identificar os parâmetros governantes que regem o escoamento a fim de estabelecer grupos adimensionais para simplificar a análise e permitir extrapolar os resultados do modelo em escala reduzida para casos reais. Para isso, as forças envolvidas no experimento devem ser as mesmas forças avaliadas em um caso real de interesse.

Observou-se que tanto a viscosidade do fluido newtoniano (menos denso) quanto a do fluido não newtoniano (mais denso) são parâmetros governantes. Conforme descrito no Capítulo 3, elas são relacionadas através da razão de viscosidade definida por Apêndice D. Estudo da seleção da taxa de deformação característica empregada para definir a viscosidade do fluido viscoplástico em movimento terminal 197

$$\mu^* = \frac{\eta_2(\dot{\gamma_c})}{\mu_1} \tag{D-2}$$

onde  $\eta_2(\dot{\gamma}_c)$  é a viscosidade do fluido viscoplástico caracterizado pela Eq. D-1,  $\dot{\gamma}_c$  é a taxa de deformação característica e  $\mu_1$  a viscosidade do fluido newtoniano.

O primeiro passo para definir  $\mu^*$  consiste em determinar uma taxa de deformação característica que represente o escoamento de inversão por gravidade sob movimento terminal. Com esta finalidade foram avaliadas três diferentes definições de  $\dot{\gamma}_c$ . Para cada uma delas, avaliou-se seu impacto na determinação de  $\eta_2(\dot{\gamma}_c)$  e consequentemente em  $\mu^*$ .

Deve-se considerar  $L^* = 5$  e  $4.29 \cdot 10^{-3} \leq 1/Ga \leq 8.78 \cdot 10^{-3}$  para todos os resultados apresentados nas subseções a seguir. Para interpretar os resultados de  $\mu^*$  é importante relembrar a relação entre a velocidade terminal adimensional e a tensão limite de escoamento adimensional. Este gráfico, previamente apresentado na Fig. 4.53 do Capítulo 4, é novamente apresentado abaixo.



Figura D.1: Velocidade terminal adimensional em função da tensão limite de escoamento adimensional para  $L^* = 5$  e  $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$ 

Apêndice D. Estudo da seleção da taxa de deformação característica empregada para definir a viscosidade do fluido viscoplástico em movimento terminal

## Taxa de deformação característica determinada através de um balanço de forças

A primeira definição proposta para taxa de deformação característica é obtida através do balanço das forças que atuam no fluido viscoplástico. Portanto  $\dot{\gamma}_{c,bf}$  é definida pelo balanço entre as forças viscosas e gravitacionais. Logo,

$$F_{\mu} = F_g$$

$$\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf})\dot{\gamma}_{c,bf}\pi DL = \Delta 
ho g rac{\pi D^2}{4} L$$

Portanto obtém-se

$$\dot{\gamma}_{c,bf} = \frac{\Delta \rho g D}{4\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf})}$$

Substituindo  $\dot{\gamma}_{c,bf}$  na Eq. D-1,

$$\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf}) = \frac{\tau_y}{\dot{\gamma}_{c,bf}} + k\dot{\gamma}_{c,bf}^{n-1}$$

Logo,

$$\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf}) = \frac{\tau_y}{\frac{\Delta\rho gD}{4\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf})}} + k\left(\frac{\Delta\rho gD}{4\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf})}\right)^{n-1}$$
$$\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf})\frac{\Delta\rho gD}{4\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf})} = \tau_y + k\left(\frac{\Delta\rho gD}{4\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf})}\right)^n$$
$$\frac{\Delta\rho gD}{4} - \tau_y = k\frac{1}{\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf})^n}\left(\frac{\Delta\rho gD}{4}\right)^n$$

Por fim define-se a viscosidade não newtoniana característica como

$$\eta_2(\dot{\gamma}_{c,bf}) = \left[\frac{k(\frac{\Delta\rho gD}{4})^n}{\frac{\Delta\rho gD}{4} - \tau_y}\right]^{1/n} \tag{D-4}$$

Logo, a razão de viscosidade torna-se

$$\begin{cases} \mu^*(\dot{\gamma}_{c,bf}) = \left[\frac{k\left(\frac{\Delta\rho gD}{4}\right)^n}{\frac{\Delta\rho gD}{4} - \tau_y}\right]^{1/n} / \mu_1 \\ \mu^*(\dot{\gamma}_{c,bf}) \to \infty, \qquad \text{caso contrário.} \end{cases}$$
(D-5)

Note que  $\mu^*(\dot{\gamma}_{c,bf})$  é função dos parâmetros reológicos  $(\tau_y, k, n)$ , da diferença de densidades  $\Delta \rho$ , da viscosidade newtoniana  $\mu_1$ , do diâmetro do tubo D e da gravidade g. Portanto a definição de  $\dot{\gamma}_{c,bf}$  acarreta em um parâmetro adimensional que não é independente já que  $\mu^*(\dot{\gamma}_{c,bf})$  é função das forças viscosas e gravitacionais.

(D-3)

$\mu^*$	$ au_y^*$	$\Delta \rho^*$	$V^*$	1/Ga	$\sigma^*$	Regime
4.98	0.18	0.19	0.33	4.29E-03	3.81E-04	instável
4.94	0.35	0.15	0	8.78E-03	7.22E-04	estável

Tabela D.1: Avaliação da eficiência de  $\dot{\gamma}_{c,bf}$ 

A Figura D.2 apresenta a Velocidade terminal adimensional em função da razão de viscosidade, a qual é definida pela Eq. D-5.



Figura D.2: Velocidade terminal adimensional em função da razão de viscosidade para  $L^* = 5$  e  $4.29 \cdot 10^{-3} \leq 1/Ga \leq 8.78 \cdot 10^{-3}$ , sendo a viscosidade não newtoniana determinada através da taxa de deformação característica obtida pelo balanço entre as forças viscosas e gravitacionais

A partir de estudo de caso é possível observar falhas desta definição de taxa de deformação característica (vide Tab. D.1). Ao selecionar um par de fluidos com mesma razão de viscosidade, observou-se que o caso com maior  $\Delta \rho^*$  apresenta menor  $\tau_y^*$ . Esta análise é consistente pois quanto maior a diferença de densidades maior é a força motriz que favorece o escoamento. Logo, esta não é uma boa definição para  $\dot{\gamma}_c$ .

## D.2

#### Taxa de deformação obtida através dos parâmetros reológicos

A segunda proposta para definir a taxa de deformação característica é baseada somente em parâmetros reológicos. Define-se  $\dot{\gamma}_c = \dot{\gamma}_1$ , conforme Eq.

Apêndice D. Estudo da seleção da taxa de deformação característica empregada para definir a viscosidade do fluido viscoplástico em movimento terminal 200

D-6. A taxa de deformação  $\dot{\gamma}_1$  caracteriza, na curva de escoamento, a transição entre a região com patamar de elevada viscosidade para o início da região em que a viscosidade cai seguindo a lei de potência.

$$\dot{\gamma}_{c,\dot{\gamma}_1} = \dot{\gamma}_1 = \left(\frac{\tau_y}{k}\right)^{1/n} \tag{D-6}$$

Logo a viscosidade não newtoniana equivalente é

$$\eta_2(\dot{\gamma}_1) = \frac{\tau_y}{\dot{\gamma}_1} + k\dot{\gamma}_1^{n-1}$$
$$\eta_2(\dot{\gamma}_1) = \frac{\tau_y}{\left(\frac{\tau_y}{k}\right)^{1/n}} + k\left[\left(\frac{\tau_y}{k}\right)^{1/n}\right]^{n-1}$$
$$\eta_2(\dot{\gamma}_1) = 2\tau_y^{\frac{n-1}{n}}K^{1/n}$$

Portanto a razão de viscosidade resume-se a

$$\mu^*(\dot{\gamma}_1) = \frac{\eta_2(\dot{\gamma}_1)}{\mu_1} = \frac{2\tau_y^{\frac{n-1}{n}}K^{1/n}}{\mu_1}$$
(D-7)

A Figura D.3 apresenta a compilação dos resultados experimentais através do gráfico de velocidade terminal adimensional em função da razão de viscosidade, a qual é obtida através dos parâmetros reológicos.



Figura D.3: Velocidade terminal adimensional em função da razão de viscosidade para  $L^* = 5$  e  $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$ , sendo  $\dot{\gamma}_c = \dot{\gamma}_1$ 

Observe na Eq. D-6 que  $\dot{\gamma}_1$  apresenta um valor constante para diferentes velocidades de queda de um mesmo fluido não newtoniano (ou seja, mesmos parâmetros reológicos). Consequentemente a viscosidade não newtoniana característica sofre a mesma influência, visto que esta apresenta um valor constante que independe da real viscosidade do líquido durante escoamento. Assim, é possível obter-se um mesmo valor de  $\mu^*_{\dot{\gamma}_1}$  para um caso de viscosidade não newtoniana que tende ao infinito quanto para um caso de baixíssima viscosidade newtoniana. Ademais não é possível prever  $\eta_2(\dot{\gamma}_c) \to \infty$  quando  $\gamma_c \to 0$ . Logo, esta também não é uma boa definição para taxa de deformação característica.

## D.3 Taxa de deformação obtida através do escoamento

A última proposta para definir a taxa de deformação característica do problema é baseada somente no escoamento. Define-se a taxa de deformação característica do escoamento como a relação entre a velocidade característica e o comprimento característico. Logo,

$$\dot{\gamma}_{c,V/D} = \frac{V}{D} \tag{D-8}$$

sendo Do diâmetro do tubo, o qual é perpendicular à direção principal do escoamento.

Observe na Eq. D-8 que  $\dot{\gamma}_{c,V/D}$  é proporcional à velocidade da frente da interface. Logo, uma elevada velocidade implica elevada taxa de deformação e consequentemente baixa viscosidade.

Assim,

$$\begin{cases} \eta_2(\dot{\gamma}_{c,V/D}) = \tau_y/\dot{\gamma}_{c,V/D} + k\dot{\gamma}_{c,V/D}^{n-1}, & \text{se } \tau > \tau_y \\ \dot{\gamma}_{c,V/D} = 0 \quad e \quad \eta_2(\dot{\gamma}_{c,V/D}) \to \infty, & \text{caso contrário.} \end{cases}$$
(D-9)  
e consequentemente

$$\begin{cases} \mu^*(\dot{\gamma}_{c,V/D}) = \eta_2(\dot{\gamma}_{c,V/D})/\mu_1, & \text{se } \tau > \tau_y \\ \mu^*(\dot{\gamma}_{c,V/D}) \to \infty, & \text{caso contrário.} \end{cases}$$
(D-10)

A Figura D.4 apresenta os resultados obtidos considerando esta taxa de deformação.

Não é a maneira mais elegante de adimensionalizar os dados pois depende de um dado de resposta, a saber a velocidade média obtida experimentalmente. Porém esta é a única adimensionalização que considera a taxa de deformação mais próxima da realidade do escoamento. Uma característica importante é o fato de prever  $\eta_2(\dot{\gamma}_{c,V/D}) \rightarrow \infty$  quando  $\dot{\gamma}_{c,V/D} = 0$ . Por fim, esta é a opção empregada neste trabalho. Apêndice D. Estudo da seleção da taxa de deformação característica empregada para definir a viscosidade do fluido viscoplástico em movimento terminal 202



Figura D.4: Velocidade terminal adimensional em função da razão de viscosidade para  $L^* = 5$  e  $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3}$ , sendo  $\eta_2(\dot{\gamma}_c)$  determinada através da taxa de deformação característica definida como V/D

## E Critério para determinação de velocidade terminal que tende a zero

O par de parâmetros adimensionais  $\mu_c^* \in \tau_{y,c}^*$  é forte função da escolha do ponto de corte da velocidade terminal adimensional. É fundamental apresentar um critério para estabelecer uma velocidade terminal adimensional crítica  $V_c^*$  que caracterize a transição dos casos com escoamento para os casos sem escoamento. Sendo assim, investiga-se neste anexo a influência de  $V_c^* = 0.001$ ,  $V_c^* = 0.01 \ V_c^* = 0.1$  na tensão limite de escoamento crítica adimensional e na razão de viscosidade crítica.

Para  $L^* = 5$ ,  $4.29 \cdot 10^{-3} \leq 1/Ga \leq 8.78 \cdot 10^{-3}$  e  $\sigma^* \to 0$ , as Figs. E.1 e E.2 apresentam os resultados experimentais obtidos com  $V^* > 0.001$ . Todos os dados experimentais obtidos são apresentados nestas figuras, exceto os casos caracterizados por  $V_c^{=}0$ . Portanto considera-se regime estável e quase-estável, ou seja, observa-se escoamentos de regime wavy core-annular flow, transitional wavy core-annular flow e plug flow.

Não foram obtidos resultados na faixa  $0.001 < V^* < 0.01$ , portanto os gráficos das Figs. E.1 e E.2 não são alterados com o incremento de uma ordem de grandeza em  $V_c^*$ .

As Figuras E.3 e E.4 apresentam a tensão limite de escoamento crítica adimensional e razão de viscosidade crítica em função da diferença de densidade adimensional  $\Delta \rho^*$ , respectivamente. Os parâmetros  $\mu_c^* \in \tau_{y,c}^*$  foram determinados de forma conservadora: para cada  $\Delta \rho^*$  identificou-se  $V^* > 0.1$ . Desta forma, os testes do regime quase-estável, ou *plug flow*, foram excluídos em relação às Figs. E.1 e E.2.

Observa-se nas Figs. E.3 e E.4 que conforme  $\Delta \rho^*$  aumenta há uma redução de  $\tau_{y,c}^*$  e de  $\mu_c^*$ . Em outras palavras, observa-se que fixando os demais parâmetros governantes, quanto maior a contribuição das forças gravitacionais, menor é a importância relativa das forças viscosas necessárias para manter o tampão estático no intervalo de 1.5 horas. De fato como  $\tau_y^*$  é função de  $\Delta \rho^*$  através de dependência inversamente proporcional, logo é natural que  $\tau_{y,c}^*$ diminua com o aumento de  $\Delta \rho^*$ . Por este motivo é fundamental que os gráficos de  $\tau_{y,c}^*$  e de  $\mu_c^*$  em função de  $\Delta \rho^*$  não sejam interpretados independentemente. Através da análise do balanço de forças que atua no tampão (vide Fig. 3.23)



Figura E.1: Tensão limite de escoamento crítica adimensional em função da diferença de densidade adimensional para  $V^*>0.001,~L^*=5,~4.29\cdot10^{-3}\lesssim 1/Ga\lesssim 8.78\cdot10^{-3}$  e $\sigma^*\to 0$ 



Figura E.2: Razão de viscos<br/>idade crítica em função da diferença de densidade adimensional par<br/>a $V^*>$  0.001,  $L^*=$  5, 4.29 · 10^{-3} <br/> $\lesssim 1/Ga \lesssim$  8.78 · 10^{-3} e $\sigma^* \rightarrow 0$ 



Figura E.3: Razão de viscos<br/>idade crítica em função da diferença de densidade adimensional par<br/>a $V^*>0.1,\,L^*=5,\,4.29\cdot10^{-3}\lesssim 1/Ga\lesssim 8.78\cdot10^{-3}$ e $\sigma^*\to 0$ 



Figura E.4: Tensão limite de escoamento crítica adimensional em função da diferença de densidade adimensional para  $V^* > 0.1$ ,  $L^* = 5$ ,  $4.29 \cdot 10^{-3} \lesssim 1/Ga \lesssim 8.78 \cdot 10^{-3} e \sigma^* \rightarrow 0$ 

é possível interpretar a relação entre  $\mu_c^* \in \Delta \rho^*$ . Para a condição de equilíbrio estático, quanto menor a contribuição das forças gravitacionais (menor  $\Delta \rho^*$ ) maior é a parcela relativa aos efeitos viscosos (maior  $\mu_c^*$ ) para um intervalo de 1.5 horas. Isto ocorre pois menor  $\Delta \rho^*$  implica menor velocidade terminal dimensional e consequentemente menor taxa de deformação característica. Assim há maior viscosidade do fluido não newtoniano e portanto maior razão de viscosidade.

Comparando os gráficos E.1 - E.4, observa-se que o critério baseado em  $V^* > 0.001$  engloba o regime instável e quase-estável enquanto para

## *Apêndice E. Critério para determinação de velocidade terminal que tende a zero* 206

 $V^*>0.1$  observa-se apenas o regime instável. Visto que o sucesso de uma operação de tamponamento de poços é alcançado com o tampão estático ou movendo-se com velocidade suficientemente baixa para que haja um mínimo deslocamento, é essencial determinar uma velocidade terminal adimensional crítica que permita extrapolação dos dados em escala para operações reais. Inicialmente, selecionar um valor conservador, a saber  $V_c^*=0.1$ , como critério de escoamento soa como boa opção. Porém a apresentação desses resultados gráficos é anti-intuitiva. A primeira vista não é confortável visualizar, de forma adimensional, que a viscosidade diminui com aumento da razão de densidade. Isso ocorre pois o valor mínimo de velocidade adimensional crítica é constante, porém a velocidade dimensional não é constante. Dimensionalmente observa-se o caso inverso, logo analisar os resultados deste gráfico torna-se trabalhoso pois deve-se atentar a definição de cada um dos parâmetros adimensionais. Sendo assim, optou-se por não considerar essa opção de apresentação dos dados para determinar um critério de escoamento.

# Influência do método de determinação da tensão limite de escoamento

Conforme discutido anteriormente acerca das Figs. 4.36 e 4.38, a tensão limite de escoamento dinâmica diverge da tensão limite de escoamento estática. Para solução aquosa com 0.123% de Carbopol<sup>®</sup>, determinou-se  $\tau_y = 4.6$  Pa através da curva de escoamento e  $6 \leq \tau_{y,e} \leq 7$  Pa através dos testes a tensão constante.

Essa diferença é justificada pelo tempo característico do experimento de escoamento sob inversão por gravidade. Por definição, a curva de escoamento é obtida em regime permanente independente do tempo necessário para tal. Por outro lado, os testes a tensão constante foram realizadas com um tempo fixo de 1.5 horas, portanto não há necessariamente regime permanente. Possivelmente, seria observada a presença de escoamento caso um tempo suficientemente longo fosse imposto para tensões  $4.6 \leq \tau_y \leq 6$  Pa. De modo que quanto maior o tempo de espera, menor é a tensão limite de escoamento estática obtida.

Foi realizada uma comparação para avaliar a influência da escolha da tensão limite de escoamento nos parâmetros adimensionais que caracterizam o escoamento de inversão por gravidade. O gráfico da Fig. F.1 apresenta a tensão limite de escoamento adimensional em função da escolha entre as tensões limite de escoamento estática e dinâmica para solução aquosa com 0.123% de Carbopol<sup>®</sup> acima de óleo Shell Tellus Premium 46. Portanto, fixouse  $\Delta \rho^* = 0.15$ ,  $1/Ga = 8.78 \cdot 10^{-3}$  e  $\sigma^* = 7.2 \cdot 10^{-4}$  para um caso sem escoamento, logo  $V^* = 0$ . Ademais, manteve-se os parâmetros reológicos  $k \in n$ constantes.

O símbolo azul da Fig. F.1 representa a tensão limite de escoamento dinâmica e os símbolos vermelhos representam  $\tau_{y,e} = 6 + 0.1\% \cdot 6 \text{ Pa}, \tau_{y,e} = 6.5 \text{ Pa}$  e  $\tau_{y,e} = 7 - 0.1\% \cdot 7 \text{ Pa}$ . Foi aplicada esse ligeira variação dos valores dos testes a tensão constante pois há escoamento em  $\tau_y = 7 \text{ Pa}$  e não há escoamento para  $\tau_y = 6 \text{ Pa}$ . Pode-se observar que quanto maior a tensão limite de escoamento selecionada, maior é o parâmetro adimensional  $\tau_y^*$  pois este é definido como  $\tau_y^* = 4\tau_y/\Delta\rho gD$ . O caso dinâmico apresenta  $\tau_y = 4.6 \text{ Pa}$  e resulta em  $\tau_y^* = 0.33$ . Já os casos estáticos apresentam  $\tau_y^*(\tau_y \approx 6 Pa) = 0.42$  a  $\tau_y^*(\tau_y \approx 7 Pa) = 0.49$ , portanto um erro relativo percentual de 30 a 51\%.



Figura F.1: Tensão limite de escoamento adimensional em função da seleção da tensão limite de escoamento para solução aquosa com 0.123% de Carbopol<sup>®</sup>

Conclui-se que a diferença entre as tensões limite de escoamento estática e dinâmica é grande o suficiente e não pode ser desprezada. Entretanto, devido a limitações experimentais optou-se por selecionar a tensão limite de escoamento dinâmica logo os resultados apresentados neste trabalho tornam-se conservadores demais. Portanto, caso houvesse uma relação percentual entre  $\tau_y \ e \ \tau_{y,e}$  para qualquer par de fluidos, os pontos do gráfico da Fig. 4.53 seriam deslocados para direita. Convém ressaltar que não é possível afirmar que todos os pontos serão alterados em até 51% pois só foi realizada essa comparação para uma específica solução aquosa do polímero. Provavelmente esse incremento não é linear com a concentração do polímero.