

Camila Moreira Costa

**Análise e aperfeiçoamento de viscosímetro
rotacional de campo através da reologia de
fluidos de perfuração**

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC-Rio.

Orientador : Prof. Mônica Feijó Naccache
Coorientador: Dra. Priscilla Ribeiro Varges

Rio de Janeiro
Abril de 2021

Camila Moreira Costa

**Análise e aperfeiçoamento de viscosímetro
rotacional de campo através da reologia de
fluidos de perfuração**

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora.

Prof. Mônica Feijó Naccache

Orientador

Departamento de Engenharia Mecânica – PUC-Rio

Dra. Priscilla Ribeiro Varges

Coorientador

Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-Rio

Prof. Paulo Roberto de Souza Mendes

Departamento de Engenharia Mecânica – PUC-Rio

Dra. Rosana Fátima Teixeira Lomba

Departamento de Engenharia civil – PUC-Rio

Rio de Janeiro, 16 de Abril de 2021

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

Camila Moreira Costa

Graduou-se em Engenharia Química na Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro em 2018.

Ficha Catalográfica

Moreira Costa, Camila

Análise e aperfeiçoamento de viscosímetro rotacional de campo através da reologia de fluidos de perfuração / Camila Moreira Costa; orientador: Mônica Feijó Naccache; co-orientador: Priscilla Ribeiro Vargas. – 2021.

224 f.: il. color.; 30 cm

Dissertação (mestrado) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Mecânica, 2021.

Inclui bibliografia

1. Engenharia Mecânica – Teses 2. Viscosímetro; 3. Reômetro; 4. Reologia; 5. Fluido de perfuração; 6. Carbopol.

I. Feijó Naccache, Mônica. II. Ribeiro Vargas, Priscilla. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Mecânica. IV. Título.

CDD: 621

À memória de meu pai

Agradecimentos

Agradeço primeiramente a Deus.

À minha orientadora Mônica Naccache por todos os ensinamentos, conselhos e oportunidades. Obrigada pelo incentivo e dedicação na minha inserção no mestrado. Sem sua ajuda isso não teria sido possível.

À minha coorientadora e amiga Priscilla Varges por todas as discussões, ensinamentos e acompanhamentos diários. Você me ensinou a crescer como profissional e pessoa. Obrigada pelas palavras amigas e ombro confortador durante todo esse percurso.

A todos os meus professores que transmitiram a mim seus ensinamentos técnicos e humanos. Guardo no meu coração todos os que passaram pela minha vida. Especialmente, gostaria de agradecer ao professor Paulo Roberto e demais membros do departamento de engenharia mecânica.

Aos meus amigos do coração, Regina, Laryssa, Juliana, Rafaela, Eduardo e Fillipe, por trazerem sempre leveza aos meus dias.

Também agradeço à Gabrielle Andrade por toda ajuda e auxílio nos desenhos técnicos.

Aos colegas e técnicos do grupo de reologia pela troca de experiências e suporte técnico, em especial ao Alexandre e Bruno.

Aos amigos do GReo, Eliana, Roberta, Isabella, Daniel, Elias, Lorena, Behbood, Bruno, Pedro, João Cunha, João Naccache, Tatiana, Ricardo e Priscilla, que me proporcionaram momentos maravilhosos e divertidos, aquela salinha sempre me trará excelentes recordações.

Em especial, gostaria de agradecer ao Elias por sempre estar disposto a nos ajudar e trazer leveza com suas cantorias. Ao Pedrinho pela amizade e por me ensinar as melhores expressões da língua espanhola. Também ao Joãozinho, meu companheiro de mestrado do início ao fim, por trazer descontração ao ambiente com suas ótimas piadas.

Também gostaria de agradecer à minha querida amiga, Lorena, por toda a sua companhia e carinho. Pelas inúmeras conversas sobre Carbopol e outros

assuntos técnicos e pela amizade improvável com uma geminiana.

Para finalizar os agradecimentos ao grupo de reologia da PUC-Rio, gostaria de agradecer a Tatiana Rochinha por sua amizade, companheirismo e pela revisão e ajuda na dissertação. Em especial, gostaria de te agradecer pelo apoio neste último ano de 2020. Você me trouxe a força necessária para seguir adiante quando tudo desmoronou, esteve ao meu lado e me ajudou a enfrentar a maior dor da minha vida. Muito obrigada por me ajudar a encarar o mundo novamente.

Aos meus pais, Márcia Costa e Sebastião Costa, por todo o incentivo, a minha educação, pela amizade, conversas e por serem a melhor família do mundo. Eu amo vocês!

Em especial ao meu pai, meu companheiro, você me trouxe a parte leve de viver. Sem ela não seria possível criar os laços afetivos que me ajudaram nesta caminhada.

O presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

Resumo

Moreira Costa, Camila; Feijó Naccache, Mônica; Ribeiro Varges, Priscilla. **Análise e aperfeiçoamento de viscosímetro rotacional de campo através da reologia de fluidos de perfuração.** Rio de Janeiro, 2021. 224p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

O sucesso da operação de perfuração de poços de petróleo provém da incessante pesquisa científica que busca soluções e melhorias às diversas etapas deste processo. A correta formulação dos fluidos de perfuração e suas medições reológicas são parte fundamental neste cenário. O objetivo deste estudo é investigar o funcionamento de um viscosímetro Fann 35A e a metodologia utilizada para caracterização reológica de fluidos de perfuração, mediante comparação com um reômetro rotacional. Por conseguinte, diferentes fluidos, tais como soluções poliméricas e fluidos de perfuração, foram analisados com a finalidade de propor novas recomendações e aprimorar o uso do equipamento, comumente utilizado pelas companhias de petróleo. Curvas de escoamento e testes de força gel foram executados e, os resultados mostraram que as equações API são responsáveis pela determinação errônea dos parâmetros reológicos destes fluidos. Além disso, foi realizado um estudo teórico da relação entre a pressão e vazão em escoamento em tubo e espaço anular. Observou-se que a escolha precisa da função de viscosidade é imprescindível para o correto dimensionamento de bomba. Ademais, uma geometria ranhurada foi projetada e desenvolvida a fim de evitar os efeitos do deslizamento aparente em baixas taxas de cisalhamento. A força gel, medida importante para avaliar o reinício do escoamento em poços de petróleo, também foi avaliada e apresentou resultados bastante divergentes dos obtidos no reômetro. O gel adicional exibiu respostas significativas e assim, sua utilização é indicada. Por fim, as melhorias e metodologias propostas mostraram-se promissoras, embora em alguns casos não possuam valia pelo custo benefício. A incorporação das recomendações obtidas no presente estudo garante aquisição com maior acurácia da reologia de fluidos de perfuração e, conseqüentemente, desempenho correto de algumas funções atribuídas ao mesmo, evitando assim ocorrência de sérios problemas operacionais, ambientais e financeiros.

Palavras-chave

Viscosímetro; Reômetro; Reologia; Fluido de perfuração; Carbopol.

Abstract

Moreira Costa, Camila; Feijó Naccache, Mônica (Advisor); Ribeiro Vargas, Priscilla. **Analysis and improvement of rotational field viscometer through the rheology of drilling fluids**. Rio de Janeiro, 2021. 224p. MsC Thesis – Departamento de Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

The success of a drilling operation in an oil well emerges from the unrelenting scientific research for solutions and improvements to the various stages of this process. The correct formulations of drilling fluids and their rheological measurements are essential to this scenario. This study aims to investigate the functionality of a rotational viscometer 35A and the methodology used to characterize the fluids' rheology through the comparison with a rotational rheometer. Hence, different fluids, such as polymeric solutions and drilling fluids, were analyzed to propose new standards and improve the equipment operation, generally used by the oil companies. The results show that API equations are responsible for the inaccurate determination of these fluids' rheological parameters. Besides, a theoretical study of the relationship between pressure and flow rate in a tube and annular flow was performed. It was observed that the choice of viscosity function is extremely important to determine the correct pump size. Also, a roughed geometry was designed and developed for the viscometer to avoid wall slip at low shear rates. The gel strength, an important parameter to analyze restart of flows in oil wells, was analyzed and presented expressively divergent results from those obtained with a rheometer. The additional gel strength showed interesting results that indicate its use. Finally, the improvements and proposed methodology were found to be promising, although in some cases, it is not worth the cost-benefit analysis. The use of this present study's recommendations guarantees the accuracy of drilling fluids' rheology and, consequently, a good performance of some of its functions, avoiding the occurrence of serious operational, environmental and financial problems.

Keywords

Viscometer; Rheometer; Rheology; Drilling fluid; Carbopol.

Sumário

1	Introdução	24
1.1	Motivação	25
1.2	Objetivos	28
2	Fundamentação teórica	29
2.1	Reologia	29
2.1.1	Fluidos pseudoplásticos	30
2.1.2	Fluidos com tensão limite de escoamento	31
2.1.3	Viscoelasticidade	31
2.1.4	Tixotropia	32
2.2	Fluido de perfuração	32
2.2.1	Funções	33
2.2.2	Propriedades	34
2.2.3	Formulação	36
2.2.4	Seleção	37
2.2.5	Comportamento reológico	38
2.2.6	Problemas operacionais	39
2.3	Instituto Americano de Petróleo (API)	43
2.3.1	Viscosímetro	43
2.3.2	Normas da API	43
2.3.2.1	Modelo de Herschel Bulkley	43
2.3.2.2	Modelo de Bingham	44
2.3.2.3	Modelo de Power law	44
2.3.2.4	Parâmetros de Bingham	46
2.3.2.5	Força gel	47
2.4	Revisão bibliográfica	47
2.4.1	Limitações do viscosímetro rotacional	47
2.4.1.1	Efeitos de extremidade	48
2.4.1.2	Deslizamento aparente	50
2.4.1.3	Escoamento secundário	52
2.4.1.4	Excentricidade	54
2.4.1.5	Inércia	54
2.4.1.6	Sedimentação de partículas	54
2.4.1.7	Taxa de cisalhamento não uniforme	55
2.4.2	Reologia no viscosímetro rotacional	58
3	Materiais e métodos	61
3.1	Fluidos	61
3.1.1	Fluidos newtonianos	61
3.1.2	Fluidos não newtonianos	61
3.1.2.1	Poliacrilamida	62
3.1.2.2	Carbopol	62
3.1.2.3	Fluido de perfuração e tampão viscoso	63
3.2	Preparo das dispersões poliméricas	64

3.2.1	Poliacrilamida	64
3.2.2	Carbopol	66
3.2.2.1	Dispersão aquosa	66
3.2.2.2	Dispersão em água + glicerina	68
3.3	Equipamentos	69
3.3.1	Viscosímetro Fann 35 A	69
3.3.1.1	Geometrias do fabricante	71
3.3.1.2	Proposta de novas geometrias	72
3.3.2	Reômetro rotacional	75
3.3.2.1	Reômetro AR-G2	75
3.3.2.2	Reômetro ARES-G2	75
3.3.2.3	Geometrias	76
3.4	Metodologia experimental para caracterização de fluidos no viscosímetro	78
3.4.1	Determinação da curva de escoamento no viscosímetro rotacional	79
3.4.2	Determinação da força gel no viscosímetro	80
3.4.3	Avaliação do condicionamento da amostra para determinar força gel	81
3.5	Metodologia experimental para caracterização de fluidos no reômetro	82
3.5.1	Determinação da curva de escoamento no reômetro	82
3.5.1.1	Seleção da geometria	82
3.5.1.2	Definição da folga	83
3.5.1.3	Posicionamento da amostra	83
3.5.1.4	Programação do teste	83
3.5.2	Determinação da força gel no reômetro	84
3.6	Metodologia para determinação dos parâmetros reológicos	84
3.7	Metodologia para determinação da força gel	85
3.8	Metodologia para aplicação das correções	86
3.9	Correção de efeito de extremidade	86
3.9.1	Metodologia para correção de efeito final	88
3.10	Correção da taxa de cisalhamento não uniforme	89
3.10.1	Power law	91
3.10.2	Bingham	93
3.10.3	Herschel–Bulkley	94
3.11	Análise da escolha de diferentes funções de viscosidade em um escoamento simples	96
4	Resultados e discussões	98
4.1	Dispersões poliméricas	99
4.1.1	Carbopol	99
4.1.2	Poliacrilamida	113
4.2	Fluidos de perfuração e tampão viscoso	121
4.2.1	Fluido de perfuração multifuncional	121
4.2.2	Tampão viscoso	127
4.2.3	Fluido de perfuração aquoso	133
4.2.4	Fluido de perfuração parafínico	141
4.2.5	Fluido de perfuração olefínico	148
4.3	Análises finais	155
4.4	Avaliação de um escoamento unidirecional em tubo e espaço anular	157
5	Conclusões	166

5.1	Trabalhos futuros	167
6	Referências bibliográficas	169
A	Análise do tempo de mistura de dispersões de carbopol	176
A.1	Introdução	176
A.2	Objetivo	177
A.3	Metodologia	178
A.4	Resultados experimentais	178
A.4.1	Tempo de mistura	178
A.4.2	Estabilidade das dispersões	181
A.4.3	Imagens com microscópio confocal	182
A.5	Conclusão	183
B	Aferição das calibrações dos equipamentos	184
B.1	Viscosímetro rotacional	184
B.2	Reômetro rotacional	185
B.3	Viscosímetro Ubbelohde	185
B.4	Resultados	185
B.4.1	Aferição da calibração do viscosímetro rotacional	185
B.4.2	Aferição da calibração do reômetro rotacional	190
B.5	Considerações finais	191
C	Resultados preliminares	192
C.1	Testes de aferição de calibração	193
C.2	Curvas de escoamento	195
C.3	Considerações finais	198
D	Desenhos das geometrias ranhuradas para o viscosímetro rotacional Fann 35A	200
D.1	Desenhos 3D do bob ranhurado	200
D.2	Desenhos 3D do rotor ranhurado	202
E	Rheological Characterization of Carbopol® Dispersions in Water and in Water/Glycerol Solutions	205

Lista de figuras

Figura 1.1 – Funil Marsh (1)	24
Figura 1.2 – Viscosímetro Fann 35A (2)	24
Figura 1.3 – Sistema de circulação de fluido de perfuração (3)	27
Figura 2.1 – Prisão de coluna por diferencial de pressão (3)	42
Figura 2.2 – Prisão de coluna devido a chaveta (3)	42
Figura 2.3 – Desenho esquemático de um viscosímetro rotacional de cilindros coaxiais (4)	48
Figura 2.4 – <i>Recessed couette</i> (5)	49
Figura 2.5 – <i>Conicylinder</i> (5)	49
Figura 2.6 – Vórtices de Taylor entre cilindros coaxiais (6)	53
Figura 3.1 – Estrutura do polímero (7)	63
Figura 3.2 – Misturador IKA (8)	65
Figura 3.3 – Hélice naval (8)	65
Figura 3.4 – Agitador âncora (8)	67
Figura 3.5 – Bob 1	69
Figura 3.6 – Rotor 1	69
Figura 3.7 – Esquema viscosímetro Fann 35A (2)	70
Figura 3.8 – Especificação Rotor-Bob (2)	71
Figura 3.9 – Faixa de medição da taxa de cisalhamento para viscosímetro Fann com indicação direta (2)	72
Figura 3.10 – "Capa" de evaporação	72
Figura 3.11 – Ranhura AR-G2	73
Figura 3.12 – Ranhura MCR-501	73
Figura 3.13 – Carbopol® 0,09% - Análise de ranhuras	74
Figura 3.14 – B1 ranhurado	74
Figura 3.15 – R1 ranhurado	75
Figura 3.16 – Reômetro rotacional AR-G2 (9)	76
Figura 3.17 – Corte do reômetro AR-G2 (9)	76
Figura 3.18 – Reômetro rotacional ARES-G2	76
Figura 3.19 – Geometria superior de placas paralelas (10)	77
Figura 3.20 – Geometria inferior de placas paralelas	77
Figura 3.21 – Geometria de placas paralelas (10)	77
Figura 3.22 – Geometria de cilindros concêntricos (10)	77
Figura 3.23 – Superfície lisa	78
Figura 3.24 – Superfície ranhurada (10)	78
Figura 3.25 – Bob ranhurado	78
Figura 3.26 – Rotor ranhurado	78
Figura 3.27 – Procedimento para determinação da curva de escoamento no viscosímetro rotacional	80
Figura 3.28 – Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria ranhurada no viscosímetro, com diferentes tempos de pré-cisalhamento	81

Figura 3.29 – Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria ranhurada no reômetro, com diferentes tempos de pré-cisalhamento	81
Figura 3.30 – Teste de força gel com fluido de perfuração parafínico e geometria ranhurada no viscosímetro, com diferentes velocidades de pré-cisalhamento	82
Figura 3.31 – Dimensões do conjunto rotor-bob (11)	87
Figura 3.32 – Ilustração do escoamento de um fluido com tensão limite parcialmente cisalhado (12)	93
Figura 4.1 – Diagrama de análises reológicas	99
Figura 4.2 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, de dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®	100
Figura 4.3 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, de dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®	100
Figura 4.4 – Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®	101
Figura 4.5 – Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®	101
Figura 4.6 – Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, de dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®	101
Figura 4.7 – Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®	102
Figura 4.8 – Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®	102
Figura 4.9 – Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®	102
Figura 4.10 – Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®	102
Figura 4.11 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®	104
Figura 4.12 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®	104
Figura 4.13 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®	105

Figura 4.14 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa com 0,125% de Carbopol®	105
Figura 4.15 – Correção de efeito de extremidade da solução aquosa com 0,1 % de Carbopol® - Parte 1	107
Figura 4.16 – Correção de efeito de extremidade da solução aquosa com 0,1 % de Carbopol® - Parte 2	107
Figura 4.17 – Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade da solução aquosa com 0,1 % de Carbopol®	108
Figura 4.18 – Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo da solução aquosa com 0,1 % de Carbopol®	108
Figura 4.19 – Correção de efeito de extremidade da solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol® - Parte 1	108
Figura 4.20 – Correção de efeito de extremidade da solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol® - Parte 1	108
Figura 4.21 – Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade da solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol®	109
Figura 4.22 – Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo da solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol®	109
Figura 4.23 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com dispersão aquoso com 0,1% de Carbopol®	110
Figura 4.24 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®	110
Figura 4.25 – Teste de força gel com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol® e geometria lisa no reômetro	111
Figura 4.26 – Teste de força gel com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol® e geometria ranhurada no reômetro	111
Figura 4.27 – Teste de força gel com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol® e geometria lisa no reômetro	111
Figura 4.28 – Teste de força gel com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol® e geometria ranhurada no reômetro	111
Figura 4.29 – Teste de força gel com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol® e geometria lisa no viscosímetro	112
Figura 4.30 – Teste de força gel com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol® e geometria ranhurada no viscosímetro	112
Figura 4.31 – Teste de força gel com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol® e geometria lisa no viscosímetro	112
Figura 4.32 – Teste de força gel com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol® e geometria ranhurada no viscosímetro	112
Figura 4.33 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, de dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%	113

Figura 4.34 – Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%	113
Figura 4.35 – Curva de escoamento, com 5 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%	114
Figura 4.36 – Curva de escoamento, com 11 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%	114
Figura 4.37 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%	115
Figura 4.38 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%	115
Figura 4.39 – Correção de efeito de extremidade da solução aquosa de poliacrilamida 0,86 % - Parte 1	117
Figura 4.40 – Correção de efeito de extremidade da solução aquosa de poliacrilamida 0,86 % - Parte 2	117
Figura 4.41 – Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade da solução aquosa de poliacrilamida 0,86 %	118
Figura 4.42 – Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo da solução aquosa de poliacrilamida 0,86 %	118
Figura 4.43 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%	119
Figura 4.44 – Teste de força gel com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86% e geometria lisa no reômetro	119
Figura 4.45 – Teste de força gel com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86% e geometria lisa no viscosímetro	119
Figura 4.46 – Teste de varredura de tensão com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86% e 0,25%	120
Figura 4.47 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, de dispersão aquosa de poliacrilamida 0,25%	120
Figura 4.48 – Teste de força gel com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,25% e geometria lisa no reômetro	121
Figura 4.49 – Teste de força gel com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,25% e geometria lisa no viscosímetro	121
Figura 4.50 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração multifuncional	122
Figura 4.51 – Teste de varredura de tensão com fluido de perfuração multifuncional	122
Figura 4.52 – Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com fluido de perfuração multifuncional	122

Figura 4.53 – Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com fluido de perfuração multifuncional	122
Figura 4.54 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração multifuncional	123
Figura 4.55 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração multifuncional	123
Figura 4.56 – Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração multifuncional - Parte 1	124
Figura 4.57 – Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração multifuncional - Parte 2	124
Figura 4.58 – Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade do fluido de perfuração multifuncional	125
Figura 4.59 – Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo do fluido de perfuração multifuncional	125
Figura 4.60 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional, antes e depois dos ajustes, com fluido de perfuração multifuncional	126
Figura 4.61 – Teste de força gel com fluido de perfuração multifuncional e geometria lisa no reômetro.	126
Figura 4.62 – Teste de força gel com fluido de perfuração multifuncional e geometria lisa no viscosímetro	126
Figura 4.63 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com tampão viscoso	127
Figura 4.64 – Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com tampão viscoso	128
Figura 4.65 – Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em viscosímetro rotacional, com tampão viscoso	128
Figura 4.66 – Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com tampão viscoso	128
Figura 4.67 – Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com tampão viscoso	128
Figura 4.68 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com tampão viscoso	129
Figura 4.69 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com tampão viscoso	129
Figura 4.70 – Correção de efeito de extremidade do tampão viscoso - Parte 1	130

Figura 4.71 – Correção de efeito de extremidade do tampão viscoso - Parte 2	130
Figura 4.72 – Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade do tampão viscoso	131
Figura 4.73 – Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo do tampão viscoso	131
Figura 4.74 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional, antes e depois dos ajustes, com tampão viscoso	131
Figura 4.75 – Teste de força gel com tampão viscoso e geometria lisa no reômetro.	132
Figura 4.76 – Teste de força gel com tampão viscoso e geometria ranhurada no reômetro	132
Figura 4.77 – Teste de força gel com tampão viscoso e geometria lisa no viscosímetro.	132
Figura 4.78 – Teste de força gel com tampão viscoso e geometria ranhurada no viscosímetro	132
Figura 4.79 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração aquoso.	133
Figura 4.80 – Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração aquoso	133
Figura 4.81 – Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em viscosímetro rotacional, com fluido de perfuração aquoso	133
Figura 4.82 – Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa, com fluido de perfuração aquoso	134
Figura 4.83 – Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa, com fluido de perfuração aquoso	134
Figura 4.84 – Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, com fluido de perfuração aquoso	135
Figura 4.85 – Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, com fluido de perfuração aquoso	135
Figura 4.86 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração aquoso	136
Figura 4.87 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração aquoso	136
Figura 4.88 – Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração aquoso - Parte 1	137

Figura 4.89 – Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração aquoso - Parte 2	137
Figura 4.90 – Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade do fluido de perfuração aquoso	138
Figura 4.91 – Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo do fluido de perfuração aquoso	138
Figura 4.92 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com fluido de perfuração aquoso	139
Figura 4.93 – Teste de força gel com fluido de perfuração aquoso e geometria lisa no reômetro	139
Figura 4.94 – Teste de força gel com fluido de perfuração aquoso e geometria ranhurada no reômetro	139
Figura 4.95 – Teste de força gel com fluido de perfuração aquoso e geometria ranhurada no viscosímetro	140
Figura 4.96 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração parafínico	141
Figura 4.97 – Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração parafínico	141
Figura 4.98 – Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em viscosímetro rotacional, com fluido de perfuração parafínico	141
Figura 4.99 – Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, com fluido de perfuração parafínico	142
Figura 4.100 – Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, fluido de perfuração parafínico	142
Figura 4.101 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração parafínico	143
Figura 4.102 – Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração parafínico	143
Figura 4.103 – Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração parafínico - Parte 1	144
Figura 4.104 – Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração parafínico - Parte 2	144
Figura 4.105 – Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade do fluido de perfuração parafínico	145
Figura 4.106 – Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com fluido de perfuração parafínico	146

Figura 4.107 –Teste de força gel com fluido de perfuração parafínico e geometria lisa no reômetro	146
Figura 4.108 –Teste de força gel com fluido de perfuração parafínico e geometria ranhurada no reômetro	146
Figura 4.109 –Teste de força gel com fluido de perfuração parafínico e geometria lisa no viscosímetro.	147
Figura 4.110 –Teste de força gel com fluido de perfuração parafínico e geometria ranhurada no viscosímetro	147
Figura 4.111 –Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração olefínico	148
Figura 4.112 –Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração olefínico	149
Figura 4.113 –Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em viscosímetro rotacional, com fluido de perfuração olefínico	149
Figura 4.114 –Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, com fluido de perfuração olefínico	149
Figura 4.115 –Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, fluido de perfuração olefínico	149
Figura 4.116 –Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração olefínico	150
Figura 4.117 –Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração olefínico	150
Figura 4.118 –Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração olefínico - Parte 1	151
Figura 4.119 –Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração olefínico - Parte 2	151
Figura 4.120 –Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade do fluido de perfuração olefínico	152
Figura 4.121 –Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo do fluido de perfuração olefínico	152
Figura 4.122 –Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com fluido de perfuração olefínico	153
Figura 4.123 –Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria lisa no reômetro	153
Figura 4.124 –Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria ranhurada no reômetro	153
Figura 4.125 –Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria lisa no viscosímetro	154

Figura 4.126 – Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria ranhurada no viscosímetro	154
Figura A.1 – Dispersão aquosa 0,1 % de Carbopol® NF 980	179
Figura A.2 – Dispersão aquosa 0,1 % de Carbopol® Ultrez 10	179
Figura A.3 – Dispersão de Carbopol® 0,125% NF 980 em solução aquosa de glicerina	180
Figura A.4 – Dispersão de Carbopol® 0,125% Ultrez 10 em solução aquosa de glicerina	180
Figura A.5 – Dispersão aquosa de Carbopol® 0,1 %	181
Figura A.6 – Dispersão de Carbopol® 0,125 % em solução aquosa de glicerina	181
Figura A.7 – Microscópio confocal: Dispersão aquosa de Carbopol® 0,1 % Ultrez 10	182
Figura B.1 – Viscosímetro Ubbelohde	185
Figura B.2 – Morlina 10	186
Figura B.3 – Óleo de soja	186
Figura B.4 – Morlina 150	187
Figura B.5 – Glicerina	187
Figura B.6 – Morlina 10 após calibração	188
Figura B.7 – Óleo de soja após calibração	188
Figura B.8 – Morlina 150 após calibração	189
Figura B.9 – Glicerina após calibração	189
Figura B.10 – AR-G2 - Couette	190
Figura B.11 – AR-G2 - Placas paralelas	190
Figura B.12 – ARES-G2	191
Figura C.1 – Bob 2	193
Figura C.2 – Bob 3	193
Figura C.3 – Morlina 10 (T= 22 °C)	193
Figura C.4 – Óleo de soja (T= 20 °C)	194
Figura C.5 – Morlina 150 (T= 26 °C)	194
Figura C.6 – Glicerina (T= 24 °C)	195
Figura C.7 – Poliacrilamida 0,86 %	195
Figura C.8 – Dispersão de Carbopol® aquoso 0,1 %	196
Figura C.9 – Dispersão de Carbopol® 0,125 % em solução aquosa de glicerina	197
Figura C.10 – Fluido de perfuração olefínico 11 ppg	198
Figura D.1 – Desenhos 3D do bob ranhurado	200
Figura D.2 – Vistas 3D do bob ranhurado	201
Figura D.3 – Vistas 3D da tampa do bob ranhurado	201
Figura D.4 – Desenhos 3D do rotor ranhurado	202
Figura D.5 – Vistas 3D do rotor ranhurado - Parte 1	203
Figura D.6 – Vistas 3D do rotor ranhurado - Parte 2	203
Figura D.7 – Vistas 3D do rotor ranhurado - Parte 3	204

Lista de tabelas

3.1	Composição do fluido de perfuração	64
3.2	Preparo da dispersão polimérica de poliacrilamida 0,86 %	65
3.3	Preparo da dispersão polimérica de poliacrilamida 0,25 %	65
3.4	Preparo da dispersão aquosa de Carbopol®	68
3.5	Preparo da dispersão de Carbopol® em água + glicerina	69
3.6	Dimensão das geometrias de placa paralela	78
3.7	Dimensão das geometrias de couette	78
3.8	Altura e volume do fluido	89
4.1	Avaliação dos métodos de determinação da tensão limite de escoamento obtida com solução aquosa com 0,1 % de Carbopol®	103
4.2	Avaliação dos métodos de determinação da tensão limite de escoamento obtida com solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol®	104
4.3	Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com solução aquosa com 0,1 % de Carbopol®	106
4.4	Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol®	106
4.5	Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade da solução aquosa com 0,1 % de Carbopol®	107
4.6	Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade da solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol®	109
4.7	Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com solução aquosa de poliacrilamida 0,86 %	116
4.8	Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade da solução aquosa de poliacrilamida 0,86 %	117
4.9	Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com fluido de perfuração multifuncional	123
4.10	Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração multifuncional	124
4.11	Avaliação da força gel obtida em diferentes equipamentos com fluido de perfuração multifuncional e geometria lisa	126
4.12	Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com tampão viscoso	129
4.13	Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade do tampão viscoso	130

4.14	Avaliação da força gel obtida em diferentes equipamentos com tampão viscoso e geometria ranhurada	133
4.15	Avaliação dos métodos de determinação da tensão limite de escoamento obtida com fluido de perfuração aquoso	135
4.16	Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com fluido de perfuração aquoso	136
4.17	Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração aquoso	137
4.18	Avaliação da força gel obtida no reômetro rotacional com fluido de perfuração aquoso	140
4.19	Avaliação da força gel obtida em diferentes equipamentos com fluido de perfuração aquoso e geometria ranhurada	140
4.20	Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com fluido de perfuração parafínico	144
4.21	Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração parafínico	144
4.22	Avaliação da força gel obtida no reômetro rotacional com fluido de perfuração parafínico	146
4.23	Avaliação da força gel obtida no viscosímetro rotacional com fluido de perfuração parafínico	147
4.24	Avaliação da força gel obtida em diferentes equipamentos com fluido de perfuração parafínico e geometria ranhurada	148
4.25	Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com fluido de perfuração olefínico	150
4.26	Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração olefínico	151
4.27	Avaliação da força gel obtida no viscosímetro rotacional com fluido de perfuração olefínico	154
4.28	Avaliação da força gel obtida em diferentes equipamentos com fluido de perfuração olefínico e geometria ranhurada	154
4.29	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Herschel-Bulkley	157
4.30	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Bingham	158
4.31	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Power law	158
4.32	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley	158
4.33	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham	159
4.34	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Power law	159

4.35	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para o reômetro	159
4.36	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva de pré-ajustes	160
4.37	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva de pós-ajustes	160
4.38	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva obtida com as equações API	160
4.39	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham e força gel, com o <i>curve-fit</i>	160
4.40	Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham e força gel, com equação API	161
4.41	Avaliação da vazão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Herschel-Bulkley	161
4.42	Avaliação da vazão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Bingham	162
4.43	Avaliação da vazão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Power law	162
4.44	Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley	163
4.45	Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham	163
4.46	Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Power law	163
4.47	Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para o reômetro	164
4.48	Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva de pré-ajustes	164
4.49	Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva de pós-ajustes	164
4.50	Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva obtida com as equações API	164
4.51	Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham e força gel, com o <i>curve-fit</i>	165
4.52	Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham e força gel, com equação API	165
B.1	Viscosidade de fluidos Newtonianos	184
C.1	Dimensão das geometrias do viscosímetro	192
C.2	Faixa de taxa de cisalhamento	192

1

Introdução

A caracterização reológica de fluidos de perfuração é de suma importância para o sucesso da operação de perfuração de poços de petróleo. Uma formulação adequada desses fluidos garante que ele possua características reológicas, tais como tixotropia e viscoplasticidade (13), essenciais para que ele desempenhe suas principais funções (14). A caracterização desses fluidos nas plataformas de petróleo é feita de acordo com as normas do Instituto Americano de Petróleo (API).

Conforme as práticas 13D (*Rheology and Hydraulics of Oil-well Fluids*) (15), 13B-1 (*Recommended Practice for Field Testing Water-based Drilling Fluids*) (16) e 13B-2 (*Recommended Practice for Field Testing Oil-based Drilling Fluids*) (17) da API, a caracterização reológica dos fluidos de perfuração nas plataformas deve ser feita com a utilização de dois equipamentos: funil Marsh e viscosímetro rotacional. O funil Marsh é um equipamento simples que mede o tempo de escoamento por gravidade de determinado volume de fluido. É normalmente utilizado para verificar se houve alguma mudança significativa em sua reologia, durante uma operação. O viscosímetro é um equipamento mais aprimorado em relação ao anterior. Com ele, é possível determinar a viscosidade em diferentes taxas de cisalhamento através de uma curva de escoamento, e também a força gel, a partir do teste de reinício de escoamento (15). Os equipamentos são mostrados nas figuras 1.1 e 1.2.



Figura 1.1: Funil Marsh (1)



Figura 1.2: Viscosímetro Fann 35A (2)

O procedimento para determinação dos parâmetros reológicos, a partir dos dados provenientes das medições realizadas no viscosímetro, encontra-se descrito nas normas API. Esses cálculos seguem equações baseadas na lei de potência, no modelo de Bingham e no modelo de Herschel–Bulkley (15).

Por outro lado, o equipamento mais indicado para determinação das propriedades reológicas de fluidos complexos é o reômetro, já que este garante medidas com maior exatidão, resolução e sensibilidade. Além disso, o grande número de geometrias disponíveis no mercado permite que sua escolha seja mais conveniente de acordo com o fluido a ser caracterizado (18). No entanto, este equipamento não é amplamente utilizado pela indústria do petróleo, principalmente nos campos, onde seu emprego se torna logisticamente inviável. Isso ocorre devido ao seu peso, tamanho e custo, além da necessidade de conhecimento técnico mais aprimorado para seu manuseio.

Uma análise comparativa dos resultados provenientes destes equipamentos, assim como um estudo dos seus mecanismos de funcionamento e da metodologia API, pode contribuir para correlações entre resultados, proposta de novas metodologias e melhorias aos equipamentos utilizados nas sondas de perfuração.

1.1 Motivação

O processo para obtenção do petróleo em águas profundas necessita de grandes investimentos em tecnologia para que a operação seja feita de forma segura e seja economicamente viável (19). Suas principais etapas consistem na fase de exploração, perfuração e por fim, de produção. Em todas as etapas, a engenharia é importantíssima para a garantia do sucesso da indústria petrolífera. No início do desenvolvimento do processo de perfuração de poços, muitas das técnicas foram elaboradas a partir do processo de tentativa e erro, o que gerou custos demasiados e investimentos de alto risco das companhias. No entanto, dessa forma, foi possível entender sua complexidade e, em seguida, realizar estudos com o intuito de conhecer as atividades e aprimorá-las. (20).

A garantia de sucesso da perfuração rotativa inclui três elementos importantes: força agindo na broca, rotação da broca e circulação de um fluido através da coluna de perfuração e espaço anular com o intuito de remover os cascalhos gerados (3). Nos primórdios, a água era utilizada como fluido circulante, com o objetivo de resfriar a broca e carrear cascalhos gerados na perfuração. Posteriormente, argila foi adicionada a este fluido para aumentar a viscosidade e garantir que os sólidos pudessem permanecer suspensos, além de garantir a sustentação das paredes do poço. Com o

desenvolvimento tecnológico, mais substâncias foram sendo adicionadas aos fluidos de perfuração com o propósito de que ele pudesse ser utilizado em diversas aplicações, desempenhando inúmeras funções complexas (21). Dentre elas, podemos citar, resfriar e limpar a broca, revestir a parede do poço, formar reboco fino e de baixa permeabilidade que veda os poros da formação, exercer pressão hidrostática suficiente para evitar a produção de fluido no poço e realizar a limpeza do poço (19, 22, 23).

Para que o fluido de perfuração desempenhe suas funções de forma adequada, é necessário que o sistema de circulação do mesmo esteja em perfeito funcionamento. Deste modo, deve-se garantir sua injeção na superfície, através de um bombeamento eficiente, para em seguida percorrer o poço carreando os cascalhos gerados na perfuração e por fim retornar à superfície pelo espaço anular. Para sua recirculação, é necessário realizar o controle de sólidos do fluido, a partir de processos de separação como hidrociclones e centrífugas, além da aferição das suas propriedades físicas e químicas (3) e, conseqüente reajuste das mesmas, caso haja necessidade. O esquema desse processo é exemplificado na figura 1.3.

Uma das áreas de estudo mais importantes, dentro da perfuração de poços, é a engenharia de fluidos. Uma boa formulação de fluido de perfuração e seu controle de qualidade durante todo o processo, ajuda a garantir o sucesso da operação, ou seja, reduz o risco de problemas graves como aprisionamento de coluna, influxo de gás (*kick*), perda de circulação e danos ao meio ambiente (24). Essas adversidades podem gerar inúmeras complicações financeiras e ambientais indesejadas pelas grandes companhias de petróleo. A formulação de um fluido de perfuração ótima requer um estudo aprofundado de suas propriedades, como, densidade, lubricidade, condução elétrica, corrosividade, pH, propriedades do filtrado e por fim, controle das propriedades reológicas (23). Do ponto de vista reológico, preferencialmente, o fluido de perfuração deve apresentar comportamento não newtoniano, viscoplástico, ou seja, apresentar tensão limite de escoamento e por fim, efeitos tixotrópicos (24). Essas propriedades estão associadas a funções importantes como ser bombeável e manter os sólidos em suspensão para garantia de uma limpeza eficiente.

Os desafios para determinação das propriedades reológicas dos fluidos de perfuração são muitos, visto que a logística operacional nas sondas de petróleo não permite o uso de um equipamento mais sofisticado como um reômetro (18). Suas medições são feitas através do funil de Marsh e viscosímetros rotacionais, equipamentos mais limitados que geram medidas menos exatas (15). Além disso, a dificuldade de caracterização reológica de fluidos de perfuração quando

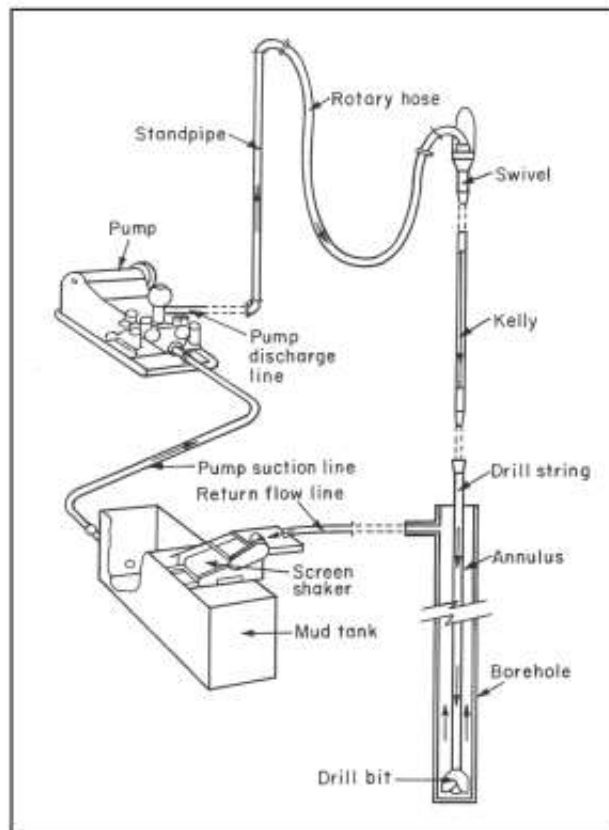


Figura 1.3: Sistema de circulação de fluido de perfuração (3)

submetidos a elevadas temperaturas e pressões (25), representativo do processo real da indústria, também é um grande desafio no avanço da engenharia de fluidos. Em razão desses fatos, é necessário o estudo contínuo das propriedades reológicas de fluidos de perfuração e de suas técnicas de medição. Avanços nesta área podem evitar problemas que afetam economicamente as grandes companhias de produção de petróleo e, ambientalmente toda população, evitando acidentes como *blowout* que podem culminar com despejo de material contaminante em locais inadequados (26).

1.2

Objetivos

Esse trabalho busca investigar as diferenças entre as medidas provenientes de um viscosímetro, largamente utilizado nas plataformas de petróleo, e um reômetro rotacional, além de comparar suas principais características mecânicas.

Diferentes fluidos serão caracterizados e curvas de escoamento serão obtidas, com diferentes geometrias, para explorar suas discordâncias e propor soluções. Da mesma forma, serão realizadas medidas de força gel em ambos equipamentos.

Na sequência, serão propostas correlações entre os resultados provenientes dos equipamentos, assim como, melhorias ao viscosímetro com o propósito de aumentar sua exatidão. Por fim, será realizado um estudo da vazão e pressão em um escoamento em tubo e espaço anular, a fim de avaliar a influência das diferentes funções de viscosidade nos parâmetros que governam o escoamento, e corroborar os resultados experimentais.

2

Fundamentação teórica

2.1

Reologia

Reologia é a ciência que estuda a resistência mecânica dos materiais quando submetidos à tensões ou deformações, sob diferentes condições termodinâmicas. Além disso, as respostas mecânicas estão associadas a um intervalo de tempo de análise do escoamento.

Este campo de estudo é de extrema importância para diversos setores industriais, tais como cosmético, alimentício, farmacêutico e petrolífero. Entender o comportamento mecânico dos materiais permite o aprimoramento das diversas operações industriais, além de promover bem estar aos consumidores de diferentes produtos.

Mais especificamente, os complexos processos industriais relacionados à extração de petróleo *onshore* e *offshore* necessitam da aplicação deste ramo da física para tornar possível sua realização. Desde as etapas iniciais, com o processo de perfuração, até o abandono do poço com o processo de tamponamento, estudar as propriedades reológicas destes fluidos é primordial para evitar riscos e garantir o sucesso operacional.

O fluido de perfuração é um dos principais fluidos empregados neste setor. Por isso, conhecer o comportamento das suas múltiplas formulações permite guiar o entendimento das suas funções, desenvolvendo-se, por conseguinte, sua aplicabilidade.

Diferentes equações são utilizadas para modelar os mais diversos comportamentos de fluidos não newtonianos. Além da dependência da viscosidade com a temperatura e pressão, observada também nos fluidos newtonianos, estes fluidos complexos apresentam dependência com a taxa e tempo de cisalhamento. A seguir serão descritos os comportamentos reológicos mais presentes nos fluidos de perfuração.

2.1.1

Fluidos pseudoplásticos

Alguns materiais estruturados como emulsões e suspensões podem exibir comportamento pseudoplástico, ou seja, a viscosidade aumenta à medida que a taxa de cisalhamento diminui (24). O modelo de Power law é utilizado para descrever este comportamento e é preferencialmente escolhido, pois concede soluções de engenharia menos complexas. No entanto, apresenta restrições nos limites inferiores e superiores da taxa de cisalhamento (27). Este modelo pode ser observado na equação 2-1.

$$\eta(\dot{\gamma}) = k\dot{\gamma}^{n-1} \quad (2-1)$$

$\dot{\gamma}$ – Taxa de cisalhamento [1/s]

η – Viscosidade [Pa.s]

k – Índice de consistência [Pa.sⁿ]

n – Índice de potência [-]

Outro modelo empregado para descrever o comportamento de fluidos pseudoplásticos é o proposto por Carreau-Yassuda, descrito na equação 2-2.

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_{\infty} + (\eta_0 - \eta_{\infty})[1 + (\lambda \dot{\gamma})^a]^{(n-1)/a} \quad (2-2)$$

Este modelo prevê que o fluido apresente queda da viscosidade com o aumento do cisalhamento em faixas de taxa de cisalhamento intermediárias. Enquanto que no limite de $\dot{\gamma}$ tendendo à zero e ao infinito, o fluido possui patamares newtonianos, denotados por η_0 e η_{∞} , respectivamente. Os demais parâmetros utilizados no modelo explicitam o comportamento do fluido na parte não newtoniana da equação (28, 29).

λ – Constante temporal, associada à transição do comportamento newtoniano para o pseudoplástico [s]

a – Largura da região de transição [-]

n – Índice de potência que descreve a inclinação da curva de viscosidade na região *shear thinning* [-]

2.1.2

Fluidos com tensão limite de escoamento

A viscoplasticidade ocorre em fluidos que exibem comportamento sólido-líquido a depender de uma propriedade intrínseca do material, denominada tensão limite de escoamento. Quando submetido a tensões que excedam este valor, o fluido se comportará como líquido e escoará. Em contrapartida, não haverá escoamento quando o mesmo for submetido a tensões inferiores, e assim ele se comportará como um material viscoelástico ou um sólido. Alguns exemplos de materiais que apresentam este comportamento são emulsões coloidais, géis e suspensões (24, 27, 30, 31).

Esses fluidos são normalmente modelados pela equação de Bingham e Herschel-Bulkley, que contemplam em sua formulação a tensão limite de escoamento (27). A equação 2-3 explicita o segundo modelo.

$$\begin{cases} \eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau_y}{\dot{\gamma}} + k\dot{\gamma}^{n-1}, & \text{se } \tau > \tau_y \\ \dot{\gamma} = 0, & \text{caso contrário.} \end{cases} \quad (2-3)$$

τ_y – Tensão limite de cisalhamento [Pa]

Este modelo apresenta soluções numéricas altamente complexas.

Quando $n=1$, temos a equação 2-4 proposta por Bingham.

$$\begin{cases} \eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau_y}{\dot{\gamma}} + \eta_p, & \text{se } \tau > \tau_y \\ \dot{\gamma} = 0, & \text{caso contrário.} \end{cases} \quad (2-4)$$

η_p – Viscosidade plástica

2.1.3

Viscoelasticidade

Os fluidos exibem efeitos viscosos quando sofrem deformação em sua microestrutura. No entanto, alguns fluidos estruturados, quando submetidos a forças externas, apresentam uma tendência a restaurar seu estado inicial após certo tempo. Ou seja, seguem a lei de Hooke de materiais elásticos (5).

Dessa forma, um fluido viscoelástico possui um comportamento sólido-líquido que pode ser estudado através dos seus módulos elástico e

viscoso, obtidos a partir da realização de testes oscilatórios. Ademais, testes de creep (tensão constante), peakhold (taxa de cisalhamento constante) e stress relaxation (deformação constante) também podem ser utilizados para monitorar a resposta temporal do material (6).

2.1.4

Tixotropia

Os fluidos não newtonianos podem também exibir tixotropia devido à presença de material argiloso e agentes floclantes, ao alinhamento de fibras, a associações moleculares em cadeias poliméricas, à distribuição espacial de gotas, entre outros (32). Essa característica pode ser entendida quando a escala de tempo de mudanças na microestrutura de um material se torna relevante. Normalmente, essa microestrutura se quebra rapidamente, enquanto a mesma leva um tempo muito maior para se reconstruir. Ademais, a resposta não imediata do material quando submetido a uma dada tensão também pode ser atribuída ao comportamento tixotrópico. (27,32).

2.2

Fluido de perfuração

Ao longo do processo de desenvolvimento de fluidos de perfuração, sua formulação foi se tornando cada vez mais complexa. Inicialmente, utilizava-se somente água para circular no poço e remover os cascalhos. À medida que os sólidos desprendiam-se do poço, as argilas eram incorporadas à água, formando a lama de perfuração. Essa composição se mostrou eficiente pois a argila propiciava o aumento da viscosidade do fluido, o que garantia o melhor carregamento dos cascalhos e também, permitia a sustentação das paredes do poço (33).

A partir de estudos e do desenvolvimento da engenharia de fluidos, o mesmo se tornou uma mistura complexa de muitos componentes, incluindo líquidos, sólidos e em alguns casos gases (3). Seu aprimoramento se deu a partir da necessidade de que este fluido pudesse desempenhar inúmeras funções. Além disso, tornar possível sua recirculação de forma a evitar o gasto dispendioso que resultaria em alto valor econômico, além de grandes impactos ambientais.

De forma simples e objetiva, o fluido de perfuração foi desenvolvido para, através da sua circulação, viabilizar o processo de perfuração de poços de petróleo (33). Sua composição é formada por um fluido base junto a diversos aditivos químicos que concedem suas principais propriedades (22). Este fluido desempenha funções fundamentais durante o processo de perfuração e sua má formulação está associada a inúmeros problemas de alta gravidade

e periculosidade (3, 19, 23, 33). Dessa forma, o estudo de suas propriedades torna-se extremamente necessário e desafiador para os pesquisadores do ramo petrolífero.

2.2.1

Funções

A função mais importante do fluido de perfuração é realizar a limpeza do poço mediante a remoção dos cascalhos gerados durante o processo de perfuração (3, 22, 23, 33). No entanto, este fluido desempenha outras tarefas, tais como:

- Transportar os cascalhos para a superfície, onde serão separados do fluido a partir de algumas operações unitárias. A remoção desses sólidos, junto com análise e adição de químicos que preservem as propriedades iniciais do fluido, permite sua recirculação no poço. Além disso, a remoção adequada dos cascalhos evita a ocorrência de problemas sérios como aprisionamento de coluna e torques e arrastes excessivos (3, 19, 22, 23, 33);
- Manter os sólidos em suspensão durante as paradas de bomba para efetuar alguma manobra no poço. A sedimentação dos sólidos pode propiciar a ocorrência de aprisionamentos (3, 22, 23);
- Transmitir potência hidráulica para a broca (21);
- Resfriar e lubrificar a coluna de perfuração e a broca (3, 19, 22, 23, 33);
- Exercer pressão hidrostática suficiente para evitar o fluxo de fluidos e gases da formação para o poço (19). Este influxo, denominado *kick*, pode evoluir para um acidente catastrófico (*blowout*) (22, 23);
- Manter a estabilidade química e mecânica das paredes do poço, a fim de evitar desmoronamento e perda da atividade econômica (3, 19, 22, 23);
- Permitir avaliação adequada da formação a partir da obtenção de dados geológicos (23, 33). Essa função é extremamente necessária quando há trabalho de perfuração em poços exploratórios.

2.2.2

Propriedades

Com o intuito de que o fluido de perfuração desempenhe todas as funções necessárias a garantir um processo de perfuração eficiente, econômico, sustentável e com poucos acidentes, é necessário o controle de suas propriedades físicas, químicas e elétricas (3, 19, 22).

O fluido de perfuração é composto por uma fase contínua junto com diversas substâncias que são adicionadas com a finalidade de atingir, ou reajustar, as propriedades desejadas (22). As principais propriedades são discutidas a seguir.

- Densidade

A densidade do fluido de perfuração requer um controle frequente nas plataformas de petróleo. A massa específica do fluido não pode ser elevada de forma a evitar qualquer tipo de dano à formação. Contudo, deve ser alta o suficiente para estabilizar formações instáveis e promover pressão hidrostática no poço, a fim de evitar o influxo de gases e líquidos proveniente da formação (3, 23).

Os sólidos incorporados ao fluido durante a perfuração são responsáveis pela aumento da densidade. Por isso, é de suma importância a implementação de um programa eficiente de controle da massa específica do fluido, com medições em certos intervalos de tempo (3, 23) .

Se a pressão hidrostática exercida pelo fluido for muito superior à pressão de poros da formação pode ocorrer perda de fluido de perfuração do poço para a formação. Isso poderia resultar em problemas mais graves como *kicks* e perda de circulação (23).

- Viscosidade

Na indústria do petróleo, a viscosidade do fluido de perfuração pode ser obtida a partir de dois equipamentos. O funil de Marsh faz uma medida de viscosidade qualitativa, enquanto o viscosímetro faz uma medida quantitativa (3). Além disso, o viscosímetro rotacional também é capaz de medir outras propriedades reológicas, tais como: tensão limite de escoamento, índice de consistência, índice de potência, força gel e viscosidade plástica (3, 19).

A manutenção dos parâmetros reológicos está associada à garantia de uma limpeza eficiente do poço, o que evitaria problemas como perda de circulação, aprisionamento de coluna e ferramentas e dificuldade de manobras (3, 22).

Além disso, a determinação correta dos valores desses parâmetros reológicos está diretamente relacionada aos cálculos da hidráulica de poços. Dessa forma, cálculos errados podem gerar custos desnecessários com bombas mais potentes que podem ocasionar fraturas na formação (22,23). A reologia de fluidos de perfuração é objeto de estudo desta pesquisa.

- Filtrado

A medição do volume de filtrado indica a capacidade do fluido de perfuração formar um reboco fino e de baixa permeabilidade. Isso ocorre a partir da filtração da fase líquida do fluido e retenção de partículas do tamanho dos poros da formação (23).

Caso a formação dessa torta de baixa permeabilidade não ocorra, pode haver perda de fluido para a formação quando a pressão hidrostática é superior à pressão de poros (33).

É importante salientar que a formação de uma torta de filtrado muito espessa pode acarretar aprisionamento de coluna (23).

- Teor de sólidos

Esta propriedade determina a quantidade de sólidos presentes no fluido de perfuração. Um exemplo prático é a medição da quantidade de areia e bentonita que indicam o nível de abrasividade e mudança na reologia e taxa de penetração, respectivamente (3,23).

- Lubricidade

Um fluido de perfuração com alta lubricidade reduz o atrito da broca com a formação e, conseqüentemente a potência necessária à perfuração (23,33).

- pH

O controle do pH do fluido de perfuração está relacionado com a presença de contaminantes, como por exemplo o cimento e o H_2S . Isto permite avaliar se o fluido está se tornando corrosivo aos equipamentos (16,23).

- Alcalinidade

A alcalinidade é medida para verificar o teor de hidroxilas, carbonatos e bicarbonatos nos fluidos. O excesso de cal nos fluidos pode afetar sua reologia e estabilidade físico-química (3,16,23).

- Teor de cloreto

O teor de cloreto é analisado para avaliar a salinidade do fluido. Desta forma, permite identificar a ocorrência de perfuração em domos salinos e influxos de água salgada (3,23).

- Estabilidade elétrica

O teste de condutividade elétrica é realizado para verificar a estabilidade das emulsões de água em óleo (23).

2.2.3

Formulação

Os fluidos de perfuração são classificados de acordo com a sua fase contínua.

1. Pneumáticos

Os fluidos de perfuração aerados, que apresentam baixas densidades, são utilizados em zonas de potencial perda de circulação, reservatórios com baixa pressão e operações sub-balanceadas. São eles ar seco, névoa, espuma e lamas aeradas (3).

2. Aquosos

Pode ser preparado com água doce, água do mar e salmoura. A fase dispersa é composta por sólidos inertes, como a baritina, responsáveis pelo aumento da densidade do fluido e também, por sólidos ativos, como argila, polímeros e químicos, que são utilizados para regular as demais propriedades, como por exemplo a viscosidade. São subdivididos em fluidos inibidores e não inibidores.

- Fluidos aquosos não inibidores

São os fluidos que possuem baixo custo e fácil manutenção, visto que podem ser produzidos a partir da perfuração com água que se mistura à própria argila advinda do processo de perfuração. Sua aplicação é restrita apenas a formações superficiais já que não é recomendada para altas temperaturas e para formações com presença de contaminantes como H_2S . São exemplos "*spud mud*", fluido tratado com bentonita, fluido de fosfato, fluido químico gel e fluido de lignito ou lignosulfato (3).

- Fluidos aquosos inibidores

São os fluidos à base de sais, cálcio, potássio e polímeros. Os fluidos poliméricos são uma alternativa importante, pois podem ser utilizados em diversas aplicações tais como viscosificante, floculante e desfloculante, estabilizador da lama em altas temperaturas, entre outros. Possuem baixo teor de sólidos e são aplicados em poços com baixa ou média reatividade (3,19).

3. Fluidos não aquosos

Esses fluidos são formados por uma emulsão de água ou salmoura em óleo, no qual a fase contínua ou externa deve ser necessariamente o óleo, independentemente da sua quantidade na mistura (3,23). No início do processo de perfuração, utilizava-se o diesel como base orgânica devido a suas características viscosas e sua baixa inflamabilidade (19). Posteriormente, óleos minerais e sintéticos, como parafinas, olefinas internas, acetais e estéres, passaram a ser empregados.

2.2.4 Seleção

A escolha do tipo de fluido de perfuração e da base orgânica a ser utilizada vai depender das características geológicas do poço, do custo e de cuidados ambientais (33).

Os fluidos de perfuração olefínicos apresentam inúmeras vantagens em relação aos aquosos, tais como maior lubricidade, maior efetividade contra corrosão, boa reologia em temperaturas superiores a 500 °F, além de apresentar inibição química maior que os fluidos aquosos inibidores. No entanto, devido ao seu alto custo inicial e caráter poluidor, os mesmos são empregados, majoritariamente, em situações imprescindíveis (3,19).

Além disso, outros fatores culminam para o menor emprego de fluidos de perfuração não aquosos, tais como a dificuldade de detecção de *kicks* gasosos, em razão da solubilidade do H_2S em diesel, e remediação de situações onde ocorre de perda de circulação (19).

Poços de grande profundidade com temperaturas superiores a 300 °F, formações facilmente danificadas por fluidos aquosos, controle de corrosão e formações com pressão de poros subnormal são alguns exemplos nos quais a perfuração com fluidos não aquosos evitaria gastos operacionais que poderiam se sobrepor ao custo inicial destes fluidos (3,19).

2.2.5

Comportamento reológico

A limpeza eficiente do poço em concomitância ao processo de perfuração, como já dito anteriormente, é a principal e mais importante função desempenhada pelo fluido de perfuração. A remoção dos cascalhos evita a ocorrência de inúmeros problemas operacionais como aprisionamento de ferramentas e coluna, redução da taxa de penetração e perda de circulação (23).

O estudo da reologia de fluidos de perfuração faz-se extremamente essencial, haja visto que o acerto das características e parâmetros reológicos garante a limpeza do poço de forma sustentável e econômica.

Suspensões complexas como fluidos de perfuração apresentam comportamento não newtoniano, ou seja, sua viscosidade varia com a taxa de cisalhamento. Além disso, algumas propriedades, como comportamento viscoplástico, tixotropia e tensão limite de escoamento, são desejáveis (23,24).

A seguir, serão descritas as características e propriedades reológicas de interesse para a garantia de uma boa reologia de fluido de perfuração e consequente eficiência na remoção dos cascalhos:

- Viscoplasticidade

A presença de tensão limite de escoamento em fluidos de perfuração ocorre devido às interações elétricas na superfície das partículas (3). Essa interação é responsável pelo aumento da viscosidade em baixas taxas de cisalhamento e pela formação de um "gel" quando o cisalhamento é interrompido (23).

Além disso, esses fluidos apresentam comportamento pseudoplástico, ou seja, em elevadas taxas de cisalhamento, o mesmo apresenta baixos valores de viscosidade e, em taxas de cisalhamento menores, altos valores de viscosidade. Esta característica é fundamental para garantir a remoção dos cascalhos e, também, menores pressões de bombeamento (23).

Nas regiões próximas à coluna de perfuração, as taxas de cisalhamento são extremamente elevadas e essa característica reduz a necessidade de altas pressões de bombeamento para injeção do fluido. Em contrapartida, na região do espaço anular (retorno do fluido a superfície), próxima aos cascalhos, onde as taxas de cisalhamento são menores, a viscosidade elevada garante o carreamento dos sólidos que irão se manter suspensos no fluido de perfuração (3,23,33).

- Tixotropia

A tixotropia é um comportamento exibido por alguns fluidos e caracterizado pela dependência temporal e pela reversibilidade da resposta do material ao cisalhamento. Além disso, um material é dito tixotrópico quando sua microestrutura pode ser desconstruída pelo aumento da tensão cisalhante.

Esta propriedade presente em alguns materiais é de suma importância na indústria do petróleo. O nível tixotrópico do material é verificado na indústria a partir da análise de uma propriedade denominada força gel.

A força gel pode ser entendida como a tensão necessária para que um fluido reinicie seu escoamento após determinado tempo em repouso. Ou seja, após a desconstrução da microestrutura do fluido, a mesma requer certo tempo para reconstruir. Assim, é possível avaliar seu nível tixotrópico em situações específicas dentro dos procedimentos de perfuração de poços (34).

Como exemplo, pode-se citar o escoamento do fluido pelo espaço anular. A força gel deve ser alta o suficiente para manter barita e sólidos suspensos durante as paradas de bomba (diferentes tempos de reestruturação). Por outro lado, força gel demasiadamente alta pode levar a picos de pressões que causariam fraturas à formação e, em alguns casos, perda de circulação (23).

Ou seja, estudar as propriedades tixotrópicas do material e determinar corretamente sua força gel é importante para cálculos de dimensionamento de bombas que promovem o início e reinício do escoamento do fluido de perfuração (34).

O controle das propriedades reológicas, cuja responsabilidade é do engenheiro de fluidos, garante a manutenção das características descritas anteriormente. Elas devem ser checadas frequentemente a partir da análise do fluido que retorna pelo espaço anular, de modo a adicionar químicos que restaurem as propriedades iniciais de interesse, caso haja necessidade.

Na indústria do petróleo, a metodologia para medição dessas propriedades reológicas são descritas nas normas do Instituto Americano de Petróleo (API) e são realizadas a partir da utilização de dois equipamentos: funil de Marsh e viscosímetro rotacional. Na seção 2.3, serão apresentadas as normas para obtenção desses resultados.

2.2.6

Problemas operacionais

Muitos problemas operacionais podem ser encontrados durante o processo de perfuração de poços de petróleo. Sua ocorrência pode ser minimizada a partir de estudos geológicos que propiciam o conhecimento da

formação e, também com base nos sintomas detectados a partir da aferição das propriedades do fluido após sua circulação no poço (3, 22).

O sucesso para evitar a ocorrência dessas adversidades está na capacidade da engenharia de fluidos em antecipar esses incidentes, a partir do monitoramento contínuo das propriedades do fluido de perfuração nas plataformas (23).

Esses problemas podem gerar custos demasiados às grandes companhias petrolíferas. A maioria das situações podem ser contornadas, apesar de demandar tempo de sonda e gerar altos custos. Outras, podem levar à interrupção do processo de perfuração devido à necessidade de abandono do poço, ocasionando perda exorbitante de investimento. Por fim, podem existir problemas mais graves que levariam à perda de seres vivos, como é o caso dos acidentes de *blowout* (3, 23).

A seguir serão descritos alguns desses problemas operacionais, com ênfase naqueles que ocorrem devido à reologia inadequada de fluidos de perfuração.

- Perda de circulação

Ocorre quando há perda de fluido de perfuração para a formação mediante causas naturais ou operacionais. Ela pode ser classificada como perda parcial, quando há retorno de uma parcela do fluido injetado à superfície, ou total, quando não há retorno do fluido (22, 35).

As causas naturais associadas a esse problema operacional são: formações altamente permeáveis, formações fraturadas e formações com cavernas (22, 35).

Altas pressões no poço podem ocasionar fraturas à formação e consequente perda de fluido para a mesma. Esse diferencial de pressão entre o poço e poros pode ser provocado por peso excessivo do fluido de perfuração, limpeza inadequada do poço ou elevada velocidade de descida da coluna. Além disso, picos de pressões para quebra da microestrutura gelificada formada durante eventos de parada de bomba também podem causar danos a formação (3, 22).

As consequências da perda de circulação são muitas. Dentre elas, pode-se citar, necessidade de volume extra de fluido, instabilidade do poço e ocorrência de *kicks*. Por fim, isto poderia implicar em custos financeiros demasiados, aprisionamento de ferramenta e coluna, além de graves problemas operacionais (22, 35).

- Influxo de fluidos e gases

Denomina-se *kick* a ocorrência de influxo de água, óleo e/ou gases da formação para o poço em razão do aumento da pressão de poros da formação

ou redução da pressão hidrostática exercida pelo fluido de perfuração. Quando esse fenômeno ocorre de forma descontrolada é chamada de *blowout*, que pode causar sérios danos ambientais, econômicos, além de colocar seres vivos em risco (3, 22, 26).

A ocorrência de *kicks* pode estar relacionada a cálculos incorretos da densidade do fluido de perfuração. Pesos excessivos contribuem para danos à formação e pesos reduzidos contribuem para redução da pressão exercida pelo fluido de perfuração no poço (3, 35). Outro fator seria o pistoneio, que ocorre quando o fluido acompanha a subida da coluna de perfuração, causando perda de carga (35).

Por último, este problema operacional também está associado à perda de circulação do fluido de perfuração. Dessa forma, o monitoramento da densidade, viscosidade e pressão de bombeamento ajudam a evitar a ocorrência desses influxos (22).

- Aprisionamento de coluna

A prisão da coluna de perfuração é um problema extremamente grave devido às consequências de caráter econômico, tais como, perda de tempo operacional, perda da coluna de perfuração e abandono de poço. Sua ocorrência está relacionada a quatro fatores: limpeza inadequada do poço, diferencial de pressão, aparecimento de chaveta e instabilidade mecânica do poço (22, 35).

A não remoção dos cascalhos no espaço anular pode ocasionar empacotamento do mesmo em torno da coluna de perfuração. Isto ocorre frequentemente em poços com grande inclinação e em seções de alargamento do poço, que causam redução na velocidade do fluido de perfuração. Este problema pode ser solucionado a partir da circulação de água limpa para remoção dos sólidos remanescentes (22, 35).

A prisão por diferencial de pressão ocorre quando se perfura zonas de alta permeabilidade. Isto favorece a aderência de comandos da coluna ao reboco formado na parede da formação, que causa o aprisionamento da coluna (22, 35). A figura 2.1 ilustra essa ocorrência.

A formação de chavetas ocorre em perfurações de poços com grandes inclinações (*dogleg* elevado). Esta condição é desenvolvida a partir de uma força lateral da coluna de perfuração ocasionada pela rotação da mesma (22). O atrito lateral empurra o tubo contra a parede. Isso leva à formação de uma seção com diâmetro do tubo, inferior ao diâmetro dos demais componentes da coluna de perfuração. Dessa forma, quando houver a retirada da coluna, alguns componentes ficarão aprisionados (3, 22, 35). A figura 2.2 ilustra essa ocorrência.

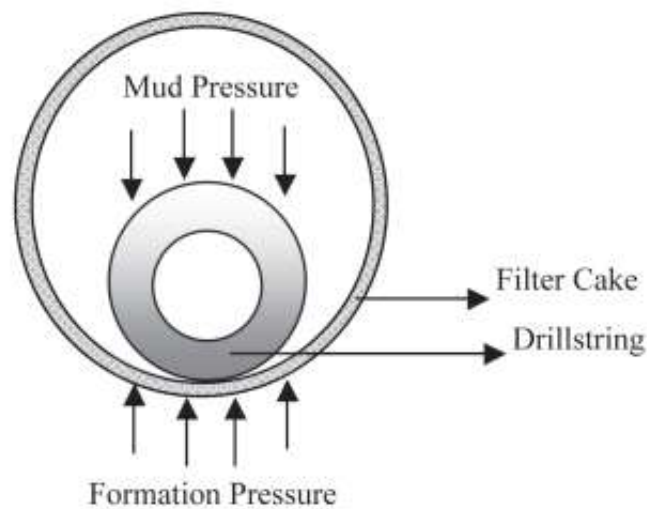


Figura 2.1: Prisão de coluna por diferencial de pressão (3)

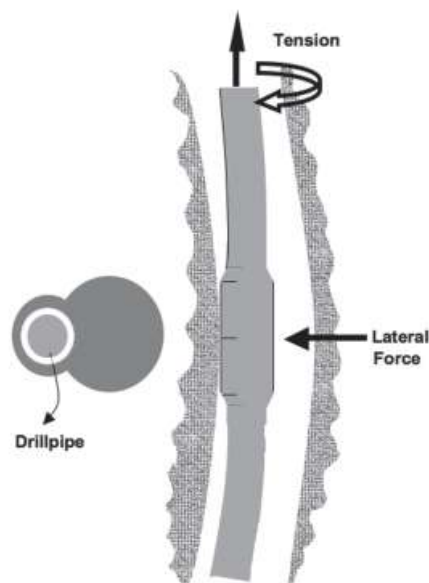


Figura 2.2: Prisão de coluna devido a chaveta (3)

Poços com formações instáveis podem ocasionar aprisionamentos devido ao desmoronamento de cascalhos, cimento, calcário e folhelhos (3, 35). Formação de reboco espesso e acunhamento da broca podem contribuir para redução do diâmetro do poço e consequente prisão da coluna (35).

2.3

Instituto Americano de Petróleo (API)

O instituto americano de petróleo é uma organização que tem por objetivo definir equipamentos e procedimentos padrões para a indústria de petróleo e gás natural. Sua criação se deu a partir da necessidade de aumentar a segurança operacional e ambiental, além da eficiência econômica com a normatização das atividades. (36).

Suas práticas são publicadas como recomendações, que podem ser seguidas para facilitar os processos industriais deste ramo. É sugerido pelo instituto uma leitura com julgamento científico, a fim de empregar as normas da melhor forma. Para isso, deve-se levar em consideração a localização do poço, equipamentos utilizados e as condições de cada empresa, além da jurisdição de cada região (15). Esses padrões são revisados regularmente, a cada 5 anos (36).

2.3.1

Viscosímetro

O viscosímetro é o equipamento mais utilizado para determinação das propriedades reológicas de um fluido nas sondas de petróleo. Suas medidas são realizadas a partir do escoamento de um fluido no espaço anular entre dois cilindro coaxiais, conforme seção 2.4.1. Viscosidade e tensão são determinados a partir de equações e constantes fornecidas pelo manual do fabricante (2).

Este equipamento é utilizado para determinar a tensão limite e investigar a presença de efeitos tixotrópicos em fluidos de perfuração (15).

2.3.2

Normas da API

São recomendadas três práticas para determinação da reologia de fluidos de perfuração em viscosímetro rotacional. A prática 13 D (*Rheology and Hydraulics of Oil-well Fluids*) (15) descreve a metodologia para cálculo dos parâmetros reológicos a partir dos modelos de Herschel bulkley, Bingham e Power law. Esses resultados serão utilizados posteriormente nos cálculos de hidráulica de poços, descritos na mesma prática. As equações para determinar os parâmetros reológicos presentes nesta norma são descritas a seguir.

2.3.2.1

Modelo de Herschel Bulkley

A tensão limite de escoamento τ_y , o índice de potência n e o índice de consistência k , descritos na equação 2-3, são determinados, conforme

recomendação da API, a partir das equações 2-5 a 2-7, respectivamente.

$$\tau_y = 2\theta_3 - \theta_6 \quad (2-5)$$

$$n = 3.32 \log_{10} \left(\frac{\theta_{600} - \tau_y}{\theta_{300} - \tau_y} \right) \quad (2-6)$$

$$k = \frac{(\theta_{300} - \tau_y)}{511^n} \quad (2-7)$$

O ângulo de deformação obtido para cada velocidade de rotação imposta no viscosímetro corresponde a θ e seu índice está relacionado com a velocidade imposta em rpm. A tensão limite de escoamento τ_y é medida em $lb\,f/100.\,ft^2$, o k em $Pa.s^n$ e o n é adimensional.

2.3.2.2

Modelo de Bingham

Os parâmetros reológicos da equação 2-4 são determinados, conforme as equações API, a seguir.

$$PV = \theta_{600} - \theta_{300} \quad (2-8)$$

$$YP = \theta_{300} - PV \quad (2-9)$$

PV refere-se a viscosidade plástica em cP e YP a tensão limite de escoamento medida em $lb\,f/100.\,ft^2$.

2.3.2.3

Modelo de Power law

Este modelo utiliza dois conjuntos de equações para calcular o índice de potência e consistência para um escoamento em tubo e espaço anular.

1. Escoamento em tubo

$$n_p = 3.32 \log_{10} \left(\frac{\theta_{600}}{\theta_{300}} \right) \quad (2-10)$$

$$k_p = \frac{(\theta_{300})}{511^{n_p}} \quad (2-11)$$

2. Escoamento em anular

$$n_a = 0.657 \log_{10} \left(\frac{\theta_{100}}{\theta_3} \right) \quad (2-12)$$

$$k_a = \frac{(\theta_{100})}{170.3^{n_a}} \quad (2-13)$$

As demais práticas, 13B-1 (*Recommended Practice for Field Testing Water-based Drilling Fluids*) (15) e 13B-2 (*Recommended Practice for Field Testing Oil-based Drilling Fluids*) (16) descrevem toda a metodologia para obter-se as medidas de tensão limite de escoamento, viscosidade plástica e força gel do viscosímetro rotacional.

As normas API sugerem a utilização da geometria R1B1 e da mola F1.0 para o viscosímetro, cujas dimensões e constantes serão mostradas abaixo.

1. Rotor R1

Diâmetro interno: 36,83 mm (1.450 in.)

Comprimento total: 87,0 mm (3.425 in.)

2. Bob B1

Diâmetro: 34,49 mm (1,358 in.)

Comprimento do cilindro: 38,0 mm (1,496 in.)

3. Mola de torção F1.0

Rigidez torsional: 10,54 N.m/rad (deflexão de 386 dines/cm)

Constante de tensão de cisalhamento: 29,3 pascal por radiano de deflexão (0,511 pascal por grau de deflexão)

A seguir são explicitadas as equações recomendadas nas normas a partir das seguintes definições:

- 1 grau de deflexão da mola corresponde a $1.067 \text{ lbf}/100 \text{ ft}^2 = 0.511 \text{ Pa}$ (K_2);

A determinação dessa constante é feita a partir de cálculos que envolvem a constante da mola e as dimensões do bob. Podem ser encontrados no manual do viscosímetro Fann (2).

- 1 rpm/min do rotor é igual a uma taxa de cisalhamento de $1,7023 \text{ s}^{-1}$ (K_3).

Essa constante é determinada a partir da equação 2-14 resultante de um balanço de momento em regime permanente, obtido por Whorlow (1980) (37) (4).

$$\tau = \frac{\chi}{2\pi r^2} \quad (2-14)$$

χ é o torque atuando na superfície cilíndrica de altura L .

Assumindo que o fluido tem comportamento newtoniano, a determinação dessa constante se dá a partir da equação 2-15 (4).

$$K_3 = \frac{2(R_r)^2}{(R_r)^2 - 1} \quad (2-15)$$

R_r – Raio do rotor/Raio do bob;

ω – velocidade angular em rad/s;

Assim, a taxa de cisalhamento pode ser encontrada a partir da equação 2-16.

$$\dot{\gamma} = \frac{2(R_r)^2\omega}{(R_r)^2 - 1} \quad (2-16)$$

2.3.2.4

Parâmetros de Bingham

A seguir, serão demonstradas as equações utilizadas para determinação dos parâmetros reológicos nas plataformas, baseadas no modelo de Bingham. As mesmas são similares às equações 2-8 e 2-9.

$$\eta_{VP} = \theta_{600} - \theta_{300} \quad (2-17)$$

η_{VP} corresponde a viscosidade plástica em cP ou milipascal-segundos.

$$Y_{PA} = K_2(\theta_{300} - \eta_{VP}) \quad (2-18)$$

Y_{PA} corresponde a tensão limite em Pascal.

2.3.2.5

Força gel

Esta propriedade é utilizada para determinar a tensão necessária para reiniciar o escoamento de um fluido que encontra-se em processo de reconstrução, após quebra de sua microestrutura.

Para determinar a força gel, o fluido é totalmente cisalhado e, em seguida, mantido sob repouso por um determinado tempo. Quando o viscosímetro é religado em uma baixa taxa de cisalhamento, sua máxima deflexão corresponderá ao valor da força gel. O tempo recomendado pela API para verificar o nível de reestruturação do fluido corresponde a 10 s e 10 minutos, e são designados como gel inicial e final, respectivamente.

A deflexão lida no visor do equipamento corresponde a força gel medida em $lb\,f/100\,ft^2$. Para obter este resultado em pascal, deve-se multiplicar o ângulo θ pela constante k_2 .

2.4

Revisão bibliográfica

2.4.1

Limitações do viscosímetro rotacional

Como já citado anteriormente, o viscosímetro rotacional é o equipamento recomendado para medições reológicas na indústria petrolífera. Seu funcionamento se dá a partir do escoamento de um fluido no espaço anular entre dois cilindros coaxiais. O cilindro externo, denominado rotor, está ligado diretamente a um sistema de marchas e engrenagens, o qual o usuário pode controlar sua velocidade de rotação. O cilindro interno, denominado bob, sofre um torque em sua superfície devido ao arrasto viscoso, que é transmitido a uma mola de torção. Sua deflexão é lida no visor do equipamento e assim, através dos cálculos com as constantes presentes no manual, é possível determinar a viscosidade e a tensão para cada taxa de cisalhamento empregada pelo usuário. A figura 2.3 exemplifica um esquema resumido deste equipamento e de seus cilindros coaxiais.

A simplicidade que torna o viscosímetro rotacional logisticamente interessante e preferível pela indústria do petróleo, também é responsável por algumas limitações que favorecem a aquisição de medidas inexatas. Além disso, algumas hipóteses assumidas para tornar os cálculos dos parâmetros menos complexos, favorecem a reprodução de erros.

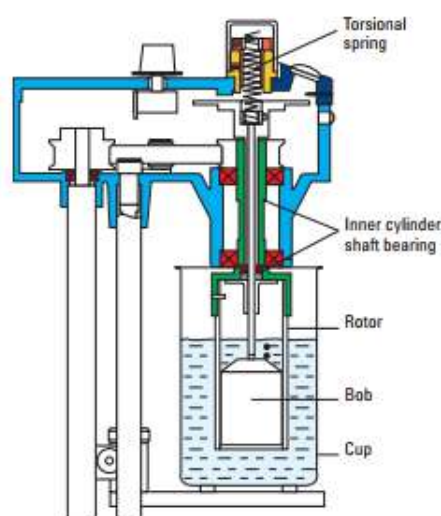


Figura 2.3: Desenho esquemático de um viscosímetro rotacional de cilindros coaxiais (4)

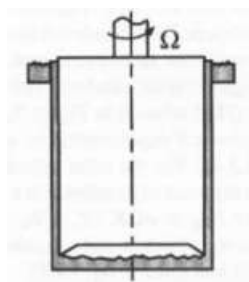
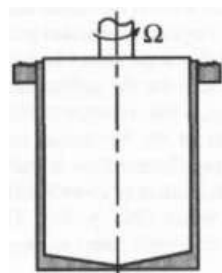
2.4.1.1

Efeitos de extremidade

O torque gerado na superfície do cilindro interno, devido ao arrasto viscoso, deve ser calculado levando-se em consideração a área total sujeita ao fluxo de cisalhamento. No entanto, o efeito das contribuições da parte superior e inferior do cilindro costumam ser negligenciados. Uma alternativa adotada para minimizar esta incúria seria a utilização de um fator de correção generalizado, determinado a partir de uma calibração com fluido newtoniano (4).

Este efeito, conhecido como *end effect* ou efeito de extremidade, é uma das causas que promovem medidas reológicas inexatas em viscosímetros rotacionais. Para evitar essa ocorrência, alguns pesquisadores propuseram um novo *design* para as geometrias de couette. Como exemplo, pode ser citado uma geometria que possui um vão em sua seção inferior, conforme ilustrado na figura 2.4. Este pequeno vão é preenchido com ar, evitando contribuições de torque no fundo do cilindro. Também foi proposta, por Wazer (38), uma geometria com a região inferior cônica (*conicylinder*), que minimizaria a superfície de contato com o fluido e, por consequência, a contribuição de torque no fundo. A figura 2.5 apresenta este modelo de geometria (5,37).

Princen (39) (1986) estudou uma adaptação às propostas mencionadas anteriormente, de forma a evitar mudanças no desenho da geometria. Assim, ele sugeriu que o fundo do copo do viscosímetro fosse preenchido com mercúrio até o contato com a superfície inferior do bob. Desta forma, o mercúrio, que é

Figura 2.4: *Recessed couette* (5)Figura 2.5: *Conicylinder* (5)

um fluido quimicamente inativo e de baixa viscosidade, produziria um torque no fundo do bob desprezível. Este método garante resultados mais precisos em teste com fluidos altamente viscosos.

Em 1947, Lindsley e Fischer (40) realizaram um estudo para verificar a influência do raio do bob, da folga entre os cilindros, da altura entre o fundo do copo e a parte inferior do cilindro e da viscosidade do fluido, na magnitude do efeito de extremidade. Foi reportado que o aumento do raio do bob e da folga entre os cilindros resulta em maior importância destes efeitos nos cálculos. Também evidenciaram que, a partir de uma distância mínima entre o fundo do copo e a parte inferior do bob, essa contribuição se torna constante. Do mesmo modo, existe um valor de viscosidade mínimo, o qual, acima dele, o efeito de extremidade não se altera.

Por consequência, uma calibração, com fluido newtoniano de viscosidade conhecida, poderia ser utilizada para determinar a magnitude deste efeito e incorporá-lo na constante do equipamento. Para fluidos com viscosidade inferior a mínima reportada, deve-se realizar uma calibração com um fluido de viscosidade semelhante (40). Devido a dependência desse efeito com a viscosidade do material testado, essa metodologia torna-se pouco adequada para fluidos não newtonianos (41).

As fórmulas para determinação da tensão no cilindro interno (bob) e de sua constante, empregadas nos viscosímetros rotacionais utilizados pela indústria petrolífera, são mostradas a seguir (4). A equação 2-19 descreve o cálculo para determinação da tensão de cisalhamento.

$$\frac{\chi}{2\pi r_1^2} = F_t F_{mola} \theta \quad (2-19)$$

F_{mola} – Fator de calibração da mola normalizado

F_t – Fator de tensão de cisalhamento

Rearranjando a equação 2-19, e incorporando uma correção de efeito de extremidade, obtém-se a equação 2-20.

$$\tau = F_t \theta \quad (2-20)$$

F_t pode ser calculado conforme a equação 2-21.

$$F_t = K_1 K_2 \quad (2-21)$$

K_1 – Constante de calibração padrão da mola [dina.cm / grau de deflexão].

K_2 – Constante de tensão de cisalhamento para área efetiva do bob [cm^{-3}].

$$K_2 = \frac{1}{2\pi r_1^2 (L + \Delta_L)} \quad (2-22)$$

L – Altura do cilindro interno

Δ_L – Correção calculada mediante calibração do efeito de extremidade.

Em 2010, Kelessidis, Maglione e Bandelis (11) explicitaram o cálculo que estima o valor da correção de efeito de extremidade, incorporada pelos fabricantes dos viscosímetros rotacionais na constante K_2 , mencionada na seção 2.3. Além disso, eles realizaram um estudo para determinação de um efeito de extremidade adicional não "absorvido" que não é considerado nesta constante, visto que o mesmo é função da viscosidade de cada fluido testado. Ademais, o artigo reporta o impacto de não se considerar este efeito adicional nos cálculos de hidráulica de poços.

Güçüyener, Kok e Batmaz (42) (2002) também realizaram um estudo para determinação dos efeitos finais adicionais, não contemplados mediante a calibração com um fluido newtoniano. Eles verificaram a necessidade de uma calibração para cada fluido testado e também concluíram que este efeito se torna mais relevante em altas taxas de cisalhamento.

2.4.1.2

Deslizamento aparente

O fenômeno de deslizamento aparente na parede em geral é observado em fluidos multifásicos. A fase dispersa tende a se afastar das superfícies

sólidas, devido a forças estéricas, hidrodinâmicas, viscoplásticas, químicas e gravitacionais. Logo, uma fina camada da fase contínua é formada na parede lisa da geometria. Isso resulta na ocorrência de um efeito lubrificante adicional, responsável por este fenômeno. Partículas sólidas, gotículas emulsionadas e moléculas de polímeros exibem essa tendência (6,27).

Alguns dos fatores que contribuem para a intensificação deste efeito são o aumento da concentração e do tamanho das partículas, além da redução na taxa de cisalhamento. Ademais, à medida que o afastamento entre as geometrias diminui, a contribuição desta fina camada lubrificante se torna mais significativa (6).

Barnes (1995) (43) realizou uma ampla revisão das estratégias empregadas para reduzir ou eliminar a ocorrência do efeito de deslizamento, como por exemplo a utilização de novas geometrias. Em 1993, Buscall, McGowan e Morton-Jones (44) realizaram testes com geometrias lisas e *sand-blasted*. Foi observado um platô no gráfico em viscosidades mais elevadas, nos testes com geometria lisa, comparado aos testes com geometria *sand blast*. Assim, foi possível evidenciar a redução do deslizamento aparente, a partir do emprego das ranhuras.

Também foi empregada em muitas pesquisas, a utilização de geometrias com superfície rugosa para minimizar ou eliminar o deslizamento aparente. Varges et al. (30) empregaram geometrias de placas paralelas ranhuradas, em dois reômetros rotacionais, AR-G2 e DHR-3, da empresa TA Instruments, para minimizar o efeito de deslizamento em dispersões poliméricas de carbopol®. Rodrigues et al. (45) utilizaram placas paralelas ranhuradas, em um reômetro rotacional Anton Paar MCR 301, para realizar testes reológicos com pasta de cimento. Também, Fall, Paredes e Bonn (46) empregaram geometrias de superfície ranhurada para determinação de tensão limite de escoamento e efeito de *shear banding* em materiais vítreos moles.

Fluidos de perfuração são dispersões que apresentam tendência de deslizamento na parede, principalmente em baixas taxas de cisalhamento (47, 48). Os viscosímetros rotacionais, empregados na indústria do petróleo, possuem geometrias de superfície lisa que favorecem a presença deste efeito. Além disso, estes fluidos apresentam comportamento viscoplástico e, devido ao aumento das incertezas em taxas de cisalhamento baixas, a determinação da tensão limite de escoamento pode ser comprometida (49).

Segundo Kelessidis (50) (2008), fluidos suspensos que exibem comportamento tixotrópico, como os fluidos de perfuração, podem ter seu histórico de cisalhamento eliminado mediante um pré-cisalhamento. Em 2010, Kelessidis, Hatzistamou e Maglione (51) estudaram o emprego desse

pré-cisalhamento em dispersões de bentonita e carbopol®, para verificar a ocorrência de deslizamento de parede em um viscosímetro rotacional. Eles afirmam que o efeito de deslizamento é eliminado quando o fluido é submetido a um pré-cisalhamento. Este procedimento é sugerido pelas normas API para medições reológicas de fluidos de perfuração. No entanto, o objetivo é que todas as amostras sejam testadas partindo de um mesmo nível de quebra da sua microestrutura. Dessa forma, seria possível reduzir a influência dos efeitos tixotrópicos nos resultados reológicos. Os efeitos de deslizamento aparente não estariam relacionados a aplicação deste protocolo.

Em 1995, Klein, Laskowski e Partridge (52) avaliaram a utilização de um copo e um bob de superfície ranhurada em um viscosímetro Haake Rotovisco RV20 M5. Eles observaram a redução do efeito de deslizamento a partir do emprego dessas geometrias. Além disso, eles constataram disparidade entre as medidas com geometrias lisas e ranhuradas em altas taxas de cisalhamento. Isto pode ser explicado pelo aumento da aceleração centrífuga das partículas, evidenciando que, na ausência de escoamentos secundários, as ranhuras diminuem o deslizamento, até mesmo em maiores taxas de cisalhamento.

2.4.1.3

Escoamento secundário

O fluxo viscoso entre cilindros concêntricos com fluidos de baixa viscosidade pode apresentar escoamento secundário (6). Quando o cilindro interno gira com determinada velocidade angular, as forças inerciais causam um movimento axissimétrico, conhecido como vórtices de Taylor, em homenagem ao clássico trabalho desenvolvido por Taylor (53) (1923). Esses vórtices dissipam energia e são responsáveis pelo aumento nas medidas de torque. (5).

O aparecimento destes vórtices é governado pelo número crítico de Taylor. Este número adimensional verifica a importância das forças inerciais em relação às forças viscosas, que pode contribuir para a formação desse movimento secundário axissimétrico (5, 53, 54). Quando o número de Taylor é maior que o crítico em até 50%, os vórtices estão presentes no escoamento, conforme figura 2.6. Para valores de número de Taylor acima de 50% do crítico, inicia-se um regime turbulento (6).

No entanto, na maioria dos viscosímetros utilizados na indústria do petróleo, o cilindro interno é estacionário, enquanto o cilindro externo gira sob determinada velocidade angular. Quando isso ocorre, não há formação dos vórtices de Taylor e, acima de um valor crítico de Reynolds (50000), há uma transição abrupta para o regime turbulento (5). O valor do número de Reynolds pode ser calculado pela equação 2-23 (5, 6).



Figura 2.6: Vórtices de Taylor entre cilindros coaxiais (6)

$$Re = \frac{(R_r - R_b)R_r\omega\rho}{\eta} \quad (2-23)$$

R_r – raio do rotor

R_b – raio do bob

ω – velocidade angular

ρ – densidade do fluido

η – viscosidade do fluido

Além disso, escoamentos secundários também podem ocorrer em baixos números de Reynolds, não associados aos efeitos inerciais do escoamento principal. Essas instabilidades ocorrem devido às linhas de tensão das geometrias curvadas. Esses efeitos aparecem em altos números de Weissenberg, empregando-se líquidos elásticos e geometrias rotacionais. A determinação deste número adimensional é explicitada pela equação 2-24 (55,56).

$$Wi = \lambda_1 \dot{\gamma} \quad (2-24)$$

λ_1 – Maior tempo de relaxamento do fluido

Os escoamentos secundários provenientes dos efeitos inerciais e das instabilidades causadas pelas tensões na superfície das geometrias, possuem a mesma consequência, o aumento da viscosidade em altas taxas de cisalhamento (55).

Esses comportamentos devem limitar a faixa de velocidade e viscosidade propícia para realização de medidas assertivas nos equipamentos de medições

reológicas (6).

2.4.1.4

Excentricidade

Quando os cilindros estão totalmente concêntricos, diz-se que sua excentricidade é zero, enquanto que, quando o cilindro interno toca o cilindro externo, sua excentricidade corresponde a 100% (4). Este efeito também pode ser responsável pela alteração do perfil de velocidade do escoamento, culminando na redução do torque gerado (5).

2.4.1.5

Inércia

A inércia do equipamento também é uma das limitações do viscosímetro rotacional. Devido a sua mecânica simplista, o peso das geometrias somado à limitada potência do motor utilizado contribuem para a presença deste efeito, em proporções significativas. Por outro lado, os reômetros rotacionais apresentam em seu *software* calibrações que visam corrigir esta adversidade. Além disso, a magnitude deste efeito é reduzida, em razão da sofisticação do seu motor.

Fernandes et al. (57) (2019) verificaram que o tempo necessário para que o ângulo de deformação no viscosímetro atinja um valor constante é proporcional à viscosidade do fluido analisado. Assim, foi evidenciada a presença de efeitos de inércia significativos neste equipamento.

2.4.1.6

Sedimentação de partículas

As propriedades reológicas também podem ser alteradas em razão da sedimentação dos materiais particulados presentes em suspensões, como cimento e fluidos de perfuração. Com o intuito de evitar essa ocorrência, deve-se homogeneizar o fluido e, em seguida, verificar a sedimentação das partículas presentes no mesmo, sob condições estáticas. No entanto, essa vistoria não garante que a sedimentação não ocorrerá sob condições dinâmicas, ou seja, durante o escoamento. A caracterização de fluidos pseudoplásticos está mais suscetível a ocorrência deste fenômeno, haja visto que sua viscosidade diminui com o aumento da taxa de cisalhamento (4).

A geometria couette coaxial é a mais indicada para medições de fluidos mais propícios à sedimentação, pois sua altura retarda esse processo. No entanto, o mesmo deve ser levado em consideração nos ensaios com viscosímetros rotacionais.

Segundo Nelson (4), alguns pesquisadores realizaram estudos para verificar a ocorrência da sedimentação em ensaios reológicos. Meeten e Pafitis (58) (1992) adaptaram geometrias transparentes em um viscosímetro rotacional, com o intuito de verificar a migração de partículas adicionadas a fluidos newtonianos ou a soluções poliméricas. Eles constataram o deslocamento das partículas, no espaço anular, devido às forças gravitacionais. Além disso, propuseram a utilização de uma bomba para garantir a homogeneidade do fluido, tanto no copo, quanto no espaço anular.

Meeten e Pafitis (58) (1992) também verificaram que fluidos de perfuração e cimento quando submetidos ao cisalhamento, em viscosímetros rotacionais, levaram alguns minutos para alcançar o regime permanente. Ou seja, a leitura no visor do equipamento não atingiu um valor constante, imediatamente, devido à migração das partículas e presença de efeitos tixotrópicos no material.

Vlachou e Piau (59) (2000) propuseram uma nova geometria para medição das propriedades reológicas de cimento. O aparelho consiste na combinação de placas rotativas com aberturas radiais que permitem o livre deslocamento das partículas. A nova geometria pode ser acoplada a um viscosímetro com o objetivo de evitar a acumulação do material particulado. Os autores verificaram sua eficácia, mediante análises reológicas comparativas com as geometrias convencionais. Além disso, também perceberam, que esta geometria apresenta uma rugosidade, que diminui o efeito de deslizamento de parede.

2.4.1.7

Taxa de cisalhamento não uniforme

O escoamento não homogêneo entre dois cilindros coaxiais apresenta taxa de cisalhamento distribuída de forma não uniforme (5,6). Por isso, é requerida uma suposição, a priori, do modelo reológico que melhor representa o fluido testado (60) .

Uma aproximação ideal para determinação da taxa de cisalhamento em viscosímetros rotacionais seria a utilização de folgas bem pequenas ($R_b/R_r < 0,99$). Assim, seria possível assumir um escoamento uniforme e a taxa de cisalhamento seria obtida a partir da equação 2-25 (5,6,60,61).

$$\dot{\gamma} = \frac{R_r \omega}{R_r - R_b} \quad (2-25)$$

Por outro lado, a razão de raios empregada nesses equipamentos deve ser

maior que o maior tamanho de partícula que compõe um fluido suspenso, o que impossibilita a utilização de folgas muito pequenas nestas caracterizações (4, 60, 61). Cimento e fluidos de perfuração são exemplos de materiais que apresentam essa limitação.

A maioria dos viscosímetros rotacionais empregados na indústria do petróleo seguem as recomendações das normas API. Conforme descrito na seção 2.3, a constante K_3 é empregada na determinação da taxa de cisalhamento, em cada velocidade angular imposta pelo usuário. Seu valor é obtido a partir da consideração de que o fluido utilizado apresenta comportamento newtoniano, conforme equação 2-26 (4, 19).

$$\dot{\gamma} = \frac{2\omega}{1 - s^2} \quad (2-26)$$

s – razão de raios entre bob e rotor (R_b/R_r)

A determinação da taxa de cisalhamento, em um escoamento entre dois cilindros coaxiais, tem sido alvo de estudo de diversos pesquisadores. Mais recentemente, com o advento tecnológico computacional, soluções numéricas com modelos reológicos mais complexos estão sendo estudadas. Além disso, para maior acurácia dos resultados, métodos de cálculo existentes estão sendo aperfeiçoados (60–62).

Mooney (63) (1931) desenvolveu uma solução aproximada para a determinação taxa de cisalhamento, a partir da expansão da série de Taylor da função viscosidade. Ele considerou que a tensão de cisalhamento corresponde a média aritmética entre as tensões na superfície do bob e copo da geometria couette (60, 64).

Em 1953, Krieger e Elrod (65) propuseram uma solução baseada no somatório de Euler–MacLaurin. A partir da utilização da equação diferencial de Mooney como ponto inicial, eles obtiveram uma solução assintótica para a taxa de cisalhamento. Além disso, eles mostraram que, quando a razão de raios é próxima da unidade, o segundo e o terceiro termo da série podem ser negligenciados (61, 64, 65).

Krieger (66) (1968) propôs uma solução para a série de Krieger e Elrod (65), e verificou que o termo dominante é idêntico ao índice de comportamento de Power law. Assim, foi possível constatar que o uso, ponto a ponto, do modelo Power law pode ser um método excelente para determinação da taxa de cisalhamento real.

Apelblat, Healy e Joly (67) (1975) estudaram a aplicação de uma

solução aproximada para taxa de cisalhamento em um viscosímetro de cilindros coaxiais. Para isso, eles utilizaram uma equação diferencial simples para a taxa de cisalhamento e expandiram um de seus termos, com a utilização da série de Taylor. Por fim, transformaram a solução em analítica a partir da aplicação do modelo Power law.

Em 1978, Yang e Krieger (68) estudaram a aplicabilidade de alguns métodos presentes na literatura em diversos fluidos não newtonianos. Eles comprovaram que a aproximação de Power law não é satisfatória para fluidos que apresentam tensão limite de escoamento. Além disso, propuseram uma solução, que utiliza séries numéricas, para fluidos viscoplásticos (60,61).

Darby (69) (1985) realizou um estudo que apresenta uma aproximação da equação da taxa de cisalhamento para fluidos com tensão limite de escoamento. Os modelos de Bingham e Casson foram utilizados, de forma adimensional. Eles concluíram que a magnitude do erro na taxa de cisalhamento está relacionada com a folga, com o ponto de localização da tensão limite e, além disso, com o modelo reológico utilizado.

Mais recentemente, Hoog e Anderssen (70) (2006) estudaram a aplicação de equações exatas para determinar a taxa de cisalhamento de fluidos newtonianos, em escoamentos com folgas menos estreitas. Para isso, eles se basearam na generalização da solução da fórmula da soma de Euler-Maclaurin, proposta por Krieger e Elrod (65). Além disso, eles avaliaram o desempenho numérico desta fórmula para fluidos com e sem tensão limite de escoamento, em folgas bem pequenas (60).

Em 2008, Estellé, Lanos e Perrot (60) fizeram uma análise da taxa de cisalhamento assumindo que o fluido possa ser modelado pela equação de Bingham. A abordagem considerou uma taxa média de cisalhamento quando o fluido está parcialmente e totalmente cisalhado, entre os cilindros. A aplicabilidade da equação obtida foi comprovada, mediante comparação dos resultados com metodologias propostas anteriormente na literatura para fluidos que apresentam tensão limite de escoamento.

Kelessidis e Maglione (71) (2008) propuseram um procedimento de cálculo para determinação da taxa de cisalhamento real, a partir de um método numérico, considerando o escoamento de um fluido modelado por Herschel-Bulkley. Além disso, verificaram o erro associado aos parâmetros reológicos, quando a equação da taxa de cisalhamento, comumente utilizada na indústria do petróleo, é aplicada.

Kumar e Guria (61) (2013) realizaram um estudo com o intuito de aprimorar o cálculo da taxa de cisalhamento. Para isso, utilizaram a fórmula de diferenciação generalizada de um cilindro coaxial com folga estreita, proposta

por Apelblat, Healy e Joly (67). Eles desenvolveram uma solução expandindo a série de Taylor até quatro termos, Power law foi empregada. Diferentes fluidos não newtonianos foram utilizados no estudo para comprovar sua aplicabilidade em fluidos de perfuração.

Em 2014, Sisodia et al. (62) realizaram um estudo para fluidos que apresentam tensão limite de escoamento. O cálculo da taxa de cisalhamento foi similar ao apresentado por Kumar e Guria (61), no entanto, a série de Taylor foi expandida até o quinto termo e o modelo reológico utilizado foi de Herschel-Bulkley. Da mesma forma que Kumar e Guria (61), diversos fluidos não newtonianos foram utilizados no estudo, com o intuito de comprovar a aplicabilidade das equações propostas em fluidos de perfuração.

2.4.2

Reologia no viscosímetro rotacional

Devido às inúmeras limitações do viscosímetro rotacional listadas nas seções anteriormente, muitos autores realizaram estudos reológicos para verificar sua aplicabilidade e acurácia dos resultados.

Em 1967, Annis et al. (72) verificaram a influência da temperatura na força gel e nas propriedades reológicas de fluidos de perfuração aquosos. Nesta pesquisa foram utilizados dois viscosímetros rotacionais, o convencional, de seis velocidades, que atinge uma temperatura de 350 °F e um segundo, projetado para operar em temperaturas de até a 500 °F e pressões de até 1.000 psi.

Speers et al. (73) (1987) realizaram um estudo para verificar a força gel de dispersões de bentonita. Os resultados foram obtidos a partir de medições com um viscosímetro rotacional Fann 35 A e um reômetro Weissenberg. A pesquisa mostrou que o reômetro apresenta valores mais altos de força gel devido à rigidez da mola e baixa inércia do equipamento.

Chen et al. (74) (2005) realizaram um estudo reológico de fluido de perfuração aquoso espumado. Para isso, eles acoplaram um sistema gerador de espuma interligado a um viscosímetro Thermo Haake RS300. A partir da utilização de geometrias lisas e ranhuradas, eles concluíram que este fluido apresenta efeitos de deslizamento e que este sistema adaptado permite medições reológicas mais precisas.

Em 2017, Lac e Parry (75) conduziram simulações em CFD (*computational fluid dynamics*) para verificar a magnitude do erro associado ao cálculo da tensão de cisalhamento, na superfície do cilindro interno de um viscosímetro rotacional. Além disso, implementaram um algoritmo para avaliar o efeito de extremidade em diversas velocidades de rotação.

Fernandes et al. (57) realizaram um estudo para verificar a acurácia dos

resultados obtidos, através de medições com o viscosímetro rotacional Fann 35 A, em testes com fluidos de perfuração olefinicos e parafínicos. Os ensaios de curva de escoamento no viscosímetro foram equivalentes àqueles obtidos em um reômetro de tensão controlada. Todavia, o mesmo não ocorreu com os ensaios de força gel. Os valores obtidos no viscosímetro foram subestimados em relação aos obtidos com reômetro. Eles associaram essas incongruências ao deslizamento de parede e à incapacidade do viscosímetro de controlar a evolução da taxa de cisalhamento.

Também em 2019, Skadsem e Saasen (76) empregaram uma pesquisa com fluidos utilizados na construção de poços de petróleo. As medições reológicas foram realizadas com um viscosímetro rotacional Fann 35 A. Foi verificada a influência dos parâmetros reológicos da equação de Herschel-Bulkley na taxa de cisalhamento. Além disso, eles constataram que a geometria R1B1, recomendada para ensaios na indústria petrolífera, apresenta boa aproximação do cálculo da taxa de cisalhamento recomendado pela API. Isso ocorre pois a razão de raios entre rotor e bob é próxima da unidade. No entanto, para cálculos de hidráulica de poços ou em ensaios com geometrias que apresentam folgas maiores, essa hipótese torna-se inadequada.

De acordo com o atual cenário do setor petrolífero, é possível afirmar que todo o processo de extração de petróleo está definido através de normas e protocolos desenvolvidos ao longo de anos de pesquisa. No entanto, sabe-se que a complexidade envolvida neste ramo, principalmente nos últimos anos com o advento da perfuração nas profundezas marítimas, demanda aprimoramento constante das técnicas, equipamentos e produtos.

Dentro deste contexto, o fluido de perfuração atua como um dos principais produtos responsáveis pelo sucesso da essencial etapa de perfuração de poços. O estudo das suas propriedades mecânicas sob escoamento, como já elucidado anteriormente, complementa a pesquisa que visa aperfeiçoar a extração do petróleo.

A utilização de um viscosímetro rotacional restringe a obtenção de resultados exatos da reologia destes fluidos, no entanto, é considerado o equipamento mais indicado para realização desta tarefa. Conforme explicitado nesta revisão, muitos pesquisadores entenderam esta barreira e buscaram promover melhorias ao equipamento de forma a torná-lo mais acurado. Contudo, ainda existem lacunas mecânicas que o fazem um equipamento deficiente.

Desta forma, esta pesquisa destina-se a perscrutar o funcionamento do viscosímetro rotacional, analisar as propostas de melhoria presentes na literatura e as metodologias de determinação dos parâmetros reológicos, e

por fim, verificar as limitações remanescentes. Assim, é possível sanar uma das necessidades desta indústria e promover economia de tempo, dinheiro e preservação de vidas, que são os pilares que devem nortear a incessante busca pelo desenvolvimento científico e, permear os anseios das companhias petrolíferas.

3

Materiais e métodos

Neste capítulo serão abordados todos os materiais e equipamentos utilizados para a realização desta pesquisa. Além disso, será descrita toda a metodologia experimental adotada para obtenção dos resultados.

3.1

Fluidos

Neste trabalho serão utilizados fluidos newtonianos para aferição da calibração dos equipamentos. A viscosidade será determinada, em diferentes taxas de cisalhamento, a temperatura e pressão constantes.

Também serão utilizadas dispersões poliméricas, com características reológicas semelhantes aos fluidos de perfuração. Por fim, serão utilizados diferentes fluidos de perfuração e tampão viscoso com o intuito de realizar uma ampla análise reológica com viscosímetro e reômetro rotacional.

3.1.1

Fluidos newtonianos

Inicialmente, serão utilizados fluidos newtonianos para realização de testes de validação da calibração dos equipamentos. A viscosidade será determinada em diferentes taxas de cisalhamento, a temperatura e pressão constantes.

No viscosímetro, serão empregados óleo de soja, óleo Morlina 10, óleo Morlina 150 e glicerina. No reômetro, será utilizado um óleo padrão, OP1000, recomendado pela TA Instruments. Os resultados da aferição da calibração dos equipamentos, encontram-se explicitados no anexo B.

3.1.2

Fluidos não newtonianos

Dispersões poliméricas, fluidos de perfuração e tampão viscoso serão utilizados para determinação de curva de escoamento e força gel, no reômetro e no viscosímetro rotacional.

3.1.2.1

Poliacrilamida

A poliacrilamidaTM é um polímero sintético utilizado em diversas operações industriais, tais como tratamento de água e estabilização de solos. Sua ampla aplicabilidade está relacionada ao seu efeito floculante e viscosificante em soluções e emulsões.

No ramo petrolífero, esse polímero é comumente empregado para elevar a recuperação de óleo, podendo também ser utilizado para aumentar a viscosidade de fluidos de perfuração. Além disso, o inchamento de suas cadeias pode ocorrer em água doce e salgada, o que contribui para o interesse deste setor industrial (77).

Sua formação ocorre a partir do processo de polimerização por adição da acrilamida via radical livre. É um polímero orgânico de cadeia linear e hidrofílica. É considerado um hidrogel devido a sua elevada capacidade de intumescer. Do ponto de vista físico, quando seco, tem aparência granular, branca e quebradiça. Por outro lado, quando hidratada, torna-se macia (78).

As dispersões poliméricas de poliacrilamida apresentam comportamento newtoniano em baixas taxas de cisalhamento. Acima de determinado valor crítico, ocorre uma transição para um comportamento pseudoplástico. A taxa de cisalhamento crítica diminui com o aumento do peso molecular e concentração do polímero, além da qualidade termodinâmica do solvente (79).

Dispersões poliméricas apresentam comportamento viscoelástico. A elasticidade está usualmente associada à uma “memória” estrutural. Esta possibilita o fluido retornar à sua forma original após ser submetido à um escoamento. Especialmente, a poliacrilamida apresenta fortes características elásticas.

3.1.2.2

Carbopol

O Carbopol[®] é um polímero largamente utilizado como modificador reológico. Isso ocorre, devido a sua capacidade de aumentar a viscosidade e de formar géis que apresentam tensão limite de escoamento (80,81). Além disso, também pode apresentar efeitos tixotrópicos em tensões próximas a tensão limite de escoamento (30).

É um pó branco de ácido acrílico reticulado solúvel em solventes polares. Sua dispersão deve ser feita cuidadosamente, de forma a evitar formação de aglomerados do pó, que por sua vez diminuiria a sua molhabilidade (30,81). Em razão da sua não toxicidade e aspecto transparente, é amplamente utilizado no ramo alimentício, farmacêutico e acadêmico (24,81).

Segundo Varges et al. (30), a reologia do Carbopol® é função da temperatura, concentração, procedimento de preparo e pH (30). Uma dispersão, com determinada concentração e temperatura, deve atingir um pH ótimo (neutro) para alcançar sua viscosidade máxima. Em geral, antes da adição do neutralizante, o pH da dispersão gira em torno de 3-4 (7,24,81).

Segundo Giuseppe et al. (7), na presença do solvente, cada molécula do polímero aumenta em torno de 1000 vezes seu tamanho, e suas cadeias se desenrolam. A adição de um agente neutralizante, como NaOH, induz a formação de cargas negativas nas hidroxilas presentes no Carbopol®. Isso promove a reticulação das cadeias poliméricas, inchadas pelo solvente.

O processo de reticulação ocorre quando as cadeias são interligadas por meio de ligações covalentes (ligações cruzadas), formando emaranhados esféricos que aumentam o peso da dispersão polimérica e a sua viscosidade. A figura 3.1 ilustra a estrutura do polímero antes e depois da adição de água.

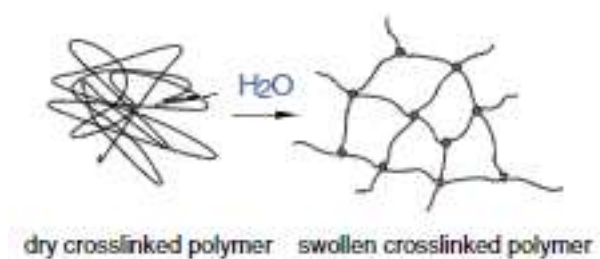


Figura 3.1: Estrutura do polímero (7)

3.1.2.3

Fluido de perfuração e tampão viscoso

Serão utilizados diferentes fluidos de perfuração e um tampão viscoso, fornecidos pelo CENPES. Na tabela 3.1 é possível verificar as principais características desses fluidos.

Tabela 3.1: Composição do fluido de perfuração

Fluido	Densidade [ppg]	Fase contínua	Base orgânica
A	11,9	Água	–
B	12,5	Bioglicerina	–
C	12,8	Óleo	Parafina
D	13	Óleo	Olefina
Tampão	13	Óleo	Olefina

3.2

Preparo das dispersões poliméricas

3.2.1

Poliacrilamida

Para o preparo da dispersão de poliacrilamidaTM, será utilizado o polímero sintético aniônico, parcialmente hidrolisado, Flodril PAM 1040 da SNF Floerger. Este apresenta alto peso molecular e cadeia linear.

Inicialmente, deve-se determinar a massa total de amostra necessária para realização dos testes reológicos (M_{Total}). As concentrações escolhidas correspondem a 0,86% e 0,25% em massa. Assim, a massa de polímero pode ser calculada conforme equação 3-1.

$$M_{poliacrilamida} = \frac{C_{Polímero} M_{total}}{100} \quad (3-1)$$

A massa de água deionizada pode ser obtida a partir da diferença entre a massa total e a massa de polímero, conforme a equação 3-2. Da mesma forma, a concentração de água pode ser obtida, conforme equação 3-3.

$$M_{água} = M_{total} - M_{poliacrilamida} \quad (3-2)$$

$$C_{água} = C_{total} - C_{poliacrilamida} \quad (3-3)$$

Após esses cálculos, deve-se pesar o pó do polímero e a água deionizada, proveniente de um sistema de osmose reversa. Em seguida, a água é transferida para um recipiente de plástico, o qual será posicionado em um misturador (figura 3.2). A haste utilizada será do tipo naval, conforme mostra a figura 3.3.

Esta, deve ser posicionada próxima ao fundo do recipiente, com o intuito de garantir a homogeneidade da dispersão.



Figura 3.2: Misturador IKA (8)



Figura 3.3: Hélice naval (8)

O misturador deve ser ligado em uma velocidade correspondente a 300 rpm e, em seguida, o pó de polímero deve ser adicionado cuidadosamente à água deionizada, com o auxílio de uma espátula. Essa dispersão deve ser agitada por uma hora para sua completa homogeneização. Para evitar a evaporação da amostra durante sua dispersão e mistura, uma tampa é adicionada ao recipiente.

Os valores utilizados para preparação dessa dispersão, encontram-se nas tabelas 3.2 e 3.3.

Tabela 3.2: Preparo da dispersão polimérica de poliacrilamida 0,86 %

Substâncias	Massa [g]	Concentração [%]
Água deionizada	3965,6	99,14
Polímero	34,4	0,86
Total	4000	100

Tabela 3.3: Preparo da dispersão polimérica de poliacrilamida 0,25 %

Substâncias	Massa [g]	Concentração [%]
Água deionizada	3990	99,75
Polímero	10	0,25
Total	4000	100

3.2.2

Carbopol

O preparo das dispersões poliméricas será feito com o pó de Carbopol® Ultrez 10 em dispersão aquosa e em dispersão de água + glicerina, de acordo com o procedimento recomendado pela Lubrizol (82–84).

O agente neutralizante utilizado será uma solução aquosa com 18% de NaOH. Este apresenta razão ótima de neutralização equivalente a 2,3, em relação à concentração de polímero (84).

A preferência pela utilização do Carbopol® Ultrez 10 ocorre devido a sua maior facilidade de dispersão (80). Isso resulta em menores tempos de preparo, economia energética e redução no desgaste dos equipamentos.

No anexo A, será apresentado um estudo referente ao tempo de mistura, das dispersões preparadas com Carbopol® Ultrez 10, em comparação com as dispersões preparadas com Carbopol® NF 980, largamente utilizado nas pesquisas ao longo dos últimos anos.

3.2.2.1

Dispersão aquosa

Inicialmente, deve-se determinar a concentração de Carbopol® para os devidos cálculos de massa de polímero, massa de água deionizada e massa de agente neutralizante.

A massa da dispersão (M_{total}) deve ser definida de acordo com a quantidade necessária para a realização dos testes. A concentração de Carbopol® ($C_{carbopol}$) escolhida será aquela que conceda ao fluido, valores de tensão limite de escoamento próxima a dos fluidos de perfuração.

A massa de Carbopol® ($M_{carbopol}$) pode ser obtida a partir da equação 3-4.

$$M_{carbopol} = \frac{C_{carbopol} M_{total}}{100} \quad (3-4)$$

A massa e concentração de neutralizante são calculadas a partir das equações 3-5 e 3-6.

$$M_{neutralizante} = \frac{2,3 C_{carbopol} M_{total}}{100} \quad (3-5)$$

$$C_{neutralizante} = 2,3 C_{carbopol} \quad (3-6)$$

A massa de água é calculada a partir da diferença entre a massa total e a massa de neutralizante e massa de Carbopol[®], conforme a equação 3-7. Da mesma forma, a concentração de água é calculada, conforme a equação 3-8.

$$M_{\text{água}} = M_{\text{total}} - M_{\text{neutralizante}} - M_{\text{carbopol}} \quad (3-7)$$

$$C_{\text{água}} = C_{\text{total}} - C_{\text{neutralizante}} - C_{\text{carbopol}} \quad (3-8)$$

Em seguida, deve-se peneirar o pó de Carbopol[®] com uma peneira metálica (20-mesh), a fim de evitar a formação de aglomerados, quando o mesmo for adicionado ao solvente (30). Posteriormente, Carbopol[®], NaOH 18% e água deionizada devem ser pesados.

Em um recipiente de plástico de 6 litros, a água deionizada deve ser colocada, e em seguida, sob condição de repouso, o pó de Carbopol[®] deve ser adicionado. A fim de evitar a formação de aglomerados, essa adição deve ser feita, lentamente e cuidadosamente, mediante auxílio de uma espátula. Deve-se esperar entre 5-10 minutos, a depender da concentração de carbopol[®], para que todas as partículas sejam molhadas.

Após esse período, a dispersão deve ser posicionada em um misturador IKA (figura 3.2) com hélice tipo âncora (figura 3.4). O mesmo, deve ser colocado próximo ao fundo do recipiente. Posteriormente, o misturador é ligado em uma velocidade de 300 rpm, durante uma hora, para garantir completa dispersão do polímero.



Figura 3.4: Agitador âncora (8)

Ao final desse tempo, o agente neutralizante deve ser adicionado, lentamente, à mistura. A dispersão permanecerá sob agitação de 300 rpm por dois dias. Segundo Gutowski et al. (81), esse tempo de mistura é necessário para que ocorra estabilização do pH. Identicamente ao preparo da poliacrilamida (seção 3.2.1), uma tampa deve ser adicionada ao recipiente de plástico, para evitar evaporação da amostra.

Os valores utilizados para preparação dessa dispersão encontram-se na tabela 3.4.

Tabela 3.4: Preparo da dispersão aquosa de Carbopol®

Substâncias	Massa [g]	Concentração [%]
Água deionizada	3986,8	99,67
Polímero	4,00	0,10
Agente neutralizante	9,20	0,23
Total	4000	100

3.2.2.2

Dispersão em água + glicerina

O preparo desse solvente será feito a partir da proporção de 60% de glicerina em água. A massa de glicerina é calculada conforme equação 3-9.

$$M_{\text{glicerina}} = M_{\text{total}} 0,6 \quad (3-9)$$

As massas de NaOH e Carbopol® serão obtidas a partir do mesmo procedimento de preparo do Carbopol® aquoso (seção 3.2.2.1), segundo as equações 3-4 e 3-5.

A nova massa e concentração de água serão calculadas conforme as equações 3-10 e 3-11

$$M_{\text{água}} = M_{\text{total}} - M_{\text{neutralizante}} - M_{\text{carbopol}} - M_{\text{glicerina}} \quad (3-10)$$

$$C_{\text{água}} = C_{\text{total}} - C_{\text{neutralizante}} - C_{\text{carbopol}} - C_{\text{glicerina}} \quad (3-11)$$

Inicialmente, deve-se pesar a glicerina e a água deionizada e, em seguida, as substâncias devem ser misturadas. Após o preparo dessa solução, o pó de Carbopol®, previamente peneirado, deve ser adicionado, em repouso e cuidadosamente, mediante o auxílio de uma espátula. Os demais passos do procedimento são semelhantes ao preparo da dispersão aquosa, vistos na seção 3.2.2.1.

Os valores utilizados para preparação dessa dispersão encontram-se na tabela 3.5.

Tabela 3.5: Preparo da dispersão de Carbopol® em água + glicerina

Substâncias	Massa [g]	Concentração [%]
Água deionizada	1583,5	39,5875
Glicerina	2400	60
Polímero	5,00	0,125
Agente neutralizante	11,5	0,2875
Total	4000	100

3.3

Equipamentos

Nesta pesquisa, serão utilizados um viscosímetro rotacional e três reômetros rotacionais para análise reológica dos fluidos apresentados anteriormente, na seção 3.1.

3.3.1

Viscosímetro Fann 35 A

O cilindro externo, denominado rotor, sofre a imposição de uma velocidade angular constante controlada por um sistema de engrenagens. O cilindro interno (bob) é fixado em uma haste e sofre um torque devido ao fluxo viscoso, que é transmitido a uma mola de deflexão. Nas figuras 3.5 e 3.6 encontram-se o bob e rotor do viscosímetro, respectivamente.



Figura 3.5: Bob 1



Figura 3.6: Rotor 1

Viscosidade e tensão são determinados a partir de equações e constantes fornecidas pelo manual do fabricante (2). Dessa forma, é possível gerar uma curva de escoamento e também obter medidas de tensão a taxas de cisalhamento constantes.

Na figura 3.7, verifica-se em detalhes, a disposição do copo de amostra, o bob, rotor, leitor e demais acessórios que compõem o equipamento. Além disso, o sistema de transmissão de torque através da mola de torção até o leitor do equipamento é apresentado.

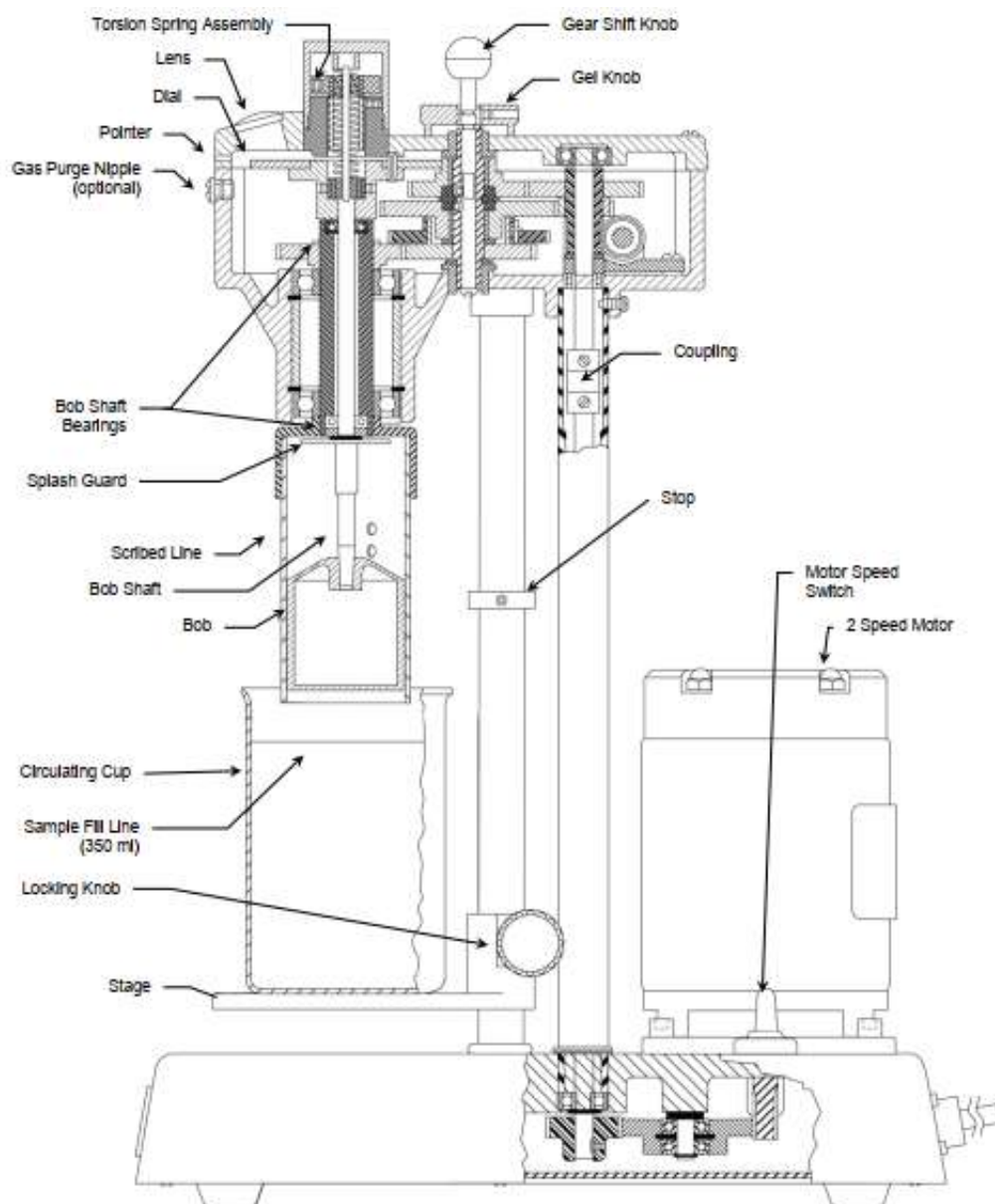


Figura 3.7: Esquema viscosímetro Fann 35A (2)

3.3.1.1

Geometrias do fabricante

O viscosímetro Fann 35A possui uma variedade de oferta de geometrias cilindros coaxiais de superfícies lisas, com diferentes dimensões de bob e rotor. As diferentes razões de raios entre essas duas peças fornecem medições em diferentes faixas de taxa de cisalhamento.

As normas API (16, 17), consideradas para caracterização reológica de fluidos de perfuração, recomendam a utilização da combinação de geometria R1B1. No entanto, com o objetivo de garantir uma pesquisa completa, serão utilizadas diferentes combinações dessas geometrias para aumentar o número de dados da curva de escoamento, e assim assegurar resultados mais exatos. Estes resultados estão expostos no anexo C.

Na figura 3.8, encontra-se a página do manual do equipamento cujas informações das geometrias estão contidas. Observam-se raio dos rotores e bobs, razão de raios, altura do bob, entre outras informações. Na figura 3.9, é possível verificar as faixas de taxa de cisalhamento que cada combinação de geometria oferece.

ROTOR-BOB	R1 B1	R2 B1	R3 B1	R1 B2	R1 B3	R1 B4
Rotor Radius, R_o (cm)	1.8415	1.7588	2.5866	1.8415	1.8415	1.8415
Bob Radius, R_i (cm)	1.7245	1.7245	1.7245	1.2276	0.8622	0.8622
Bob Height, L (cm)	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8	1.9
Shear Gap in Annulus (cm)	0.117	0.0343	0.8261	0.6139	0.9793	0.9793
Radii Ratio, R_i/R_o	0.9365	0.9805	0.667	0.666	0.468	0.468
Maximum Use Temperature (°C)	93	93	93	93	93	93
Minimum Use Temperature (°C)	0	0	0	0	0	0

Figura 3.8: Especificação Rotor-Bob (2)

Rate of Revolution of Outer Cylinder, N (rpm)	Shear Rate Range (sec ⁻¹), $\gamma = k_3 N$					
	Rotor-Bob Combinations					
	R1 B1	R2 B1	R3 B1	R1 B2	R1 B3	R1 B4
0.9	1.5	4.9	0.4	0.4	0.24	0.24
1.8	3.1	9.8	0.7	0.7	0.48	0.48
3	5.1	16.3	1.1	1.1	0.8	0.8
6	10.2	32.5	2.3	2.3	1.61	1.61
30	51.1	163	11.3	11.3	8	8
60	102	325	22.6	22.6	16.1	16.1
90	153	488	33.9	33.9	24.1	24.1
100	170	542	37.7	37.7	26.8	26.8
180	306	976	67.9	67.9	48.2	48.2
200	340	1084	75.4	75.4	53.6	53.6
300	511	1627	113	113	80.4	80.4
600	1021	3254	226	226	161	161

Figura 3.9: Faixa de medição da taxa de cisalhamento para viscosímetro Fann com indicação direta (2)

3.3.1.2

Proposta de novas geometrias

- Proteção contra evaporação da amostra

Além das geometrias fornecidas pelo fabricante do viscosímetro, foi elaborada no laboratório GReo da PUC-Rio uma "capa" protetora para evaporação. Ela deve ser posicionada em volta do cilindro externo, em cima do copo onde o fluido está inserido. Esta peça será importante no decorrer do projeto, especialmente quando forem executados testes com fluidos mais voláteis, como por exemplo, os fluidos de perfuração aquosos. Na figura 3.10 é possível verificar esta peça desenvolvida especificamente para essa pesquisa.

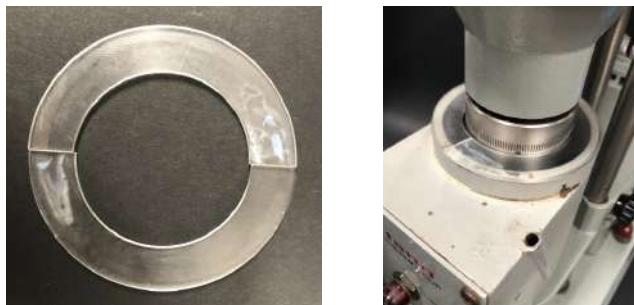


Figura 3.10: "Capa" de evaporação

- Geometria de cilindros coaxiais ranhurada

As geometrias com superfícies lisas, quando utilizadas para ensaios reológicos de fluidos multifásicos, podem acarretar deslizamento aparente, conforme discutido na seção 2.4.1.2. Algumas geometrias dos reômetros rotacionais possuem superfícies rugosas para minimizar tal efeito. O mesmo não ocorre nos viscosímetros rotacionais, haja visto que os fabricantes deste equipamento não oferecem geometrias com superfícies ranhuradas.

Diante deste fato, foi feita uma avaliação da geometria de cilindros coaxiais, do viscosímetro Fann 35A, com o intuito de verificar a possibilidade de usinagem de uma peça semelhante, no entanto, com ranhuras.

Inicialmente, foi realizado um estudo sobre dois diferentes tipos de ranhuras empregadas em reômetros rotacionais, da TA Instruments e da Antoon Paar. As ranhuras estão explicitadas através dos bobs da geometria de couette, conforme as figuras 3.11 e 3.12.



Figura 3.11: Ranhura AR-G2



Figura 3.12: Ranhura MCR-501

Uma curva de escoamento com uma amostra de Carbopol® 0,09% foi feita com ambas geometrias e o resultado encontra-se no gráfico da figura 3.13.

A análise deste resultado mostra que as ranhuras utilizadas nos reômetros da TA Instruments são melhores para minimizar o efeito de deslizamento aparente. Isso ocorre pois o formato piramidal dessas ranhuras são geometricamente favoráveis à restrição da formação de uma fina camada lubrificante, responsável pela ocorrência de tal efeito. Enquanto que o formato geométrico, do couette da Anton Paar, apenas reduz este efeito nas pequenas vacâncias entre as seções retangulares.

Além disso, os reômetros da TA Instruments serão utilizados nesta pesquisa para comparar com os resultados do viscosímetro rotacional. Portanto, a ranhura piramidal, do reômetro AR-G2, foi a mais indicada para construir a geometria de cilindros coaxiais ranhurada para o viscosímetro rotacional.

O projeto da geometria foi elaborado de acordo com as dimensões da combinação de rotor e bob R1B1. Seus desenhos 3D e suas vistas 2D foram

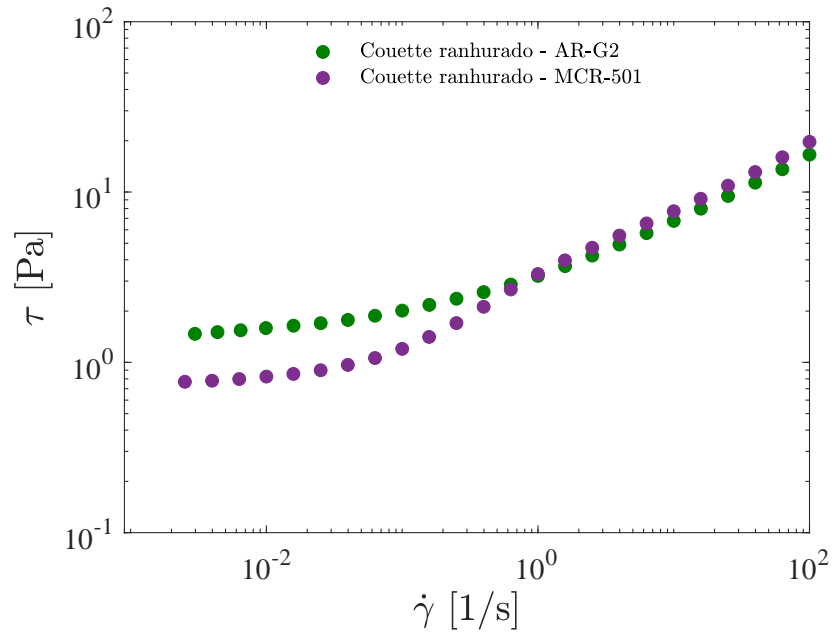


Figura 3.13: Carbopol[®] 0,09% - Análise de ranhuras

desenvolvidos com o auxílio do *software* Solid Works 2016 e os mesmos encontram-se no anexo D. Por último, o projeto foi enviado a uma empresa de usinagem para sua fabricação. As novas geometrias são mostradas nas figuras 3.14 e 3.15.



Figura 3.14: B1 ranhurado



Figura 3.15: R1 ranhurado

3.3.2

Reômetro rotacional

O reômetro rotacional é um equipamento de alta precisão utilizado para a obtenção das propriedades mecânicas de um fluido. A partir da imposição de uma tensão de cisalhamento ou uma taxa de deformação e, do controle do ambiente externo, como temperatura e pressão, a resposta do material é medida.

3.3.2.1

Reômetro AR-G2

O reômetro AR-G2, fabricado pela empresa TA Instruments, opera a tensão controlada e é caracterizado pela presença do atuador e do transdutor no mesmo eixo. Seu sistema de medição está posicionado na parte superior, onde o torque é aplicado e transmitido à geometria (9), conforme figura 3.17 . A figura 3.16 apresenta uma fotografia deste equipamento.

3.3.2.2

Reômetro ARES-G2

O reômetro ARES-G2 também é fabricado pela TA instruments. Possui um atuador exclusivo para controle da deformação e é caracterizado pela presença do atuador e do transdutor em eixos separados. Além disso, apresenta transdutor de tensão normal independente do transdutor de tensão cisalhante. Essa independência entre o atuador e os transdutores propicia medições com maior acurácia dos resultados e com menor influência dos efeitos de inércia. (10).



Figura 3.16: Reômetro rotacional AR-G2 (9)

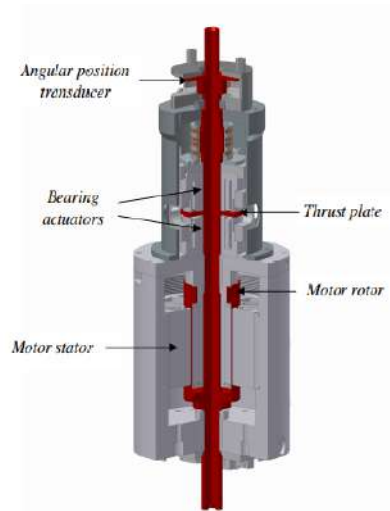


Figura 3.17: Corte do reômetro AR-G2 (9)

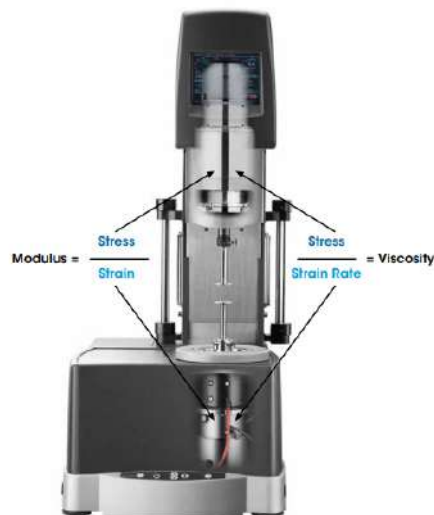


Figura 3.18: Reômetro rotacional ARES-G2

3.3.2.3 Geometrias

As empresas fabricantes dos reômetros apresentam uma vasta oferta de geometrias, como placas paralelas e cilindros concêntricos, que serão utilizadas neste trabalho. A seleção da geometria está associada às propriedades do fluido que será caracterizado. Além disso, a quantidade de amostra disponível também influencia na escolha, haja visto que a geometria de couette demanda a utilização de um volume maior de fluido. Nas figuras 3.21 e 3.22 estão contidas

as fotografias das geometrias mencionadas.



Figura 3.19: Geometria superior de placas paralelas (10)



Figura 3.20: Geometria inferior de placas paralelas



Figura 3.21: Geometria de placas paralelas (10)



Figura 3.22: Geometria de cilindros concêntricos (10)

Superfícies lisas podem favorecer a ocorrência do fenômeno de deslizamento aparente quando utilizam-se fluidos dispersos, principalmente em baixas taxas de cisalhamento.

Em razão desse fato, nesta pesquisa serão utilizadas geometrias com superfície rugosa para caracterizar as dispersões poliméricas de Carbopol® e os fluidos de perfuração. As figuras 3.23 e 3.24 ilustram a diferença entre as superfícies lisa e rugosa em placas paralelas. No entanto, em altas taxas de cisalhamento, as ranhuras podem contribuir para a ocorrência de escoamento secundário, que provocaria medições inexatas (24, 85). As fotografias das geometrias de couette ranhurado, utilizada na pesquisa, encontra-se nas figuras 3.25 e 3.26, e pertencem ao reômetro ARES-G2.

As dimensões das geometrias dos reômetros empregadas nesta pesquisa, encontram-se nas tabelas 3.6 e 3.7



Figura 3.23: Superfície lisa

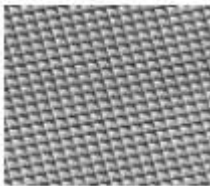


Figura 3.24: Superfície ranhurada (10)



Figura 3.25: Bob ranhurado



Figura 3.26: Rotor ranhurado

Tabela 3.6: Dimensão das geometrias de placa paralela

Placa paralela	Diâmetro [mm]
AR-G2	60,0
ARES-G2	50,0

Tabela 3.7: Dimensão das geometrias de couette

Couette	Diâmetro do copo [mm]	Diâmetro do bob [mm]
AR-G2	30,4	28
ARES-G2	30,0	27,7

3.4
Metodologia experimental para caracterização de fluidos no viscosímetro

Para a realização dos testes no viscosímetro Fann 35A, uma série de procedimentos devem ser realizados com a finalidade de garantir a obtenção correta das medidas e a repetibilidade dos resultados. Antes do início dos testes no equipamento é necessário decidir a geometria que será utilizada, haja visto que suas combinações de rotor e bob oferecem diferentes faixas de taxa de

cisalhamento em razão dos diversos tamanhos de folga.

3.4.1

Determinação da curva de escoamento no viscosímetro rotacional

As etapas para a realização das medidas no viscosímetro, que resultam na curva de escoamento, comuns a todas as geometrias, serão descritas a seguir:

1. Deve-se colocar o bob na haste do equipamento, empurrando-o para cima e, concomitantemente, girando-o no sentido horário;
2. Deve-se colocar o rotor no cabeçote, externamente concêntrico ao bob, empurrando-o para cima e, concomitantemente, girando-o no sentido horário;
3. Verificar se a leitura no mostrador, localizado na parte superior do instrumento, encontra-se zerada. Caso contrário, realizar pequenos ajustes no “bob” até que se obtenha a leitura na marca zero;
4. Colocar o fluido de interesse para o ensaio no reservatório metálico, até atingir a quantidade marcada (cerca de 350 cm³);
5. Colocar o copo na plataforma móvel elevando-o até que o fundo do bob esteja a uma altura de 1,57 cm do fundo do copo, conforme recomendado pelo fabricante;
6. Verificar se o fluido alcançou a marca localizada na parte superior do rotor. Desta forma, o rotor e o bob estarão imersos na profundidade adequada; Caso contrário, adicionar mais fluido; E aguardar o equilíbrio térmico;
7. Impor a velocidade de 600 rpm durante 1 minuto;
8. Efetuar a leitura da deflexão θ a 600 rpm;
9. Repetir o procedimento dos itens 6 e 7 para as seguintes velocidades de rotação: 300 , 200, 180, 100, 90, 60, 30, 6, 3, 1,8 e 0,9 rpm;
10. Repetir o procedimento dos itens 6 e 7, no entanto, iniciando com a velocidade de 0.9 rpm, para as seguintes velocidades de rotação: 1.8, 3, 6, 30, 60, 90, 100, 180, 200, 300 e 600 rpm. Desta forma, serão obtidas as medidas descendentes e ascendentes;
11. As medidas descendentes são repetidas, porém o tempo de espera para cada medida aumenta, de modo que as mesmas sejam obtidas em regime permanente.

Na figura 3.27 encontra-se ilustrado as etapas iniciais (1-7) do procedimento descrito nesta seção.



Figura 3.27: Procedimento para determinação da curva de escoamento no viscosímetro rotacional

3.4.2

Determinação da força gel no viscosímetro

As cinco primeiras etapas realizadas para obtenção da curva de escoamento, descritas na seção 3.4.1, devem ser reproduzidas para se obter os valores de força gel no viscosímetro. As demais etapas serão descritas a seguir:

1. Deve-se impor uma velocidade angular de 600 rpm durante 10 s para quebra da microestrutura do fluido.
2. Em seguida, o fluido deve permanecer em repouso durante certo tempo para verificar seu nível de reestruturação. Para obtenção do gel inicial (G_0), o fluido deve permanecer em repouso por 10 s, para obtenção do gel final (G_{10}), o fluido deve permanecer em repouso por 10 minutos e para a obtenção do gel adicional (G_{30}), o fluido deve permanecer em repouso por 30 minutos.
3. Por último, é imposta a velocidade angular de 3 rpm no viscosímetro. A máxima deflexão do ponteiro do equipamento indica o resultado da força gel.

Quando o viscosímetro é religado na velocidade de 3 rpm é feito um vídeo para avaliar a evolução do ponteiro, e assim construir uma curva de tensão de cisalhamento em função do tempo, a taxa de cisalhamento constante, conhecida como *peakhold*.

3.4.3

Avaliação do condicionamento da amostra para determinar força gel

Para determinação dos resultados de força gel, a amostra deve ser pré-cisalhada por 10 segundos, conforme determinam as normas API. Pressupõe-se que este tempo seja suficiente para quebra total da microestrutura do material.

Para confirmação deste fenômeno e, conseqüente acurácia na obtenção dos resultados, foram realizados testes de força gel, em ambos equipamentos, com pré-cisalhamento de 10 segundos e 1 minuto. Os resultados estão nas figuras 3.28 e 3.29. Verifica-se que, o pré-cisalhamento de 10 segundos é suficiente para total quebra da microestrutura do material.

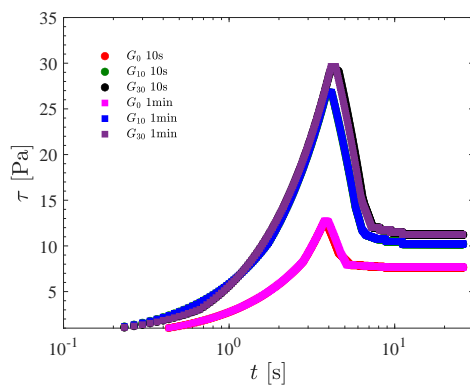


Figura 3.28: Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria ranhurada no viscosímetro, com diferentes tempos de pré-cisalhamento

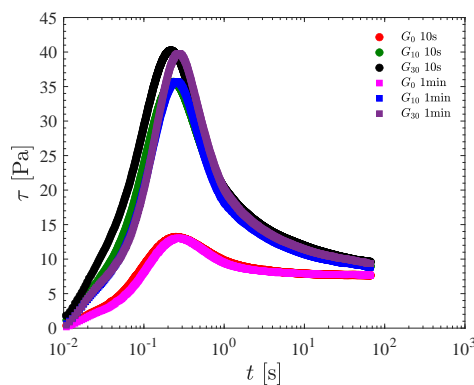


Figura 3.29: Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria ranhurada no reômetro, com diferentes tempos de pré-cisalhamento

Além disso, foram realizados testes de força gel para verificar se o pré-cisalhamento realizado com a velocidade de 300 rpm seria suficiente para garantir total quebra da microestrutura. Os resultados encontram-se na figura 3.30.

A coincidência entre as curvas dos géis garante total quebra da amostra. Desta forma, é possível assegurar que impondo a taxa de cisalhamento máxima do reômetro, correspondente ao valor de 981 1/s, a microestrutura estará completamente destruída.

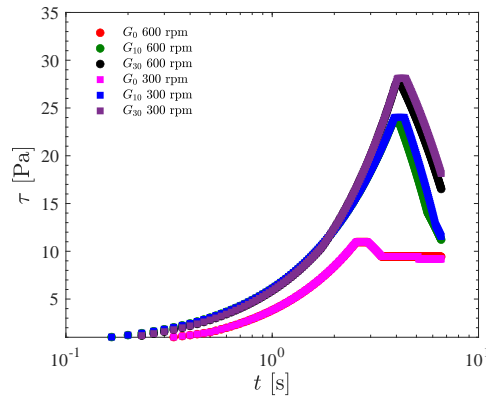


Figura 3.30: Teste de força gel com fluido de perfuração parafínico e geometria ranhurada no viscosímetro, com diferentes velocidades de pré-cisalhamento

3.5

Metodologia experimental para caracterização de fluidos no reômetro

3.5.1

Determinação da curva de escoamento no reômetro

Nesta etapa da pesquisa, os testes foram realizados no reômetro AR-G2 que possui tensão controlada. Sua predileção deu-se em razão da alta demanda de testes no ARES-G2 no laboratório de reologia da faculdade (GReo).

3.5.1.1

Seleção da geometria

Após a definição do equipamento a ser utilizado, deve-se escolher a geometria mais adequada para a caracterização de cada fluido. Para fluidos pouco viscosos, recomenda-se a utilização de cilindros concêntricos. No entanto, para fluidos que contenham uma fase dispersa, como Carbopol® e fluidos de perfuração, é necessário que a folga utilizada seja bem maior que o maior tamanho de partícula presente no fluido (86). Em razão desse fato, placas paralelas são preferíveis pois possibilitam a variação da folga.

A desvantagem da utilização de placas paralelas é a não homogeneidade do escoamento em razão da variação da taxa de cisalhamento com o raio da geometria. Para corrigir os resultados, é necessária aplicar a correção proveniente da equação 3-12, proposta por Weissenberg-Rabinowitsch, em testes de regime permanente (24,87). O *software* do equipamento dispõe da função que corrige a tensão de cisalhamento obtida nos testes com placas paralelas.

$$\tau_R = \frac{2M}{\pi R^3} \left[\frac{3}{4} + \frac{1}{4} \frac{d \ln(M)}{d \ln(\dot{\gamma}_R)} \right] \quad (3-12)$$

Onde,

M – Torque

R – Raio da placa

$\dot{\gamma}_R$ – Taxa de deformação

Os testes devem ser realizados com geometrias lisas e ranhuradas, a fim de se obter também uma análise do efeito de deslizamento aparente.

3.5.1.2

Definição da folga

Quando a geometria selecionada for de placas paralelas é necessário definir qual folga propiciará as melhores medidas, em razão do tamanho das partículas suspensas no fluido. Por isso, testes oscilatórios de varredura de tensão serão feitos com diferentes tamanhos de folga até a concordância entre eles. Assim, é escolhida aquela de menor folga para evitar o desperdício de amostra.

No teste de varredura de tensão impõe-se uma frequência fixa e varia-se a amplitude de tensão dentro de uma faixa estabelecida. O resultado deste teste fornece o comportamento dos módulos elástico (G') e viscoso (G'') em função da tensão.

3.5.1.3

Posicionamento da amostra

Deve-se inicialmente realizar a calibração da geometria selecionada e em seguida zerar o "gap". A geometria superior é levantada, e com o auxílio de uma seringa de vidro, a amostra é colocada na geometria inferior. Eventualmente, podem surgir bolhas que devem ser removidas com uma agulha a fim de evitar alterações nos resultados. Em seguida, deve-se descer a geometria até a posição da folga, definida anteriormente. O excesso de fluido é removido com o auxílio de um cotonete.

3.5.1.4

Programação do teste

Antes do início do teste, a amostra é submetida a um condicionamento de temperatura. Para a realização da curva de escoamento, deve-se inicialmente definir a faixa de taxa de cisalhamento de interesse, e em seguida as condições

para aquisição de um ponto da curva, tais como porcentagem de tolerância para atingir o regime permanente e tempo limite caso ele não seja atingido nas condições impostas.

Os testes são realizados pelo menos três vezes a fim de se obter repetibilidade e acurácia dos resultados.

3.5.2

Determinação da força gel no reômetro

A determinação da força gel será realizada no ARES-G2. Sua obtenção é similar ao procedimento do viscosímetro rotacional, descrito na seção 3.4.2. No entanto, no reômetro impõe-se taxa de cisalhamento. Para isso, deve-se utilizar aquelas correspondentes às velocidades de 600 rpm e 3 rpm. Para tal conversão, deve-se multiplicar a velocidade angular pela constante K_3 , descrita na seção 2.3.

A geometria de cilindros concêntricos é utilizada no reômetro para assegurar que a comparação seja mais exata. Os testes devem ser realizados com geometrias lisas e ranhuradas, a fim de se obter uma análise do efeito de deslizamento na parede.

3.6

Metodologia para determinação dos parâmetros reológicos

A determinação dos parâmetros reológicos de fluidos de perfuração, a partir das medidas advindas do viscosímetro rotacional, é indicada pela API (15–17). Dessa forma, resultados obtidos a partir das equações presentes nessas normas serão comparados com aqueles provenientes de um *curve-fit* com diferentes funções de viscosidade. O mesmo será realizado no *software* MatLab, a partir da utilização do método dos mínimos quadrados.

A seguir serão mostradas as 6 diferentes formas de obtenção dos parâmetros reológicos utilizadas nesta pesquisa. É importante salientar, que serão incorporadas aos cálculos as correções de efeito de extremidade e de escoamento não homogêneo, para cada um dos fluidos empregados no estudo.

1. Curve fit Power-law

Será utilizada a equação de Power-law (2-1) para modelar os resultados provenientes do viscosímetro (seção 2.1.1).

2. Curve fit Bingham

Será utilizada a equação de Bingham (2-4) para modelar os resultados provenientes do viscosímetro (seção 2.1.2).

3. Curve fit Herschel–Bulkley

Será utilizada a equação de Herschel–Bulkley (2-3) para modelar os resultados provenientes do viscosímetro (seção 2.1.2).

4. Equações API baseadas na equação de Power Law

Serão utilizadas as equações sugeridas pelas normas API para determinação dos parâmetros de Power law. São elas 2-10 e 2-11, para escoamentos em tubo e, 2-12 e 2-13 para escoamentos em anular, contidas na seção 2.3.

5. Equações API baseadas na equação de Bingham

Serão utilizadas as equações sugeridas pelas normas API para determinação dos parâmetros de Bingham. São elas 2-8 e 2-9, contidas na seção 2.3.

6. Equações API baseadas na equação de Herschel–Bulkley

Serão utilizadas as equações sugeridas pelas normas API para determinação dos parâmetros de Herschel–Bulkley. São elas 2-5, 2-6 e 2-7, contidas na seção 2.3.

A determinação dos parâmetros reológicos no reômetro rotacional será feita mediante a construção da curva de escoamento, e realização de um curve fit, no MatLab, a partir do método dos mínimos quadrados. Serão utilizados os modelos de Power law, Bingham e Herschel-Bulkley.

3.7

Metodologia para determinação da força gel

As tensões de cisalhamento obtidas no viscosímetro rotacional são calculadas a partir da multiplicação da constante K_2 pela deflexão lida no visor do equipamento, conforme seção 2.3. Em seguida é possível construir uma curva de tensão em função do tempo a uma taxa de cisalhamento constante, para determinação da força gel. No reômetro, o próprio *software* do equipamento gera tal curva. Sendo assim, o pico desta curva define a força gel.

3.8

Metodologia para aplicação das correções

A metodologia para realização das correções do efeito de extremidade e taxa de cisalhamento não uniforme serão descritas a seguir, com base em pesquisas presentes na literatura. Posteriormente, as respostas serão aplicadas aos resultados, e assim, serão determinadas novas constantes de tensão de cisalhamento, K_2 , e taxa de cisalhamento, K_3 .

Novos resultados serão obtidos, repetindo as etapas presentes nas seções 3.6 e 3.7. Em seguida, uma análise comparativa será realizada para verificar o comprometimento destes efeitos nos resultados obtidos com o viscosímetro rotacional. Desta forma, será possível verificar a magnitude dos erros associados à cada uma dessas limitações, e por fim, promover maior acurácia aos resultados obtidos com o viscosímetro rotacional.

O viscosímetro rotacional possui inúmeras limitações, conforme explicitado na seção 2.4.1. Muitos autores propuseram soluções para corrigir e aperfeiçoar os resultados obtidos com este equipamento. Dessa forma, foram apresentadas soluções experimentais e numéricas com o intuito de reduzir os erros associados à essas medições.

Após uma extensa revisão da literatura, alguns trabalhos foram escolhidos como suporte para incorporação de melhorias nos resultados desta pesquisa. Para promover uma comparação desses resultados com àqueles provenientes dos reômetros rotacionais, é importante verificar cada uma das fontes que podem proporcionar a inexatidão das medidas no viscosímetro. É considerável salientar, que o reômetro, como equipamento mais sofisticado, normalmente já incorpora diversas técnicas que excluam ou minimizam os efeitos das limitações presentes no viscosímetro.

3.9

Correção de efeito de extremidade

Em testes com fluidos newtonianos, para cada velocidade de rotação, o torque medido é uma função linear do nível de líquido contido no espaço anular. Assim, a partir de um simples procedimento experimental, é possível determinar a altura adicional que deve ser incorporada ao valor da constante, com o objetivo de evitar superestimação da tensão de cisalhamento (4). No entanto, não existe um entendimento muito claro sobre o comportamento do torque com o nível de líquido para fluidos não newtonianos.

A correção adotada pelo fabricante do viscosímetro e pelas normas API leva em consideração o efeito presente em algumas seções do bob, conforme figura 3.31

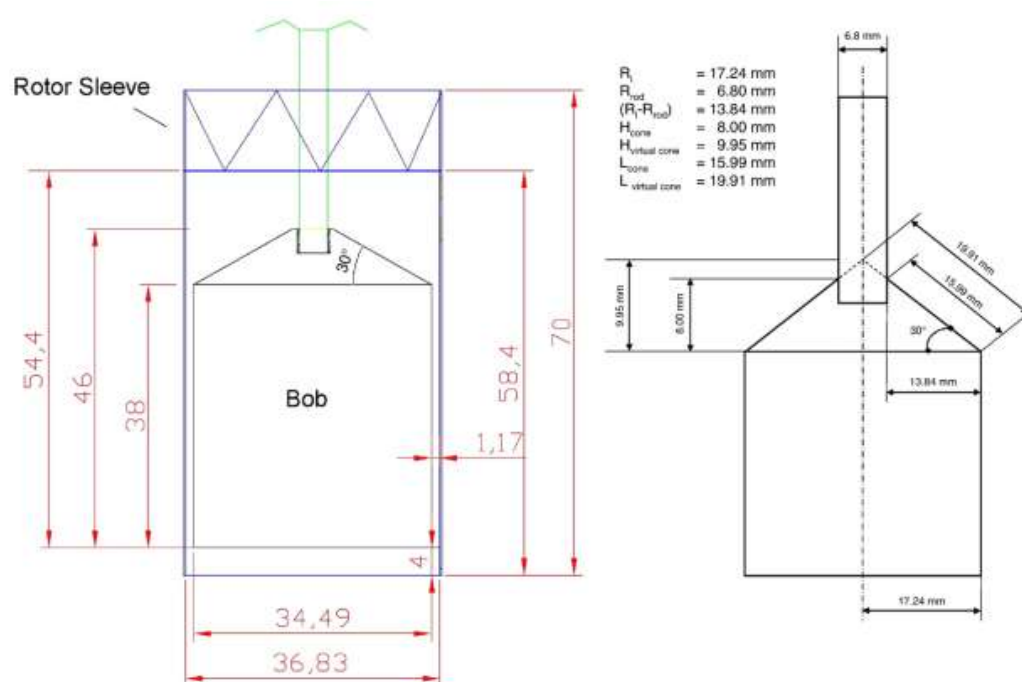


Figura 3.31: Dimensões do conjunto rotor-bob (11)

Para corrigir o efeito de extremidade, deve-se calcular o valor de ΔL , explicitado na equação 2-22, presente na seção 2.4.1.1. Desta forma, em 2008, Kelessidis, Maglione e Bandelis (11) demonstrou o cálculo para determinação das contribuições da seção cônica, da haste e do fundo do bob no efeito de extremidade, para em seguida incorporá-lo na constante K_2 .

Para fluidos newtonianos, os valores encontrados foram equivalentes à 0.162, 1.724 e 0.655 mm para o fundo, seção cônica e haste, respectivamente. Assim, o valor de ΔL obtido foi equivalente à 2,541 mm.

No manual do viscosímetro, temos os seguintes dados das dimensões do bob e constantes utilizadas:

$$r_b = 1,7245 \text{ cm (raio do bob)}$$

$$L = 3,8 \text{ cm (altura do bob)}$$

$$K_2 = 0,01323 \text{ cm}^{-3}. \text{ (Constante da tensão de cisalhamento) (2)}$$

Aplicando os valores na equação 2-22, obtemos um valor muito próximo de ΔL ao encontrado por Kelessidis, Maglione e Bandelis (11).

Além desta correção, já incorporada pelo fabricante e normas API, Kelessidis, Maglione e Bandelis (11) também realizou um procedimento experimental para verificar a presença de um efeito de extremidade adicional em fluidos não newtonianos. Da mesma forma, este procedimento será adotado

para cada um dos fluidos empregados na pesquisa, para cada velocidade de rotação. Assim, será possível verificar se o valor da constante da tensão de cisalhamento, sugerida pelas normas API e manual do fabricante dos viscosímetros, contempla esses efeitos adicionais, em testes com a geometria R1B1.

3.9.1

Metodologia para correção de efeito final

Para realização desse procedimento, inicialmente, deve-se levar em conta a altura mínima entre o fundo do copo e fundo do bob, sugerida no manual do fabricante. A mesma, minimiza o efeito de extremidade, causado pelo escoamento no fundo do bob. Para o viscosímetro rotacional Fann 35 A, essa altura corresponde à 1,27 cm.

Serão realizados testes no viscosímetro, com diferentes alturas de preenchimento de líquido, e seu respectivo torque será calculado, mediante a equação 3-13.

$$M = \theta K_1 \quad (3-13)$$

Onde,

M – Torque

θ – Leitura da deflexão da mola

K_1 – Constante de torção da mola, presente no manual do viscosímetro

(2)

Os testes serão feitos em cada uma das velocidades de rotação, de acordo com a metodologia presente na seção 3.4.1, excetuando-se as etapas 3 e 5, já que o volume de fluido e, conseqüentemente a altura do líquido, será variada.

Em seguida, será gerado um gráfico de torque (dyn.cm) versus nível de líquido (cm). A curva será modelada pela equação parabólica que gere o menor resíduo. O valor da correção (Δ_L) será correspondente à interseção da curva no eixo x.

As alturas escolhidas para realização desta correção foram determinadas a partir do cálculo de volume a ser adicionado. Estes dados estão contidos na tabela 3.8.

O volume pode ser calculado de acordo com a equação 3-14.

$$V = \pi R_{copo}^2 H \quad (3-14)$$

Onde,

$R_{copo} = 3,05$ cm.

Tabela 3.8: Altura e volume do fluido

Nível	H [cm]	V [mL]	Δ_V [mL]
0	0	0	0
1	1,026	30	0
2	2,053	60	30
3	3,080	90	30
4	4,620	135	45
5	5,406	158	23

Um volume fixo de 37,115 mL, correspondente à altura de 1,27 cm do fundo do copo até o fundo do bob deve ser adicionada antes do início dos testes. No entanto, para facilitar o manuseio laboratorial na adição de volume, será adicionado 38 mL e a altura mínima corrigida será de 1,30 cm.

3.10

Correção da taxa de cisalhamento não uniforme

Considerando um cilindro concêntrico, com raio do bob R_b e comprimento L , e raio do rotor R_r . Quando for imposta uma velocidade angular Ω no cilindro externo, promovendo o escoamento do fluido no espaço anular entre as geometrias, o bob estacionário sofrerá um torque M .

Assumindo-se as seguintes hipóteses para um escoamento em um viscosímetro rotacional:

- Escoamento laminar, isotérmico e em regime permanente;
- $v_\theta = r \Omega$ e $v_r = v_z = 0$;
- Escoamento simétrico em θ .

A tensão pode ser obtida através da equação 3-15.

$$\tau = \frac{M}{2 \pi r^2 L} \quad (3-15)$$

A partir dos componentes do tensor das deformações, em coordenadas cilíndricas, a taxa de cisalhamento é dada pela equação 3-16 (5).

$$2D_{r\theta} = \dot{\gamma} = r \frac{d\Omega}{dr} = -2\tau \frac{d\Omega}{d\tau} \quad (3-16)$$

A equação da quantidade de movimento, na direção θ , obtida a partir das hipóteses assumidas para o viscosímetro rotacional, fornece a relação encontrada na equação 3-17 (61).

$$\frac{1}{r^2} \frac{d}{dr} (r^2 \tau_{r\theta}) = 0 \quad (3-17)$$

Integrando a equação 3-17, temos a seguinte equação 3-18:

$$r^2 \tau_{r\theta} = \text{constante} \quad (3-18)$$

Combinando as equações 3-16 e 3-18, temos a seguinte equação 3-19.

$$\dot{\gamma} = -2\tau \frac{d\Omega}{d\tau} \quad (3-19)$$

Integrando a equação 3-19, temos:

$$\int_0^{\Omega_b} d\Omega = \int_{\tau_{R_r}}^{\tau_{R_b}} \frac{\dot{\gamma}(\tau)}{2\tau} d\tau \quad (3-20)$$

Derivando com relação a τ_{R_b} , temos:

$$\frac{d\Omega_b}{d\tau_{R_b}} = \frac{1}{2} \left[\frac{\dot{\gamma}(\tau_{R_b})}{\tau_{R_b}} - \frac{\dot{\gamma}(\tau_{R_r})}{\tau_{R_r}} \frac{d\tau_{R_r}}{d\tau_{R_b}} \right] \quad (3-21)$$

Pela equação 3-15, substituindo os valores de R_b e R_r , temos que:

$$\frac{d\tau_{R_r}}{d\tau_{R_b}} = \left(\frac{R_b}{R_r} \right)^2 = s^2 \quad (3-22)$$

Substituindo a equação 3-22 na equação 3-21, temos:

$$2\tau_{R_b} \frac{d\Omega_b}{d\tau_{R_b}} = \dot{\gamma}(\tau_{R_b}) - \dot{\gamma}(\tau_{R_r}) = \dot{\gamma}(\tau_{R_b}) - \dot{\gamma}(s^2 \tau_{R_b}) \quad (3-23)$$

Expandindo o termo $\dot{\gamma}(s^2 \tau_{R_b})$ da equação 3-23, na forma de série de Taylor, proposta por (67), temos a equação 3-24.

$$\dot{\gamma}(s^2 \tau_{R_b}) = \dot{\gamma} [\tau_{R_b} - (1 - s^2) \tau_{R_b}] = \dot{\gamma} - (1 - s^2) \tau_{R_b} \frac{d\dot{\gamma}}{d\tau_{R_b}} + \frac{(1 - s^2)^2 \tau_{R_b}^2}{2!} \frac{d^2 \dot{\gamma}}{d\tau_{R_b}^2} - \dots \quad (3-24)$$

Considerando apenas os dois primeiros termos da equação 3-24, temos a redução da equação diferencial, aplicada em fluidos newtonianos.

$$\dot{\gamma} = \frac{2\Omega}{1 - s^2} \quad (3-25)$$

A equação 3-25 é utilizada pelo fabricante do viscosímetro e normas API para determinação da constante K_3 e por conseguinte da taxa de cisalhamento.

A seguir, serão empregadas técnicas presentes na literatura, para estimar da taxa de cisalhamento real de fluidos não newtonianos. Para isso, serão utilizados três artigos da literatura, no qual, cada um explicita um método utilizando um modelo reológico específico.

3.10.1

Power law

Apelblat, Healy e Joly (67) e Kumar e Guria (61) expandiram o termo $\dot{\gamma}(s^2 \tau_{R_b})$ da equação 3-23 em série de Taylor, para corrigir a taxa de cisalhamento e fluidos modelados pelo modelo de Power law.

Krieger e Elrod (65), em 1953, expandiram o mesmo termo, utilizando a fórmula da soma de Euler-MacLaurin. Sua formulação será empregada nesta pesquisa para corrigir a taxa de cisalhamento, a partir da consideração de que o fluido segue o modelo de Power law. A equação 3-26 mostra a solução dessa expansão, proposta por Krieger e Elrod (65).

$$\dot{\gamma}(\tau_{R_b}) = \frac{\Omega_b}{\ln(s)} \left[1 + \ln(s) \frac{d\ln(\Omega)}{d\ln(\tau)} + \frac{(\ln s)^2}{3\Omega} \frac{d^2 \ln(\Omega)}{d(\ln(\tau))^2} - \frac{(\ln(s))^4}{45\Omega} \frac{d^4 \ln(\Omega)}{d(\ln(\tau))^4} + \dots \right] \quad (3-26)$$

A partir da equação 3-22, temos que $\tau_{R_r} = s^2 \tau_{R_b} = \tau$. Assim, pode-se reescrever a equação 3-20 da seguinte forma:

$$\int_0^\Omega d\Omega = \int_{s^2 \tau}^\tau \frac{-\dot{\gamma}(\tau)}{2\tau} d\tau \quad (3-27)$$

Pelo modelo de Power law, temos que:

$$\dot{\gamma} = a \tau^n \quad (3-28)$$

Substituindo a equação 3-28 na equação 3-27, temos o seguinte resultado:

$$\Omega = \frac{a\tau^n}{2n(1 - s^{-2n})} \quad (3-29)$$

Dessa forma, pode-se inferir que o índice de potência pode ser calculado a partir da equação 3-30.

$$n = \frac{d\ln(\Omega)}{d\ln(\tau)} \quad (3-30)$$

Substituindo a equação 3-30 na equação 3-26, temos o resultado proposto por Krieger e Elrod (65) para cálculo da taxa de cisalhamento com a utilização do modelo de Power law.

$$\dot{\gamma}(\tau_{Rb}) = \frac{\Omega}{\ln(s)} \left[1 + n \ln(s) + \frac{(n \ln(s))^2}{3} - \frac{(n \ln(s))^4}{45} + \dots \right] \quad (3-31)$$

Quando $n \ln(s) < 0,2$, o truncamento no segundo termo da equação 3-31 fornece um erro menor que 1 %. A equação 3-32 fornecerá a taxa de cisalhamento real para este caso (65).

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\ln(s)} (1 + n \ln(s)) \quad (3-32)$$

Quando $0,2 < n \ln(s) < 1$, o terceiro termo não deve ser negligenciado. Assim, a correção da taxa de cisalhamento será determinada pela equação 3-33 (65).

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\ln(s)} \left[1 + n \ln(s) + \frac{1}{3} (n \ln(s))^2 + \frac{\ln(s)^2}{3} \frac{dn}{d\ln(\tau)} \right] \quad (3-33)$$

Os cálculos serão feitos com o auxílio do software MatLab e as derivadas serão determinadas pelo método de diferenças finitas.

3.10.2

Bingham

A correção da taxa de cisalhamento para fluidos que apresentam comportamento viscoplástico pode levar a soluções mais complicadas. Quando a velocidade angular imposta gera uma tensão inferior à tensão limite de escoamento do fluido, o mesmo se deformará sob um regime conhecido como *plug flow* (12). Ou seja, uma parte do fluido será cisalhada, enquanto a outra se comportará como um sólido, conforme ilustrado na figura 3.32.

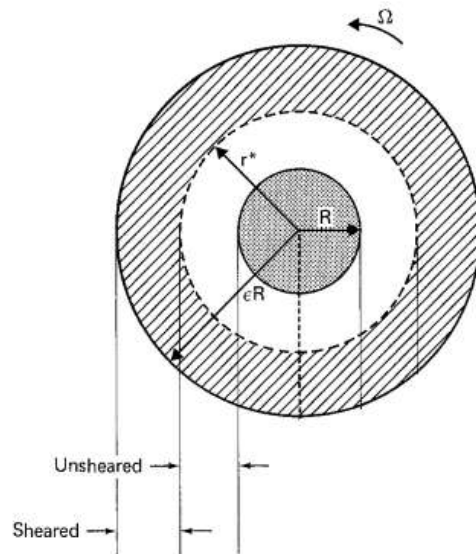


Figura 3.32: Ilustração do escoamento de um fluido com tensão limite parcialmente cisalhado (12)

Esse fenômeno pode não ocorrer em fluidos com tensões limite de escoamento baixas. Além disso, quando o *gap* entre os cilindros for suficientemente pequeno, é possível negligenciar a largura na qual ocorre o escoamento do fluido sob o regime de *plug flow*.

Yang e Krieger (68) demonstraram que a correção proposta pela aproximação de Power Law, pode conter erros substanciais quando empregada em fluidos que exibem comportamento viscoplástico.

Nguyen e Boger (12) desenvolveram um método para determinar a correção da taxa de cisalhamento quando o fluido está parcialmente cisalhado no espaço anular. Este método será descrito a seguir.

A equação 3-20 pode ser resolvida, de forma exata, a partir da substituição do limite inferior da integral pela tensão limite de cisalhamento τ_y . Em seguida, deriva-se ambos os lados da equação em relação a τ_{Rr} . Assim,

temos que a correção da taxa de cisalhamento, nestas condições, pode ser calculada a partir da equação 3-34.

$$\dot{\gamma} = 2 \tau n \quad (3-34)$$

No entanto, para emprego desta equação, é necessário saber, a priori, o valor da tensão limite de cisalhamento do fluido.

Para o cálculo da correção da taxa de cisalhamento, quando o fluido estiver completamente cisalhado, será empregado o método descrito na seção 3.10.1.

3.10.3

Herschel-Bulkley

Kelessidis e Maglione (71) apresentaram uma metodologia, na qual eles inverteram o modelo de Herschel-Bulkley na equação 3-20, utilizada para cálculo do fluxo de cisalhamento no espaço anular entre dois cilindros coaxiais. A seguir, será descrito o equacionamento proposto pelos pesquisadores.

Inicialmente, eles realizaram uma modificação na equação 3-20 a partir da mudança de variáveis da integral. Assim, obtém-se a equação 3-35.

$$\Omega = \int_1^s \left(\frac{1}{y} \right) f \left(\frac{\tau_i}{y^2} \right) dy \quad (3-35)$$

Onde,

$$y = \frac{r}{R_r}$$

$$f(\tau_i) = \dot{\gamma}_i$$

A partir do modelo reológico de Herschel-Bulkley, temos a equação 3-36.

$$f(\tau_i) = \left(\frac{\tau_i - \tau_y}{k} \right)^{1/n} \quad (3-36)$$

Onde,

τ_y , k e n são os parâmetros reológicos da equação de Herschel-Bulkley.

Substituindo a equação 3-36 na equação 3-35, temos a equação 3-37.

$$\Omega = \left(\frac{\tau_y}{k} \right)^{1/n} \int_1^s \left(\frac{1}{y} \right) \left(\frac{\tau_i}{\tau_y y^2} - 1 \right)^{1/n} dy \quad (3-37)$$

Para facilitar os cálculos, foi realizada uma nova mudança de variável. Sendo x dado pela equação 3-38, e rearranjando a equação 3-37, temos uma nova equação para determinação de Ω , 3-39

$$x = \frac{\tau_i}{\tau_y y^2} - 1 \quad (3-38)$$

$$\Omega = \left(\frac{1}{2}\right) \left(\frac{\tau_y}{k}\right)^{1/n} \int_B^A \frac{x^{1/n}}{(x+1)} dx \quad (3-39)$$

Onde,

$$A = \frac{\tau_i}{\tau_y} - 1$$

$$B = \frac{\tau_y}{\tau_y s^2} - 1$$

Em seguida, os autores consideraram duas regiões distintas de escoamento. Na primeira região, a tensão aplicada é menor que a tensão limite de escoamento, então temos que $-1 \leq x \leq 1$. Enquanto que na segunda região, a tensão aplicada é maior que a tensão limite de escoamento. Logo, temos que $x < -1$ e $x > 1$.

A equação 3-39 foi utilizada para determinar a taxa de cisalhamento real, a partir da sua expansão em série numérica e substituição dos respectivos limites de integração. Para mais detalhes, consultar a referência (71).

As equações 3-40 e 3-41 fornecem os cálculos da taxa de cisalhamento nas duas regiões, abaixo e acima da tensão limite de escoamento, respectivamente. Para utilização deste método, é necessário saber, a priori, o valor da tensão limite de cisalhamento do fluido.

$$\dot{\gamma} = \left[\frac{\tau_i}{k} - \frac{2\Omega}{\sum_{j=1}^{\infty} (-1)^j \left[\frac{\left(\frac{\tau_i}{\tau_y} - 1\right)^{1/n+1+j} - \left(\frac{\tau_i}{\tau_y s^2} - 1\right)^{1/n+1+j}}{1/n + 1 + j} \right]} \right]^n \quad (3-40)$$

$$\dot{\gamma} = \left[\frac{\tau_i}{k} - \frac{2\Omega}{\sum_{j=1}^{\infty} (-1)^j \left[\frac{\left(\frac{\tau_i}{\tau_y} - 1 \right)^{1/n-j} - \left(\frac{\tau_i}{\tau_y s^2} - 1 \right)^{1/n-j}}{1/n - j} \right]} \right]^n \quad (3-41)$$

Os cálculos serão feitos com o auxílio do software MatLab e o método dos mínimos quadrados será empregado na iteração do código para determinação da taxa de cisalhamento real. Os chutes iniciais serão definidos a partir de um curve-fit com os dados provenientes do reômetro. Assim, será possível otimizar a convergência da iteração.

3.11

Análise da escolha de diferentes funções de viscosidade em um escoamento simples

Serão feitas análises da queda de pressão e vazão em um escoamento em duto e espaço anular, unidirecional, com os parâmetros reológicos obtidos a partir de diferentes métodos e funções de viscosidade. O software Matlab será utilizado para auxiliar os cálculos.

Será desenvolvida a equação da vazão para um escoamento em tubo com o modelo de Herschel–Bulkley (3-42), a partir do balanço de massa e quantidade de movimento. As demais funções de viscosidade que serão utilizadas, Bingham e Power-law são casos particulares da anterior. Para o escoamento em tubo o diâmetro será considerado o diâmetro hidráulico e em anular será considerada a folga.

$$Q = \frac{\pi R^3}{4} \left(\frac{\tau_R}{k} \right)^{1/n} \left(1 - \frac{\tau_y}{\tau_R} \right)^{\frac{n+1}{n}}$$

$$\left[\left(1 - \frac{\tau_y}{\tau_R} \right)^2 \frac{n}{3n+1} + \left(1 - \frac{\tau_y}{\tau_R} \right) \left(\frac{\tau_y}{\tau_R} \right) \frac{2n}{2n+1} + \left(\frac{\tau_y}{\tau_R} \right)^2 \frac{n}{n+1} \right] \quad (3-42)$$

τ_R – Tensão na parede (Pa)

R – Raio do tubo ou espaço anular (m)

E a pressão pode ser calculada a partir da equação 3-43.

$$\Delta_P = \frac{2 \tau_R L}{R} \quad (3-43)$$

L – Comprimento do tubo

Dada uma pressão, a vazão pode ser calculada de forma analítica. Em contrapartida, a partir de uma dada vazão, a pressão deve ser calculada numericamente.

Para equação de Power law, considera-se $\tau_y=0$. Para equação de Bingham, considera-se $n=1$ e k corresponde à η_p .

4

Resultados e discussões

Com o intuito de garantir a obtenção de resultados confiáveis, antes do início dos experimentos, foi realizada uma criteriosa verificação da calibração do reômetro e viscosímetro. Os resultados encontram-se no anexo B. O viscosímetro rotacional foi reavaliado pela equipe técnica, para em seguida, dar-se início aos testes experimentais.

Testes preliminares foram realizados com diferentes fluidos e geometrias para definir a metodologia final do projeto. Estes experimentos, que estão descritos no anexo C, mostraram a necessidade da utilização de uma capa protetora de evaporação nas medições reológicas, principalmente com fluidos aquosos. Além disso, o emprego de uma geometria com menor raio de bob, comparado ao tradicionalmente utilizada na indústria, que propicia aquisição de resultados em baixas taxas de cisalhamento, poderia ser uma alternativa de pesquisa futura. Neste momento a alternativa foi inviável, devido à grande demanda de testes e correções.

As análises comparativas entre os equipamentos de medição reológica, com emprego de diferentes fluidos e metodologias experimentais, serão apresentadas nesta seção. Na figura 4.1 está explicitado um diagrama que mostra, em detalhamento, todas as etapas destas análises.

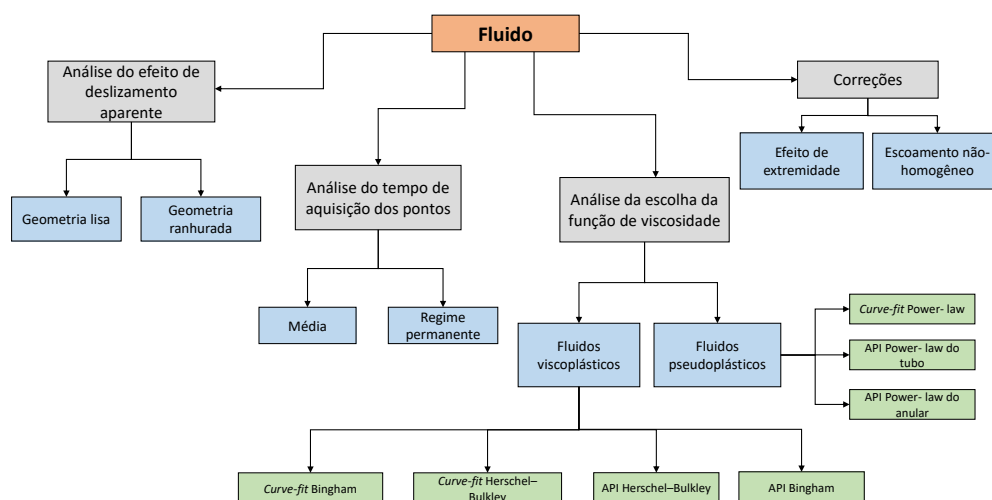


Figura 4.1: Diagrama de análises reológicas

4.1

Dispersões poliméricas

Inicialmente, serão descritos os resultados obtidos com fluidos modelos que representam o comportamento de fluidos da indústria de perfuração de poços de petróleo.

4.1.1

Carbopol

Nas figuras 4.2 e 4.3, encontram-se as curvas de escoamento das dispersões de Carbopol®, sendo uma dispersão aquosa com 0.1% de Carbopol® e uma dispersão aquosa de glicerina com 0.125% de Carbopol®, respectivamente. Essas curvas foram obtidas com a utilização do reômetro e empregando-se geometrias ranhuradas. Ambos fluidos apresentam tensão limite de escoamento e são modelados pela equação de Herschel-Bulkley, vide parâmetros reológicos apresentados nas figuras.

A utilização da glicerina como solvente promove uma queda abrupta na tensão limite de escoamento do fluido, apesar do aumento da concentração de polímero.

Nos gráficos das figuras 4.4, 4.5 e 4.6 são apresentados testes com geometrias lisas e ranhuradas no reômetro e no viscosímetro para verificar se há presença de deslizamento aparente e, se houver, em qual taxa de cisalhamento este efeito se inicia. A partir da análise das curvas obtidas com a geometria lisa, é possível validar a ocorrência deste efeito em razão da queda nos valores de tensão.

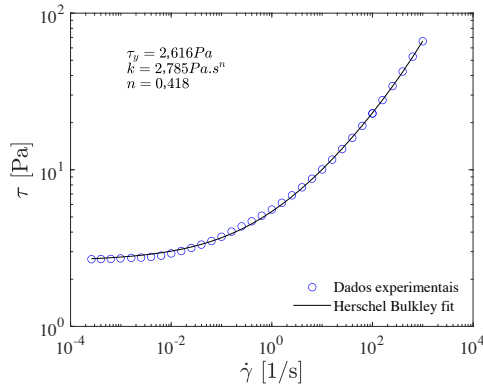


Figura 4.2: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, de dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®

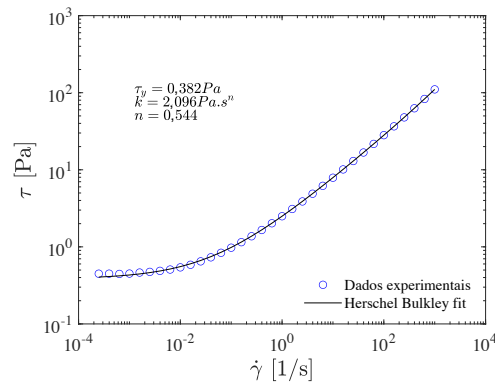


Figura 4.3: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, de dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®

A dispersão aquosa, com 0,1% de Carbopol® apresentou deslizamento na faixa de taxa de cisalhamento detectável pelo viscosímetro, a saber em torno de 5,1 1/s. Portanto, o emprego da geometria ranhurada usinada para este equipamento mostra-se eficiente para obtenção de resultados com maior exatidão em baixas deformações, evidenciado na figura 4.5.

Em contrapartida, nas taxas de cisalhamento superiores, as curvas possuem divergência nos valores. As tensões obtidas na taxa de cisalhamento mais alta, de 1021 1/s, apresentam diferença percentual equivalente a 13,4%. Supõe-se que isto ocorra devido a presença das ranhuras, já que em taxas altas podem haver escoamentos dentro das pirâmides (88). Assim, a folga considerada nos cálculos não estaria de acordo com a realidade do escoamento. O aumento da folga levaria a redução nos valores da taxa de cisalhamento e assim, a curva seria deslocada para a esquerda (89). Desta forma, os resultados das geometrias lisas e ranhuradas teriam maior concordância. Por este motivo, enfatiza-se a restrição da utilização das geometrias ranhuradas nas altas taxas de cisalhamento, enquanto que as geometrias lisas devem ser preferíveis nestas velocidades.

De acordo com a figura 4.6, a dispersão aquosa de glicerina com 0.125% de Carbopol® apresenta deslizamento aparente no reômetro a partir de 0.16 1/s, faixa que não é coberta pelo viscosímetro. Logo, a influência do deslizamento aparente não é investigada no viscosímetro com esse fluido.

Nos gráficos das figuras 4.7, 4.8, 4.9 e 4.10, os resultados foram obtidos a partir da utilização do viscosímetro rotacional. A análise feita levou em consideração a utilização de apenas 6 velocidades de rotação (600, 300, 200, 100, 6 e 3 rpm), indicadas pelas normas API, em comparação com as 12

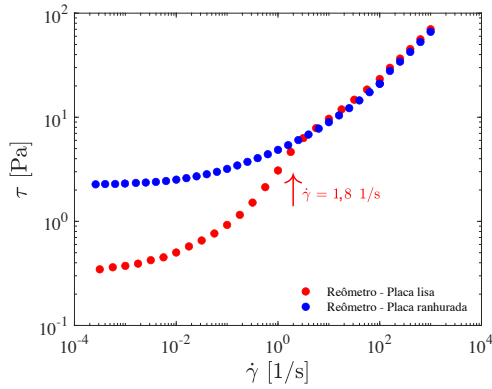


Figura 4.4: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®

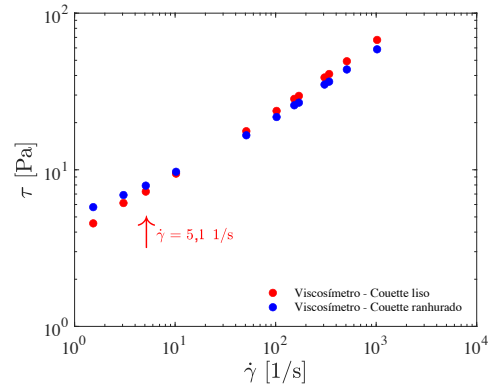


Figura 4.5: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®

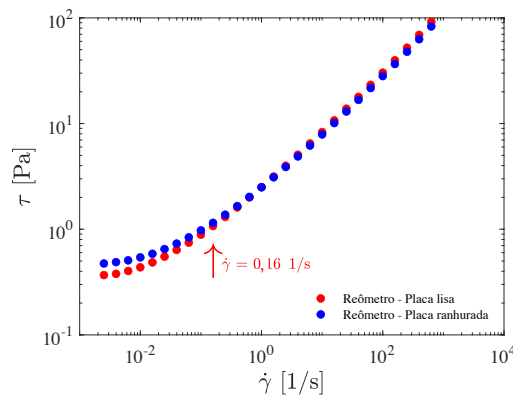


Figura 4.6: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, de dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®

velocidades possíveis de se obter com o equipamento. Além disso, foi feita uma avaliação dos resultados obtidos a partir da média das medidas descendentes e ascendentes, em comparação com as medidas obtidas após ser atingido o regime permanente. Este último é identificado na legenda como "RP".

Considerando-se que os parâmetros reológicos obtidos a partir dos testes realizados no reômetro são os mais exatos, os mesmos serão utilizados como base de comparação aos obtidos pelo viscosímetro. À vista disso, será possível verificar a acurácia do equipamento, mediante emprego de diferentes métodos e correções para obtenção dos parâmetros reológicos.

Para análise da dispersão de Carbopol® aquoso, foram utilizadas as geometrias ranhuradas nas baixas taxas (4 pontos inferiores) e geometrias lisas nas altas taxas (demais pontos). Observa-se nos gráficos 4.7 e 4.8 que

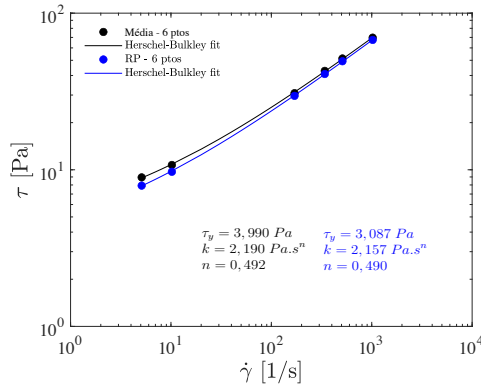


Figura 4.7: Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®

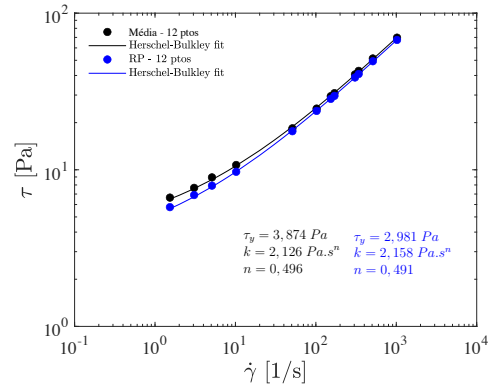


Figura 4.8: Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®

a aquisição de mais pontos na curva aproxima o valor da tensão limite àquele obtido no reômetro. Isto reafirma a necessidade da utilização do regime permanente para análise correta dos resultados. No entanto, quando não for possível a utilização de uma geometria ranhurada, as tensões obtidas nas velocidades de rotação correspondentes a 1,8 e 0,9 rpm podem propiciar maiores erros.

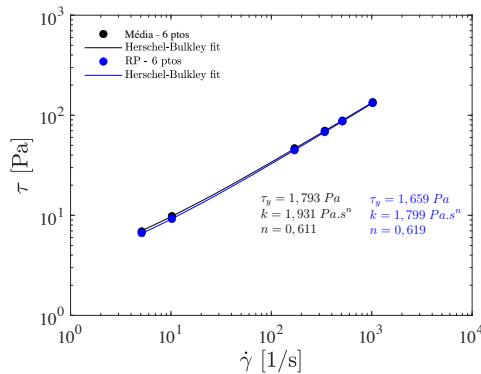


Figura 4.9: Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®

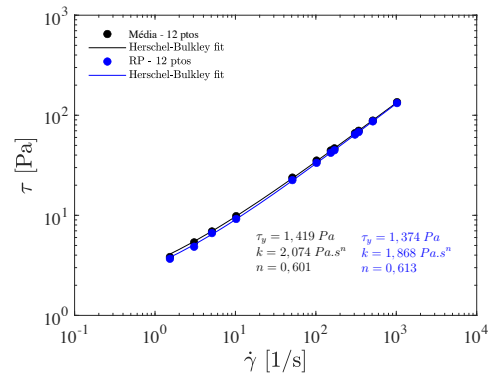


Figura 4.10: Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®

Os resultados para a dispersão aquosa de glicerina foram realizadas com o couette liso no viscosímetro, já que o efeito de deslizamento aparente não é verificado nas taxas impostas pelo equipamento. As conclusões obtidas com o

fluido anterior foram reafirmadas.

Nas tabelas 4.1 e 4.2 são mostrados os erros percentuais da tensão limite de escoamento em comparação com os resultados provenientes do reômetro. Nota-se que a utilização de glicerina como solvente aumenta consideravelmente os erros dos resultados obtidos com o viscosímetro. Isto poderia estar relacionado ao fato da glicerina possuir baixa capacidade térmica, ou seja, um sistema de controle térmico ineficiente (caso do viscosímetro) torna os resultados mais inexatos. Os erros percentuais serão calculados conforme a equação à 4-1.

$$Erro = 100 \left(\frac{V_{real} - V_{experimental}}{V_{real}} \right) \quad (4-1)$$

Onde, o V_{real} estará associado ao resultado mais exato, normalmente aquele obtido no reômetro. Além disso, aqueles obtidos com geometrias ranhuradas em baixas taxas de cisalhamento, quando houver presença do efeito de deslizamento aparente, serão considerados como o V_{real} em análises realizadas somente com o viscosímetro rotacional.

Tabela 4.1: Avaliação dos métodos de determinação da tensão limite de escoamento obtida com solução aquosa com 0,1 % de Carbopol®

Método	τ_y [Pa]	Erro [%]
Reômetro	2,616	–
Média - 6 pontos	3,990	52,5
Média - 12 pontos	3,874	48,1
RP - 6 pontos	3,087	18,0
RP - 12 pontos	2,981	14,0

Tabela 4.2: Avaliação dos métodos de determinação da tensão limite de escoamento obtida com solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol®

Método	τ_y [Pa]	Erro [%]
Reômetro	0,382	–
Média - 6 pontos	1,793	370,0
Média - 12 pontos	1,419	271,5
RP - 6 pontos	1,659	334,3
RP - 12 pontos	1,374	259,7

Nos gráficos das figuras 4.11, 4.12, 4.13 e 4.14, foram utilizados diferentes métodos para obtenção dos parâmetros reológicos dos resultados obtidos através do viscosímetro. Inclui-se *curve-fit* com os modelos de Herschel–Bulkley e Bingham devido ao fato dos fluidos serem viscoplásticos. Concomitantemente, foram utilizadas as equações API baseadas nestes mesmos modelos.

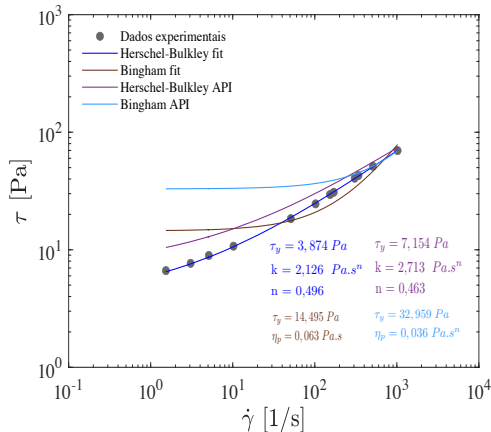


Figura 4.11: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®

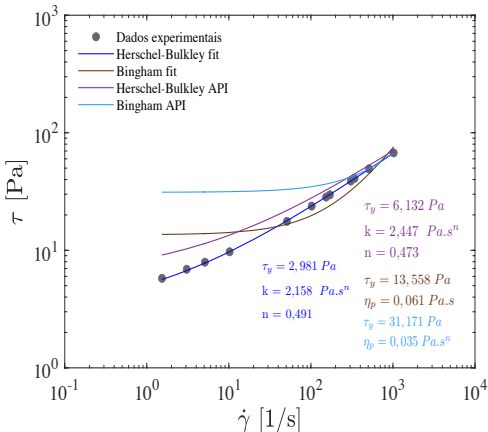


Figura 4.12: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol®

Verifica-se que, para ambos os fluidos, a equação de Herschel–Bulkley modela melhor os resultados. No entanto, quando se emprega as equações API baseadas neste modelo, a diferença na tensão limite de escoamento é extremamente significativa. Em todos os casos exemplificados, a utilização dos resultados obtidos no regime permanente atenuou as diferenças comparadas ao reômetro, com exceção daqueles obtido com as equações API baseadas

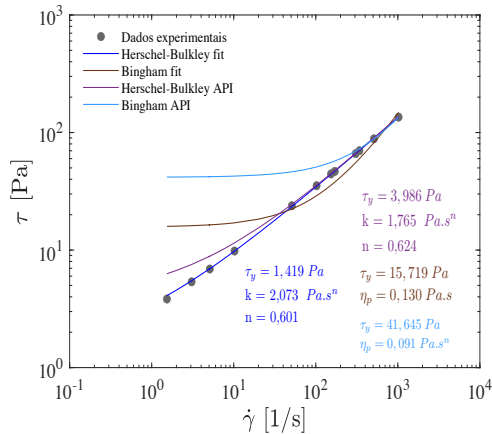


Figura 4.13: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®

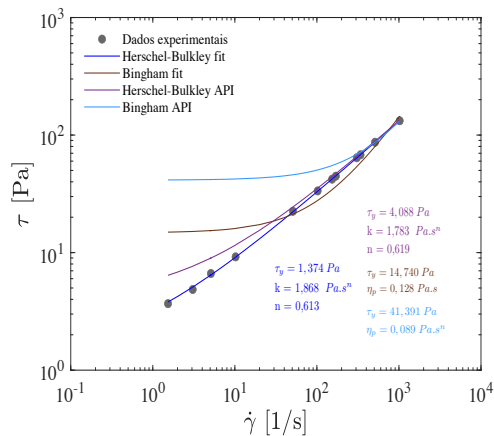


Figura 4.14: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa com 0,125% de Carbopol®

no modelo de Herschel–Bulkley para a dispersão de Carbopol® 0,125% em dispersão aquosa de glicerina.

Mediante aos ponderosos erros provenientes das equações API, é impossível afirmar quando o regime permanente promoverá melhora ou piora nos resultados. Isto ocorre pois o cálculo destes parâmetros se dá unicamente a partir da utilização de dois pontos da curva de escoamento. Além disso, a determinação dos parâmetros n e k do modelo de Herschel–Bulkley, pelas equações API, utilizam as velocidades de 600 e 300 rpm. Com as mesmas velocidades, os parâmetros de Bingham são calculados pelas equações API.

Por esta razão, os erros extremamente significativos podem estar associados a presença de escoamento secundário nestas taxas de cisalhamento. Nas tabelas 4.3 e 4.4, encontram-se os valores do número de Reynolds para as velocidades de rotação de 600 e 300 rpm, no viscosímetro, calculados de acordo com a equação 2-23, explicitada na seção 2.4.1.3. É possível verificar que nas duas velocidades, os valores são superiores a 50000, corroborando a hipótese levantada.

Tabela 4.3: Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com solução aquosa com 0,1 % de Carbopol®

Velocidade angular [rpm]	Re (média)	Re (RP)
600	207714,2	214795,4
300	70529,8	73453,3

Tabela 4.4: Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol®

Velocidade angular [rpm]	Re (média)	Re (RP)
600	138721,7	141667,5
300	53022,9	53958,6

Nas mesmas velocidades também ocorrem escoamentos secundários no reômetro, $Re_{600} = 208268,74$ e $Re_{300} = 82045,26$, já que o número de Reynolds é superior a 50000. Posto isto, é indicado que a faixa de taxa de cisalhamento utilizada não exceda valores muito altos.

O modelo de Bingham, tanto por meio de *curve-fit*, quanto pela utilização das equações API geram resultados alarmantes e extremamente inexatos.

A seguir serão mostrados os gráficos correspondentes às curvas de torque *versus* altura, fitados de acordo com o grau do polinômio que melhor modelou os resultados experimentais. Também serão exibidas tabelas com os novos valores de F_t (2.4.1.1), resultantes da correção de efeito de extremidade. Gráficos que comparam os resultados antes e depois das correções também serão apresentados.

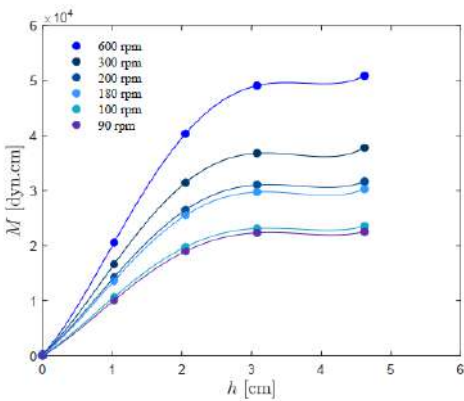


Figura 4.15: Correção de efeito de extremidade da solução aquosa com 0,1 % de Carbopol® - Parte 1

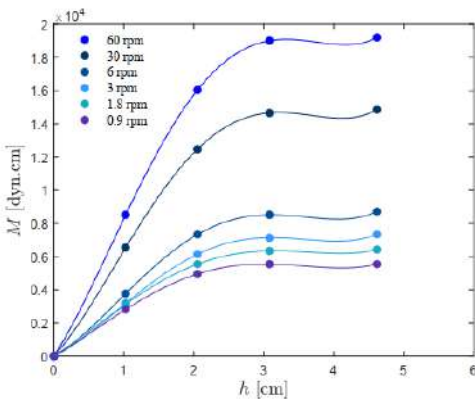


Figura 4.16: Correção de efeito de extremidade da solução aquosa com 0,1 % de Carbopol® - Parte 2

Tabela 4.5: Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade da solução aquosa com 0,1 % de Carbopol®

Velocidade [rpm]	Ft [Pa/°]
600	0,51050
300	0,51046
200	0,51054
180	0,51053
100	0,51052
90	0,51068
60	0,51068
30	0,51068
6	0,51068
3	0,51068
1,8	0,51068
0,9	0,51068

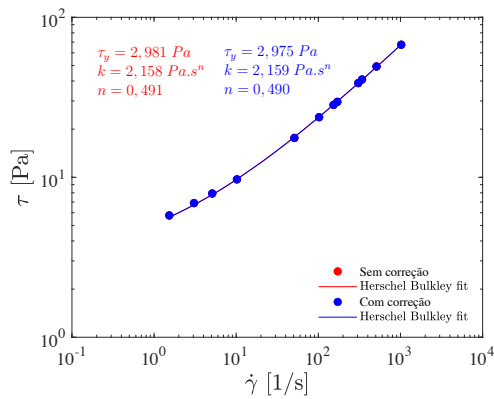


Figura 4.17: Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade da solução aquosa com 0,1 % de Carbopol®

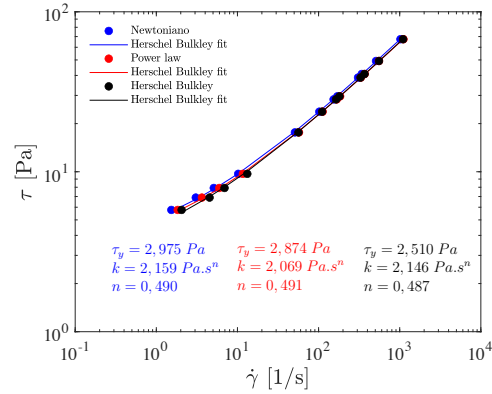


Figura 4.18: Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo da solução aquosa com 0,1 % de Carbopol®

Observa-se pela análise do gráfico da figura 4.17 que esta correção não modificou significativamente as tensões da curva e, conseqüentemente, a tensão limite de escoamento.

A correção de escoamento não-homogêneo, explicitada no gráfico da figura 4.18, evidencia o aumento das taxas de cisalhamento, quando corrigida baseada no modelo de Power law e, um aumento ainda maior para o modelo de Herschel-Bulkley.

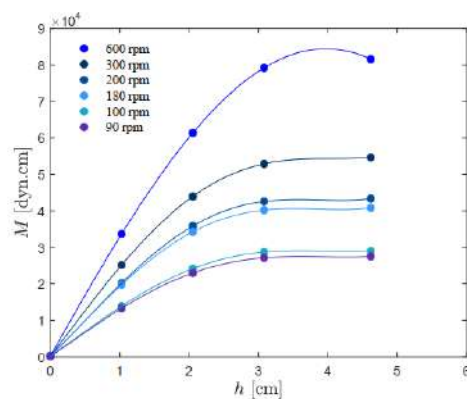


Figura 4.19: Correção de efeito de extremidade da solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol® - Parte 1

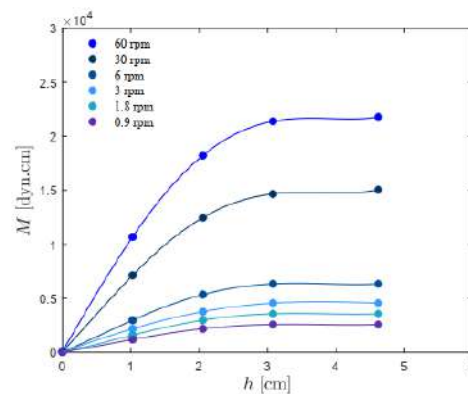


Figura 4.20: Correção de efeito de extremidade da solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol® - Parte 1

Tabela 4.6: Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade da solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol®

Velocidade [rpm]	Ft [Pa/°]
600	0,51061
300	0,51058
200	0,51055
180	0,51058
100	0,51053
90	0,51057
60	0,51059
30	0,51053
6	0,51049
3	0,51046
1,8	0,51025
0,9	0,51012

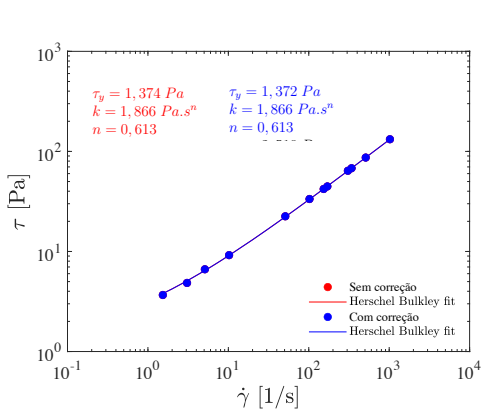


Figura 4.21: Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade da solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol®

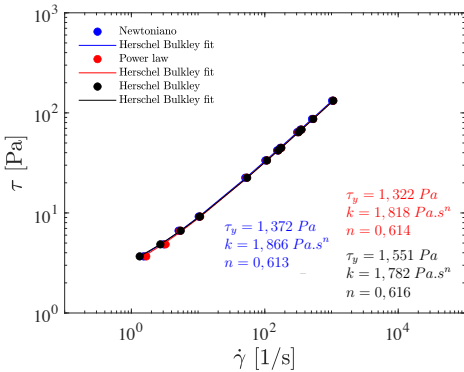


Figura 4.22: Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo da solução aquosa de glicerina com 0,125 % de Carbopol®

Da mesma forma que a dispersão aquosa de Carbopol®, este fluido não apresentou diferenças significativas nas tensões mediante a aplicação da correção de efeito de extremidade adicional.

As correções das taxas de cisalhamento baseadas no modelo de power law aumentaram o valor das mesmas. O contrário ocorreu quando foi utilizado o modelo de Herschel-Bulkley.

Empregando-se a correção para taxa de cisalhamento do modelo de Herschel-Bulkley e a correção de efeito adicional de extremidade, os erros entre os resultados do viscosímetro e reômetro, diminuíram de 14,0% para 4,0% e

aumentaram de 259,7% para 322,6%, em relação as dispersões de carbopol® aquoso e em solução aquosa de glicerina, respectivamente.

Empregando-se a correção para taxa de cisalhamento do modelo de Power law e a correção de efeito de extremidade, os erros entre os resultados do viscosímetro e reômetro, diminuíram de 14,0% para 9,9% e diminuíram de 259,7% para 246,1%, em relação as dispersões de carbopol® aquoso e em solução aquosa de glicerina, respectivamente.

Desta forma, constata-se que o emprego da correção para escoamento não-homogêneo, baseada no modelo de Herschel–Bulkley, não é satisfatória para a dispersão de Carbopol® em solução aquosa de glicerina. Isto pode estar associado ao fato do fluido possuir um valor de tensão limite pífio em relação a dispersão de Carbopol® aquoso, cuja correção de Herschel–Bulkley foi mais adequada.

Os gráficos das figuras 4.23 e 4.24 mostram os resultados antes e depois dos ajustes discutidos nesta seção. Para a curva de pré-ajustes foram utilizados 12 pontos, obtidos com a média dos valores ascendentes e descendentes e, empregando-se geometria lisa. Já para a curva pós-ajuste foi considerado 12 pontos, obtidos em regime permanente, empregando-se geometria lisa em altas taxas e ranhurada nas taxas inferiores. Além disso, as correções também foram incorporadas à curva de pós-ajustes.

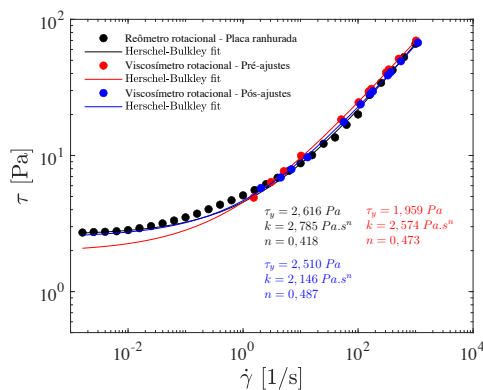


Figura 4.23: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com dispersão aquoso com 0,1% de Carbopol®

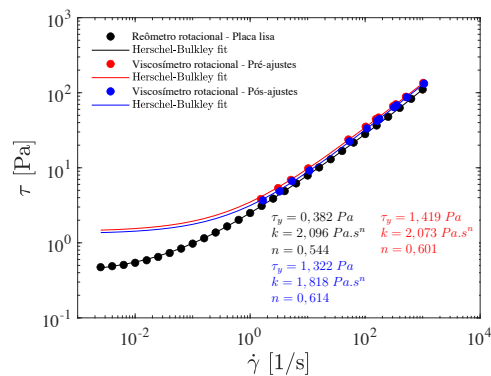


Figura 4.24: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol®

Nos gráficos 4.25, 4.26, 4.27 e 4.28 estão contidos os resultados de força gel das dispersões de Carbopol® obtidas com o reômetro.

Verifica-se que para a dispersão aquosa de Carbopol® não há repetibilidade entre os testes quando emprega-se a geometria lisa. O mesmo não ocorre quando a geometria ranhurada é utilizada. Por isso, é notório que o efeito de deslizamento aparente também prejudica a obtenção das medidas de força gel. Além disso, os testes feitos com a geometria lisa apresentam menores valores de força gel, o que se espera quando há deslizamento aparente da amostra.

Os testes realizados com a dispersão aquosa de glicerina não apresentam repetibilidade empregando-se ambas geometrias. Este fato deve estar associado a baixa capacidade térmica deste fluido, mencionada anteriormente.

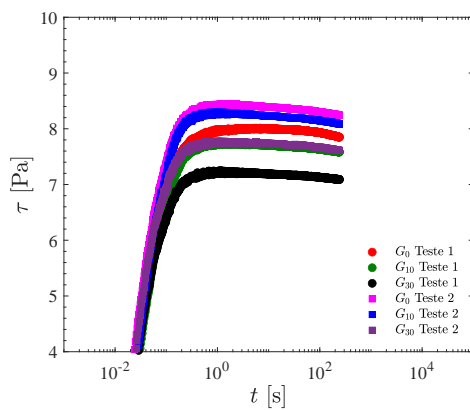


Figura 4.25: Teste de força gel com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol® e geometria lisa no reômetro

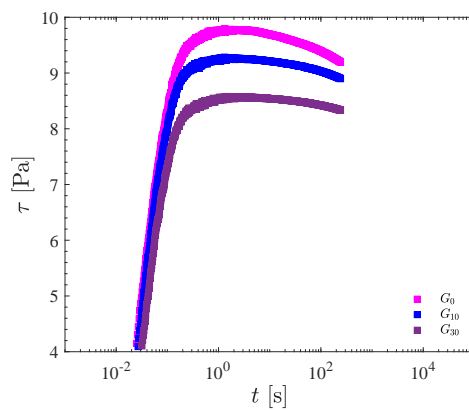


Figura 4.26: Teste de força gel com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol® e geometria ranhurada no reômetro

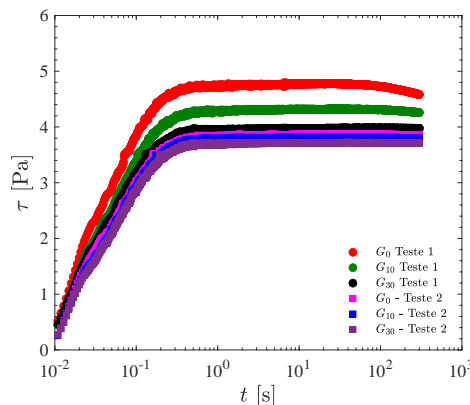


Figura 4.27: Teste de força gel com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol® e geometria lisa no reômetro

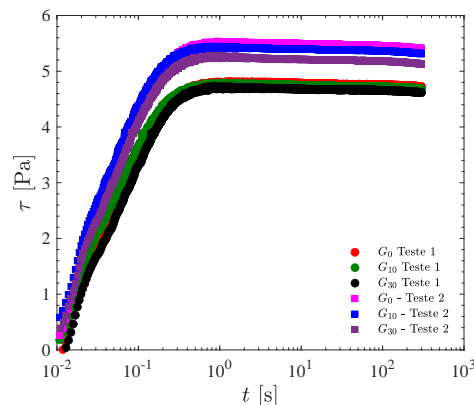


Figura 4.28: Teste de força gel com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol® e geometria ranhurada no reômetro

Para todas as dispersões deste polímero, houve queda dos valores de força gel, à medida que o tempo de repouso e, conseqüentemente, de reconstrução da microestrutura aumentou. Normalmente, espera-se que com a reconstrução da microestrutura do fluido, a tensão necessária para quebrá-la seja maior. No entanto, segundo a Lubrizol, o pó de Carbopol® Ultrez 10 apresenta sedimentação das suas partículas ao longo do tempo, o que explicaria a ocorrência do fenômeno observado (90).

Nos gráficos 4.29, 4.30, 4.31 e 4.32 estão contidos os resultados de força gel das dispersões de Carbopol® obtidas com o viscosímetro.

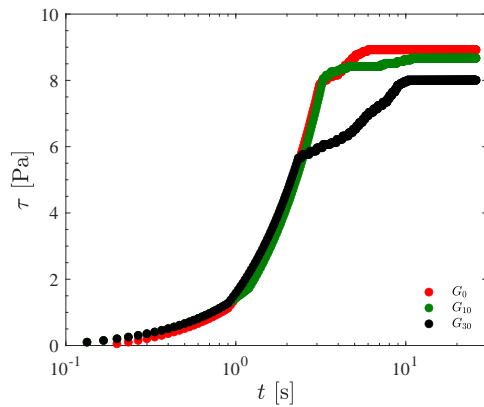


Figura 4.29: Teste de força gel com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol® e geometria lisa no viscosímetro

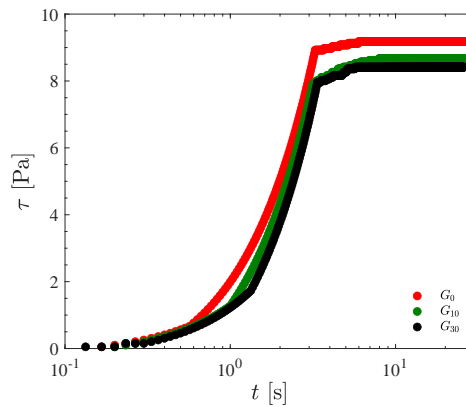


Figura 4.30: Teste de força gel com dispersão aquosa com 0,1% de Carbopol® e geometria ranhurada no viscosímetro

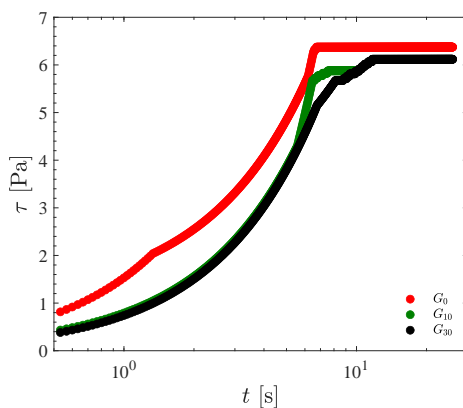


Figura 4.31: Teste de força gel com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol® e geometria lisa no viscosímetro

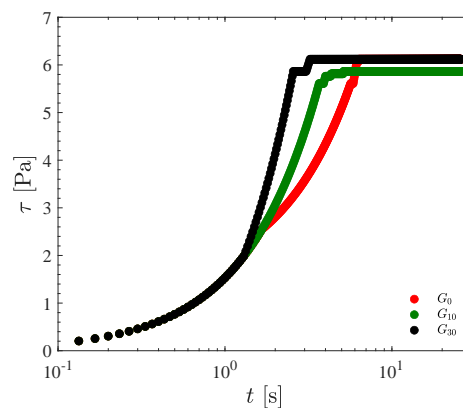


Figura 4.32: Teste de força gel com dispersão aquosa de glicerina com 0,125% de Carbopol® e geometria ranhurada no viscosímetro

Todos os testes apresentaram repetibilidade em razão da deficiente resolução do equipamento. Os valores obtidos com as geometrias lisas e ranhuradas foram acentuadamente próximos. A tendência de queda nas tensões com o tempo de reestruturação se manteve, para ambas dispersões. Os valores obtidos com o viscosímetro foram inferiores aos do reômetro para a dispersão de Carbopol® aquoso. O contrário ocorreu para a dispersão de Carbopol® em solução aquosa de glicerina. Testes com mais fluidos são necessários para verificar o por quê desta ocorrência.

4.1.2 Poliacrilamida

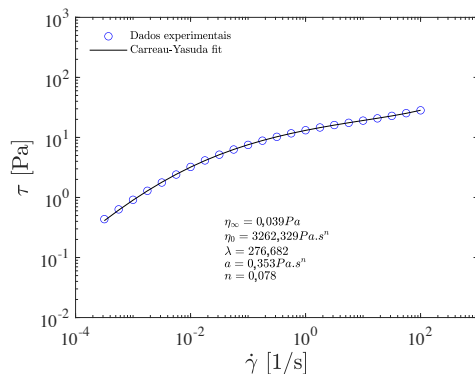


Figura 4.33: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, de dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%

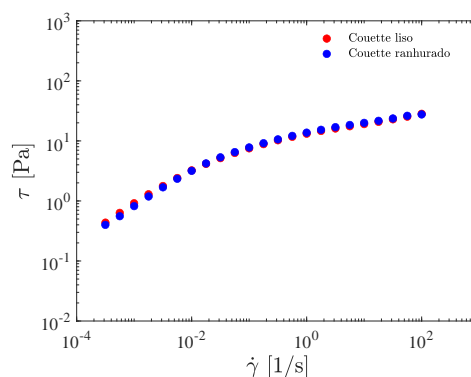


Figura 4.34: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%

Os resultados obtidos com a dispersão polimérica de poliacrilamida mostram ausência de tensão limite de escoamento e comportamento pseudoplástico, conforme figura 4.33. Seus dados foram modelados pela equação de Carreau-Yassuda. Na figura 4.34 é possível verificar que o fluido não apresenta o fenômeno de deslizamento aparente, já que as curvas obtidas com geometria lisa e ranhurada estão em conformidade.

Os resultados obtidos através do viscosímetro, encontram-se nas figuras 4.35 e 4.36. Verifica-se as diferenças nos parâmetros reológicos obtidas com a média em comparação com o regime permanente e 5 pontos em comparação com 11 pontos. Além disso, nota-se que não foi possível obter resultado de tensão de cisalhamento na velocidade de 600 rpm. Isso ocorre em decorrência da elevada elasticidade do fluido em questão. Também é importante salientar

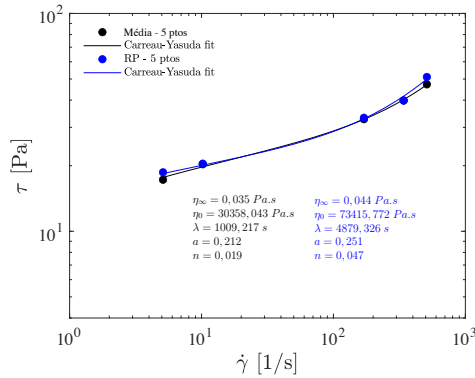


Figura 4.35: Curva de escoamento, com 5 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%

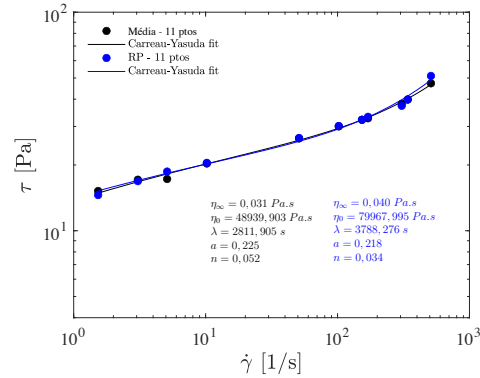


Figura 4.36: Curva de escoamento, com 11 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%

que, pelo mesmo motivo, em todas as medições, o ponteiro do viscosímetro apresentou oscilações.

A análise desses resultados será feita em termos de η_0 e η_∞ , já que os mesmos ilustram a tendência dos valores de tensão nas baixas e altas taxas de cisalhamento. Em comparação ao reômetro, em termos de η_∞ a utilização de 5 pontos mostrou praticamente a mesma diferença quando empregado média ou regime permanente. Por outro lado, em termos de η_0 houve aumento do seu valor com o regime permanente, e consequente afastamento em relação a curva do reômetro nas taxas mais baixas.

O aumento do número de pontos na curva de escoamento, no regime permanente, apresentou melhor resultado de η_∞ . Mas a mesma tendência de aumento do η_0 foi observada. Ressalta-se que por se tratar de um fluido comportado, essas diferenças foram pouco significativas e não comprometem os resultados obtidos mediante emprego das diferentes metodologias.

Os experimentos apresentados nesta seção foram realizados com geometrias lisas em razão da ausência do efeito de deslizamento aparente. Em seguida, foi feita a análise da escolha dos modelos e equações API para determinação dos parâmetros reológicos.

As equações API utilizam os resultados da deformação obtida em determinadas velocidades angulares. Existem dois conjuntos de equações baseadas no modelo de Power law, para tubo e espaço anular. Aquelas desenvolvidas para o tubo levam em conta altas velocidades, dado que nesta região de perfuração as mesmas são atingidas. Já aquelas desenvolvidas para o espaço anular levam em conta baixas taxas de cisalhamento, dado que há

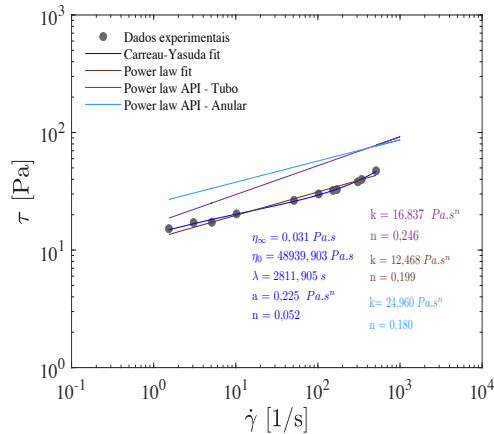


Figura 4.37: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%

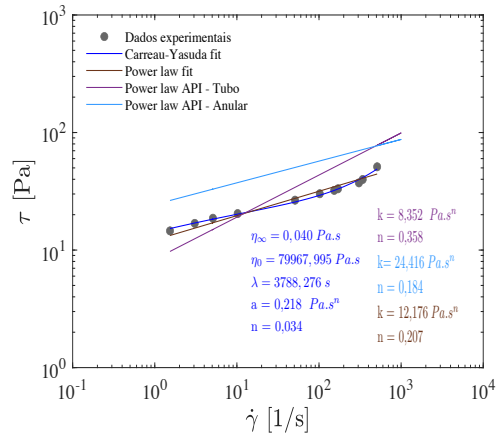


Figura 4.38: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%

redução da velocidade durante o retorno do fluido de perfuração e carregamento dos cascalhos.

Nas figuras 4.37 e 4.38, observa-se que as curvas obtidas por meio das equações API apresentam bastante discordância com os dados experimentais. As curvas do espaço anular apresentam valor de k superior às curvas do tubo. Isso ocorre pois elas foram desenvolvidas para que maiores valores de tensão fossem levadas em consideração nas baixas taxas de cisalhamento, como se houvesse uma tensão limite de escoamento. Por outro lado, os valores de n no tubo devem ser maiores, pois o objetivo é modelar os pontos provenientes das medições em altas taxas de cisalhamento, ao qual o fluido é exposto nesta seção de perfuração. Ou seja, os resultados entre tubo e espaço anular estão coerentes, apesar dos mesmos não descreverem corretamente o comportamento do fluido em questão.

É importante ressaltar que os valores das deformações nas velocidades de 600 e 300 rpm foram substituídos pelos valores obtidos nas velocidades de 300 e 200 rpm, já que não foi possível obter medidas na rotação de 600 rpm. Este fator também pode ter acentuado os erros provenientes das equações API baseadas no modelo de Power law para o tubo.

O *curve fit* com a equação de power law modela fluidos que não apresentam tensão limite de escoamento. Para este fluido, a modelagem se mostrou bem coerente com os resultados. No entanto, é notório que a escolha

pela equação de Carreau-Yassuda torna a leitura das tensões mais exatas, principalmente nos limites inferiores e superiores, já que leva em consideração seus patamares newtonianos.

As diferenças entre as curvas construídas através do *curve fit*, obtidas com a média e regime permanente, foram pouco significativas, conforme visto anteriormente. Entre as curvas obtidas pelas equações API no espaço anular também houveram diferenças insignificantes. Diferenças expressivas foram observadas nas curvas obtidas pelas equações API no tubo. Isso pode ser explicado pela grande oscilação do ponteiro do viscosímetro, mais significativa nas altas velocidades de rotação, o que torna esses resultados pouco confiáveis.

A equação API para cálculo dos parâmetros n e k do modelo de Power law, no tubo, leva em consideração as velocidades de 600 e 300 rpm, para este fluido, foi substituído por 300 e 200 rpm. Em razão deste fato, os resultados provenientes das equações para o tubo podem ter sido afetados pela presença de escoamento secundário. Os valores do número de Reynolds na velocidade de 300 rpm é maior que 50000, conforme mostrados na tabela 4.7.

Tabela 4.7: Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com solução aquosa de poliacrilamida 0,86 %

Velocidade angular [rpm]	Re (média)	Re (RP)
300	83954,5	77657,9
200	44249,5	44249,5

As correções de efeito de extremidade e escoamento não-homogêneo serão mostradas a seguir.

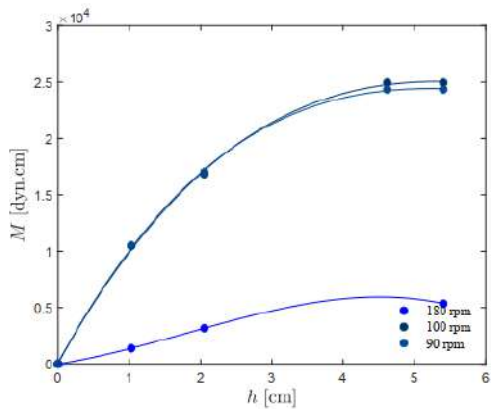


Figura 4.39: Correção de efeito de extremidade da solução aquosa de poliacrilamida 0,86 % - Parte 1

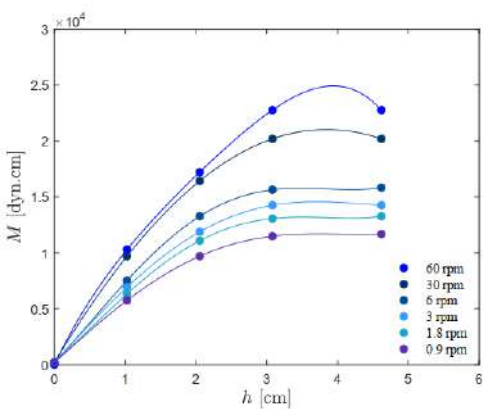


Figura 4.40: Correção de efeito de extremidade da solução aquosa de poliacrilamida 0,86 % - Parte 2

Tabela 4.8: Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade da solução aquosa de poliacrilamida 0,86 %

Velocidade [rpm]	Ft [Pa/°]
180	0,51068
100	0,51055
90	0,51061
60	0,51058
30	0,51045
6	0,51031
3	0,51032
1,8	0,51024
0,9	0,51025

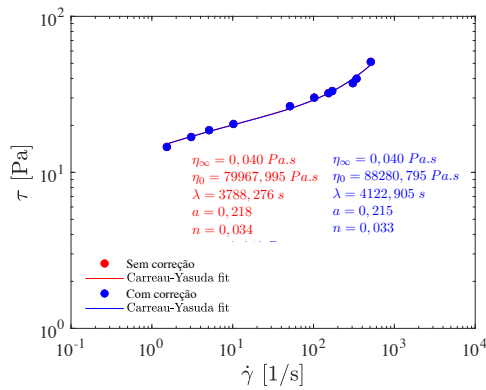


Figura 4.41: Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade da solução aquosa de poliacrilamida 0,86 %

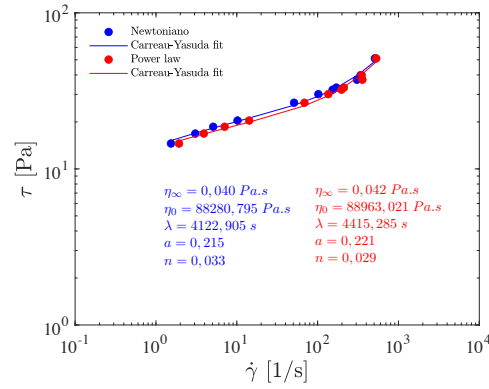


Figura 4.42: Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo da solução aquosa de poliacrilamida 0,86 %

Este fluido também não apresentou mudanças significativas em seus resultados com a aplicação do efeito de extremidade (vide figura 4.41). A correção de escoamento não-homogêneo foi feita apenas baseada no modelo de Power law, já que o fluido não apresenta tensão limite de escoamento. As novas taxas de cisalhamento foram superiores aos valores não corrigidos.

No gráfico na figura 4.43, a curva pré-ajustes foi construída com 11 pontos, média dos valores ascendentes e descendentes e a curva pós-ajustada foi obtida com 11 pontos, em regime permanente e incorporação das correções. Verifica-se que com a aplicação das correções o valor de η_{∞} se aproximou do valor do reômetro. No entanto, a diferença é pouco significativa, enfatizando que a aplicação das correções para este fluido não possuem efeitos práticos positivos, já que em baixas taxas, a curva pré-ajustes possui maior coincidência com o reômetro (η_0 mais próximo).

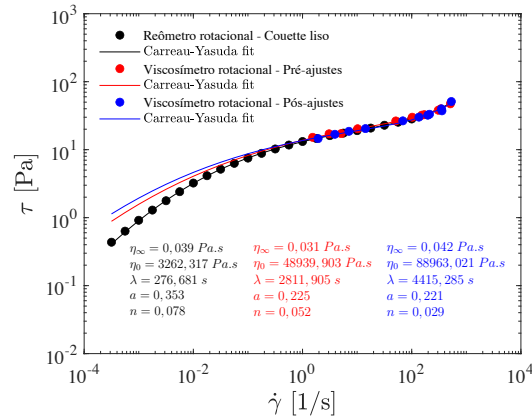


Figura 4.43: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86%

A força gel obtida no reômetro e viscosímetro rotacional com geometria lisa é explicitada nos gráficos das figuras 4.44 e 4.45, respectivamente. Observa-se repetibilidades nos testes efetuados no reômetro. No entanto, as curvas obtidas com o viscosímetro apresentaram equivalência somente para o G_0 . A alta elasticidade do fluido gera uma memória da sua deformação, que retorna ao seu estado inicial lentamente. Desta forma, torna-se difícil se obter repetibilidade e resultados confiáveis neste equipamento. Testes com uma dispersão polimérica de poliacrilamida menos concentrada foram realizados para verificar se há diminuição desta memória elástica e, conseqüentemente, repetibilidade nos resultados. Os mesmos serão apresentados ainda nesta seção.

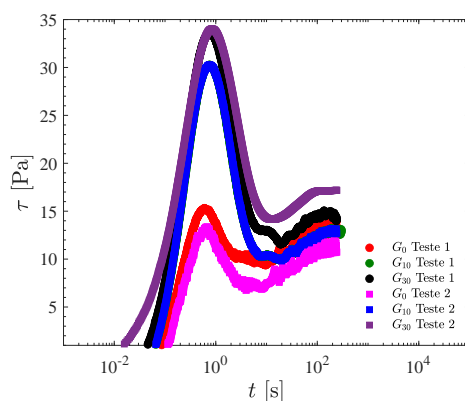


Figura 4.44: Teste de força gel com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86% e geometria lisa no reômetro

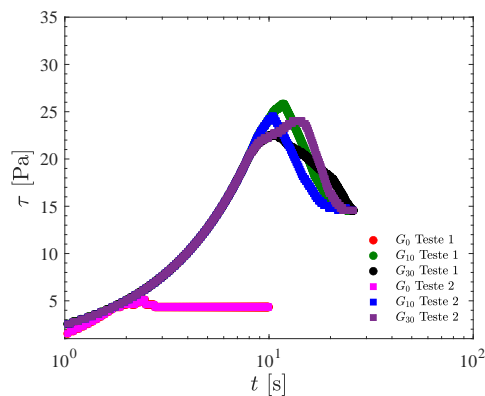


Figura 4.45: Teste de força gel com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86% e geometria lisa no viscosímetro

Além disso, verifica-se redução nos valores de força gel obtidos no

viscosímetro em relação àqueles provenientes do reômetro. Observa-se que, nos testes realizados com o reômetro, o pico das curvas (valores de força gel) ocorrem em milésimos de segundo, enquanto que os resultados obtidos com o viscosímetro demandam mais tempo. Isto pode estar associado ao efeito de inércia, já que o reômetro possui correção para isto, ao contrário do viscosímetro. Além deste equipamento não apresentar correção para este efeito, sua robustez acentua este fenômeno.

Posto isto, se o viscosímetro fosse capaz de determinar o pico da curva em milésimos de segundo, provavelmente sua máxima tensão seria maior. O reômetro que possui melhor precisão e correção do efeito de inércia propicia medidas de força gel com maior acurácia. Testes com outros fluidos podem enfatizar esta suposição.

A seguir, serão mostrados alguns resultados efetuados com uma dispersão aquosa de poliacrilamida 0,25%. Sua elasticidade é inferior à dispersão de 0,86%, indicada pela comparação entre seus módulos elásticos (G'), explicitado no gráfico de varredura de tensão, da figura 4.46.

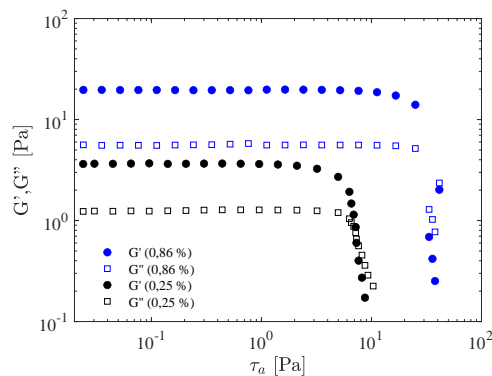


Figura 4.46: Teste de varredura de tensão com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,86% e 0,25%

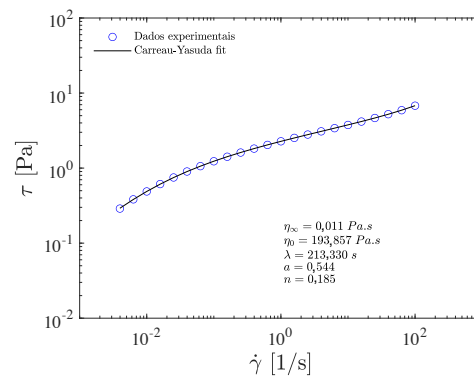


Figura 4.47: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, de dispersão aquosa de poliacrilamida 0,25%

Na figura 4.47 é possível verificar a redução nos valores dos parâmetros reológicos da dispersão aquosa de poliacrilamida 0,25%, devido a redução da sua concentração. O comportamento é equivalente e também há ausência do efeito de deslizamento aparente.

A força gel obtida com a dispersão de poliacrilamida menos concentrada está explicitada nos gráficos da figura 4.48 e 4.49. Os testes realizados em ambos equipamentos apresentaram repetibilidade. Dessa forma, é possível comprovar que a elasticidade da amostra pode ser um fator relevante no

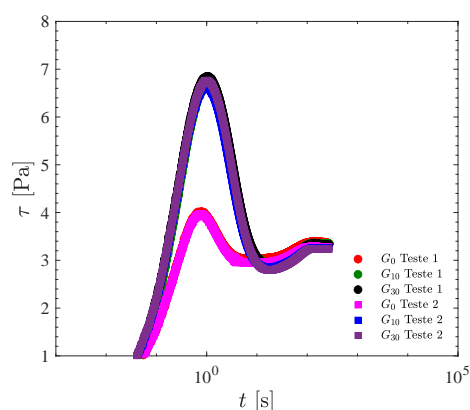


Figura 4.48: Teste de força gel com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,25% e geometria lisa no reômetro

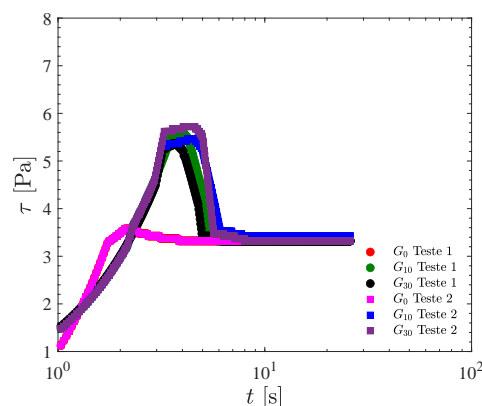


Figura 4.49: Teste de força gel com dispersão aquosa de poliacrilamida 0,25% e geometria lisa no viscosímetro

aumento dos erros provenientes das medições realizadas no viscosímetro rotacional.

Fluidos de perfuração aquosos normalmente possuem em sua composição poliacrilamida. É extremamente importante verificar sua elasticidade, de modo que se obtenham medidas mais assertivas neste equipamento.

4.2

Fluidos de perfuração e tampão viscoso

4.2.1

Fluido de perfuração multifuncional

O fluido de perfuração multifuncional possui uma nova formulação cuja fase contínua é bioglicerina. Sua utilização no mercado de perfuração de poços é recente e por isso o estudo da sua reologia se torna ainda mais necessário. Possui comportamento pseudoplástico e é bem modelado pela equação proposta por Carreau-Yassuda, conforme figura 4.50. Além disso, este fluido não apresenta deslizamento aparente.

Na figura 4.51 está explicitado um gráfico de varredura de tensão para verificar a elasticidade do fluido. Seu módulo elástico (G') é próximo ao valor obtido com a dispersão aquosa de poliacrilamida 0,25% (seção 4.1.2). Por esta razão, é possível que sua elasticidade não interfira nos resultados obtidos no viscosímetro rotacional.

Nos gráficos das figuras 4.52 e 4.53 estão explicitadas as diferenças referentes aos métodos de aquisição dos pontos. A utilização de mais pontos não alterou significativamente os valores de η_{∞} . A obtenção das medidas no

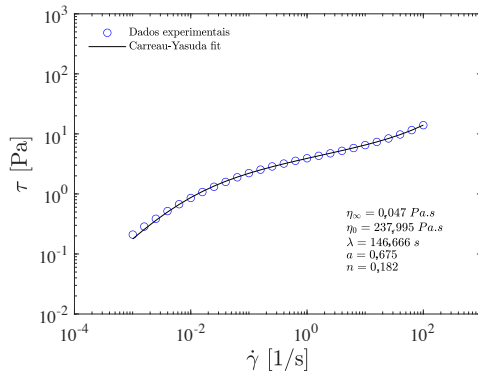


Figura 4.50: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração multifuncional

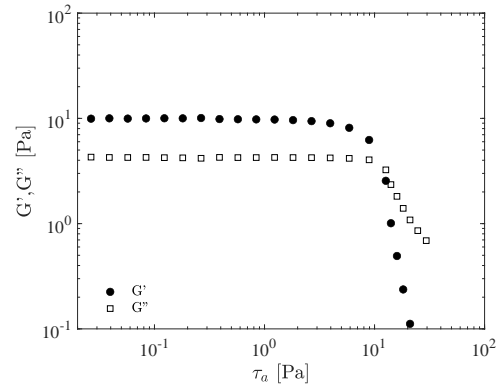


Figura 4.51: Teste de varredura de tensão com fluido de perfuração multifuncional

regime permanente reduziu o valor das tensões medidas, porém esta alteração foi mínima. A utilização do regime permanente provocou o aumento nos valores de η_0 , principalmente com 6 pontos.

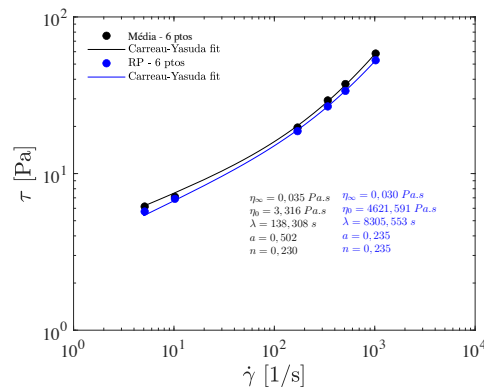


Figura 4.52: Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com fluido de perfuração multifuncional

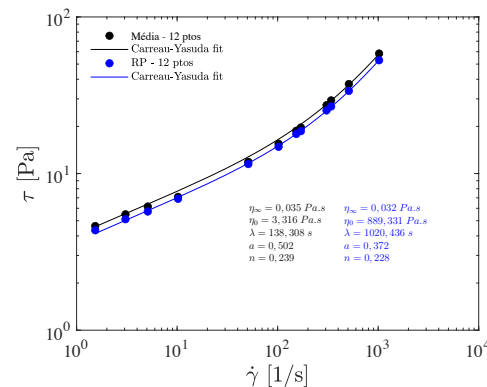


Figura 4.53: Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com fluido de perfuração multifuncional

De acordo com as figuras 4.54 e 4.55 é possível verificar novamente coerência nos resultados de k e n , no tubo e espaço anular, conforme visto para a dispersão de poliacrilamida 0,86% (vide seção 4.1.2). O *curve-fit* com a equação de Power law apresentou boa modelagem dos pontos obtidos em altas taxas de cisalhamento. Por outro lado, as equações API mostraram divergência significativa dos resultados experimentais. Poucas diferenças foram notadas entre os resultados obtidos com média e regime permanente.

Na tabela 4.9 estão contidos os valores do número de Reynolds. Em ambas velocidades analisadas, os valores foram superiores a 50000. Dessa forma, o

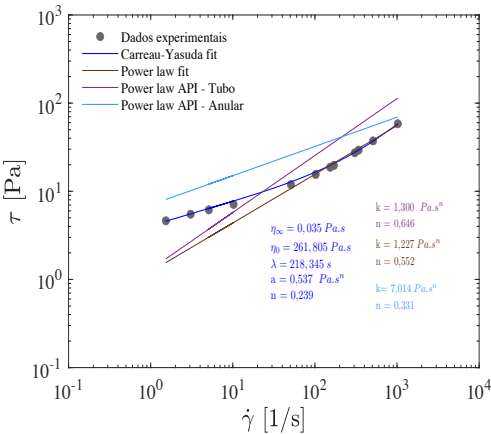


Figura 4.54: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração multifuncional

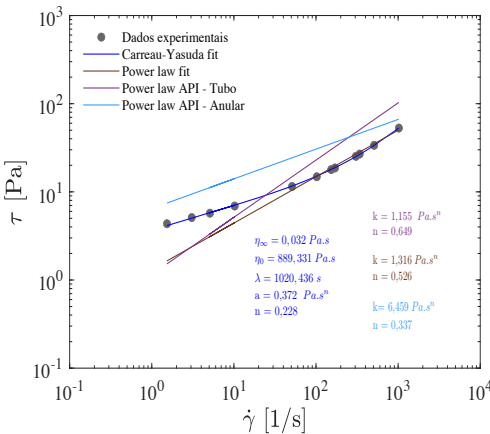


Figura 4.55: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração multifuncional

escoamento secundário pode estar prejudicando a aquisição de medidas nestas velocidades e, conseqüentemente a determinação dos parâmetros pela equação do tubo.

Tabela 4.9: Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com fluido de perfuração multifuncional

Velocidade angular [rpm]	Re (média)	Re (RP)
600	295381,8	326061,6
300	115573,2	127831,0

A aplicação das correções de efeito de extremidade e escoamento não homogêneo estão detalhadas a seguir.

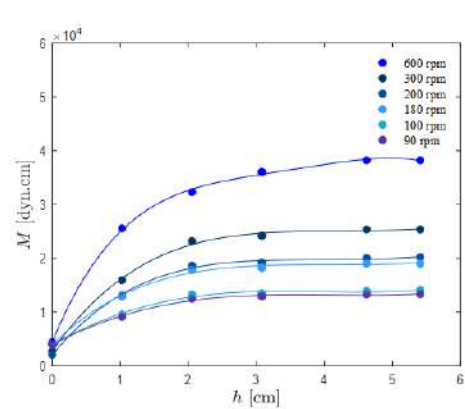


Figura 4.56: Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração multifuncional - Parte 1

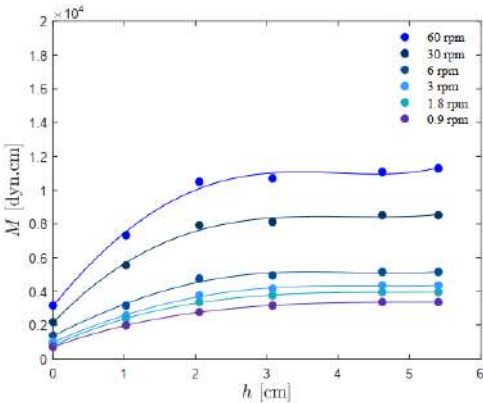


Figura 4.57: Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração multifuncional - Parte 2

Tabela 4.10: Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração multifuncional

Velocidade [rpm]	Ft [Pa/°]
600	0,51068
300	0,50962
200	0,51003
180	0,50980
100	0,50995
90	0,51009
60	0,51014
30	0,51010
6	0,50999
3	0,50997
1,8	0,51068
0,9	0,50994

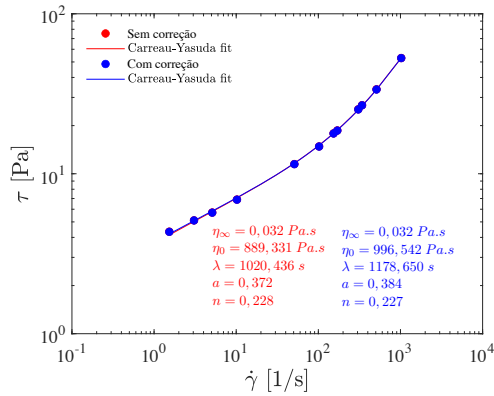


Figura 4.58: Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade do fluido de perfuração multifuncional

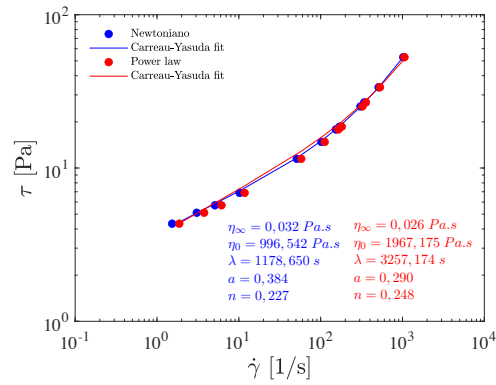


Figura 4.59: Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo do fluido de perfuração multifuncional

As mesmas considerações feitas para a dispersão de poliacrilamida 0,86% podem ser aplicadas a este fluido.

Na figura 4.60 encontram-se os dados de pré-ajustes, onde foram considerados 12 pontos, obtidos com a média entre os pontos ascendentes e descendentes, com geometria lisa, a curva de pós-ajustes, cujos dados foram obtidos com 12 pontos, em regime permanente, geometria lisa e a incorporação das correções. Além disso, a curva obtida no reômetro com geometria ranhurada.

Os valores de η_0 e η_∞ obtidos na curva de pré-ajustes foram mais próximos aos do reômetro. Apesar disso, os *curve-fit* de ambas as curvas obtidas no viscosímetro foram coincidentes com a curva do reômetro. Desta forma, entende-se que o fluido é comportado e a medição de suas propriedades reológicas com o viscosímetro rotacional não propiciará erros extremamente significativos.

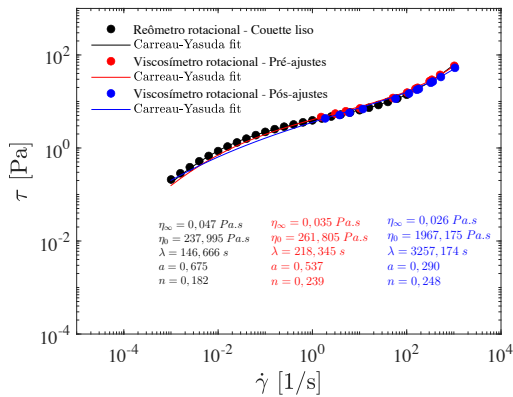


Figura 4.60: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional, antes e depois dos ajustes, com fluido de perfuração multifuncional

Os resultados de força gel em ambos equipamentos estão ilustrados nas figuras 4.61 e 4.62. Os testes apresentaram repetibilidade. Os valores obtidos no viscosímetro foram um pouco inferiores aos do reômetro e os erros percentuais estão explicitados na tabela 4.11.

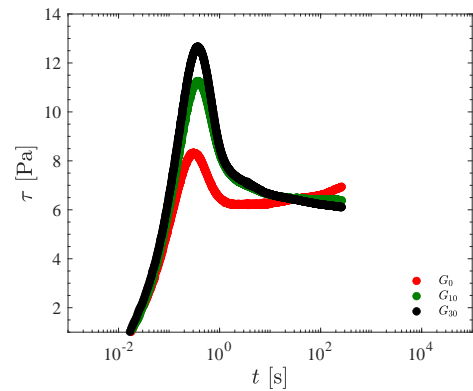


Figura 4.61: Teste de força gel com fluido de perfuração multifuncional e geometria lisa no reômetro.

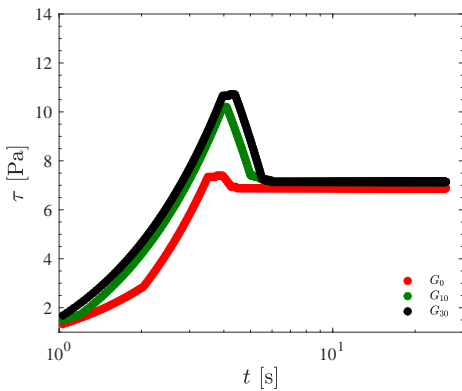


Figura 4.62: Teste de força gel com fluido de perfuração multifuncional e geometria lisa no viscosímetro

Tabela 4.11: Avaliação da força gel obtida em diferentes equipamentos com fluido de perfuração multifuncional e geometria lisa

Equipamento	G_0 [Pa]	G_{10} [Pa]	G_{30} [Pa]
Reômetro	8,20	11,61	12,70
Viscosímetro	7,14	10,20	10,71
Erro [%]	12,93	12,14	15,70

4.2.2

Tampão viscoso

A formulação base do tampão viscoso é equivalente a de um fluido de perfuração, no entanto, o mesmo é adensado e viscosificado. Na figura 4.63 é possível constatar que o fluido apresenta comportamento pseudoplástico e ausência de tensão limite de escoamento. Posto isso, os resultados da curva de escoamento podem ser modelados pela equação de Carreau-Yassuda.

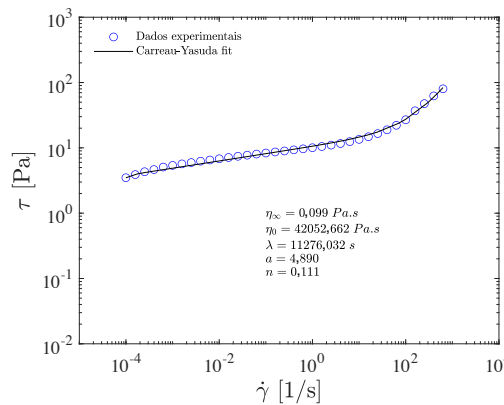


Figura 4.63: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com tampão viscoso

Nos gráficos das figuras 4.64 e 4.65, encontram-se as curvas obtidas no reômetro e viscosímetro para verificação do efeito de deslizamento aparente. No reômetro, na taxa de 0,18 1/s ocorre uma queda abrupta da tensão obtida com geometria lisa, evidenciando a presença deste fenômeno (91). No entanto, em taxas superiores, as curvas já apresentam pouca conformidade, sugerindo que possa estar ocorrendo um deslizamento menos significativo nas velocidades mais intermediárias. Nas curvas provenientes do viscosímetro, verifica-se que nos quatro últimos pontos, as tensões obtidas com a geometria lisa também foram inferiores. Desta forma, para este fluido serão utilizadas geometrias lisas nas altas taxas e ranhuradas nas baixas.

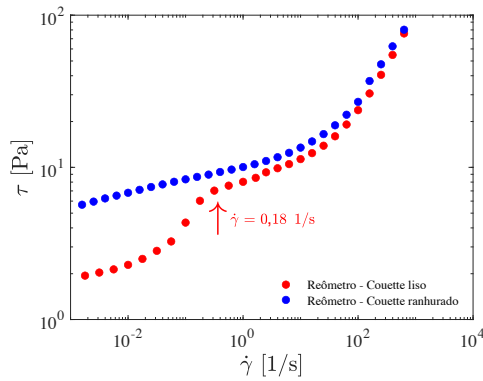


Figura 4.64: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com tampão viscoso

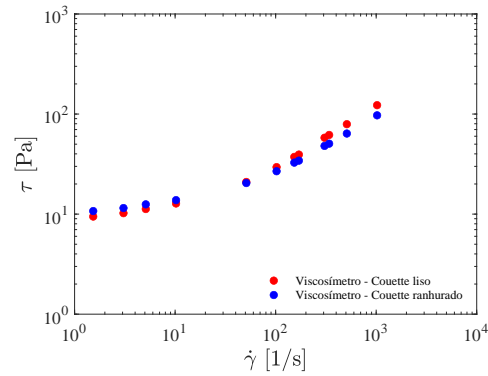


Figura 4.65: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em viscosímetro rotacional, com tampão viscoso

Fluidos modelados pela equação de Carreau-Yassuda, apresentados neste estudo, não apresentaram diferenças significativas nos parâmetros reológicos com o aumento do número de pontos, ou até mesmo aquisição das medidas com média e regime permanente. O mesmo comportamento pode ser visto para este fluido nos gráficos das figuras 4.66 e 4.67. Em termos de η_∞ , a curva que possui o resultado mais próximo do reômetro é aquela obtida com a média e 6 pontos, e aquela que apresenta valor de η_0 mais próximo foi construída com 12 pontos e em regime permanente.

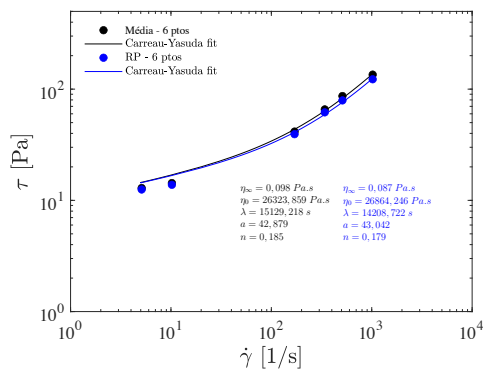


Figura 4.66: Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com tampão viscoso

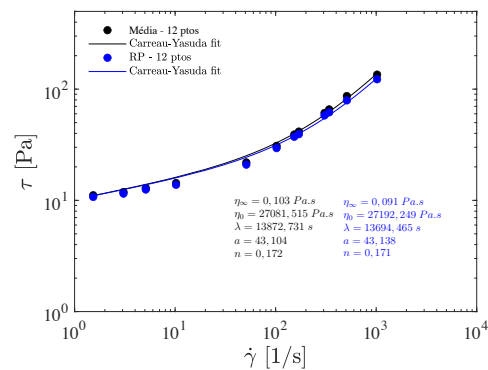


Figura 4.67: Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional, com tampão viscoso

Nos gráficos das figuras 4.68 e 4.69 são mostrados os resultados referentes a obtenção dos parâmetros reológicos a partir do emprego de diferentes modelos e equações.

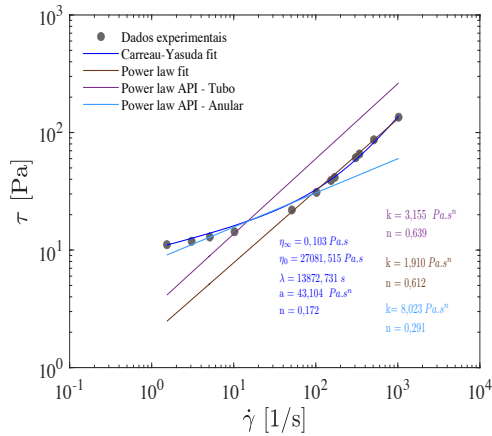


Figura 4.68: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com tampão viscoso

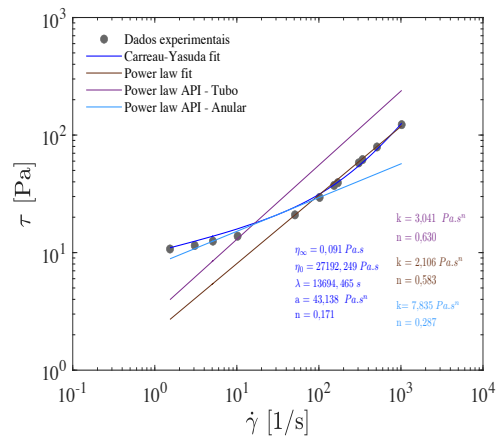


Figura 4.69: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com tampão viscoso

O curve-fit baseado na equação de Power law modela bem os resultados obtidos nas altas taxas de cisalhamento. As equações API apresentaram coerência entre os resultados do tubo e espaço anular. A equação do espaço anular modelou os resultados experimentais obtidos nas baixas taxas de cisalhamento, o que é desejável. No entanto, a curva do tubo está afastada dos dados experimentais obtidos nas taxas de cisalhamento mais altas. Essa discrepância significativa pode estar ocorrendo em razão da presença de escoamento secundário, já que o número de Reynolds nas velocidades utilizadas na equação do tubo estão acima do valor de 50000, conforme tabela 4.12.

Tabela 4.12: Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com tampão viscoso

Velocidade angular [rpm]	Re (média)	Re (RP)
600	159508,5	62113,4
300	175625,5	67984,1

Enfatiza-se que a utilização do *curve-fit* baseado no modelo proposto por Carreau-Yassuda propicia resultados de tensão com maior acurácia. As diferenças entre os resultados obtidos com média e regime permanente foram pequenas. Isto posto, revela que fluidos que não apresentam tensão limite de escoamento podem ser caracterizados com metodologias mais simples e rápidas (média e 6 pontos).

As correções do efeito de extremidade e escoamento não-homogêneo serão mostradas a seguir.

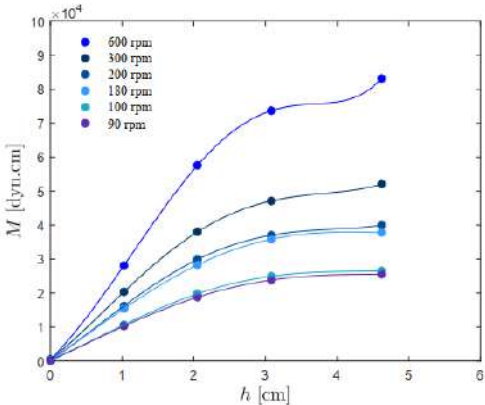


Figura 4.70: Correção de efeito de extremidade do tampão viscoso - Parte 1

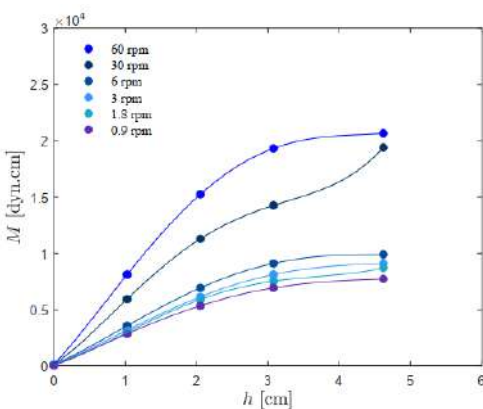


Figura 4.71: Correção de efeito de extremidade do tampão viscoso - Parte 2

Tabela 4.13: Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade do tampão viscoso

Velocidade [rpm]	Ft [Pa/°]
600	0,51045
300	0,51038
200	0,51051
180	0,51051
100	0,51042
90	0,51042
60	0,51047
30	0,51034
6	0,51015
3	0,51008
1,8	0,51016
0,9	0,51049

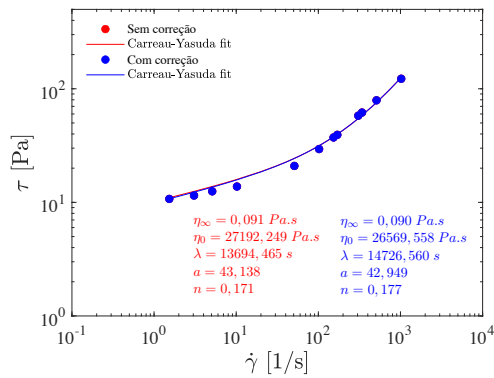


Figura 4.72: Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade do tampão viscoso

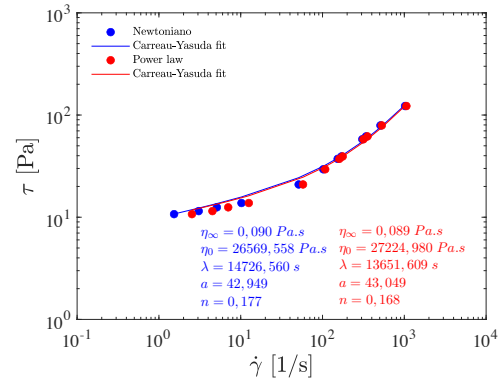


Figura 4.73: Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo do tampão viscoso

As mesmas observações apresentadas para a dispersão de poliácridamida são válidas para este fluido.

Foram considerados os resultados obtidos com 12 pontos, média das medidas ascendentes e descendentes e geometria lisa para construção da curva de pré-ajustes. Por outro lado, foram utilizados 12 pontos, obtidos em regime permanente, com geometria lisa nas altas taxas e ranhurada nas baixas taxas, com incorporação das correções de efeito de extremidade e escoamento não homogêneo, para construção da curva de pós-ajustes. Os resultados encontram-se na figura 4.74, assim como a curva obtida no reômetro rotacional com geometria ranhurada. Diferenças pouco significativas nos valores de η_0 e η_∞ foram encontradas, enfatizando novamente que metodologias mais simples podem ser utilizadas para fluidos sem tensão limite de escoamento.

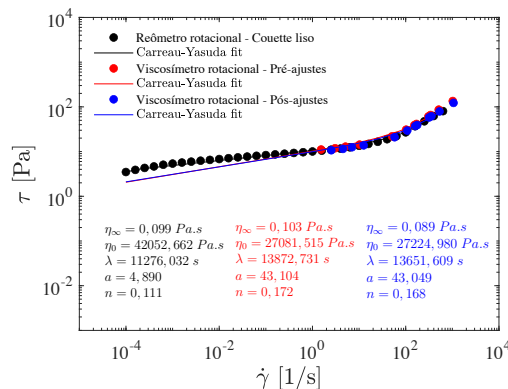


Figura 4.74: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional, antes e depois dos ajustes, com tampão viscoso

Os resultados de força gel obtidos com geometria lisa no reômetro não apresentaram repetibilidade, conforme figura 4.75.

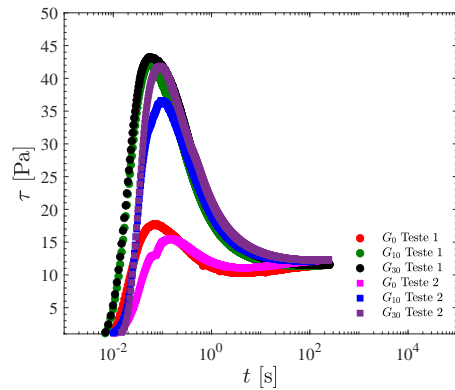


Figura 4.75: Teste de força gel com tampão viscoso e geometria lisa no reômetro.

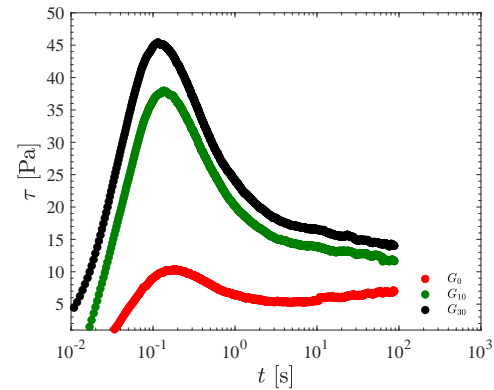


Figura 4.76: Teste de força gel com tampão viscoso e geometria ranhurada no reômetro

A mesma tendência obtida no reômetro se repetiu para o viscosímetro, valores médios de G_{10} e G_{30} obtidos com geometria lisa foram inferiores aos obtidos com geometria ranhurada, conforme figuras 4.77 e 4.78, evidenciando presença de efeito de deslizamento aparente, principalmente quando os fluidos estavam mais reestruturados.

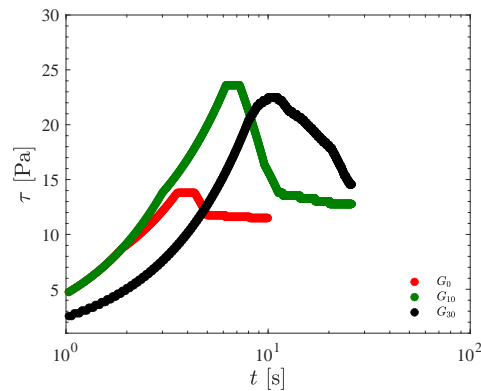


Figura 4.77: Teste de força gel com tampão viscoso e geometria lisa no viscosímetro.

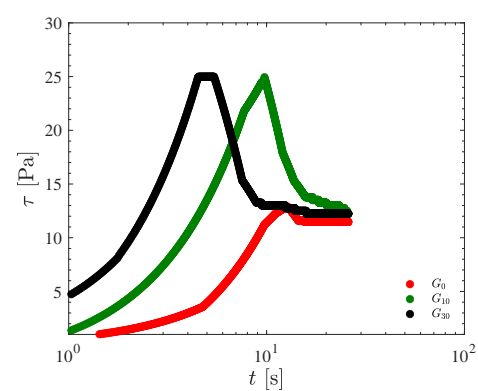


Figura 4.78: Teste de força gel com tampão viscoso e geometria ranhurada no viscosímetro

Na tabela 4.14 encontram-se os resultados de força gel obtido em ambos equipamentos, com geometria ranhurada. Além disso, o erro em relação ao resultado do reômetro (considerado o mais exato) também está explicitado. Nota-se que a medida que o nível de estruturação do fluido aumenta, as incertezas associadas ao viscosímetro também são maiores.

Tabela 4.14: Avaliação da força gel obtida em diferentes equipamentos com tampão viscoso e geometria ranhurada

Equipamento	G_0 [Pa]	G_{10} [Pa]	G_{30} [Pa]
Reômetro	12,75	26,10	31,20
Viscosímetro	12,85	24,93	24,99
Erro [%]	0,78	4,48	19,9

4.2.3
Fluido de perfuração aquoso

O fluido de perfuração aquoso possui tensão limite de escoamento e foi modelado pela equação de Herschel-Bulkley, conforme figura 4.79.

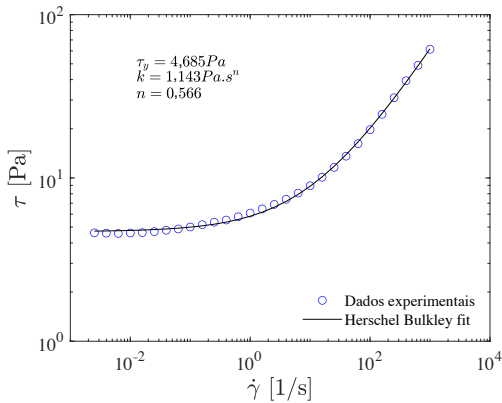


Figura 4.79: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração aquoso.

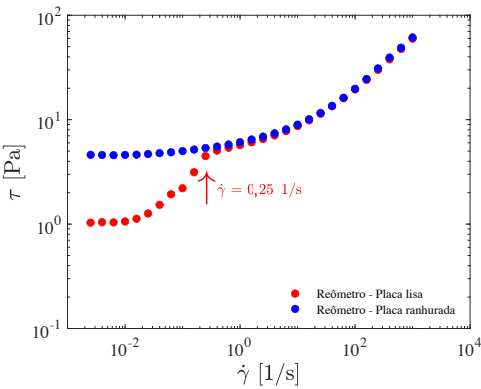


Figura 4.80: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração aquoso

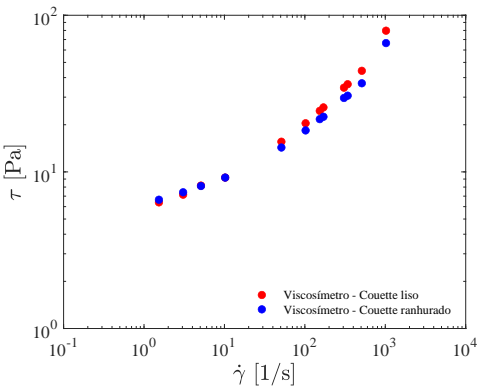


Figura 4.81: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em viscosímetro rotacional, com fluido de perfuração aquoso

Observa-se, através da figura 4.80, a presença de deslizamento aparente a partir da taxa de cisalhamento de 0,25 1/s. Devido à proximidade deste valor com o menor valor de taxa de cisalhamento detectável pelo viscosímetro (1,5 1/s sem correção de escoamento não homogêneo), também foram realizados testes de curva de escoamento no viscosímetro com ambas geometrias. A figura 4.81 mostra que, nos dois pontos inferiores da curva, há uma pequena queda no valor das tensões quando foi empregada geometria lisa, sugerindo a presença do fenômeno de deslizamento aparente. Nas altas taxas houve divergência entre os valores, corroborando a hipótese de escoamento nas ranhuras.

A comparação entre os resultados obtidos com média e regime permanente e, 6 pontos e 12 pontos, encontram-se nas figuras 4.82, 4.83, 4.84 e 4.85. Nos dois primeiros gráficos foi utilizada geometria lisa e nos demais, geometria lisa em altas taxas e ranhurada nas baixas taxas de cisalhamento.

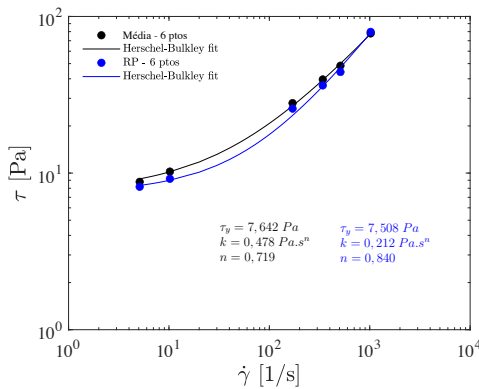


Figura 4.82: Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa, com fluido de perfuração aquoso

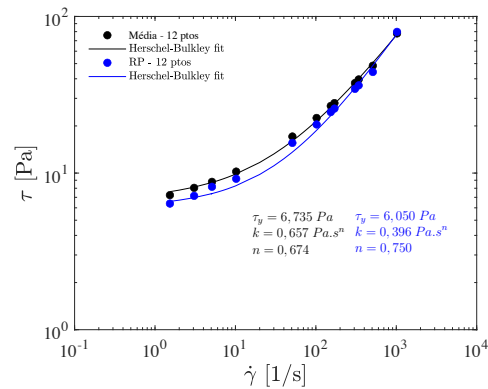


Figura 4.83: Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa, com fluido de perfuração aquoso

Os resultados obtidos com geometria lisa mostram que o regime permanente causa queda nos valores de tensão, aproximando-os ao resultado obtido com o reômetro. No entanto, quando foram utilizados os 12 pontos da curva de escoamento, a queda no valor da tensão limite de escoamento foi extremamente acentuada, fundamentando a presença de deslizamento aparente nos dois pontos inferiores da curva de escoamento. Apesar da aproximação com o valor da tensão limite de escoamento obtida no reômetro, este valor parece ser incorreto.

As medidas obtidas em regime permanente, com as geometrias ranhuradas em baixas taxas, também promoveram maior acurácia aos resultados. A tensão limite de escoamento obtida a partir do *curve fit* com

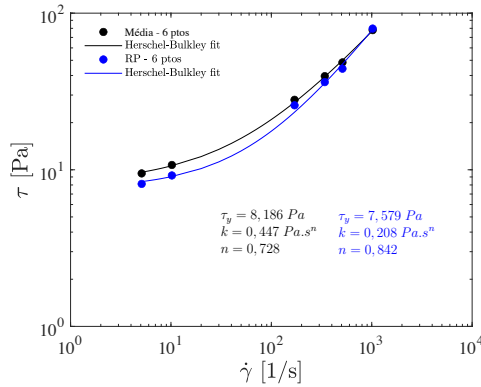


Figura 4.84: Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, com fluido de perfuração aquoso

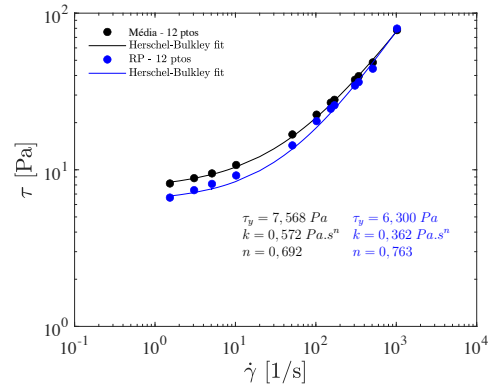


Figura 4.85: Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, com fluido de perfuração aquoso

12 pontos tornou o resultado mais exato e a acentuada queda em razão do deslizamento aparente foi evitada.

Quando somente 6 pontos são utilizados para a realização do *curve-fit* e determinação dos parâmetros reológicos, reduz-se a possibilidade de se evitar a incorporação de erros provenientes do deslizamento. No entanto, o emprego da geometria ranhurada promove a utilização de mais pontos em taxas inferiores e assim, o aumento na acurácia dos resultados.

Tabela 4.15: Avaliação dos métodos de determinação da tensão limite de escoamento obtida com fluido de perfuração aquoso

Método	τ_y [Pa]	Erro [%]
Reômetro	4,685	—
Média - 6 pontos	8,186	74,7
Média - 12 pontos	7,568	61,5
RP - 6 pontos	7,579	61,8
RP - 12 pontos	6,300	34,5

Na tabela 4.15, encontram-se os erros referentes aos valores da tensão limite de escoamento obtidos no viscosímetro com geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, em comparação ao valor obtido no reômetro. Observa-se novamente que a utilização de mais pontos na curva de escoamento e emprego do regime permanente propicia resultados mais exatos.

Os resultados obtidos com a geometria ranhurada, em baixas taxas de cisalhamento, foram escolhidos para evitar o erro associado ao deslizamento

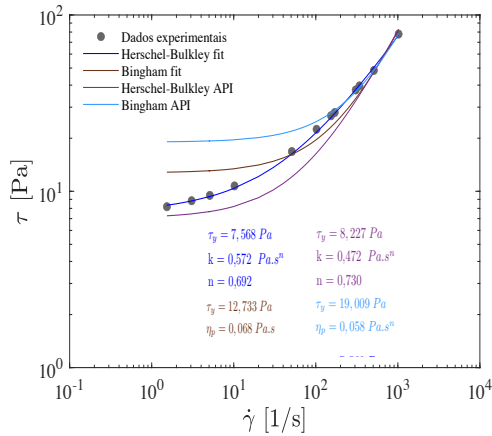


Figura 4.86: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração aquoso

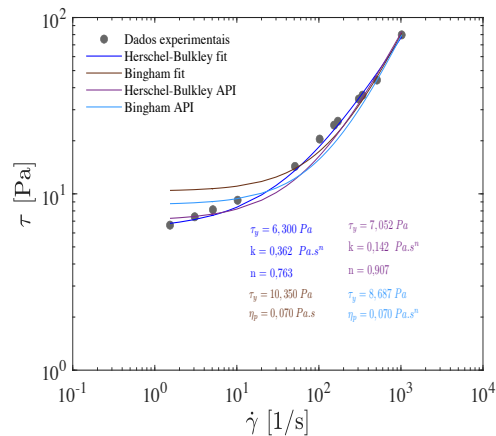


Figura 4.87: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração aquoso

aparente. Verifica-se no gráfico da figura 4.86 que os erros provenientes da utilização do modelo de Bingham foram extremamente altos, principalmente com o emprego das equações API. No entanto, as mesmas equações baseadas no modelo de Herschel-Bulkley apresentaram um resultado discrepante, porém mais próximo ao valor obtido pelo reômetro.

Quando foram utilizados os resultados obtidos no regime permanente (figura 4.87), todos os valores de tensão limite de escoamento se aproximaram ao obtido no reômetro. No entanto, o resultado proveniente do *curve-fit* com modelo de Bingham foi ainda mais distante dos demais.

Os valores do número de Reynolds estão explicitados na tabela 4.16. A ocorrência de escoamento secundário também pode estar colaborando para a pouca concordância dos resultados provenientes das equações API, principalmente baseado no modelo de Bingham.

Tabela 4.16: Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com fluido de perfuração aquoso

Velocidade angular [rpm]	Re (média)	Re (RP)
600	210673,1	205946,5
300	84680,2	92854,5

Desta forma, os resultados obtidos no viscosímetro, com geometria

ranhurada em baixas taxas e lisa em altas taxas, 12 pontos e em regime permanente, foram submetidos a correção de efeito de extremidade e escoamento não homogêneo e os resultados estão explicitados a seguir.

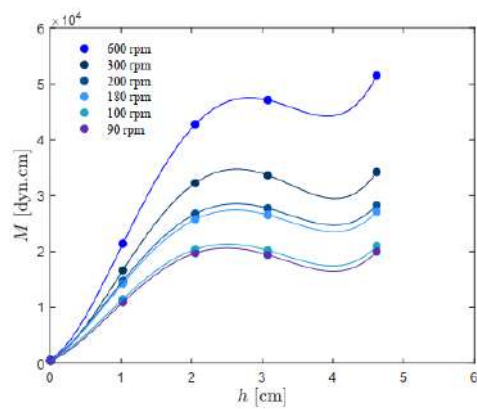


Figura 4.88: Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração aquoso - Parte 1

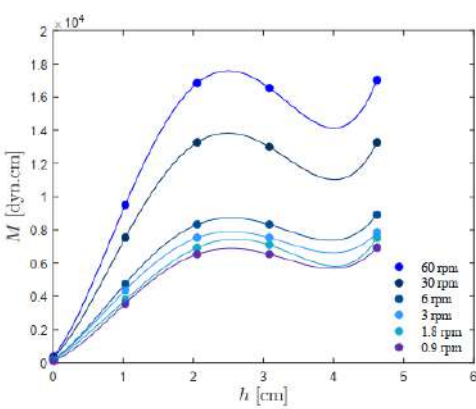


Figura 4.89: Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração aquoso - Parte 2

Tabela 4.17: Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração aquoso

Velocidade [rpm]	Ft [Pa/°]
600	0,50915
300	0,50925
200	0,51006
180	0,51004
100	0,50982
90	0,50954
60	0,50972
30	0,50958
6	0,50971
3	0,50970
1,8	0,51017
0,9	0,50961

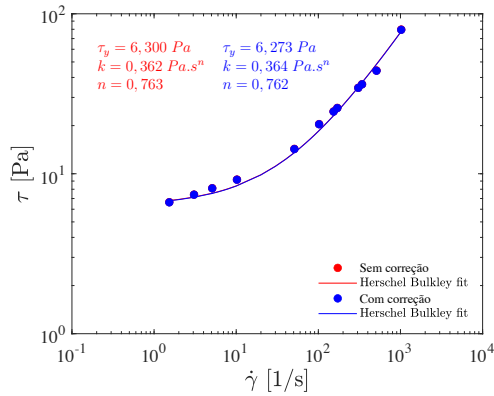


Figura 4.90: Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade do fluido de perfuração aquoso

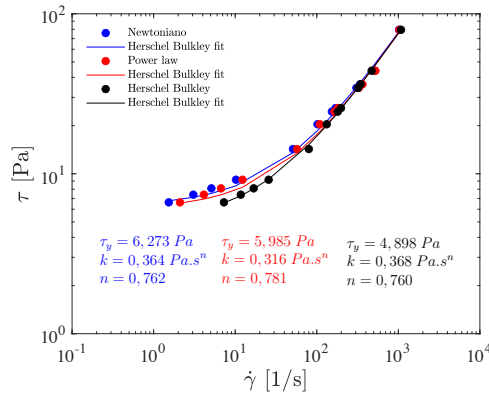


Figura 4.91: Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo do fluido de perfuração aquoso

A correção do efeito de extremidade reduziu o valor da tensão limite de escoamento, conforme figura 4.90. Apesar de pouco significativa, houve aproximação deste valor ao resultado obtido pelo reômetro.

A correção do escoamento não-homogêneo baseada no modelo de Power law e Herschel-Bulkley aumentaram os valores da taxa de cisalhamento e, conseqüentemente, provocaram redução nos valores da tensão limite de escoamento, especialmente com a equação que prevê o comportamento viscoplástico.

Os valores da tensão limite de escoamento após as correções foram de 5,985 Pa e 4,898 Pa, quando foram empregadas as correções de Power law e Herschel-Bulkley, respectivamente. Os erros em relação ao resultado do reômetro diminuíram de 34,5% para 27,7%, em relação ao modelo de Power law, e para 4,6%, em relação à equação de Herschel-Bulkley.

No gráfico da figura 4.92, a curva de pré-ajustes foi construída com 12 pontos, média entre medidas ascendentes e descendentes e geometria lisa. Enquanto que, a curva de pós-ajustes foi construída com 12 pontos, obtidos em regime permanente e utilização de geometria lisa em altas taxas e ranhurada nas baixas taxas de cisalhamento. A incorporação desses ajustes diminuiu significativamente os erros em relação aos parâmetros obtidos no reômetro.

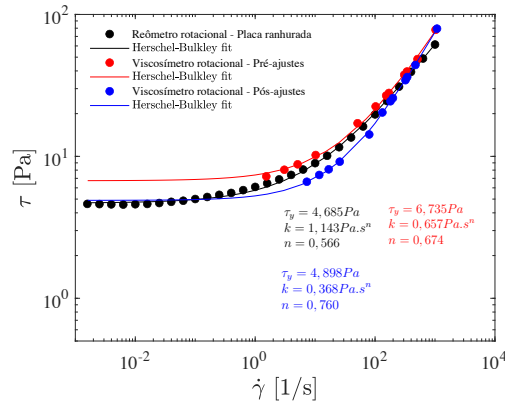


Figura 4.92: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com fluido de perfuração aquoso

Os testes de força gel, realizados no reômetro, encontram-se nas figuras 4.93 e 4.94. Ambos os testes, realizados com geometrias lisas e ranhuradas, foram repetitivos. As diferenças entre os seus valores foram pouco significativas e estão explícitas na tabela 4.18. O fenômeno de deslizamento pode estar associado com a obtenção de tensões inferiores, quando foi utilizada a geometria lisa.

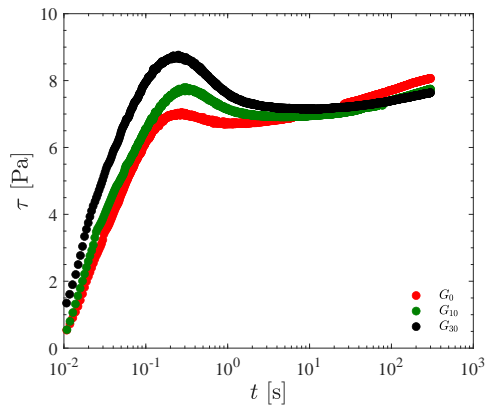


Figura 4.93: Teste de força gel com fluido de perfuração aquoso e geometria lisa no reômetro

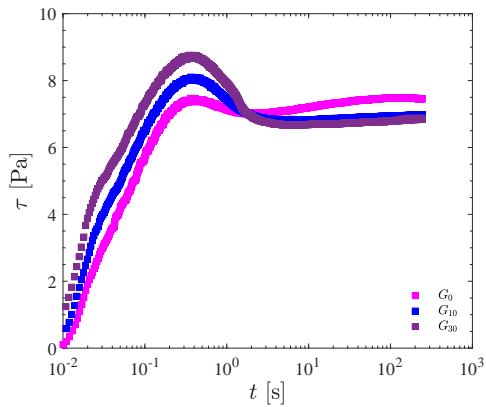


Figura 4.94: Teste de força gel com fluido de perfuração aquoso e geometria ranhurada no reômetro

Tabela 4.18: Avaliação da força gel obtida no reômetro rotacional com fluido de perfuração aquoso

Geometria	G_0 [Pa]	G_{10} [Pa]	G_{30} [Pa]
Lisa	7,01	7,91	8,73
Ranhurada	7,43	8,1	8,75
Erro [%]	5,65	2,34	0,23

Devido a pouca precisão do viscosímetro, os resultados obtidos com ambas geometrias foram coincidentes e por isso, serão plotados apenas os resultados dos testes realizados com geometria ranhurada, conforme figura 4.95.

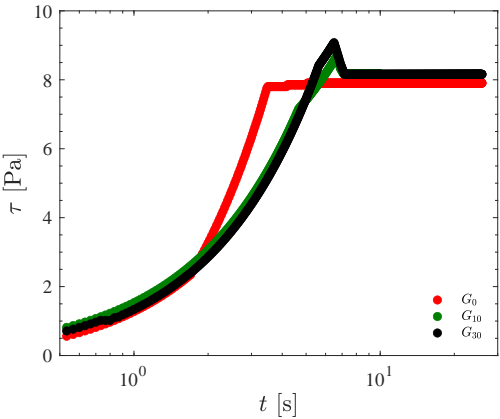


Figura 4.95: Teste de força gel com fluido de perfuração aquoso e geometria ranhurada no viscosímetro

Na tabela 4.19 encontram-se os resultados dos testes do reômetro e viscosímetro, ambos com geometria ranhurada. Os valores obtidos no viscosímetro foram um pouco superiores aos do reômetro, no entanto, os erros na medição de força gel não foram extremamente significativos para este fluido. Para cálculo desses erros foi levado em consideração que o valor correto é aquele obtido no equipamento mais sensível, ou seja, reômetro rotacional.

Tabela 4.19: Avaliação da força gel obtida em diferentes equipamentos com fluido de perfuração aquoso e geometria ranhurada

Equipamento	G_0 [Pa]	G_{10} [Pa]	G_{30} [Pa]
Reômetro	7,43	8,1	8,75
Viscosímetro	7,904	8,69	9,08
Erro [%]	6,38	7,28	3,77

4.2.4

Fluido de perfuração parafínico

Os fluidos de perfuração a base de parafina são empregados há anos na indústria do petróleo. Apesar da recente migração para os fluidos olefinicos, ainda são frequentemente utilizados. Por esta razão sua análise reológica será estudada nesta seção. Este fluido possui comportamento viscoplástico e pode ser modelado pela equação de Herschel-Bulkley, conforme figura 4.96.

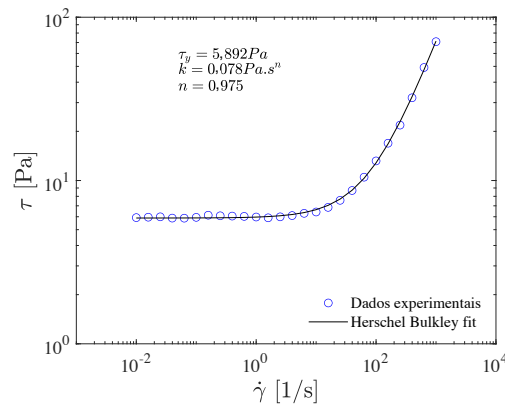


Figura 4.96: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração parafínico

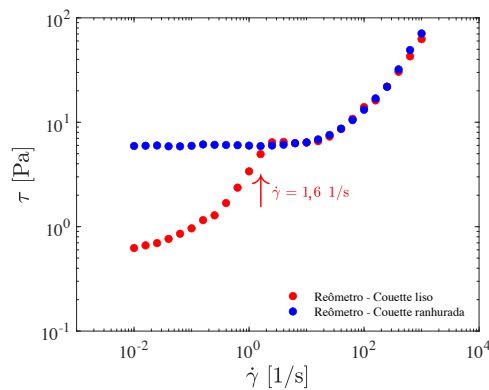


Figura 4.97: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração parafínico

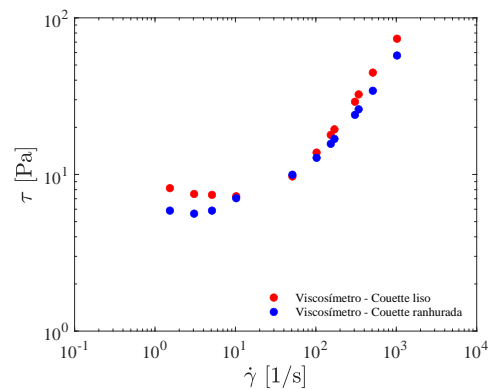


Figura 4.98: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em viscosímetro rotacional, com fluido de perfuração parafínico

Nas figuras 4.97 e 4.98, encontram-se as curvas de escoamento obtidas com geometria lisa e ranhurada, no reômetro e viscosímetro, respectivamente. Observa-se que o efeito de deslizamento se inicia a partir da taxa de cisalhamento de 1,6 1/s no reômetro. Além disso, nos dois pontos anteriores a

ocorrência deste fenômeno, ocorre um aumento nos valores das tensões obtidas com geometria lisa. Em taxas de cisalhamento mais baixas, o mesmo ocorre com geometria ranhurada. Este mesmo comportamento também acontece nos testes realizados no viscosímetro. Nos últimos quatro pontos, há um acentuado aumento nos valores de tensão obtidos com geometria lisa. O mesmo ocorre com a geometria ranhurada no último ponto.

Posto isto, para um mesmo valor de tensão, podem ser encontradas taxas de cisalhamento distintas. Isso indica a presença de sedimentação, onde parte do fluido é cisalhado enquanto a outra encontra-se em regime de *plug-flow*. No entanto, a ocorrência deste fato é mais atenuada quando empregam-se geometrias ranhuradas.

Dessa forma, novamente indica-se a utilização de geometrias ranhuradas nas baixas taxas de cisalhamento, e lisas nas taxas mais altas. Além de minimizar o deslizamento aparente, as geometrias ranhuradas também prorrogam o aumento nos valores de tensões, seja por qual fenômeno isto ocorra.

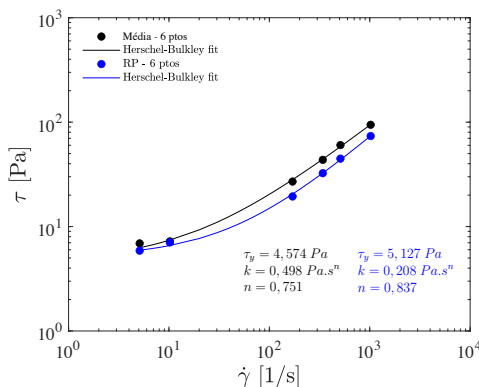


Figura 4.99: Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, com fluido de perfuração parafínico

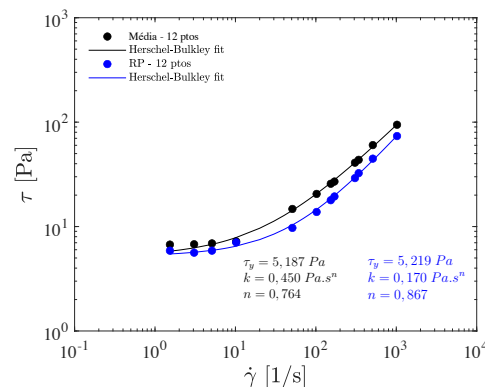


Figura 4.100: Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, fluido de perfuração parafínico

Análise do emprego da média das medidas ascendentes e descendentes e regime permanente, e a utilização de 6 e 12 pontos são mostradas nos gráficos das figuras 4.99 e 4.100. Verifica-se que o emprego do regime permanente aproxima o valor da tensão limite de escoamento àquele obtido com o reômetro. O mesmo ocorre quando utilizam-se mais pontos na curva de escoamento, apesar do aumento ser pouco significativo.

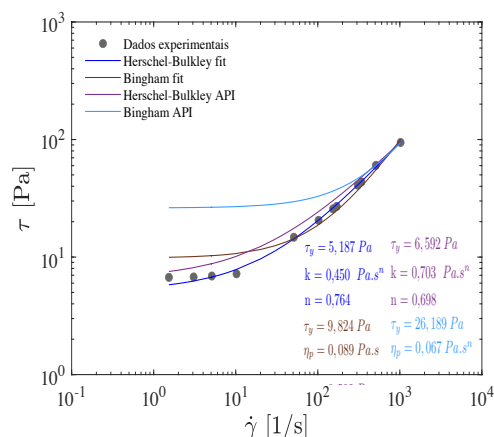


Figura 4.101: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração parafínico

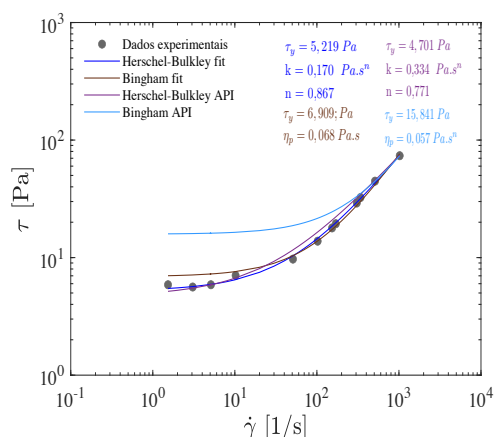


Figura 4.102: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração parafínico

Os resultados dos parâmetros reológicos calculados com diferentes metodologias estão contidos nos gráficos das figuras 4.101 e 4.102. As tensões limite de escoamento obtidas com *curve-fit* do modelo de Bingham são mais altas que a do reômetro e não modelam adequadamente os resultados, principalmente quando emprega-se a média das medidas ascendentes e descendentes. O mesmo ocorre para as equações API baseadas neste mesmo modelo, porém com resultados ainda mais discrepantes.

Na curva proveniente das equações API baseadas no modelo de Herschel-Bulkley, da figura 4.101, a tensão limite de escoamento apresenta proximidade com o valor encontrado no reômetro, no entanto, não modela corretamente os resultados experimentais do viscosímetro. Desta forma, supõe-se que a proximidade entre os resultados equivale a uma coincidência. O emprego do regime permanente, explicitado na figura 4.102, aproxima a curva proveniente do *curve-fit* com modelo de Herschel-Bulkley aos resultados experimentais, apesar do afastamento do valor da tensão limite de escoamento do valor do reômetro.

A discrepância significativa da tensão limite de escoamento calculada a partir das equações API baseadas no modelo de Bingham pode estar associada a presença de escoamentos secundários, já que o número de Reynolds é superior a 50000 nestas velocidades (vide tabela 4.20).

Tabela 4.20: Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com fluido de perfuração parafínico

Velocidade angular [rpm]	Re (média)	Re (RP)
600	224637,6	288207,0
300	87927,5	118576,6

As correções do efeito de extremidade e escoamento não-homogêneo serão apresentadas a seguir.

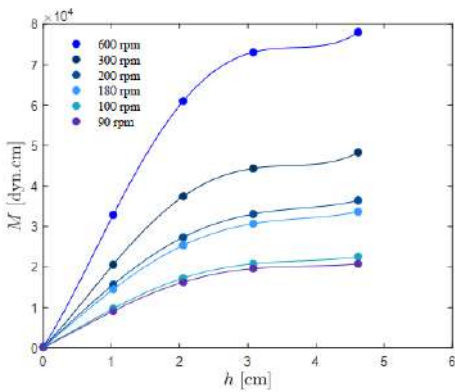


Figura 4.103: Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração parafínico - Parte 1

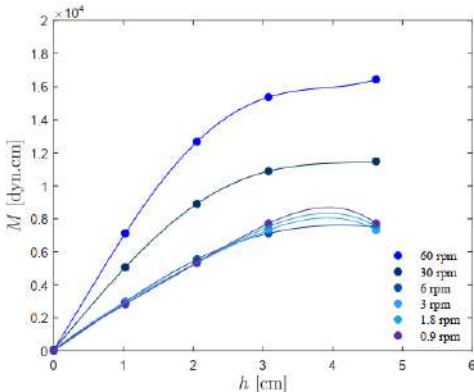


Figura 4.104: Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração parafínico - Parte 2

Tabela 4.21: Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração parafínico

Velocidade [rpm]	Ft [Pa/°]
600	0,51059
300	0,51054
200	0,51052
180	0,51058
100	0,51052
90	0,51050
60	0,51053
30	0,51048
6	0,51050
3	0,51054
1,8	0,51053
0,9	0,51053

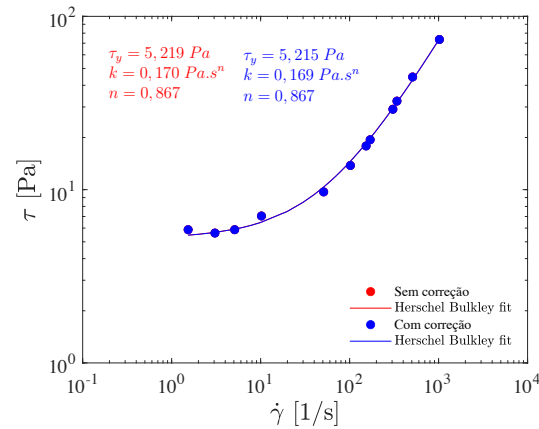


Figura 4.105: Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade do fluido de perfuração parafínico

A correção de efeito de extremidade não apresentou diferenças significativas no valor da tensão limite de escoamento, conforme figura 4.105. Não foi possível realizar a correção de escoamento não-homogêneo em razão do aumento nos valores de tensão cisalhante nos pontos inferiores da curva de escoamento. O cálculo da correção leva ao aumento das taxas nestes pontos, de tal forma que ela se torna superior aos pontos imediatamente anteriores, o que seria um absurdo físico.

Na figura 4.106 está explicitada as curvas obtidas com reômetro e viscosímetro. Este possui a curva de pré-ajustes na qual foi considerado a utilização de 12 pontos, obtidos com geometria lisa, e média das medidas ascendentes e descendentes. Já a curva pós-ajustes considera 12 pontos, obtidos em regime permanente, com geometria lisa nas altas taxas e ranhurada nas taxas de cisalhamento inferiores. Além disso, a correção do efeito de extremidade é incorporada nesta última curva.

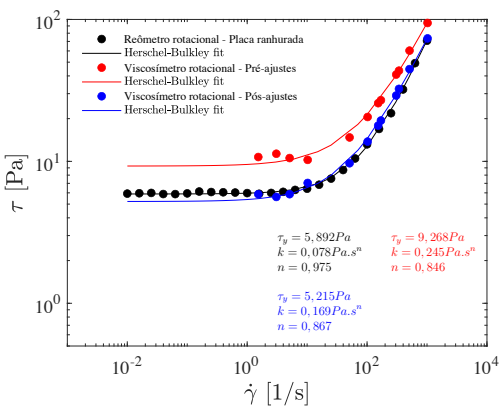


Figura 4.106: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com fluido de perfuração parafínico

Constata-se que os ajustes são de extrema importância, principalmente na escolha da metodologia de aquisição dos pontos, já que a correção do efeito de extremidade afastou a tensão limite de escoamento do resultado obtido com reômetro.

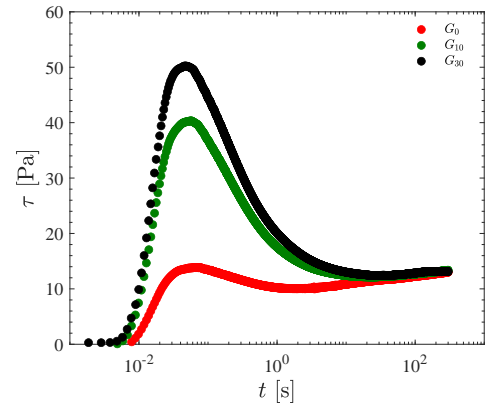


Figura 4.107: Teste de força gel com fluido de perfuração parafínico e geometria lisa no reômetro

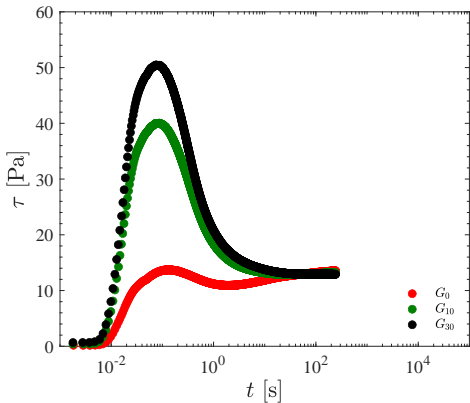


Figura 4.108: Teste de força gel com fluido de perfuração parafínico e geometria ranhurada no reômetro

Tabela 4.22: Avaliação da força gel obtida no reômetro rotacional com fluido de perfuração parafínico

Geometria	G_0 [Pa]	G_{10} [Pa]	G_{30} [Pa]
Lisa	13,84	40,32	50,23
Ranhurada	13,74	40,00	50,45
Erro [%]	0,73	0,80	0,44

Nas figuras 4.107 e 4.108, encontram-se os resultados de força gel obtidos no reômetro com geometria lisa e ranhurada. Na tabela 4.22, os erros em relação ao resultado obtido com a geometria ranhurada (considerada a mais exata) também são apresentados.

Verifica-se que os valores dos géis medidos com ambas geometrias foram equivalentes, e apresentaram erros dentro da faixa de incerteza do equipamento

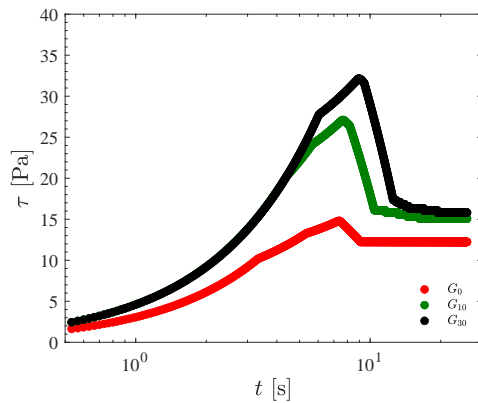


Figura 4.109: Teste de força gel com fluido de perfuração parafínico e geometria lisa no viscosímetro.

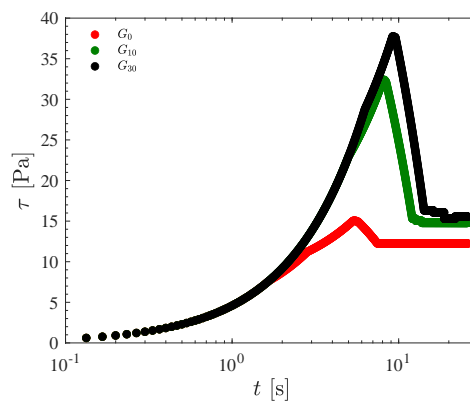


Figura 4.110: Teste de força gel com fluido de perfuração parafínico e geometria ranhurada no viscosímetro

Tabela 4.23: Avaliação da força gel obtida no viscosímetro rotacional com fluido de perfuração parafínico

Geometria	G_0 [Pa]	G_{10} [Pa]	G_{30} [Pa]
Lisa	14,79	27,08	32,13
Ranhurada	15,04	32,38	37,74
Erro [%]	1,67	16,37	14,86

Os resultados de força gel obtidos no viscosímetro, com ambas geometrias, estão contidos nas figuras 4.109 e 4.110. Na tabela 4.23, encontram-se os erros em relação aos resultados com geometria ranhurada.

Os valores obtidos com a geometria ranhurada no viscosímetro foram superiores aos da geometria lisa, evidenciando presença de deslizamento aparente. O fenômeno torna-se mais acentuado à medida que o tempo de reestruturação do fluido aumenta. Foi possível observar a presença deste fenômeno no viscosímetro haja visto que em razão do seu *gap* superior, o deslizamento aparente se torna relevante (43).

Por fim, foram calculados os erros dos resultados, com geometria ranhurada, do viscosímetro em relação ao reômetro e encontram-se na tabela

4.24. Com exceção do valor de G_0 , a utilização da geometria lisa tornaria os erros, em relação ao reômetro, ainda maiores.

Tabela 4.24: Avaliação da força gel obtida em diferentes equipamentos com fluido de perfuração parafínico e geometria ranhurada

Equipamento	G_0 [Pa]	G_{10} [Pa]	G_{30} [Pa]
Reômetro	13,74	40,00	50,45
Viscosímetro	15,04	32,38	37,74
Erro [%]	9,46	19,05	25,20

4.2.5
Fluido de perfuração olefínico

Os fluidos de perfuração a base de olefina estão sendo mais utilizados atualmente. O comportamento do fluido em questão é pseudoplástico e também possui tensão limite de escoamento, conforme figura 4.111. Não foi possível obter resultados em taxas de cisalhamentos mais baixas pois nesta faixa o fluido sedimenta rapidamente.

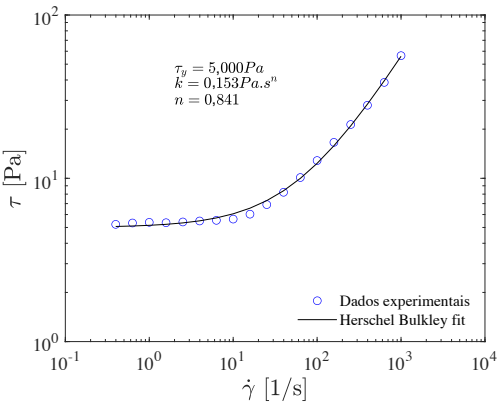


Figura 4.111: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração olefínico

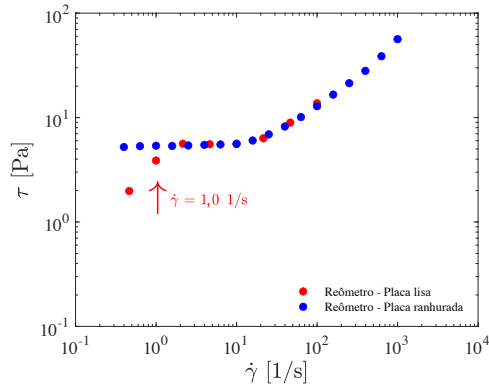


Figura 4.112: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional, com fluido de perfuração olefínico

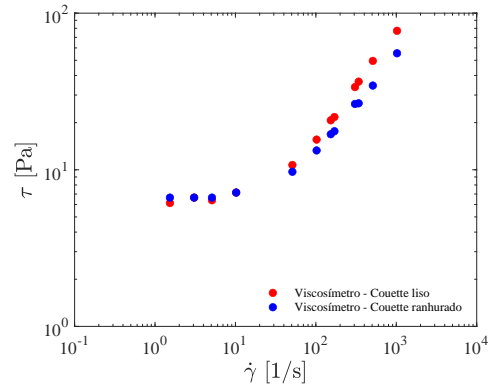


Figura 4.113: Avaliação de deslizamento aparente em curva de escoamento, obtida em viscosímetro rotacional, com fluido de perfuração olefínico

O efeito de deslizamento aparente foi avaliado em ambos equipamentos e seus resultados encontram-se nas figuras 4.112 e 4.113. No gráfico construído com os dados do reômetro, observa-se que este fenômeno se inicia na taxa de cisalhamento de 1,0 1/s. Já no viscosímetro, é possível verificar que há uma pequena redução na tensão obtida com geometria lisa no ponto mais inferior da curva, cuja taxa de cisalhamento corresponde a 1,5 1/s, indicando presença do mesmo efeito.

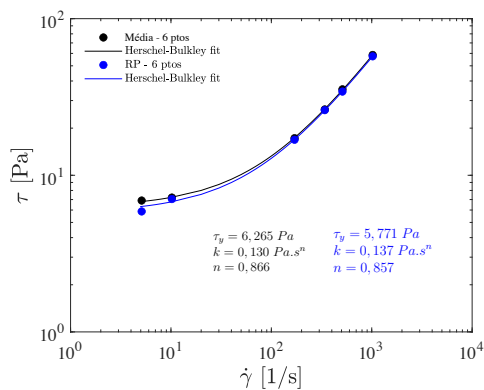


Figura 4.114: Curva de escoamento, com 6 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, com fluido de perfuração olefínico

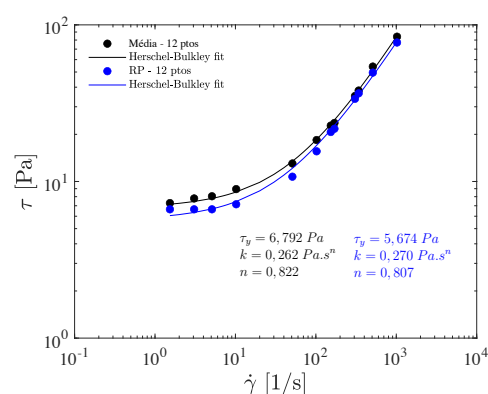


Figura 4.115: Curva de escoamento, com 12 pontos obtidos em viscosímetro rotacional e geometria lisa em altas taxas e ranhurada em baixas taxas, fluido de perfuração olefínico

Seguindo a mesma tendência dos demais fluidos, o aumento do número

de pontos e emprego do regime permanente, aproxima a tensão limite de escoamento obtida no viscosímetro daquela proveniente do reômetro.

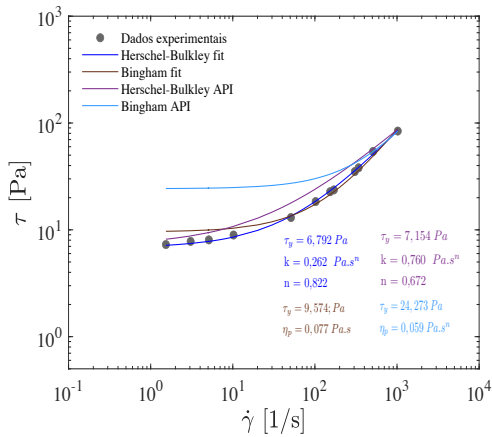


Figura 4.116: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento considerando a média dos valores ascendentes e descendentes em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração olefínico

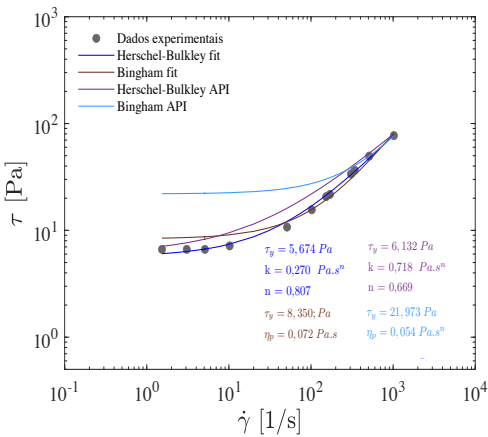


Figura 4.117: Avaliação dos parâmetros reológicos obtidos em curva de escoamento em regime permanente em viscosímetro rotacional com fluido de perfuração olefínico

De forma semelhante aos demais fluidos, as equações API apresentaram discrepância significativa em relação ao resultado obtido com reômetro, principalmente aquela baseada no modelo de Bingham. Além disso, o *curve-fit* feito a partir da equação de Herschel-Bulkley foi o que melhor modelou os resultados experimentais. O emprego do regime permanente também gerou melhores resultados com as diferentes metodologias utilizadas para determinação dos parâmetros reológicos. O elevado número de Reynolds, mostrado na tabela 4.25, pode ter contribuído com a presença de escoamentos secundários, e consequentemente, prejudicado a aquisição correta destes resultados com as equações API.

Tabela 4.25: Avaliação do número de Reynolds nas velocidades angulares de 300 e 600 rpm, considerando a média dos valores ascendentes e descendentes e regime permanente, com fluido de perfuração olefínico

Velocidade angular [rpm]	Re (média)	Re (RP)
600	257238,44	280236,58
300	99801,24	109061,14

As correções de efeito de extremidade e escoamento não-homogêneo encontram-se descritas a seguir.

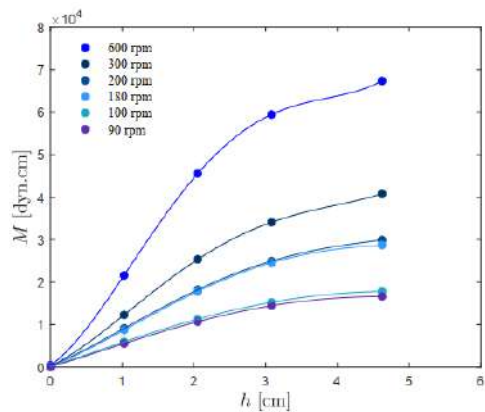


Figura 4.118: Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração olefínico - Parte 1

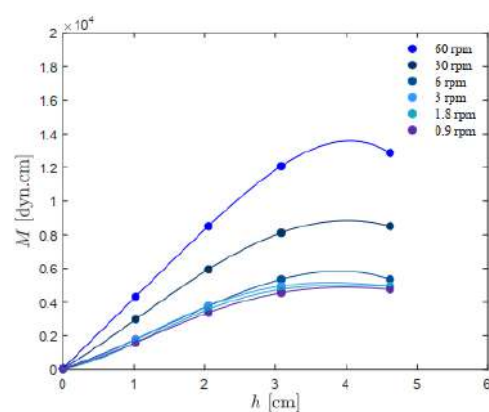


Figura 4.119: Correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração olefínico - Parte 2

Tabela 4.26: Valores obtidos a partir da correção de efeito de extremidade do fluido de perfuração olefínico

Velocidade [rpm]	Ft [Pa/°]
600	0,51024
300	0,51038
200	0,51034
180	0,51046
100	0,51050
90	0,51048
60	0,51057
30	0,51049
6	0,51033
3	0,51117
1,8	0,50977
0,9	0,51016

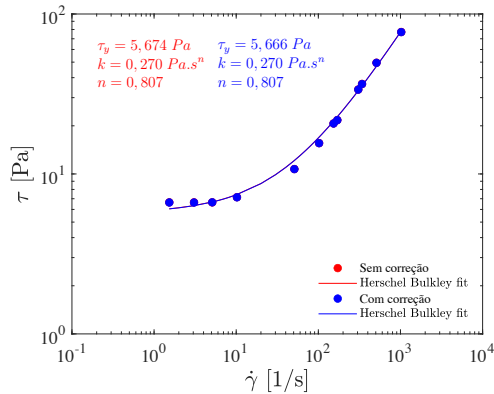


Figura 4.120: Curva de escoamento com a correção do efeito de extremidade do fluido de perfuração olefínico

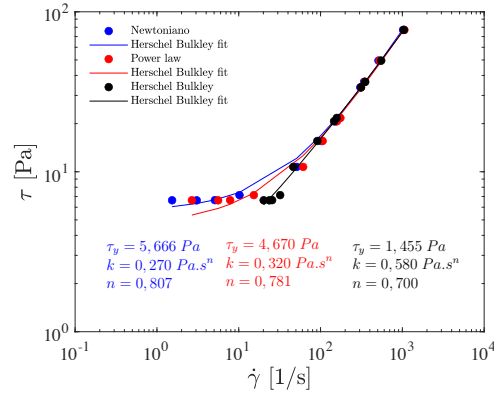


Figura 4.121: Curva de escoamento com a correção do efeito de escoamento não-homogêneo do fluido de perfuração olefínico

Diferença pouco significativa foi notada no valor da tensão limite de escoamento após correção do efeito de extremidade (vide figura 4.120). As correções de escoamento não-homogêneo provocaram aumento nos valores das taxas de cisalhamento, principalmente no caso baseado no modelo de Herschel-Bulkley. Este último não apresentou bons resultados, já que houve queda abrupta no valor da tensão limite de escoamento (vide figura 4.121). A correção baseada no modelo de Power law aproximou à tensão limite de escoamento obtida no reômetro.

A segunda correção apresentou redução da tensão limite de escoamento do valor de 5.666 Pa para 4.670 Pa, baseada no modelo de Power law e, para 1.455 Pa, baseado no modelo de Herschel-Bulkley. Os erros em relação ao resultado do reômetro diminuiu de 13,32% para 6,6% e aumentou para 70,9%, em relação a Power law e Herschel-Bulkley, respectivamente. Desta forma, a correção de Power-law foi mais a indicada para este fluido.

Na figura 4.122 foram geradas curvas com reômetro e viscosímetro. As curvas de pré-ajustes foram construídas com os resultados das médias das medidas ascendentes e descendentes, 12 pontos e geometria lisa, enquanto que, a curva de pós-ajustes incorporou as correções de taxa de cisalhamento e efeito de extremidade. Além disso, foram utilizados 12 pontos, obtidos em regime permanente, geometria lisa para as altas taxas e geometria ranhuradas nas baixas taxas de cisalhamento, para construí-la. A incorporação das metodologias de medições, novas geometrias e correções aproximaram o resultado da tensão limite de escoamento ao obtido no reômetro, corroborando a importância do presente estudo.

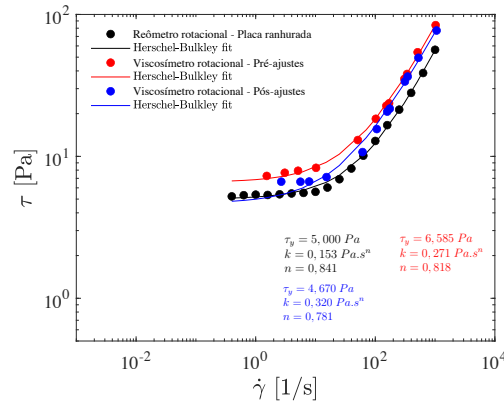


Figura 4.122: Curva de escoamento, obtida em reômetro rotacional e viscosímetro rotacional antes e depois dos ajustes, com fluido de perfuração olefínico

Nos gráficos 4.123 e 4.124 estão contidos os resultados de força gel medidos no reômetro com ambas geometrias. Observa-se que a utilização da geometria lisa impossibilitou a aquisição de resultados repetitivos. Além disso, todos os valores foram inferiores àqueles obtidos com a geometria ranhurada, sugerindo a possibilidade do efeito de deslizamento aparente reduzir a acurácia na obtenção dos resultados.

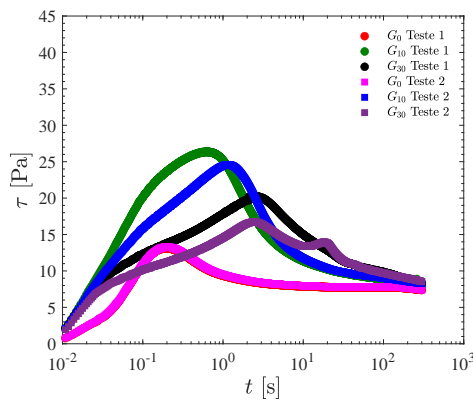


Figura 4.123: Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria lisa no reômetro

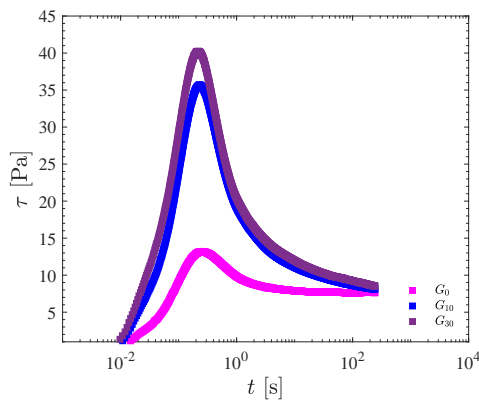


Figura 4.124: Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria ranhurada no reômetro

Os resultados de força gel provenientes do viscosímetro apresentaram repetibilidade nos testes realizados com ambas geometrias. Esta repetibilidade, no entanto, deve estar associada à baixa sensibilidade do equipamento e possíveis erros humanos na visualização da deformação do ponteiro no visor do equipamento. Nas figuras 4.125 e 4.126 estão explicitados estes testes.

Os erros dos resultados do viscosímetro em relação à geometria ranhurada estão na tabela 4.27. Verifica-se que, com exceção do G_0 , os demais géis

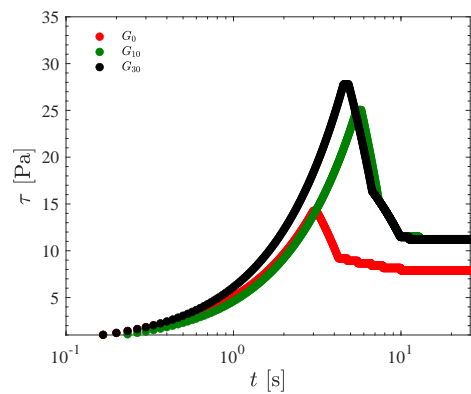


Figura 4.125: Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria lisa no viscosímetro

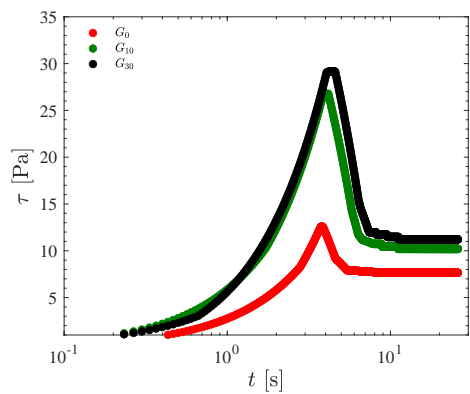


Figura 4.126: Teste de força gel com fluido de perfuração olefínico e geometria ranhurada no viscosímetro

obtidos com geometria lisa foram inferiores àqueles obtidos com a ranhurada, evidenciando presença do efeito de deslizamento. Além disso, corrobora-se a hipótese de que o nível de reestruturação do fluido pode estar associado com o aumento deste efeito. Os erros relacionados as medidas do viscosímetro em relação ao reômetro, com geometrias ranhuradas, encontram-se na tabela 4.28. O emprego da geometria lisa no viscosímetro torna este erro ainda mais relevante.

Tabela 4.27: Avaliação da força gel obtida no viscosímetro rotacional com fluido de perfuração olefínico

Geometria	G_0 [Pa]	G_{10} [Pa]	G_{30} [Pa]
Lisa	14,28	25,04	27,80
Ranhurada	12,60	26,77	29,17
Erro [%]	13,33	6,46	4,70

Tabela 4.28: Avaliação da força gel obtida em diferentes equipamentos com fluido de perfuração olefínico e geometria ranhurada

Equipamento	G_0 [Pa]	G_{10} [Pa]	G_{30} [Pa]
Reômetro	13,21	35,64	40,23
Viscosímetro	12,60	26,77	29,17
Erro [%]	4,61	24,90	27,50

As correções de efeito de extremidade adicional não mostraram diferenças significativas nos parâmetros reológicos. Do ponto de vista prático não é

aconselhável seu emprego, visto que demandaria tempo excessivo com testes, amostras e análise de resultados.

As correções de escoamento não-homogêneo mostraram que sua aplicação pode tornar os resultados mais corretos, na maioria dos casos. A correção da taxa de cisalhamento baseada no modelo de Power law se mostrou extremamente efetiva para fluidos que não apresentam tensão limite de escoamento. Além disso, seus cálculos são simples e rápidos.

Por outro lado, as correções de taxa de cisalhamento baseadas no modelo de Herschel–Bulkley geraram bons resultados para fluidos com tensão limite de escoamento, com exceção do fluido de perfuração olefínico. Seu emprego exige métodos numéricos um pouco mais complexos. Outros fluidos de perfuração base óleo devem ser estudados para verificar a efetividade da aplicação desta correção para esse grupo de fluidos.

As correções de escoamento não-homogêneo com o modelo de Bingham não foram utilizadas, haja visto que as tensões obtidas no viscosímetro foram superiores a tensão limite de escoamento em todos os fluidos analisados.

É importante salientar que as correções, de modo geral, não geraram impactos significativos nos parâmetros reológicos para aplicação no processo de perfuração de poços. Isso ocorre, pois para os fluidos analisados, as diferenças nas tensões limites de cisalhamento antes e depois das correções não foram superiores a 2 Pa, quando as mesmas geraram bons resultados.

4.3

Análises finais

Mediante as análises realizadas com fluidos que possuem características reológicas distintas, foi possível obter diferentes respostas quanto a determinação dos parâmetros reológicos e força gel, para posterior aplicação na indústria do petróleo.

A utilização do regime permanente em relação à média das medidas ascendentes e descendentes trouxe resultados mais exatos, na maioria dos casos. Por outro lado, o tempo de teste pode ser muito superior. Comparando o primeiro ponto da curva de escoamento, quando a amostra estava completamente estruturada, o tempo de aquisição variou entre 4 minutos e 50 minutos, para o fluido de perfuração multifuncional e o fluido de perfuração parafínico, respectivamente. No entanto, os resultados deste último fluido foram extremamente divergentes, enfatizando o uso do regime permanente em fluidos mais complexos como os base óleo.

As diferenças entre as curvas de 6 e 12 pontos são controversas. Apesar do maior número de pontos na curva de escoamento propiciar maior acurácia aos

resultados, seu uso deve ser restrito à fluidos que não apresentam deslizamento aparente ou, para os que possuem, mediante o emprego de geometrias ranhuradas nas baixas taxas de cisalhamento.

As geometrias usinadas foram importantes para evitar o efeito de deslizamento aparente nas baixas taxas de cisalhamento. Embora as normas API recomendem a utilização de superfícies rugosas, não há detalhamento deste procedimento. Posto isto, pode-se dizer que sua incorporação à metodologia sugerida seria de grande valia para obtenção de resultados mais exatos. A inserção de uma lixa na superfície das geometrias R1B1 também foi avaliada. No entanto, sua espessura diminuiu a folga e impossibilitou o escoamento.

A escolha da função de viscosidade que melhor modela os resultados experimentais é de suma importância para aquisição correta das tensões cisalhantes. As equações API geraram resultados bem discrepantes daqueles provenientes do reômetro, além de não modelar corretamente os resultados experimentais. O *curve-fit* se mostrou mais indicado.

As correções de efeito de extremidade e escoamento não-homogêneo modificaram os parâmetros reológicos, no entanto, as diferenças foram pouco significativas do ponto de vista prático. Apesar disso, a utilização de metodologias de aquisição dos pontos e determinação dos parâmetros reológicos diminuiu drasticamente erros que podem ser significativos nos cálculos da indústria petrolífera.

Durante o estudo, foram realizados testes de força gel com o tempo de 30 minutos para a reestruturação do fluido, intitulado de gel adicional. É necessário salientar que, com exceção da dispersão aquosa de poliacrilamida 0,25% e do fluido de perfuração aquoso, o tempo de 10 minutos não é suficiente para completa reestruturação do material. Isso porque, a tensão necessária para reinício do escoamento após 30 minutos em repouso é superior àquela exigida após 10 minutos.

Ademais, testes com 30 minutos para reestruturação do fluido são importantes para simular tempos de manobras maiores, que podem vir a ocorrer no processo de perfuração de poços de petróleo. Também é importante salientar que os valores obtidos no viscosímetro em comparação com o reômetro apresentam discrepância significativa. Em razão deste fato, pressões diferentes podem ser exigidas para reinício do escoamento. Além disso, a má formulação dos fluidos, em razão de resultados errôneos obtidos no viscosímetro, pode gerar valores de géis que não sejam suficientes para manter os cascalhos em suspensão durante os processos de parada de bomba.

4.4

Avaliação de um escoamento unidirecional em tubo e espaço anular

Nesta seção serão feitas simulações unidirecionais de escoamentos em tubo e espaço anular. Tais simulações têm o intuito de avaliar o desempenho de um mesmo processo operacional porém com diferentes dados de entrada. Um exemplo de aplicação é a especificação de bomba para escoamento de fluido de perfuração, que é forte função da tensão limite de escoamento.

O emprego de diferentes funções de viscosidade e a determinação dos parâmetros reológicos a partir de *curve-fit* e equações API serão avaliados através de cálculos de vazão e queda de pressão.

O *software* MatLab será utilizado para execução destas análises. O fluido escolhido para investigação foi o fluido de perfuração olefínico. A seguir serão explicitados os dados utilizados para tubo e espaço anular.

Raio do tubo – 26,00 in

Raio do anular – 4,02 in

Comprimento – 0,54 in

Na primeira análise, foi imposta uma dada vazão e calculada a respectiva queda da pressão.

$Q_{tubo} = 0,0397 \text{ m}^3/\text{s}$ ou 15 bpm

$Q_{anular} = 0,0079 \text{ m}^3/\text{s}$ ou 4 bpm

Tabela 4.29: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Herschel-Bulkley

Equipamento/metodologia	τ_y (Pa)	n	k (Pa.s^n)	Δ_P (Pa)	Erro (%)
Reômetro	5,00	0,84	0,15	0,54	–
Viscosímetro pré-ajustes	6,58	0,82	0,27	0,74	36,8
Viscosímetro pós-ajustes	4,67	0,78	0,32	0,57	5,40
Viscosímetro API	6,13	0,67	0,72	0,82	50,9

Na tabela 4.29 estão contidos os parâmetros reológicos obtidos a partir de diferentes metodologias com o modelo de Herschel-Bulkley, a queda de pressão calculada e o erro em relação ao valor obtido com o reômetro rotacional.

Verifica-se que o resultado proveniente da curva pós-ajustes gerou o menor erro percentual, enquanto que as demais exigiriam maior potência de bombeamento para o escoamento do fluido em questão. Dessa forma, estaria havendo um superdimensionamento da bomba utilizada e, conseqüentemente, admissão de riscos desnecessários com pressões maiores no poço, além de aumento nos custos operacionais.

Tabela 4.30: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Bingham

Equipamento/metodologia	τ_y (Pa)	η_p (Pa.s)	Δ_P (Pa)	Erro (%)
Viscosímetro fit	8,35	0,07	0,82	51,6
Viscosímetro API	21,97	0,05	1,99	268,0

As quedas de pressão e os parâmetros reológicos, calculados com os dados obtidos com o modelo de Bingham, encontram-se na tabela 4.30. Verifica-se que a utilização das equações API gera um erro de 268%, agravando ainda mais a situação mencionada anteriormente. Analogamente, o mesmo ocorre em relação aos erros associados aos resultados obtidos com o modelo de Power law, principalmente a partir do *curve-fit* (vide tabela 4.31).

Tabela 4.31: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Power law

Equipamento/metodologia	n	k ($Pa.s^n$)	Δ_P (Pa)	Erro (%)
Viscosímetro fit	0,71	0,54	0,16	70,4
Viscosímetro API do tubo	0,72	0,99	0,30	44,5

A seguir serão mostrados os resultados obtidos no escoamento em espaço anular. Os parâmetros reológicos utilizados são os mesmos.

Tabela 4.32: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley

Equipamento/metodologia	Δ_P (Pa)	Erro (%)
Reômetro	14,0	—
Viscosímetro pré-ajustes	21,0	50,0
Viscosímetro pós-ajustes	19,1	36,1
Viscosímetro API	23,4	66,8

A mesma tendência ocorrida no escoamento em tubo se repetiu para o espaço anular, utilizando o modelo de Herschel-Bulkley, conforme tabela 4.32.

No entanto, os erros foram mais significativos, haja visto que nesta região os valores de tensão limite de escoamento tornam-se mais importantes.

Os resultados provenientes dos modelos de Bingham e Power law com *curve-fit* foram mais próximos do reômetro, conforme tabelas 4.33 e 4.34. Em contrapartida, os resultados obtidos com as equações API geraram erros significativos.

Tabela 4.33: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham

Equipamento/metodologia	Δ_P (Pa)	Erro (%)
Viscosímetro fit	17,8	26,8
Viscosímetro API	24,1	72,2

Tabela 4.34: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Power law

Equipamento/metodologia	Δ_P (Pa)	Erro (%)
Viscosímetro fit	17,7	26,6
Viscosímetro API do anular	27,5	96,6

Nos processos nos quais torna-se necessário a interrupção do bombeamento do fluido, os cascalhos devem manter-se suspensos no mesmo, dentro do espaço anular. Para isso, sua formulação deve garantir que a tensão limite de escoamento e viscosidade sejam altas o suficiente para desempenhar esta função. Além disso, a determinação da força gel do fluido é de suma importância para o reinício do escoamento.

Portanto, também será feita análise da queda de pressão substituindo o valor da tensão limite de escoamento pelos valores de G_0 , G_{10} e G_{30} , e mantendo os demais parâmetros reológicos constantes.

Tabela 4.35: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para o reômetro

Reômetro	τ_y (Pa)	n	k ($Pa.s^n$)	Δ_P (Pa)
G_0	13,2	0,84	0,15	19,7
G_{10}	35,6	0,84	0,15	34,5
G_{30}	4,67	0,84	0,15	37,4

Tabela 4.36: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva de pré-ajustes

Viscosímetro	τ_y (Pa)	n	k ($Pa.s^n$)	Δ_P (Pa)	Erro (%)
G_0	12,6	0,78	0,32	25,2	28,0
G_{10}	26,8	0,78	0,32	34,8	1,00
G_{30}	29,8	0,78	0,32	36,4	2,70

Tabela 4.37: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva de pós-ajustes

Viscosímetro	τ_y (Pa)	n	k ($Pa.s^n$)	Δ_P (Pa)	Erro (%)
G_0	12,6	0,78	0,32	24,5	24,8
G_{10}	26,8	0,78	0,32	34,1	1,10
G_{30}	29,2	0,78	0,32	35,7	4,70

Tabela 4.38: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva obtida com as equações API

Viscosímetro	τ_y (Pa)	n	k ($Pa.s^n$)	Δ_P (Pa)	Erro (%)
G_0	12,6	0,78	0,32	27,7	40,8
G_{10}	26,8	0,78	0,32	37,1	7,66
G_{30}	29,2	0,78	0,32	38,7	3,45

Tabela 4.39: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham e força gel, com o *curve-fit*

Viscosímetro	τ_y (Pa)	η_p (Pa.s)	Δ_P (Pa)	Erro (%)
G_0	12,6	0,07	20,7	5,50
G_{10}	26,8	0,07	30,5	11,5
G_{30}	29,2	0,07	32,1	14,2

Nas tabelas 4.35, 4.36, 4.37, 4.38, 4.39 e 4.40, encontram-se os resultados obtidos com reômetro, viscosímetro com a curva pré-ajustes, pós-ajustes e equações API, baseadas no modelo de Herschel-Bulkley, viscosímetro com *curve-fit* e equações API baseadas no modelo de Bingham, respectivamente.

Tabela 4.40: Avaliação da queda de pressão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham e força gel, com equação API

Viscosímetro	τ_y (Pa)	η_p (Pa.s)	Δ_P (Pa)	Erro (%)
G_0	12,6	0,05	17,8	9,70
G_{10}	26,8	0,05	27,3	20,7
G_{30}	29,2	0,05	28,9	22,7

Verifica-se que os resultados obtidos com o modelo de Bingham geraram os menores erros em relação ao G_0 , principalmente considerando o *curve-fit*, o que pode ser apenas coincidência, já que não é o modelo mais adequado para este fluido. No entanto, quando observam-se os valores de G_{10} e G_{30} , o modelo de Herschel-Bulkley gera resultados com menores erros em relação àqueles obtidos com o reômetro, principalmente com *curve-fit*. Em razão deste fato, torna-se mais crítica a utilização do modelo reológico errado quando necessita-se de tempos de manobras maiores.

Observa-se também que, os valores de pressão obtidos com o reômetro são maiores que os do viscosímetro. Desta forma, impondo-se a pressão calculada para o viscosímetro não haveria escoamento, sendo necessário aumento da potência de bombeamento, que pode estar subdimensionada.

Na segunda análise, será imposta uma dada pressão a fim de obter a resposta da vazão correspondente. A seguir são apresentados os resultados obtidos para um escoamento em tubo.

Tabela 4.41: Avaliação da vazão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Herschel-Bulkley

Equipamento/metodologia	Q (bpm)	Erro (%)
Reômetro	29,0	—
Viscosímetro pré-ajustes	1,14	96,1
Viscosímetro pós-ajustes	18,5	36,2
Viscosímetro API	1,10	96,2

Na tabela 4.41, encontram-se os valores de vazão obtidos mediante aplicação dos resultados provenientes da utilização do modelo de Herschel-Bulkley, a partir da imposição de um diferencial de pressão correspondente à 0,6 Pa.

Verifica-se que o diferencial de pressão aplicado gera um valor acentuado de vazão com os parâmetros obtidos com reômetro. Este valor foi escolhido para que fosse possível gerar resultados com as demais metodologias. Com exceção

da curva de pós-ajustes, as demais vazões calculadas foram extremamente pequenas, resultado não desejado para circulação do fluido de perfuração no tubo. Ou seja, vazões subdimensionadas implicam um menor volume bombeado de fluido no poço, o que pode gerar sérios problemas como perda de circulação e abandono de poço.

Tabela 4.42: Avaliação da vazão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Bingham

Equipamento/metodologia	Q (bpm)	Erro (%)
Viscosímetro fit	13,8	52,4
Viscosímetro API	8802	–

Tabela 4.43: Avaliação da vazão de um escoamento em tubo, considerando o modelo de Power law

Equipamento/metodologia	Q (bpm)	Erro (%)
Viscosímetro fit	162	–
Viscosímetro API do tubo	37,5	29,3

As análises de vazão de um escoamento em tubo, considerando os modelos de Bingham e Power law, encontram-se nas tabelas 4.42 e 4.43, respectivamente.

Verifica-se que o resultado obtido com o *curve-fit* baseado no modelo de Bingham e equações API do tubo para Power law apresentaram maior proximidade com o valor do reômetro. No entanto, a vazão necessária para o escoamento deste último caso seria demasiada. Os demais resultados, cujo os erros foram omitidos, geraram vazões absurdas. Ou seja, com exceção do *curve-fit* baseado no modelo de Bingham, os valores calculados implicariam na redução da pressão imposta para que houvesse escoamento do fluido sem riscos à formação, e por conseguinte, dimensionamento incorreto.

Nas tabelas 4.44, 4.45 e 4.46, encontram-se os resultados para o espaço anular, impondo um diferencial de pressão equivalente à 20 Pa.

Tabela 4.44: Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley

Equipamento/metodologia	Q (bpm)	Erro (%)
Reômetro	4,99	–
Viscosímetro pré-ajustes	2,71	45,7
Viscosímetro pós-ajustes	3,15	36,9
Viscosímetro API	2,20	55,9

Tabela 4.45: Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham

Equipamento/metodologia	Q (bpm)	Erro (%)
Viscosímetro fit	3,48	30,3
Viscosímetro API	1,68	66,3

Tabela 4.46: Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Power law

Equipamento/metodologia	Q (bpm)	Erro (%)
Viscosímetro fit	3,45	30,9
Viscosímetro API do anular	1,36	72,7

Considerando os resultados obtidos com *curve-fit* baseado no modelo de Bingham e Power law e também a curva de pós ajustes com modelo de Herschel-Bulkley, as vazões foram próximas à do reômetro. Os demais resultados, principalmente com utilização das equações API ocasionariam um aumento da pressão imposta para que fosse atingida uma vazão desejável para o escoamento, o que estaria incorreto e poderia causar danos à formação.

A seguir será avaliada a vazão de um escoamento em espaço anular, considerando os valores de força gel. Os resultados encontram-se nas tabelas 4.47, 4.49, 4.48, 4.50, 4.51 e 4.52.

Tabela 4.47: Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para o reômetro

Reômetro	τ_y (Pa)	n	k ($Pa.s^n$)	Q (bpm)
G_0	13,2	0,84	0,15	5,80
G_{10}	35,6	0,84	0,15	4,43
G_{30}	4,67	0,84	0,15	4,23

Tabela 4.48: Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva de pré-ajustes

Viscosímetro	τ_y (Pa)	n	k ($Pa.s^n$)	Q (bpm)	Erro (%)
G_0	12,6	0,78	0,32	3,52	39,3
G_{10}	26,8	0,78	0,32	4,23	4,51
G_{30}	29,2	0,78	0,32	4,48	5,91

Tabela 4.49: Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva de pós-ajustes

Viscosímetro	τ_y (Pa)	n	k ($Pa.s^n$)	Q (bpm)	Erro (%)
G_0	12,6	0,78	0,32	3,67	36,7
G_{10}	26,8	0,78	0,32	4,43	0
G_{30}	29,2	0,78	0,32	4,30	1,65

Tabela 4.50: Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Herschel-Bulkley e força gel, para a curva obtida com as equações API

Viscosímetro	τ_y (Pa)	n	k ($Pa.s^n$)	Q (bpm)	Erro (%)
G_0	12,6	0,78	0,32	2,77	52,2
G_{10}	26,8	0,78	0,32	3,47	21,7
G_{30}	29,2	0,78	0,32	3,77	10,9

Tabela 4.51: Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham e força gel, com o *curve-fit*

Viscosímetro	τ_y (Pa)	η_p (Pa.s)	Q (bpm)	Erro (%)
G_0	12,6	0,07	4,93	15,0
G_{10}	26,8	0,07	5,64	27,3
G_{30}	29,2	0,07	5,94	40,4

Tabela 4.52: Avaliação da vazão de um escoamento em espaço anular, considerando o modelo de Bingham e força gel, com equação API

Viscosímetro	τ_y (Pa)	η_p (Pa.s)	Q (bpm)	Erro (%)
G_0	12,6	0,05	6,54	12,8
G_{10}	26,8	0,05	7,50	69,3
G_{30}	29,2	0,05	7,90	86,8

A partir da análise destes resultados, decorre que a utilização da equação API gera vazões muito superiores às do reômetro, e assim, contribui a imposição de pressões incorretas.

Finalmente, as análises realizadas nesta seção enfatizam a necessidade de adoção de um protocolo rígido para determinação dos parâmetros reológicos e, principalmente, escolha correta da função viscosidade. A utilização das equações API, em alguns casos, pode culminar em projetos de bomba equivocados, ou até mesmo, imposição de pressões que gerariam fraturas às formações, com graves consequências (vide seção 2.2.6). Além disso, pode gerar perda de tempo, em razão da demora para o escoamento do fluido de perfuração.

É importante ressaltar que as medições realizadas no viscosímetro rotacional são feitas a partir da imposição de uma deformação. Dessa forma, independentemente do tempo, em algum momento o fluido apresentará escoamento. Enquanto que, no processo real, se a pressão imposta pela bomba for inferior à tensão limite de escoamento não haverá escoamento. Caso contrário, o escoamento pode ocorrer, mesmo que demore demasiadamente (24). Posto isso, evidencia-se ainda mais a necessidade do aprimoramento das análises reológicas de fluidos de perfuração.

5

Conclusões

O estudo da reologia de fluidos, usualmente utilizados na indústria petrolífera, é de suma importância para compreensão e melhorias às diversas operações exercidas durante o processo de perfuração de poços. Especialmente, as propriedades reológicas de fluidos de perfuração estão diretamente relacionadas ao sucesso de operações essenciais, tais como limpeza do poço e estabilidade química e mecânica das formações perfuradas.

Como visto na seção 2.2.6 do capítulo 2, a correta formulação desses fluidos e acompanhamento das suas propriedades reológicas ao longo da perfuração de poços é fator decisivo para eliminação ou diminuição dos problemas operacionais.

O viscosímetro rotacional é o equipamento mais utilizado para determinação de força gel e parâmetros reológicos na indústria do petróleo. Por tal motivo, foi realizado um estudo completo do seu funcionamento, mediante comparação com um reômetro rotacional, com o objetivo de investigar suas particularidades que o tornam preferível, embora possua inúmeras limitações.

A determinação dos parâmetros reológicos mediante emprego das equações propostas pela API se mostra inadequado, principalmente com os modelos que utilizam as taxas superiores para os cálculos, onde ocorrem os escoamentos secundários.

Foram investigados fluidos com diferentes respostas reológicas para análise no viscosímetro rotacional. Para isso, diferentes metodologias experimentais, metodologias para determinação dos parâmetros reológicos e força gel e além disso, correções às limitações, foram avaliadas.

As curvas de escoamento para fluidos pseudoplásticos (solução aquosa de poliacrilamida, tampão viscoso e fluido de perfuração multifuncional) mostraram resultados satisfatórios com metodologias mais simples e ausência de correções. Em contrapartida, a escolha correta da função de viscosidade que melhor modela os resultados experimentais traz resultados com maior acurácia, sem demandar grandes esforços para sua aplicação.

Fluidos de perfuração com comportamento viscoplástico apresentaram divergência nos valores das tensões limites de escoamento. A escolha do modelo reológico, método de determinação dos parâmetros reológicos e metodologias

experimentais, assim como as correções empregadas, mostraram diferenças significativas.

Análises teóricas realizadas em escoamento em tubo e espaço anular mostraram que a utilização do viscosímetro pode implicar erros nos cálculos de queda de pressão e, conseqüentemente, comprometimento das funções desempenhadas pelo fluido de perfuração. A escolha da função de viscosidade que melhor modela o fluido é essencial para redução destes erros.

Em relação as análises da força gel, verificou-se que todos os fluidos apresentaram diferenças substanciais entre o viscosímetro e reômetro. A utilização do gel adicional mostrou que maiores tempos são necessários para completa reestruturação da microestrutura dos fluidos de perfuração. Além disso, o tempo de 30 minutos pode ser usual na prática, já que tempos de manobra nas plataformas podem ser superiores à 10 minutos.

A aplicação dos resultados da força gel, em substituição à tensão limite de escoamento, nos cálculos da pressão em escoamentos simples, mostraram que, sob o ponto de vista prático, a utilização destes valores pode culminar na ocorrência de problemas graves.

Para os fluidos que apresentaram efeito de deslizamento aparente, a geometria ranhurada foi essencial no aumento da acurácia dos resultados obtidos no viscosímetro, visto que os reômetros possuem geometrias que evitavam a ocorrência deste fenômeno. A geometria de superfície rugosa deveria ser incorporada as recomendações da API.

Posto todas as análises realizadas nesta dissertação, é importante salientar que o viscosímetro, em razão da sua simplicidade e rápida resposta, é um equipamento que atende satisfatoriamente para a análise do processo de perfuração de poços. No entanto, recomenda-se fortemente que seja valorizada a escolha da função viscosidade, geometrias ranhuradas sejam incorporadas e, que estudos continuem sendo conduzidos, de modo a aprimorar a obtenção destes resultados, principalmente no que diz respeito a força gel.

5.1

Trabalhos futuros

Conforme mencionado ao longo do texto, esta pesquisa possui forte motivação já que está associada com uma indústria que movimenta grande capital, na qual falhas podem ocasionar sérios danos ao meio ambiente e perda de vidas humanas.

No anexo C, outras geometrias, além da RIB1, comumente utilizada neste setor industrial, foram analisadas. No entanto, a escassez de tempo tornou as análises incompletas. Por este motivo, propõe-se realizar testes com geometrias

de diferentes dimensões. Além disso, usiná-las com as ranhuras para avaliar o efeito de deslizamento aparente, principalmente para aquelas em que faixas menores de taxa de cisalhamento serão atingidas.

Para aprimorar as conclusões obtidas nesta dissertação, mais fluidos de perfuração deveriam ser testados. Assim, seria possível gerar correlações entre os resultados, principalmente de força gel, que apresentou discrepância significativa entre reômetro e viscosímetro.

Ademais, seria importante expandir as análises realizadas com estes fluidos de perfuração para as pastas de cimento, a fim de otimizar também o processo de revestimento dos poços de petróleo.

Por fim, sugere-se testes experimentais para determinar a reologia de fluidos de perfuração em altas pressões e temperaturas. Assim, também poderiam ser propostas correlações com o viscosímetro rotacional, que suscitariam em significativos benefícios práticos.

- 1 MARSH Funnel Viscometer. Disponível em: <<https://hamdon.net/products/marsh-funnel-viscometer/>>.
- 2 VISCOMETER, F. **Model 35A Manual**. 2016.
- 3 AZAR, J.; SAMUEL, G. R. **Drilling Engineering**. [S.l.]: PennWell Corp., 2007.
- 4 NELSON, E. B. **Well cementing**. [S.l.]: Newnes, 1990.
- 5 MACOSKO, C. **Rheology : principles, measurements, and applications**. New York: VCH, 1994. ISBN 9780471185758.
- 6 BARNES, H. A. A handbook of elementary rheology. University of Wales, Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics Aberystwyth, 2000.
- 7 GIUSEPPE, E. D. et al. Characterization of carbopol® hydrogel rheology for experimental tectonics and geodynamics. **Tectonophysics**.
- 8 IKA Laboratory Equipment, Lab, Magnetic Stirrer, Homogenizer, Rotary evaporator, Oxygen Bomb Calorimeter, Mixer, Hot Plates, Lab mixer, mixing, stirring, blending. Disponível em: <<https://www.ika.com/>>.
- 9 COSTELLO, B. The ar-g2 magnetic bearing rheometer. **TA Instruments, Crawley, UK**, 2005.
- 10 INSTRUMENTS, T. **ARES G2 Rheometer**. [S.l.]: Reómetros, 2017.
- 11 KELESSIDIS, V.; MAGLIONE, R.; BANDELIS, G. On the end-effect correction for couette type oil-field direct-indicating viscometers for newtonian and non-newtonian fluids. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Elsevier BV, v. 71, n. 1-2, p. 37–46, mar 2010.
- 12 NGUYEN, Q.; BOGER, D. Characterization of yield stress fluids with concentric cylinder viscometers. **Rheologica acta**, 1987.
- 13 HAMED, S. B.; BELHADRI, M. Rheological properties of biopolymers drilling fluids. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Elsevier, v. 67, n. 3-4, p. 84–90, 2009.
- 14 CAENN, R.; CHILLINGAR, G. V. Drilling fluids: State of the art. **Journal of petroleum science and engineering**, Elsevier, v. 14, n. 3-4, p. 221–230, 1996.
- 15 RP, A. et al. Rheology and hydraulics of oil-well fluids. 2010.

- 16 API. 13b-2: Recommended practice for field testing oil-based drilling fluids. **API, Washington DC**, 2014.
- 17 API. 13b-1: Recommended practice for field testing water-based drilling fluids. **API, Washington DC**, 2014.
- 18 RHEOMETERS. Disponível em: <<https://www.tainstruments.com/products/rheology/>>.
- 19 BOURGOYNE, J. A. T. et al. **Applied Drilling Engineering (Spe Textbook Series, Vol 2)**. [S.l.]: Society of Petroleum Engineers, 1986.
- 20 BRADLEY, H. B. Petroleum engineering handbook. Society of Petroleum Engineers, Richardson, TX, 1987.
- 21 ROBINSON, L. Historical perspective and introduction. **Drilling Fluids Processing Handbook**, p. 1, 2005.
- 22 AUSTIN, E. H. **Drilling Engineering Handbook**. [S.l.]: Springer Netherlands, 1983.
- 23 CAENN, R.; DARLEY, H. C. H.; GRAY, G. R. **Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids**. [S.l.]: Elsevier Science & Technology, 2016.
- 24 MENDES, P. R. de S. **Posicionamento de tampões em poços de petróleo: uma investigação de escoamentos de inversão por gravidade**. Tese (Doutorado) — PUC-Rio, 2017.
- 25 ZHAO, S.-y. et al. Rheological properties of oil-based drilling fluids at high temperature and high pressure. **Journal of Central South University of Technology**, Springer, v. 15, n. 1, p. 457–461, 2008.
- 26 ACIDENTES. 2020. Disponível em: <<https://blowoutpetroleo.weebly.com/acidentes.html>>.
- 27 BARNES, H. A. A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers: its cause, character, and cure. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, Elsevier BV, v. 56, n. 3, p. 221–251, mar 1995.
- 28 BOYD, J.; BUICK, J. M.; GREEN, S. Analysis of the casson and carreau-yasuda non-newtonian blood models in steady and oscillatory flows using the lattice boltzmann method. **Physics of Fluids**, AIP Publishing, v. 19, n. 9, p. 093103, sep 2007.
- 29 AHO, J.; SYRJÄLÄ, S. On the measurement and modeling of viscosity of polymers at low temperatures. **Polymer Testing**, Elsevier BV, v. 27, n. 1, p. 35–40, feb 2008.
- 30 VARGES, P. et al. Rheological characterization of carbopol® dispersions in water and in water/glycerol solutions. **Fluids**, v. 4, p. 3, 01 2019.

- 31 BARNES, H. A. The yield stress—a review or ‘*παντα ρει*’—everything flows? **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, 1999.
- 32 BARNES, H. A. Thixotropy—a review. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, Elsevier BV, v. 70, n. 1-2, p. 1–33, may 1997.
- 33 ROBINSON, L. Preface. In: **Drilling Fluids Processing Handbook**. [S.l.]: Elsevier, 2005. p. xxiii–xxvi.
- 34 TEHRANI, A. Thixotropy in water-based drilling fluids. **Annual Transactions of the nordic rheology society**, v. 16, p. 1–13, 2008.
- 35 CHIEZA, C. P. **DIAGNÓSTICOS DE PROBLEMAS OPERACIONAIS DURANTE A PERFURAÇÃO DE POÇOS DE PETRÓLEO**. Tese (Doutorado) — Faculdades católicas.
- 36 ABOUT API. 2020. Disponível em: <<https://www.api.org/about>>.
- 37 WHORLOW, R. W. **Rheological techniques**. Chichester England New York: E. Horwood Halsted Press, 1980. ISBN 0853120781.
- 38 WAZER, J. R. V. **Viscosity and Flow Measurement: A Laboratory Handbook of Rheology**. [S.l.: s.n.], 1963.
- 39 PRINCEN, H. M. A novel design to eliminate end effects in a concentric cylinder viscometer. **Journal of Rheology**, Society of Rheology, 1986.
- 40 LINDSLEY, C. H.; FISCHER, E. K. End-effect in rotational viscometers. **Journal of Applied Physics**, AIP Publishing, v. 18, n. 11, p. 988–996, nov 1947.
- 41 HIGHGATE, D. J.; WHORLOW, R. W. End effects and particle migration effects in concentric cylinder rheometry. **Rheologica Acta**, Springer Science and Business Media LLC, v. 8, n. 2, p. 142–151, jul 1969.
- 42 GÜCÜYENER, I. H.; KOK, M. V.; BATMAZ, T. End effect evaluation in rheological measurement of drilling fluids using couette coaxial cylinder viscometer. **Energy Sources**, Informa UK Limited, v. 24, n. 5, p. 441–449, may 2002.
- 43 BARNES, H. A. A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers: its cause, character, and cure. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, Elsevier, 1995.
- 44 BUSCALL, R.; MCGOWAN, J. I.; MORTON-JONES, A. J. The rheology of concentrated dispersions of weakly attracting colloidal particles with and without wall slip. **Journal of Rheology**, Society of Rheology, v. 37, n. 4, p. 621–641, jul 1993.
- 45 RODRIGUES, E. C. et al. An appraisal of procedures to determine the flow curve of cement slurries. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Elsevier BV, v. 159, p. 617–623, nov 2017.

- 46 FALL, A.; PAREDES, J.; BONN, D. Yielding and shear banding in soft glassy materials. **Physical Review Letters**, American Physical Society (APS), v. 105, n. 22, nov 2010.
- 47 WANG, G.; PU, X.-L. Rheology of high-density drilling fluids: Wall slip during viscosity measurement. **Petroleum Science and Technology**, Informa UK Limited, v. 29, n. 22, p. 2321–2328, sep 2011.
- 48 SADEGHY, K. Wall slip effects of water-based bentonite drilling muds at high pressures and temperatures. In: **SPE/IADC Middle East Drilling Technology Conference**. [S.l.]: Society of Petroleum Engineers, 2001.
- 49 CLOITRE, M.; BONNECAZE, R. T. A review on wall slip in high solid dispersions. **Rheologica Acta**, Springer, v. 56, n. 3, p. 283–305, 2017.
- 50 KELESSIDIS, V. C. Investigations on the thixotropy of bentonite suspensions. **Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects**, Informa UK Limited, v. 30, n. 18, p. 1729–1746, jul 2008.
- 51 KELESSIDIS, V. C.; HATZISTAMOU, V.; MAGLIONE, R. Wall slip phenomenon assessment of yield stress pseudoplastic fluids in couette geometry. **Applied Rheology**, De Gruyter, v. 20, n. 5, 2010.
- 52 KLEIN, B.; LASKOWSKI, J.; PARTRIDGE, S. A new viscometer for rheological measurements on settling suspensions. **Journal of Rheology**, The Society of Rheology, v. 39, n. 5, p. 827–840, 1995.
- 53 TAYLOR, G. I. Viii. stability of a viscous liquid contained between two rotating cylinders. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character**, The Royal Society London, 1923.
- 54 WHITE, F. **Fluid mechanics**. New York: McGraw-Hill, 1994. ISBN 0079116957.
- 55 EWOLDT, R. H.; JOHNSTON, M. T.; CARETTA, L. M. Experimental challenges of shear rheology: How to avoid bad data. In: **Complex Fluids in Biological Systems**. [S.l.]: Springer New York, 2014. p. 207–241.
- 56 MCKINLEY, G. H.; PAKDEL, P.; ÖZTEKIN, A. Rheological and geometric scaling of purely elastic flow instabilities. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, Elsevier BV, v. 67, p. 19–47, nov 1996.
- 57 FERNANDES, R. R. et al. Are the rheological properties of water-based and synthetic drilling fluids obtained by the fann 35a viscometer reliable? **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Elsevier BV, v. 177, p. 872–879, jun 2019.
- 58 MEETEN, G. H.; PAFITIS, D. Granular fluids rheometry. **MRS Proceedings**, Cambridge University Press (CUP), v. 289, 1992.

- 59 VLACHOU, V.; PIAU, J.-M. A new tool for the rheometric study of oil well cement slurries and other settling suspensions. **Cement and Concrete Research**, Elsevier BV, v. 30, n. 10, p. 1551–1557, oct 2000.
- 60 ESTELLÉ, P.; LANOS, C.; PERROT, A. Processing the couette viscometry data using a bingham approximation in shear rate calculation. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, Elsevier BV, v. 154, n. 1, p. 31–38, sep 2008.
- 61 KUMAR, V.; GURIA, C. An improved shear rate estimation using rotating coaxial cylinder fann viscometer. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Elsevier BV, v. 110, p. 162–168, oct 2013.
- 62 SISODIA, M. S. et al. An improved estimation of shear rate for yield stress fluids using rotating concentric cylinder fann viscometer. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Elsevier, v. 125, p. 247–255, 2015.
- 63 MOONEY, M. Explicit formulas for slip and fluidity. **Journal of Rheology**, Society of Rheology, v. 2, n. 2, p. 210–222, apr 1931.
- 64 SAVINS, J. et al. The differentiation method in rheology: Iii. couette flow. **Society of Petroleum Engineers Journal**, 1963.
- 65 KRIEGER, I. M.; ELROD, H. Direct determination of the flow curves of non-newtonian fluids. II. shearing rate in the concentric cylinder viscometer. **Journal of Applied Physics**, 1953.
- 66 KRIEGER, I. M. Shear rate in the couette viscometer. **Transactions of the Society of Rheology**, Society of Rheology, 1968.
- 67 APELBLAT, A.; HEALY, J. C.; JOLY, M. Shear rate in the couette viscometer with a narrow annular gap between cylinders. a new approximate formula. **Rheologica Acta**, Springer Science and Business Media LLC, 1975.
- 68 YANG, T. M. T.; KRIEGER, I. M. Comparison of methods for calculating shear rates in coaxial viscometers. **Journal of Rheology**, Society of Rheology, 1978.
- 69 DARBY, R. Couette viscometer data reduction for materials with a yield stress. **Journal of Rheology**, Society of Rheology, 1985.
- 70 HOOG, F. R. D.; ANDERSSSEN, R. S. Simple and accurate formulas for flow-curve recovery from couette rheometer data. **Applied Rheology**, Walter de Gruyter GmbH, 2006.
- 71 KELESSIDIS, V. C.; MAGLIONE, R. Shear rate corrections for herschel-bulkley fluids in couette geometry. **Applied Rheology**, Walter de Gruyter GmbH, 2008.
- 72 ANNIS, M. R. et al. High-temperature flow properties of water-base drilling fluids. **Journal of Petroleum Technology**, Society of Petroleum Engineers, v. 19, n. 08, p. 1–074, 1967.

- 73 SPEERS, R. A. et al. Drilling fluid shear stress overshoot behavior. **Rheologica Acta**, Springer Science and Business Media LLC, v. 26, n. 5, p. 447–452, sep 1987.
- 74 CHEN, Z. et al. Rheology of aqueous drilling foam using a flow-through rotational viscometer. In: **SPE International Symposium on Oilfield Chemistry**. [S.l.]: Society of Petroleum Engineers, 2005.
- 75 LAC, É.; PARRY, A. Non-newtonian end-effects in standard oilfield rheometers. **Journal of Rheology**, Society of Rheology, v. 61, n. 4, p. 833–843, jul 2017.
- 76 SKADSEM, H. J.; SAASEN, A. Concentric cylinder viscometer flows of herschel-bulkley fluids. **Applied Rheology**, Walter de Gruyter GmbH, v. 29, n. 1, p. 173–181, jan 2019.
- 77 SNF Holding Co. - Global Leader in Water-Soluble Polymers. **SNF Holding Company**. Disponível em: <<https://www.snf.us/>>.
- 78 FREITAS, T.; BERTONHA, A.; ANDRADE, A. Uso de hidrogel na agricultura. **Revista do Programa de Ciências Agro-Ambientais, Alta Floresta**, v. 1, n. 1, p. 23–31, 2002.
- 79 BORCHARDT, J. K. Oil-field applications. **Encyclopedia of Polymer Science and Engineering**, HF Mark, CG Overberger, NM Bikales and G. Menges (ed.), John Wiley & Sons, Inc., New York, 1987.
- 80 CARBOPOL Ultrez 10 polymer. Disponível em: <<https://www.lubrizol.com/Personal-Care/Products/Product-Finder/Products-Data/Carbopol-Ultrez-10-polymer>>.
- 81 GUTOWSKI, I. A. et al. Scaling and mesostructure of carbopol dispersions. **Rheologica Acta**, Springer Science and Business Media LLC, v. 51, n. 5, p. 441–450, jan 2012.
- 82 DISPERSION Techniques for Carbopol Polymers. [S.l.], 2002.
- 83 CARBOPOL® Ultrez 10 Polymer for Personal Care Applications. [S.l.], 2002.
- 84 NEUTRALIZING Carbopol and Pemulen Polymers in Aqueous and Hydroalcoholic Systems. [S.l.], 2008.
- 85 PIPE, C. J.; MAJMUDAR, T. S.; MCKINLEY, G. H. High shear rate viscometry. **Rheologica Acta**, Springer Science and Business Media LLC, v. 47, n. 5-6, p. 621–642, apr 2008.
- 86 Editors@Appliedrheology.Org; Editor Applied Rheology; KROGER, M. Parallel-plate geometry correction for transient rheometric experiments. 2014.
- 87 RABINOWITSCH, B. Über die viskosität und elastizität von solen. **Zeitschrift für Physikalische Chemie**, Walter de Gruyter GmbH, v. 145A, n. 1, p. 1–26, jan 1929.

- 88 Editor Applied Rheology; KROGER, M.; Editors@Appliedrheology.Org. Rheological characterization of yield-stress materials: Flow pattern and apparent wall slip. Applied Rheology; ETH Zurich, 2015.
- 89 NICKERSON, C. S.; KORNFIELD, J. A. A “cleat” geometry for suppressing wall slip. **Journal of Rheology**, The Society of Rheology, v. 49, n. 4, p. 865–874, 2005.
- 90 OPTIMIZING Performance of Carbopol® ETD 2020 and Ultrez 10 Polymers with Partial Neutralization of Polymer Dispersions. [S.l.], 2002.
- 91 MALKIN, A. Y.; PATLAZHAN, S. Wall slip for complex liquids – phenomenon and its causes. **Advances in Colloid and Interface Science**, Elsevier BV, v. 257, p. 42–57, jul 2018.
- 92 BIRD, R. B.; ARMSTRONG, R. C.; HASSAGER, O. Dynamics of polymeric liquids. vol. 1: Fluid mechanics. 1987.
- 93 AHMED, E. M. Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review. **Journal of Advanced Research**, Elsevier BV, v. 6, n. 2, p. 105–121, mar 2015.
- 94 ROBERTS, G. P.; BARNES, H. A. New measurements of the flow-curves for carbopol dispersions without slip artefacts. **Rheologica Acta**, Springer Science and Business Media LLC, v. 40, n. 5, p. 499–503, sep 2001.
- 95 KELESSIDIS, V.; POULAKAKIS, E.; CHATZISTAMOU, V. Use of carbopol 980 and carboxymethyl cellulose polymers as rheology modifiers of sodium-bentonite water dispersions. **Applied Clay Science**, Elsevier BV, v. 54, n. 1, p. 63–69, nov 2011.
- 96 POUMAERE, A. et al. Unsteady laminar flows of a carbopol® gel in the presence of wall slip. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, Elsevier BV, v. 205, p. 28–40, mar 2014.
- 97 WEBER, E.; MOYERS-GONZÁLEZ, M.; BURGHELEA, T. I. Thermorheological properties of a carbopol gel under shear. **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, Elsevier BV, v. 183-184, p. 14–24, sep 2012.
- 98 JR, S. V. C. Ciência dos polímeros. **Artliber editora, São Paulo**, p. 110–115, 2002.

A

Análise do tempo de mistura de dispersões de carbopol

A.1

Introdução

Pequenas unidades químicas conhecidas como unidades estruturais, quando ligadas entre si formam cadeias lineares, denominadas polímeros ou macromoléculas. Essas estruturas podem se ligar a outras unidades estruturais, e assim formar ramificações. Além disso, as cadeias poliméricas também podem formar arranjos tridimensionais, através de ligações cruzadas/covalentes entre elas. A composição e estrutura química dessas macromoléculas governam seu comportamento reológico (92).

Os polímeros sintéticos são projetados com o intuito de se obter dispersões que atendam diferentes setores industriais. Dessa forma, o controle de sua estrutura molecular pode conceder propriedades, tais como biodegradação, nível de reticulação, além de resistência mecânica e química (93). Mais especificamente, o Carbopol® é um polímero de ácido acrílico, de alto peso molecular, hidrossolúvel e fortemente reticulado.

Devido a presença de componentes hidrofílicos em sua estrutura, os hidrogéis, como o Carbopol®, exibem a capacidade de inchar sua molécula, e assim aumentar a densidade e a viscosidade da dispersão (30,94). Propriedades do solvente, natureza das ligações químicas e aparência física são características responsáveis pela ampla diversidade de modelos de Carbopol® disponíveis no mercado (30,93).

Esses polímeros devem ser dispersos no solvente para que ocorra o desenrolamento e inchamento de suas cadeias, além do processo de reticulação. O pó de Carbopol® apresenta boa molhabilidade em solventes polares. No entanto, devido ao fato do pó ser extremamente fino, sua dispersão deve ser feita cuidadosamente para evitar a formação de aglomerados.

Quando o pó se agrega, forma uma camada resistente que impede o processo de umectação do polímero. O surgimento desses granulados implica na redução da viscosidade e não homogeneidade da dispersão. Diferentes tipos de pó de Carbopol® apresentam técnicas de dispersão distintas que devem ser seguidas rigorosamente com o intuito de se obter qualidade e reprodutividade

do produto (82).

Normalmente, as dispersões de Carbopol® são preparadas com água. No entanto, é possível utilizar um sistema com diferentes solventes polares, a fim de se obter efeitos adicionais à dispersão. Pode-se citar como exemplo, um sistema que utiliza hidroálcool como solvente, concedendo ao produto característica antisséptica.

Nestes sistemas, as moléculas de hidrogênio do álcool (ou glicerina), da água e do polímero podem se ligar de diferentes formas e assim, modificar as propriedades viscoelásticas do material (30). É importante salientar que, diferentes sistemas de solventes polares devem utilizar um agente neutralizante propício. Por conseguinte, o protocolo experimental deve ser estudado, e assim garantir a produção de dispersões de alta qualidade.

Carbopol® 980 foi estudado e empregado em diversas pesquisas científicas ao longo dos últimos anos (30, 94–97). Isso ocorreu, devido a sua capacidade de agir como modificador reológico, formando géis transparentes e não tóxicos. Recentemente, a empresa Lubrizol produziu um pó de Carbopol® com propriedades únicas de dispersão, denominado Ultrez 10. Esse pó é molhado rapidamente, tornando dispensável agitação durante sua dispersão no solvente. Esses avanços tecnológicos permitem redução no tempo de preparo e, conseqüentemente, redução nos custos de produção (80, 83).

Além de excepcional dispersividade, do ponto de vista científico, um polímero deve apresentar estabilidade reológica ao longo do tempo, garantindo a reprodutividade dos resultados. Além disso, pH, temperatura, e tempo de preparo são outros fatores que contribuem com uma reologia estável e obtenção da viscosidade ótima (7, 30, 83). Por essas razões, torna-se imprescindível a avaliação do tempo de mistura dessas dispersões, além de sua estabilidade ao longo do tempo.

A.2

Objetivo

Realizar uma análise do tempo de mistura necessário para obtenção da viscosidade ótima e da estabilidade reológica de dispersões de Carbopol®. Para isso, serão empregados dois diferentes tipos de pó, denominados Carbopol® NF 980 e Ultrez 10.

A.3

Metodologia

Neste trabalho, serão empregados quatro dispersões poliméricas:

1. Carbopol® aquoso 0,1 % NF 980
2. Carbopol® aquoso 0,1 % Ultrez 10
3. Carbopol® 0,125 % NF 980 em solução aquosa de glicerina 60 %.
4. Carbopol® 0,125 % Ultrez 10 em solução aquosa de glicerina 60 %.

O método de preparo das dispersões com Carbopol® NF 980 está descrito no anexo E. Já o método com Carbopol® NF Ultrez 10, encontra-se na seção 3.2.2.

Após posicionamento das dispersões nos misturadores e adição do agente neutralizante, as amostras devem permanecer sob agitação até atingir sua máxima eficiência reológica. Para determinar quando isso ocorre, serão retiradas alíquotas da mistura ao longo do seu tempo de preparo.

A análise reológica das amostras será realizada em um reômetro rotacional, AR-G2, com utilização de geometrias ranhuradas para evitar o efeito de deslizamento aparente, vide seções 3.3.2.3 e 3.3.2.1. Este estudo será feito mediante performance de curvas de escoamento e testes de varredura de tensão, cujos procedimentos estão descritos nas seções 3.5.1 e 3.5.1.2, respectivamente.

Por fim, algumas amostras serão analisadas em um microscópio confocal, com o intuito de avaliar sua microestrutura ao longo do tempo de mistura.

A.4

Resultados experimentais

A.4.1

Tempo de mistura

Para avaliação do tempo de mistura, foram realizados testes reológicos de curva de escoamento. Assim, foram construídos gráficos de tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento, que serão mostrados a seguir.

Optou-se pela construção do gráfico de tensão em preterição à viscosidade devido a visualização na escala gráfica. A eficiência reológica da dispersão de Carbopol® equivale àquela amostra, cuja viscosidade é máxima e, consequentemente, a tensão é mínima.

Verifica-se no gráfico da figura A.1, que a partir do segundo dia de mistura, a amostra alcança um valor bem próximo da tensão mínima. No

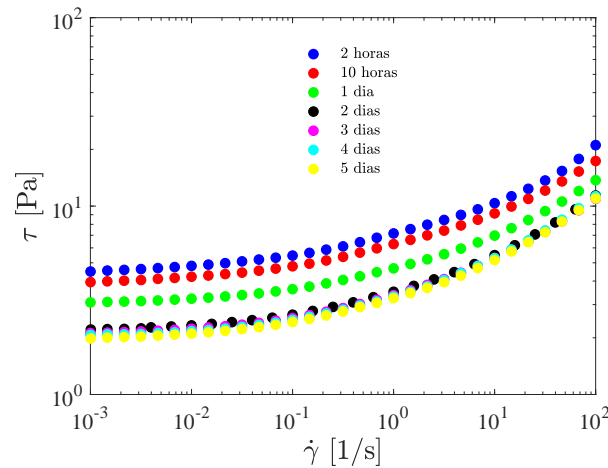


Figura A.1: Dispersão aquosa 0,1 % de Carbopol® NF 980

entanto, os valores de tensão continuam apresentando uma pequena queda até o quinto dia. Isto evidencia que este seria o tempo necessário para garantir que se atinja a máxima viscosidade da dispersão aquosa de Carbopol® NF 980. O desvio padrão das tensões limite de escoamento entre as curvas referentes a quatro e cinco dias corresponde à 0,0125.

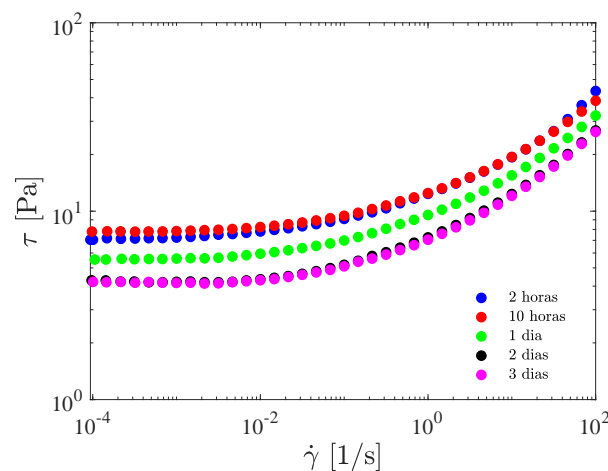


Figura A.2: Dispersão aquosa 0,1 % de Carbopol® Ultrez 10

No gráfico da figura A.2, observa-se que as curvas dos dias 2 e 3 são equivalentes, revelando que já no segundo dia, a dispersão de Carbopol® Ultrez 10 atinge sua máxima viscosidade. O desvio padrão das tensões limite de escoamento entre as curvas referentes a dois e três dias corresponde à 0,102.

Além da alta efetividade na dispersão do pó, o Carbopol® Ultrez 10 também demanda menor tempo de mistura para atingir sua máxima eficiência reológica, comparado ao pó de Carbopol® NF 980, em dispersões aquosas.

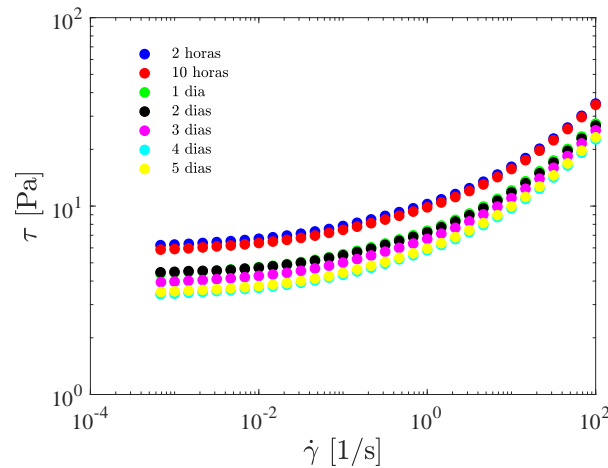


Figura A.3: Dispersão de Carbopol® 0,125% NF 980 em solução aquosa de glicerina

É possível verificar no gráfico da figura A.3, que as curvas dos dias 4 e 5 são bem próximas em relação aos demais dias. No entanto não apresentam máxima convergência, já que as tensões limite de escoamento das curvas referentes a quatro e cinco dias apresentam desvio padrão correspondente à 0,043. Assim, sugere-se misturar por mais um dia para garantir sua máxima viscosidade.

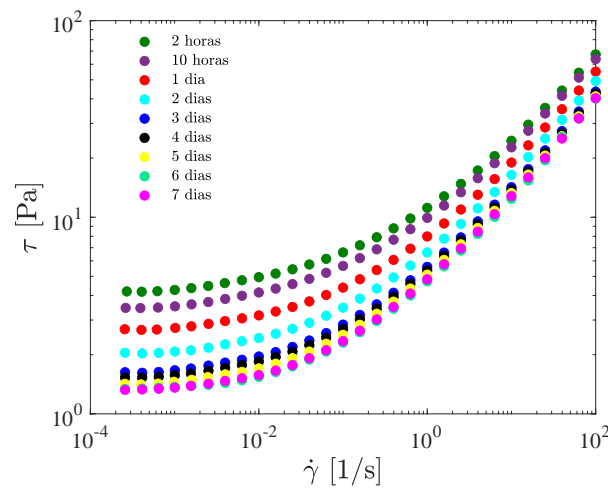


Figura A.4: Dispersão de Carbopol® 0,125% Ultrez 10 em solução aquosa de glicerina

Os resultados do Carbopol® Ultrez 10 com concentração de 0,125 % em solução aquosa de glicerina estão apresentados na figura A.4. As curvas de escoamento referentes ao sexto e sétimo dias possuem grande convergência e o desvio padrão entre as tensões limite de escoamento é equivalente à 0,009. Assim, a análise deste gráfico permite concluir que o tempo necessário para que a dispersão atinja sua máxima viscosidade é de 6 dias.

A.4.2

Estabilidade das dispersões

A estabilidade de dispersões poliméricas é de extrema importância para ensaios laboratoriais que demandam tempo.

A verificação da estabilidade das dispersões foi feita mediante ensaio reológico de curva de escoamento. A amostra T_0 é equivalente ao dia em que a dispersão ficou pronta. Enquanto que o T_{35} corresponde a amostra cinco semanas após seu preparo.

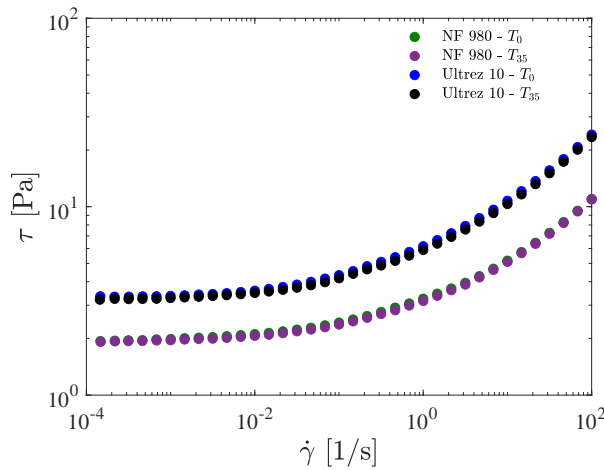


Figura A.5: Dispersão aquosa de Carbopol® 0,1 %

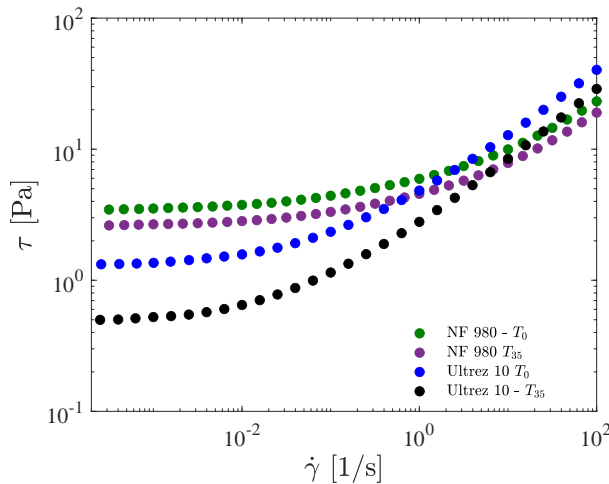


Figura A.6: Dispersão de Carbopol® 0,125 % em solução aquosa de glicerina

No gráfico da figura A.5 foi possível verificar que as amostras de Carbopol® aquoso apresentam elevada estabilidade ao longo do tempo, com desvios padrões das tensões limite de escoamento equivalentes à 0,073 e 0,018. O mesmo não ocorre com a dispersão de Carbopol® em solução aquosa de

glicerina, visto no gráfico da figura A.6. Estas apresentam desvios padrões na tensão limite de cisalhamento equivalentes à 0,42 e 0,41.

A.4.3

Imagens com microscópio confocal

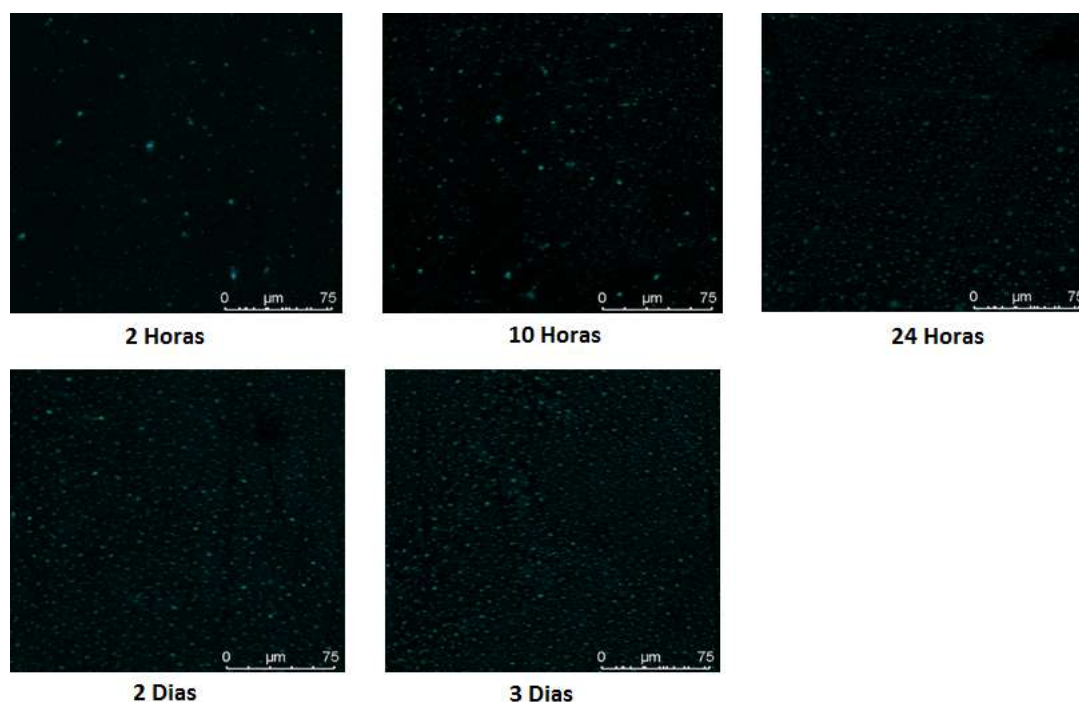


Figura A.7: Microscópio confocal: Dispersão aquosa de Carbopol® 0,1 % Ultrez 10

Após dispersão do pó de Carbopol® no solvente e adição do agente neutralizante, as moléculas do polímero incham e ocorre o processo de reticulação, ou seja, as cadeias poliméricas se ligam tridimensionalmente através de ligações covalentes. As forças intramoleculares que governam essa ligação são fortes e responsáveis pelo arranjo das unidades, estrutura química e tipo de ligação polimérica. Além disso, também são responsáveis pela rigidez da cadeia e estabilidade da dispersão (98).

À medida que a dispersão é misturada e sofre cisalhamento, a microestrutura do material se quebra. Assim, formam-se pequenos segmentos das cadeias poliméricas, que se ligam entre si, através das ligações secundárias, também conhecidas como ligações intermoleculares (98). Devido aos componentes químicos das moléculas de água e Carbopol®, sugere-se a presença de ligações de hidrogênio.

Essas ligações secundárias, entre os segmentos das cadeias poliméricas, formados devido ao cisalhamento, são responsáveis pelas propriedades físicas do polímero, tais como solubilidade, difusão, cristalinidade e deformação em um escoamento. A força dessas ligações gera atração entre as cadeias, aumentando sua viscosidade (98).

A partir da observação da figura A.7, é possível corroborar esta hipótese, haja visto que nos dias 2 e 3, a microestrutura está completamente destruída e a dispersão atinge sua viscosidade máxima.

A.5

Conclusão

O pó de Carbopol® Ultrez 10 propicia a obtenção da máxima viscosidade da dispersão aquosa em um menor tempo, quando comparado ao pó de Carbopol® NF 980. O mesmo não ocorre quando utilizamos uma mistura de solventes (água+glicerina). Isto evidencia que as interações entre as moléculas das cadeias do polímero e dos solventes influenciam na rapidez e eficiência do preparo da dispersão.

Também foi constatado que a presença de um solvente com grupos funcionais de hidroxilas provocam uma instabilidade na dispersão ao longo de 5 semanas. O mesmo não ocorre quando utiliza-se como solvente apenas a água.

Por fim, a partir da avaliação das imagens obtidas em um microscópio confocal, foi possível comprovar que o cisalhamento da amostra ao longo do tempo, promove o aumento da viscosidade da dispersão, até que se atinja sua máxima eficiência reológica.

B

Aferição das calibrações dos equipamentos

A calibração dos equipamentos foi realizada com fluidos newtonianos (vide seção 3.1.1). Suas respectivas viscosidades estão explicitadas na tabela B.1.

Tabela B.1: Viscosidade de fluidos Newtonianos

Fluidos	Viscosidade [Pa.s]	Temperatura [°C]
Morlina 10	0,0146	22
Óleo de soja	0,0600	20
Morlina 150	0,3036	26
Glicerina	0,7751	24
OP 1000	1,0	25

B.1

Viscosímetro rotacional

Após posicionamento do fluido no viscosímetro, a temperatura da amostra é medida antes do início dos ensaios reológicos. Em seguida, o procedimento da seção 3.4.1 é empregado, com exceção da última etapa, haja visto que os fluidos possuem comportamento newtoniano. Ao final das medições, a temperatura da amostra é aferida novamente. Dessa forma, é possível obter uma temperatura média do fluido durante o experimento.

A viscosidade, em cada velocidade de rotação, pode ser calculada a partir da equação B-1.

$$\eta = \dot{\gamma} / \tau \quad (\text{B-1})$$

A faixa de taxa de cisalhamento atingida, com a combinação de geometria R1B1, encontra-se na figura 3.9. A tensão de cisalhamento pode ser calculada a partir da equação B-2.

$$\tau = \theta K_2 \quad (\text{B-2})$$

B.2

Reômetro rotacional

Os ensaios de calibração no reômetro foram realizados a partir de testes de curva de escoamento, com geometria couette liso. O procedimento experimental está descrito na seção 3.5.1. A temperatura selecionada para realização dos testes corresponde às contidas na tabela B.1.

B.3

Viscosímetro Ubbelohde

Para a calibração dos equipamentos, é preciso determinar a viscosidade de referência destes fluidos. Em vista disto, foram realizados testes com a temperatura média obtida nos ensaios com o viscosímetro rotacional (seção B.1), em um viscosímetro Ubbelohde, conforme figura B.1. Excetua-se o fluido 0P 1000, já que o mesmo possui certificação do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT).



Figura B.1: Viscosímetro Ubbelohde

B.4

Resultados

B.4.1

Aferição da calibração do viscosímetro rotacional

As aferições das calibrações foram realizadas com os fluidos morlina 10, óleo de soja, morlina 150 e glicerina. Os resultados estão explicitados nos gráficos das figuras B.2, B.3, B.4 e B.5. Foram determinadas a média dos resultados e, seu desvio padrão em relação ao valor de referência da viscosidade do fluido.

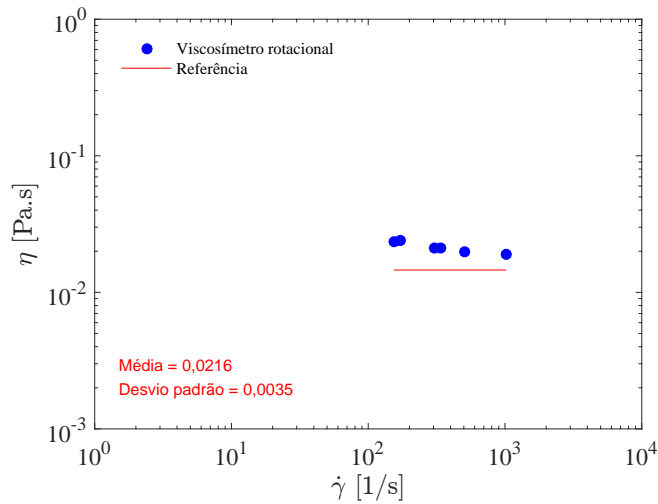


Figura B.2: Morlina 10

No gráfico da figura B.2 foram obtidos apenas 6 pontos da curva de escoamento devido a limitação de torque do equipamento. Isto foi evidenciado pela baixa viscosidade do fluido. Todos os dados obtidos com o viscosímetro rotacional foram divergentes dos valores de referência.

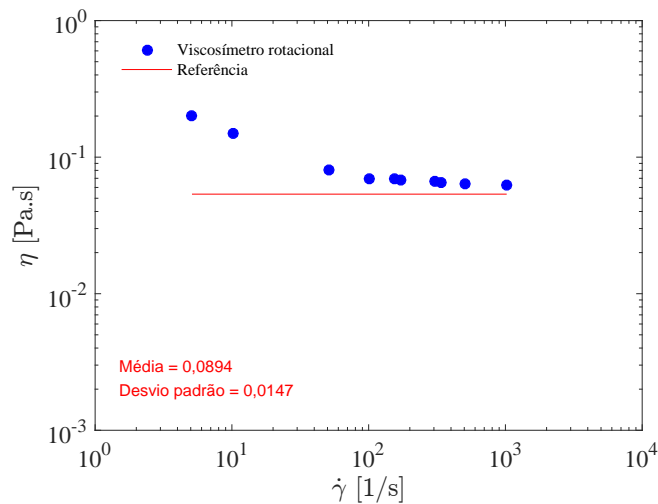


Figura B.3: Óleo de soja

A viscosidade intermediária do óleo de soja possibilitou a obtenção de 10 pontos da curva de escoamento, conforme figura B.3. A discrepância entre as curvas aumentou com a diminuição da taxa de cisalhamento. Este resultado pode estar relacionado à calibração inadequada do equipamento e também à limitação na precisão do controle de torque no limite inferior.

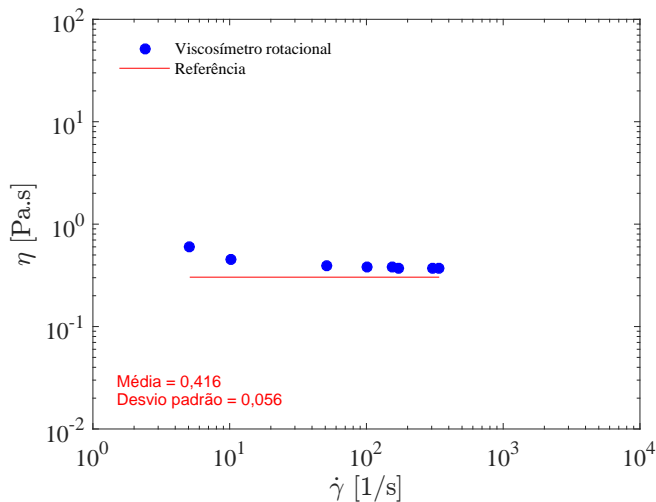


Figura B.4: Morlina 150

Resultados similares ao óleo de soja foram obtidos com o morlina 150, em razão da faixa de viscosidade, conforme figura B.4.

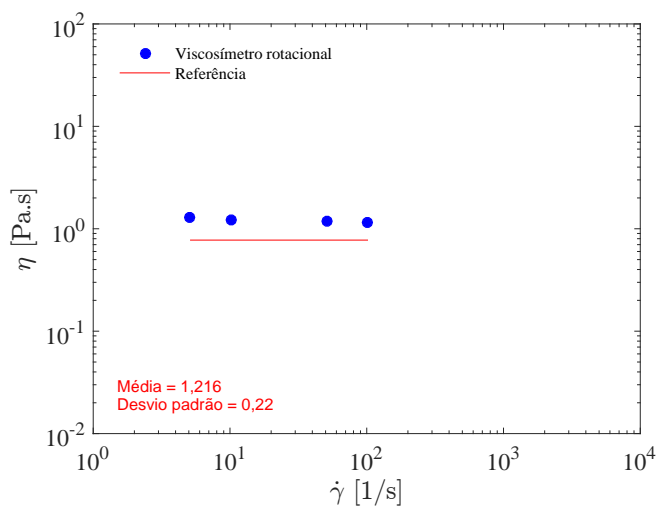


Figura B.5: Glicerina

A verificação da calibração com glicerina proporcionou a aquisição de apenas quatro pontos com o viscosímetro rotacional. Neste caso, este fato deve-se à limitação de torque superior do equipamento. Todos os pontos foram discrepantes dos referenciados.

A partir da análise dos resultados preliminares de aferição da calibração do viscosímetro rotacional, verificou-se que todos os fluidos apresentaram medições discrepantes daquelas referenciadas pelo viscosímetro Ubbelohde. Assim, foi comprovada a necessidade de calibração do equipamento.

O mesmo foi levado ao Centro de Pesquisas Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES), pertencente à PETROBRAS. O técnico constatou que o eixo estava descentralizado e substituiu a peça para eliminar problemas de excentricidade. Por fim, realizou a calibração, recomendada pelo fabricante, no viscosímetro rotacional.

Novos testes de aferição da calibração do equipamento foram realizados após seu retorno ao laboratório GReo. Os resultados encontram-se nos gráficos da figura B.6, B.7, B.8 e B.9.

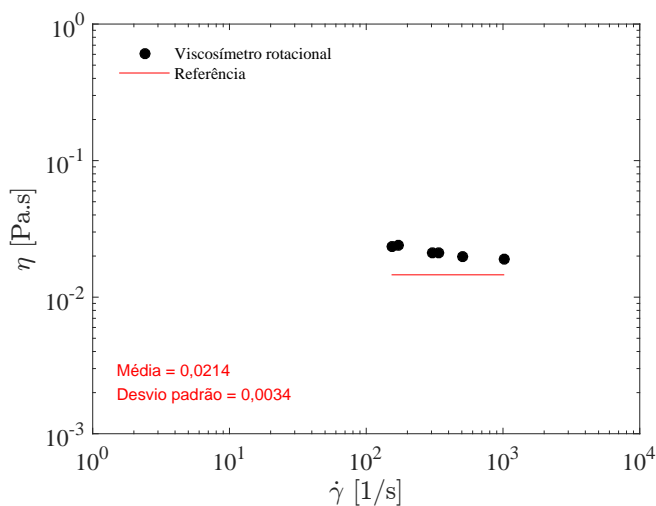


Figura B.6: Morlina 10 após calibração

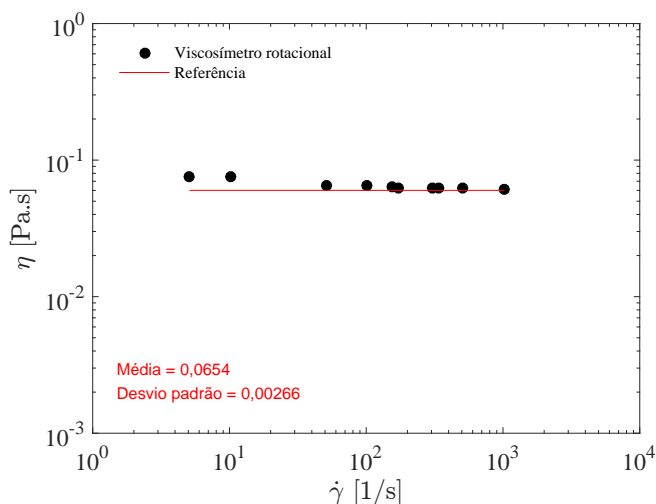


Figura B.7: Óleo de soja após calibração

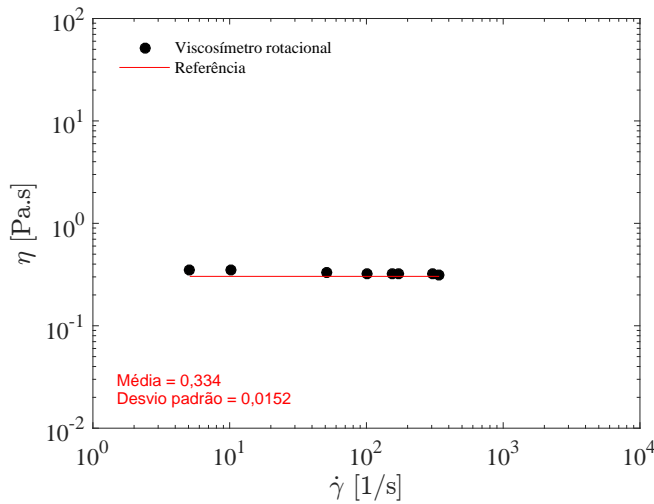


Figura B.8: Morlina 150 após calibração

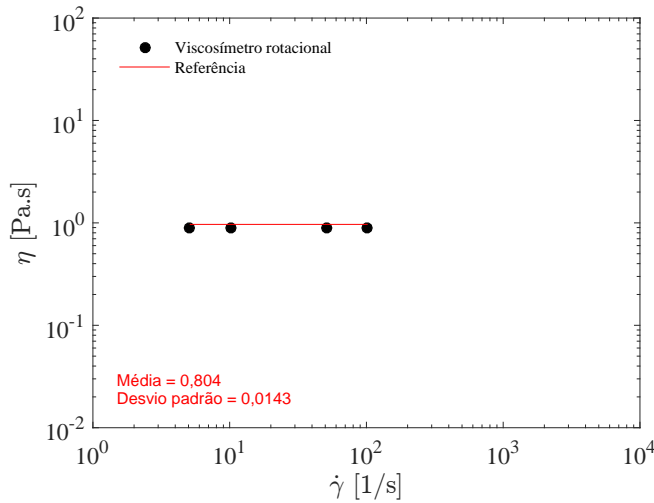


Figura B.9: Glicerina após calibração

A partir da análise dos resultados, foi possível comprovar que os procedimentos de calibração realizados no CENPES foram efetivos, haja visto que as curvas apresentaram equivalência com os valores de referência. Além disso, houve diminuição dos seus desvios-padrão. O fluido morlina 10 não apresentou significativo aumento na exatidão dos resultados, ressaltando a limitação do equipamento em relação à fluidos de baixa viscosidade. Apesar da limitada precisão no controle de torque em baixas velocidades angulares, a figura B.7 evidenciou que a divergência nas taxas baixas, vista na figura B.3, foi minimizada.

B.4.2

Aferição da calibração do reômetro rotacional

A verificação das calibrações do reômetro rotacional AR-G2 e ARES-G2, com o fluido newtoniano, na temperatura de 25 °C, encontram-se nas figuras B.10, B.11 e B.12.

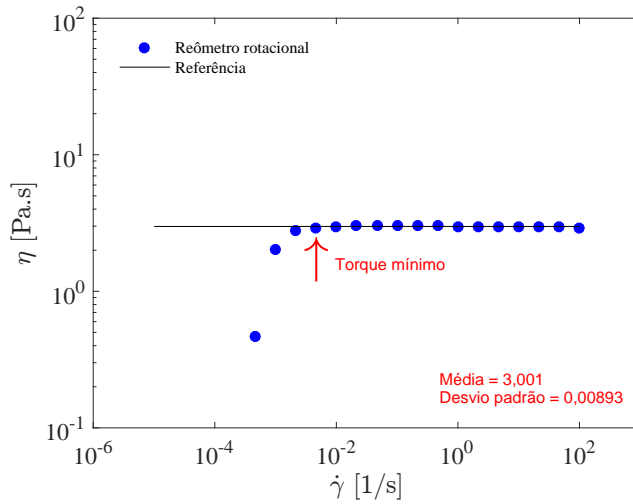


Figura B.10: AR-G2 - Couette

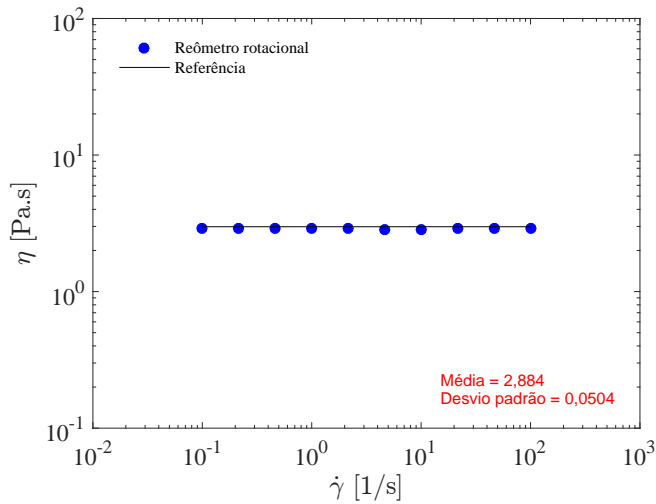


Figura B.11: AR-G2 - Placas paralelas

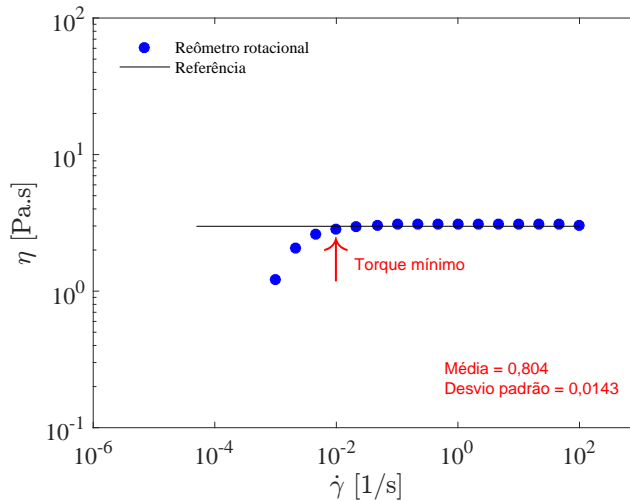


Figura B.12: ARES-G2

A partir da análise dos gráficos das figuras B.10, B.11 e B.12, foi possível verificar que ambos reômetros encontram-se calibrados, dado que a curva de escoamento é próxima ao valor de referência, acima do torque mínimo.

Além disso, os testes foram realizados aplicando-se taxas de cisalhamento bem baixas. Dessa forma, foram determinados os valores de torque mínimo dos equipamentos, que correspondem à 1,8 e 7,5 $\mu\text{N.m}$, para o AR-G2 e ARES-G2, respectivamente.

B.5

Considerações finais

Ao final dessas etapas de aferição da calibração dos equipamentos, foi possível validar sua utilização, comprovando sua seguridade na obtenção das respostas reológicas dos fluidos, dentro das limitações existentes.

C

Resultados preliminares

Os resultados discutidos nesta seção foram obtidos a partir de experimentos com geometrias lisas de diferentes dimensões, no viscosímetro rotacional. A seguir serão explicitados os raios de bob e rotor utilizados e a faixa de taxa de cisalhamento contemplada por essa combinação, conforme as tabelas C.1 e C.2. As taxas de cisalhamento foram obtidas a partir da utilização da equação 2-26, contida na seção 2.4.1.7.

Tabela C.1: Dimensão das geometrias do viscosímetro

Geometria	Raio [cm]	Altura [cm]
Rotor	1,8415	-
Bob 1	1,7245	3,8
Bob 2	1,8056	3,8
Bob 3	1,2283	3,8

Tabela C.2: Faixa de taxa de cisalhamento

Combinação de geometria	R1B1	R1B2	R1B3
N [rpm]	$\dot{\gamma}_1$ [1/s]	$\dot{\gamma}_2$ [1/s]	$\dot{\gamma}_3$ [1/s]
0,9	1,5	4,9	0,4
1,8	3,1	9,8	0,7
3	5,1	16,3	1,1
6	10,2	32,5	2,3
30	51,1	163	11,3
60	102	325	22,6
90	153	488	33,9
100	170	542	37,7
180	306	976	67,9
200	340	1084	75,4
300	511	1627	113
600	1021	3254	226

As combinações de geometria aplicadas são R1B1, R1B2 e R1B3. Com exceção do rotor 1 e do bob 1, as demais geometrias foram usinadas no

laboratório de reologia da universidade (GReo) e estão ilustradas nas figuras C.1 e C.2.



Figura C.1: Bob 2



Figura C.2: Bob 3

C.1
Testes de aferição de calibração

Com o intuito de validar as novas geometrias, testes de calibração foram realizados, conforme anexo B. Para alguns fluidos, a limitação de torque impediu a aquisição de alguns pontos, ou até mesmo, todos os pontos, quando foi empregada a combinação de geometria R1B2.

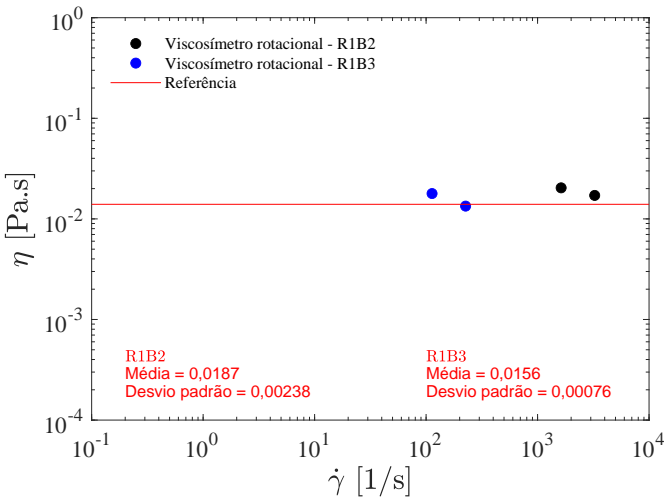
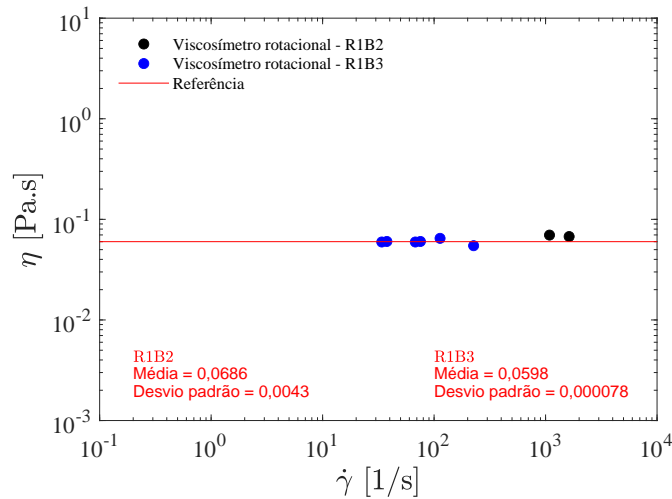
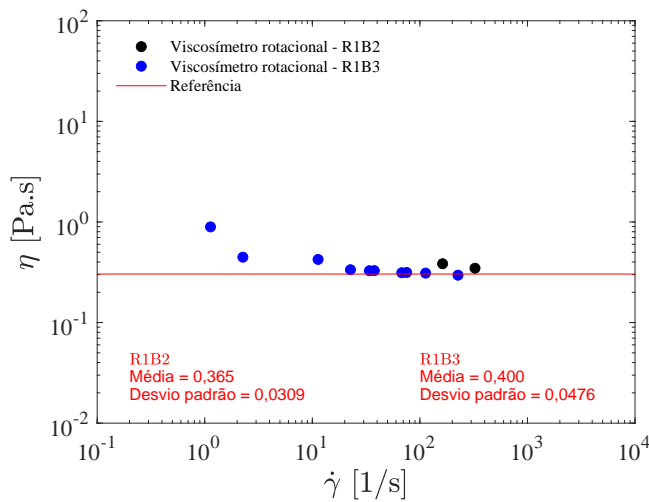


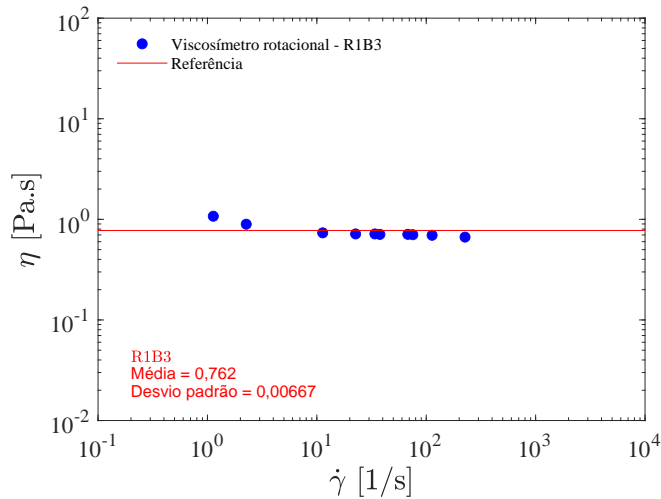
Figura C.3: Morlina 10 (T= 22 °C)

Figura C.4: Óleo de soja ($T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Nos gráficos das figuras C.3 e C.4, correspondente aos fluidos morlina 10 e óleo de soja, respectivamente, poucos pontos foram obtidos em decorrência da baixa viscosidade dos fluidos. Algumas medidas adicionais foram auferidas com a geometria R1B3, para o óleo de soja, devido ao valor um pouco superior de sua viscosidade.

Figura C.5: Morlina 150 ($T = 26\text{ }^{\circ}\text{C}$)

É possível verificar, na figura C.5, que a discrepância aumenta conforme a taxa de cisalhamento diminui. Isto está relacionado a sensibilidade no controle de torque do próprio equipamento, explicitada em seu manual (2).

Figura C.6: Glicerina ($T = 24\text{ }^{\circ}\text{C}$)

Na figura do gráfico C.6, não foi possível obter resultado com a combinação de geometria R1B2. Isso ocorreu, devido à limitação de torque do equipamento para fluido com elevada viscosidade.

C.2

Curvas de escoamento

As curvas de escoamento no viscosímetro e reômetro foram construídas de acordo com as seções 3.4.1 e 3.5.1, respectivamente. Além disso, as dispersões poliméricas foram preparados conforme seção 3.2. A Figura C.7 apresenta os resultados obtidos com poliacrilamida 0.86 % em diferentes geometrias do viscosímetro e reômetro.

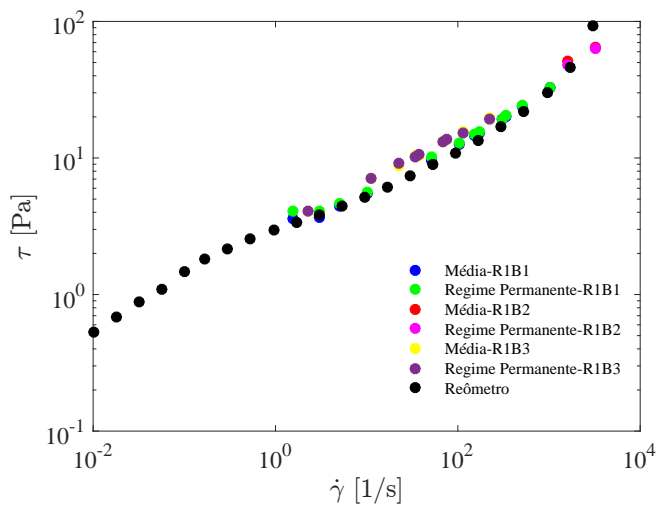


Figura C.7: Poliacrilamida 0,86 %

Em geral, observa-se no gráfico da figura C.7 equivalência entre as curvas obtidas com os dados provenientes do reômetro e viscosímetro com a geometria R1B1. A utilização da combinação de geometria R1B2 somente propiciou a aquisição de dois pontos, em taxas de cisalhamento elevadas. Isso ocorre devido a limitação de torque do equipamento. Além disso, somente um dos pontos teve concordância com os dados do reômetro. Dessa forma, não é possível afirmar que os dados obtidos com esta geometria possuem exatidão.

Por outro lado, a combinação R1B3 propiciou a aquisição de alguns pontos à curva de escoamento. No entanto, os mesmos, encontram-se um pouco discrepantes daqueles obtidos com a combinação R1B1. Isto pode estar associado a taxa de cisalhamento não homogênea devido ao fato da razão de raios entre bob e rotor desviar muito do valor unitário (seção 2.4.1.7).

As curvas de média e regime permanente foram equivalentes, evidenciando ausência de efeitos tixotrópicos e evaporação da amostra.

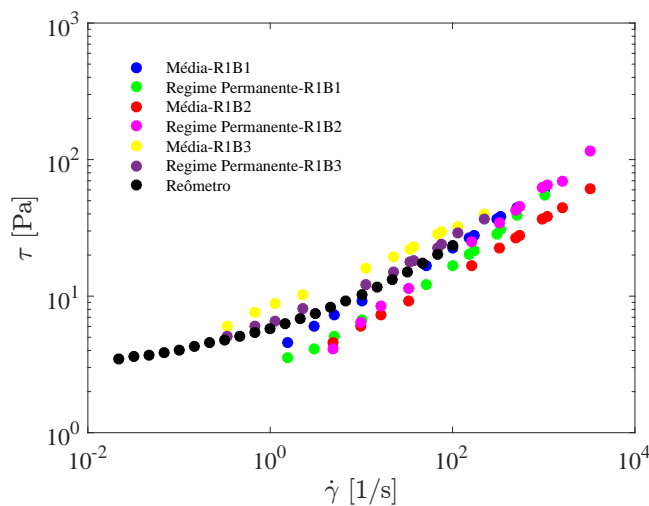


Figura C.8: Dispersão de Carbolpol® aquoso 0,1 %

Os testes com a dispersão aquosa 0,1 % de Carbolpol®, expostos na figura C.8, mostram uma completa discordância entre as curvas. Todas as respostas obtidas com a média e regime permanente no viscosímetro rotacional foram distintas. Assim, manifesta-se a necessidade de atentar-se a possibilidade de evaporação da amostra. Diante deste fato, foi usinada uma capa para evaporação, conforme seção 3.3.1.2.

Novos testes foram realizados com a utilização desta nova geometria, e assim foi possível analisar os resultados com maior confiabilidade.

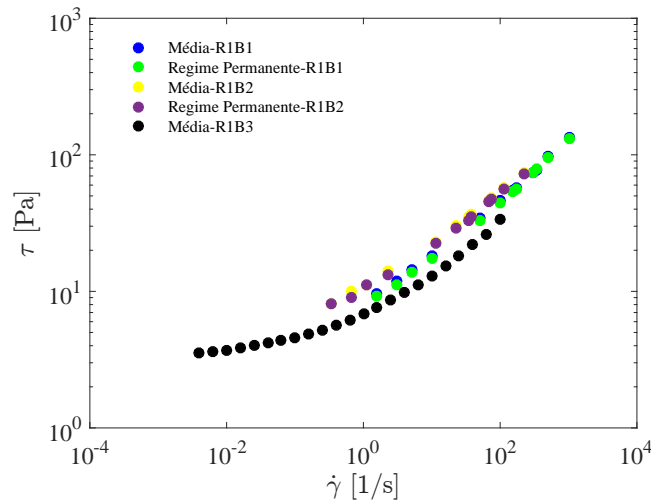


Figura C.9: Dispersão de Carbopol® 0,125 % em solução aquosa de glicerina

Após os resultados obtidos anteriormente, a utilização da combinação R1B2 foi descartada. Poucos fluidos proporcionaram pontos adicionais aos obtidos com a geometria R1B1, devido a limitação de torque. Além disso, os resultados em taxas de cisalhamento mais elevadas não agregavam muito na determinação dos parâmetros reológicos de fluidos de perfuração.

Os resultados obtidos com a dispersão de Carbopol® 0,125 % em solução aquosa de glicerina estão presentes na figura C.9. O comportamento qualitativo das curvas do reômetro e viscosímetro foram similares, no entanto, do ponto de vista quantitativo, os resultados foram extremamente discrepantes.

Semelhança quantitativa foi observada ao comparar os resultados de média e regime permanente, realizados no viscosímetro rotacional. Isso ocorreu em razão da utilização da capa de evaporação. Novamente, os resultados adquiridos com a combinação R1B3 tiveram desvios elevados em relação ao reômetro. Este fato pode estar associado a não-homogeneidade do escoamento e da razão de raios.

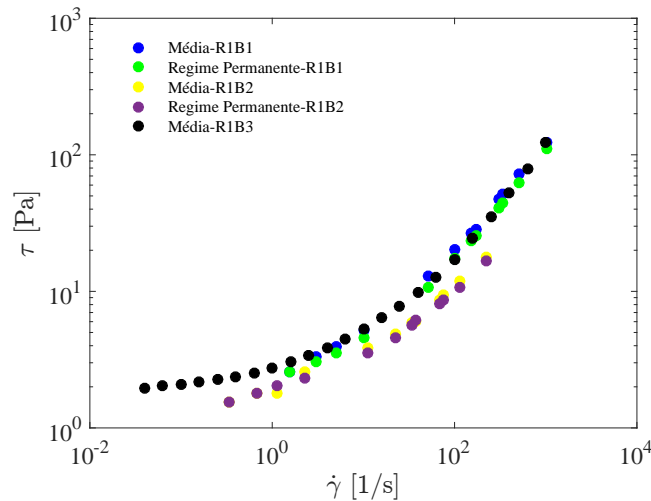


Figura C.10: Fluido de perfuração olefínico 11 ppg

É possível verificar a partir da observação do gráfico da figura C.10, os resultados obtidos com fluido de perfuração olefínico 11 ppg. Novamente, houve conformidade entre os dados obtidos a partir da média e regime permanente. Isto mostra que apesar da presença de efeitos tixotrópicos significativos em fluidos de perfuração, os mesmos não ficam evidenciados nos testes de curva de escoamento.

Os resultados obtidos com a combinação R1B3 tiveram desvios elevados em relação ao reômetro. Os pontos adquiridos em taxas de cisalhamento mais baixas, com a combinação R1B1, sugerem a possibilidade de deslizamento aparente, devido à queda no valor da tensão. Esse efeito é investigado em testes de força gel.

C.3

Considerações finais

Após a realização dos testes preliminares, foi possível constatar a necessidade de utilização de uma capa protetora de evaporação. Isto torna-se mais agravante quando empregam-se fluidos aquosos, tais como dispersões poliméricas e fluidos de perfuração base água.

Os resultados com a combinação R1B2 trouxeram poucos pontos adicionais à curva de escoamento, em relação a combinação R1B1. Para emprego desta geometria, sua confiabilidade deve ser averiguada com mais testes.

Em contrapartida, os resultados obtidos com a combinação R1B3 mostram total discordância com os resultados provenientes do reômetro. Para seu emprego seria necessário aplicar a correção da taxa de cisalhamento não

uniforme. Posteriormente, sua confiabilidade deve ser verificada a partir da performance de mais testes comparativos com o reômetro rotacional.

O emprego destas geometrias segue como tópico futuro desta pesquisa, principalmente a combinação R1B3 que fornece resultados em baixas taxas de cisalhamento. Seu emprego poderia propiciar ajustes importantíssimos nos parâmetros reológicos dos fluidos de perfuração.

D

Desenhos das geometrias ranhuradas para o viscosímetro rotacional Fann 35A

D.1

Desenhos 3D do bob ranhurado

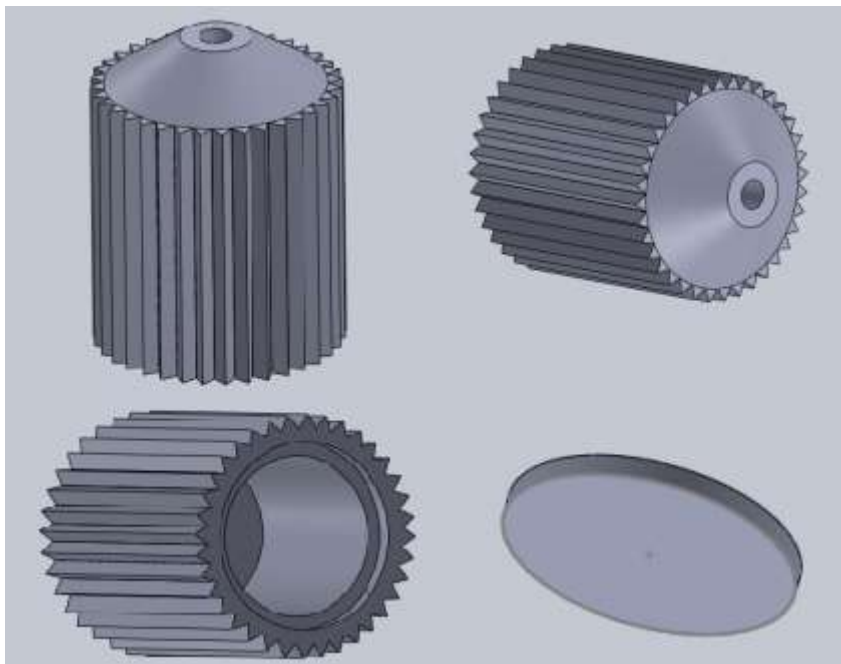


Figura D.1: Desenhos 3D do bob ranhurado

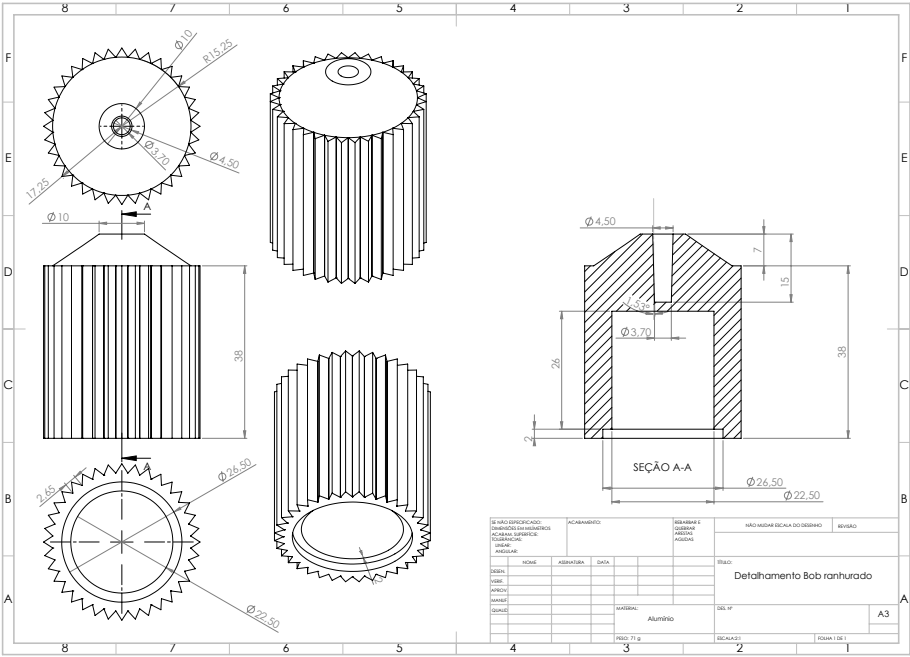


Figura D.2: Vistas 3D do bob ranhurado

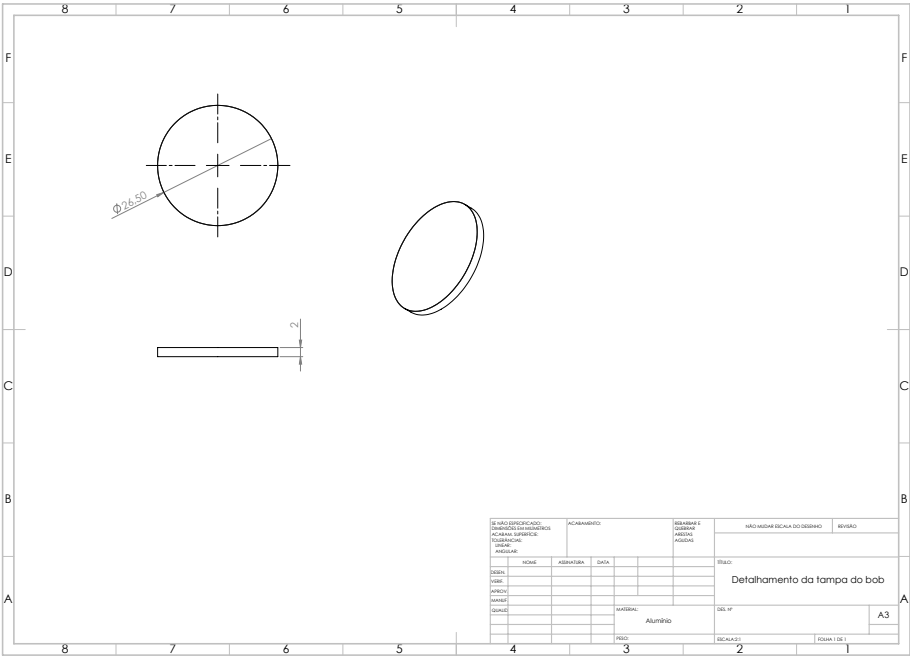


Figura D.3: Vistas 3D da tampa do bob ranhurado

D.2

Desenhos 3D do rotor ranhurado

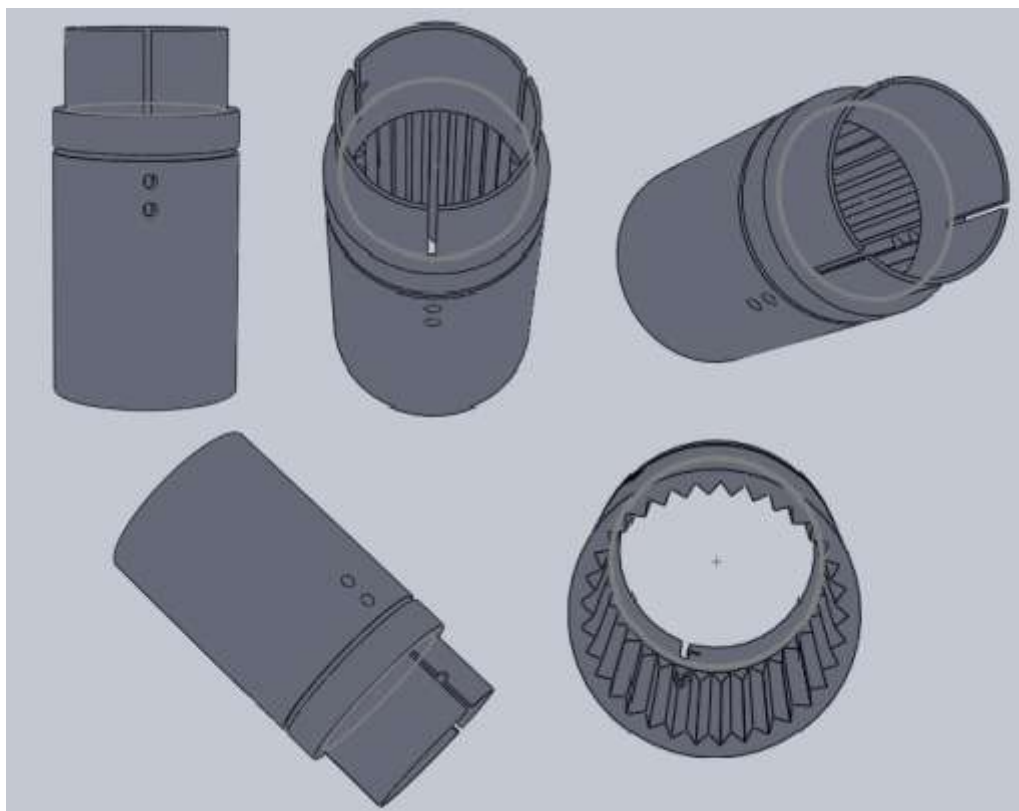
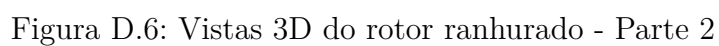
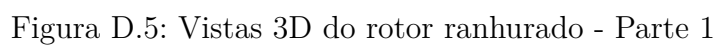
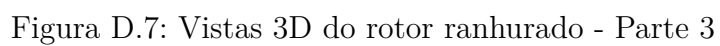


Figura D.4: Desenhos 3D do rotor ranhurado





E

Rheological Characterization of Carbopol® Dispersions in Water and in Water/Glycerol Solutions



Article

Rheological Characterization of Carbopol® Dispersions in Water and in Water/Glycerol Solutions

Priscilla R. Vargas, Camila M. Costa, Bruno S. Fonseca, Mônica F. Naccache and Paulo R. de Souza Mendes *

Department of Mechanical Engineering, Pontifícia Universidade Católica-RJ, Rua Marquês de São Vicente 225, Rio de Janeiro, RJ 22453-900, Brazil; prvargas@puc-rio.br (P.R.V.); camila.moreira.costa@hotmail.com (C.M.C.); brunodasilva.fonseca@gmail.com (B.S.F.); naccache@puc-rio.br (M.F.N.)

* Correspondence: pmendes@puc-rio.br; Tel.: +5521-99982-9653

Received: 15 December 2018; Accepted: 2 January 2019; Published: 4 January 2019



Abstract: The influence of the solvent type on the rheological properties of Carbopol® NF 980 dispersions in water and in water/glycerol solutions is investigated. The material formulation, preparation procedure, common experimental challenges and artifact sources are all addressed. Transient and steady-state experiments were performed. For both solvent types, a clearly thixotropic behavior occurs slightly above the yield stress, where the avalanche effect is observed. For larger stresses, thixotropy is always negligible. Among other findings, it is observed that, for a given Carbopol concentration, the dispersion in the more viscous solvent possesses a lower yield stress and moduli, a larger power-law index, and a longer time to reach steady state.

Keywords: Carbopol; yield stress; thixotropy

1. Introduction

Materials like colloidal suspensions, emulsions, foams, gels, and granular materials only flow irreversibly when a finite threshold shear stress—known as the *yield stress*—is exceeded [1–9].

Carbopol®, a trademark owned by Lubrizol Corporation (Wickliffe, OH, USA), is a family of commercial polymers frequently employed in the cosmetics, pharmaceutical, paint, and food industry as a thickening, suspending, dispersing, and stabilizing agent [10]. In research activities, its solutions are frequently employed in flow visualization experiments [11–14], because they are transparent gels that are relatively easy to prepare [15–17].

There are more than 10 grades of Carbopol polymers, which may be subdivided into several categories based on their physical structure and chemical composition, crosslink density, polymerization solvent, type of cross-linking, network electrical charge, and physical appearance [18]. Carbopol is a high molecular weight, hydrophilic, and crosslinked polyacrylic acid polymer. This physical hydrogel presents a three-dimensional polymer network that is swollen by water, and presents temporary, reversible interchain entanglements that are stronger when compared to chemical hydrogels.

Specifically, in the present research we employed Carbopol NF 980, also known as a monograph Carbomer Homopolymer Type C (former Carbomer 940) by U.S. Pharmacopeia/National Formulary (USP/NF) in the United States. Carbopol NF 980 is a synthetic homopolymer, polyacrylic acid crosslinked with allyl sucrose or allyl pentaerythritol, which is polymerized in a co-solvent system. It is supplied as a white and dry powder of primary particles averaging 0.2 µm in diameter. It is a weak anionic

polyelectrolyte polymer that must be neutralized in order to achieve a high viscosity. Each particle (or network structure) is a mixture of tightly coiled linear polymer chains, which are soluble in polar solvents. The viscosity of Carbopol solutions is not a function of the size of its powder particles [19].

It is well known that this polymer forms a colloidal dispersion when hydrated in water at controlled pH and temperature. Frequently, a Carbopol aqueous dispersion is neutralized with a common base, such as sodium hydroxide (NaOH), converting the acidic polymer into a salt. When neutralized, the polymer presents the ability to absorb and retain water. Polymer chains interconnected by crosslinks begin to hydrate, and partially uncoil due to electrostatic repulsion in order to form irreversible agglomerates [20]. The desired yield stress nature is due to the presence of high molecular weight polyacrylate branched chains that form interchain entanglements which prevent flow at low shear stresses [19,21,22]. During hydration the chains may increase up to 10 times their original diameter [23], and the ionization process leads to a crosslink of the swollen molecules, forming a microgel network with stronger bonds.

In order to better understand the rheological properties of Carbopol solutions, it is fundamental to improve the knowledge of their relation with the material microstructure [24]. Data obtained in rheological measurements are better interpreted when supported by visualization techniques such as microscopy, X-ray, neutron and light scattering, nuclear magnetic resonance (NMR) or differential scanning calorimetry (DSC) [25]. Indeed, Ref. [23] investigated Carbopol viscoelastic properties through direct analysis of the microscopic network structure by scanning electron cryomicroscopy (cryoSEM). Likewise, Ref. [26] studied elasticity through microrheology. On the other hand, Ref. [20] emphasized the need for novel microscopic scale experiments, that would be able to simultaneously describe local dynamics and flow behavior.

Steady and oscillatory simple shear flows provide information on the relationship between the rheological properties and the macromolecular structure. Viscoelastic effects are a result of the interaction between polymer chains that is related to the viscous behavior, and the chains recoiling due to thermal motion, which is related to the elastic behavior [27]. Colloidal dispersions such as Carbopol present a typical viscoelastic behavior at low stresses [28]. On the other hand, elastic effects decrease and eventually tend to become negligible at the higher stresses found in the nonlinear steady state.

The rheological properties of Carbopol dispersions have been extensively investigated [16,23,29–31]. These properties depend on the type and degree of crosslinking, which in turn depend on molecule swelling and medium density. Carbopol dispersion is usually seen as simple model yield stress fluids [32,33]. Their viscoplastic steady state behavior is well represented by the Herschel-Bulkley equation [34], which can accommodate a yield stress and a power-law shear-thinning behavior. However, for some soft glassy materials, other important features cannot be neglected, such as pronounced elastic and thixotropic behavior (especially when the stress is close to the yield stress), transient and initial internal stresses, normal stress differences, and irreversibility of the deformed states [9,32,35–37]. Ref. [38] argue that, at low stresses, the microgels do not move relatively to each other, but are able to deform, resulting in a solid-like elastic behavior. At large stresses, there is relative mobility of the microgels, leading to a liquid-like viscoelastic behavior.

Yield stress materials can be classified according to their microstructure as repulsive-dominated jammed glasses, networked gels with attractive interactions or a combination thereof [39,40]. According to [39], Carbopol gels are classified into the first category.

Ref. [16] describes Carbopol gels as concentrated, percolated, and disordered dispersions with glassy structure. Structural variations occur as the polymer concentration is increased. For $c < 0.035$ wt%, the dispersion obtained possesses no yield stress; for $0.035 < c < 0.12$ wt% a percolated viscoelastic dispersion is obtained; for $0.12 < c < 0.21$ wt% the dispersion obtained is phase-inverted percolated with excess of solvent; and for $c > 0.21$ wt% a closely packed and disordered structure is observed, due to polydispersity.

Using confocal fluorescence microscopy, Ref. [17] observed that the Carbopol microgels are indeed polydisperse. They also observed that, at the same concentration, Carbopol Ultrez 10 and ETD 2050

(Lubrizol Corporation, Wickliffe, OH, USA) present the same mesostructure, despite a difference in particle size. The microgels have complex shape when unconstrained, and possess soft elasticity and capacity to adapt their outer shape and swelling ratio to local space and solvent availability conditions. In addition, the maximum volume concentration can be quite high due to the also high albeit as yet not quantified polydispersity.

For a 1.5 wt% concentration, Ref. [19] observed the existence of highly swollen deformable microgel particles closely packed and in intimate contact. The high viscosity is determined by network cross-link density, which governs particle-particle interaction. On the other hand, dilute dispersions, i.e., dispersions of fully swollen particles with no contact, the particle-solvent interactions result in lower viscosity and elasticity.

Carbopol dispersions show different behavior depending on the solvent [41]. In general, water is used as a solvent. However, co-solvent and anhydrous systems have also been used [42]. Ethanol and isopropanol can be thickened adding Carbopol polymers [43]. In this case, it is crucial to use the appropriate neutralizer, which varies depending upon the alcohol content. In addition, previous works have already demonstrated the possibility of formulating Carbopol systems using different hydrophilic solvents such as polyethylene glycol (PEG) 400, glycerol, silicone, and tetraglycol without neutralization [44].

The choice of the solvent is also important because solvents such as glycerol and propylene glycol can modify hydrogen bond characteristics between water, solvent, and polymer, thereby affecting polymer swelling and the viscoelastic properties [30,41,45].

The present research aims to explore the rheological properties of Carbopol NF 980 dispersions in different formulations. Solvent type, polymer concentration, gel preparation, mechanical properties, and phenomenological behavior are all discussed. We carried out systematic rheological experiments, in transient and steady state regimes, from which we observe that Carbopol gels are not as “simple” as usually assumed.

2. Experimental Protocol

2.1. The Carbopol

Carbopol NF 980 polymer presents a bulk density of 176 Kg/m³ and in the crosslinked form shows a molecular weight as high as 4.5 billion due to the interlinkage of many polymer chains [46]. Ref. [10] estimated the Carbopol 940 molecular weight between crosslinks as 1.04×10^5 , while [19] calculated 5×10^6 . In general, all members of the Carbopol family possess a considerably high molecular weight.

2.2. Fluid Preparation

Carbopol aqueous and water/glycerol dispersions were prepared based on the procedures recommended by the manufacturer [43,45,47,48]. Weight concentrations ranging from 0.1 wt% to 0.15 wt% were investigated. All the water/glycerol solutions used as continuous phase were composed of 60% of glycerol and 40% of water, in volume.

Ref. [16] emphasized that a strict protocol for preparation of Carbopol dispersions is fundamental to achieve reproducibility. For the same concentration, he affirms that water properties, reagents involved, dispersion methods, and also the reservoir used during the mixing process can affect the dispersion properties. Therefore, its rheology is a function of concentration, composition, pH, temperature, aging and preparation procedure [31].

A detailed description of the dispersion preparation is now presented. Before preparation, it is important to sift the Carbopol dry powder through a 20-mesh metallic screen to eliminate aggregates which prevent complete hydration, severely affecting the quality of the dispersion.

A 6 L plastic vessel is used to prepare and store the dispersion. Initially, it is filled with a predetermined mass of water obtained from a reverse osmosis system. The vessel with water is placed on a mechanical stirrer equipped with a 3-blade marine impeller positioned close to vessel bottom. The stirrer is turned on at 1200 rpm. A cover is used to minimize solvent evaporation and contamination. Carbopol should be carefully and slowly added to the vessel, approximately halfway between the blade and the vessel wall, to avoid adhesion to solid surfaces.

For Carbopol aqueous dispersions, after polymer addition the agitation is maintained at 1200 rpm for 15 min and then kept at rest for 30 min. On the other hand, for dispersions of Carbopol in water/glycerol solutions, the water/glycerol solution is added after powder addition, with the mixer at 700 rpm. Stirring is applied for 15 min, and then the dispersion is kept at rest.

For both types of dispersion, the 3-blade marine impeller is then replaced by a naval blade and the mixer is set to 150 rpm, to minimize formation of air bubbles. A 18 wt% NaOH aqueous solution is then added to neutralize the dispersion.

Finally, for the aqueous dispersion, the agitation is increased to 300 rpm and maintained uninterruptedly for 5 days, to homogenize the dispersion. In the presence of glycerol, the agitation is kept at 150 rpm for 7 days. This final step is very important since we observed that longer mixing times favor reproducible data as they improve the complete process of hydration and material stability over time [31,49].

2.3. Rheological Measurements

The rheological properties of the Carbopol dispersions are measured using two stress-controlled rheometers, namely the AR-G2 and the DHR-3 by TA Instruments (New Castle, DE, USA). Both are combined motor and transducer (CMT) instruments. Instrument inertia is an important source of artifact, especially for low-viscosity liquids. Therefore, it is important to apply the suitable corrections [50–53].

The rheology of Carbopol dispersions depends very weakly on temperature [23,30]. Nevertheless, all tests were performed at 25 °C. A Peltier system was employed to control the sample temperature. Carbopol dispersions are volatile [15–17]. Therefore, to minimize evaporation and keep constant the shape of the free meniscus, a solvent trap with water was used to create a saturated atmosphere around the sample [54].

In general, the geometry selection is based on the characteristics of the material to be tested. Due to the yield stress, Carbopol dispersions tend to present apparent wall slip at low strain rates [55–57], as usually observed in structured materials. Therefore, roughened surfaces are in order. The plate-plate geometry is usually preferred for dispersions as opposed to the cone-plate geometry, to ensure that the minimum gap throughout the sample is about 10 times the characteristic size of the dispersed phase [54]. In the present research, a 60 mm diameter cross-hatched plate-plate geometry with a 1 mm gap was used in the tests. This geometry was made of titanium, which has the advantage of preventing chemical attacks and minimizing instrument inertia.

A disadvantage of the plate-plate geometry is the flow inhomogeneity, in the sense that the shear rate throughout the sample is not uniform. Rather, it varies linearly with the radial position, and hence for non-Newtonian liquids the viscosity also varies with the radial position. For steady flow, the Weissenberg-Rabinowitsch equation circumvents this problem by giving the shear stress at the rim [58]. A similar treatment was proposed by [59] to evaluate the stress amplitude at the rim for oscillatory flows. For creep (viscosity or shear-rate bifurcation) tests, no correction is needed, because the material behaves as a solid below the yield stress [59].

With the aid of a glass syringe, the sample is positioned at the center of the bottom plate. Carbopol dispersions tend to retain bubbles [15–17]. If bubbles are trapped during loading, they should be removed

by suction with a needle syringe. Then the upper plate is positioned slightly above its final position, and the sample excess is trimmed. The upper plate is then brought to the measuring position, the free surface at the rim is checked for irregularities, and the solvent trap is positioned.

Before the beginning of the test, the sample is kept at rest for 30 min to allow for thermal equilibrium and rebuilding of the microstructure which is partially broken during loading. Ref. [60] argues that the resting time essentially eliminates residual stresses.

To verify repeatability, the tests should be repeated at least once, always with a fresh sample.

3. Results and Discussion

3.1. Stress Amplitude Sweep Tests

Typical results for a stress amplitude sweep test are presented in Figure 1. The material is a 0.123 wt% Carbopol aqueous dispersion, and the frequency was kept fixed at 1 Hz. In this figure, the storage modulus G' , loss modulus G'' , and complex modulus G^* are given as a function of the imposed shear stress amplitude, τ_a . Instrument inertia [61] and flow inhomogeneity [59] effects are corrected for.

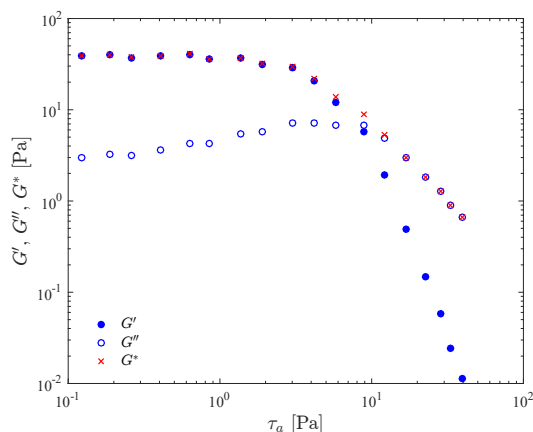


Figure 1. Stress amplitude sweep test results for a 0.123 wt% Carbopol aqueous dispersion.

Figure 1 can be divided into three regions, namely the linear viscoelastic region (LVR), the yielding region, and the non-linear region. The LVR occurs in the low stress amplitude range, and is characterized by constant (i.e., stress-amplitude independent) moduli. It corresponds to the so-called “small-amplitude oscillatory shear” (SAOS) flow regime. Both the yielding and the non-linear region are in the domain of the so-called “large-amplitude oscillatory shear” (LAOS) flow regime.

In the LVR, the imposed stress is small in comparison to the strength of the bonds that sustain the microstructure, so that its integrity is unaffected. The microgels remain in their “cages”, i.e., are allowed to deform elastically but do not move significantly relative to each other. This microstructure confers a predominantly elastic behavior to the material, as indicated by a large G' in comparison with G'' . The elastic preponderance indicates a low internal dissipation within microgels [16].

At this point it is interesting to emphasize that the definitions of G' and G'' originate from the assumption that both the input and output waves be sinusoidal, i.e., that the stress depends linearly on the shear strain and on the shear rate. In other words, G' and G'' cannot depend on the stress amplitude,

by definition. Therefore, in principle the values of G' and G'' shown in Figure 1 would be meaningless beyond the LVR, because they do depend on the stress amplitude. There is no guarantee that the output (strain) wave is sinusoidal outside the LVR, in potential conflict with the basic hypothesis of the theory from which G' and G'' arise. This fact is typically overlooked in the literature, probably because the trends observed for G' and G'' beyond the LVR seem to be in qualitative agreement with the expected behavior.

The reason for the successful performance of G' and G'' outside their domain is the fact that in this case the output waves are not too far from sinusoidal beyond the SAOS regime. This is illustrated in Figure 2. That is, for this Carbopol dispersion at 1 Hz (and seemingly for Carbopol dispersions in general at 1 Hz), the so-called quasilinear large-amplitude oscillatory shear (QL-LAOS) flow regime prevails beyond the LVR. The existence of this regime was recently discovered theoretically by [62] and later confirmed experimentally [63]. The quasilinearity (sinusoidal output wave) occurs because at a given stress amplitude the microscopic state does not change along the cycle (as in SAOS), although it changes with the stress amplitude, in contrast to what is observed in the SAOS regime. The microscopic state remains unchanged along the cycle because the characteristic time needed for changes in the microscopic state is longer than the characteristic time of the flow, namely $1/2\pi$ s in the present case.

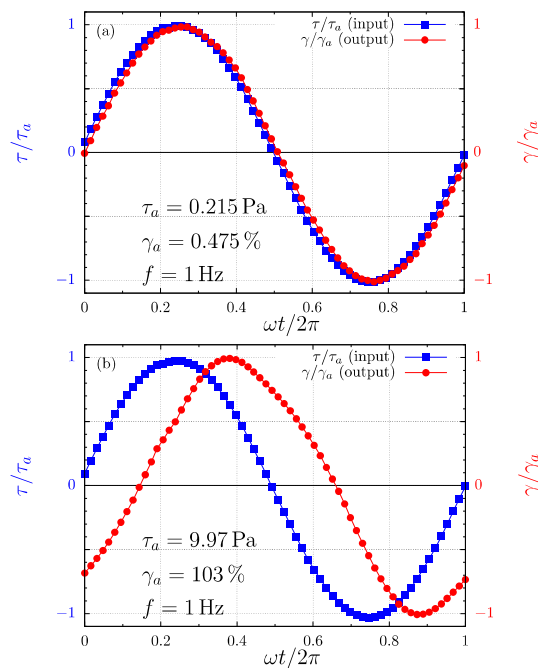


Figure 2. The input and output waves for two different stress amplitudes. (a) $\tau_a = 0.215$ Pa [in the linear viscoelastic region (LVR)]; and (b) $\tau_a = 9.97$ Pa (in the yielding region).

In addition, the characteristic time needed for changes in the microscopic state is expected to decrease as the stress amplitude is increased, i.e., the microstructure is expected to break faster at larger stresses. Therefore, at large enough stress amplitudes the output waves should cease to be sinusoidal, i.e., the flow

should no longer be within the QL-LAOS regime. This is because, when the time required for changes in the microscopic state is shorter or comparable with the characteristic time of the flow (namely the cycle period), then the microscopic state changes along the cycle. Since the mechanical behavior is a function of the microscopic state, the mechanical behavior varies along the cycle, rendering the output wave non-sinusoidal. In our experiments, however, we did not attain large enough stress amplitudes to leave significantly the QL-LAOS regime.

The dependence of G' and G'' on the stress amplitude is a result of the onset of a bond breaking process (yielding). The larger the stress amplitude the lower the structuring level, which results in less elasticity, as indicated by the decreasing G' as the stress amplitude is increased. In the yielding region, located in the middle range of stress amplitude and around the crossover point, the stress amplitude is high enough to cause some bond breaking, i.e., some microgels escape from their cages and more relative motion occurs. The frictional forces that arise due to relative motion dissipate more mechanical energy, which explains the increase in G'' . Within this range of stress amplitude the structuring level is still high enough to retain a percolated microstructure and a sizable elasticity response, as indicated by the still high values of G' found in this region.

It is tempting to take a characteristic stress amplitude of the yielding region as the yield stress, because it is throughout this region that yielding takes place. An obvious choice of characteristic stress amplitude would be the one at which the G' and G'' curves cross. However, the crossover stress amplitude depends to a great extent on the frequency of oscillation, while the definition of yield stress precludes such a dependence. This frequency dependence occurs because the bond breaking process depends both on the stress intensity and on the time period during which the imposed stress persists, in consonance with the discussion above regarding the characteristic time needed for changes in the microscopic state. The larger the imposed stress the lower the time period required to break the bonds, and vice versa. Therefore, in oscillatory flows, for a given stress amplitude the larger the frequency the shorter the stress persistence. Hence, for larger frequencies (shorter stress persistencies) larger stress amplitudes are required to break the bonds. In view of this discussion it might be argued that the yield stress can be identified as the limit as the frequency approaches zero of the crossover stress amplitude. However, as the frequency is reduced, the output wave will eventually cease to be sinusoidal, and hence G' and G'' will lose their physical meanings.

The non-linear region starts beyond the crossover point, where G'' attains its maximum and starts decreasing, and where G' starts decreasing much faster than G'' . The high stress amplitudes found in this region cause a massive bond breakage, so that the microstructure is no longer percolated. This confers a liquid behavior to the material. Moreover, the higher the stress amplitude, the lower the structuring level, leading to a more viscous and less elastic behavior.

Figure 3 shows the complex shear modulus as a function of the stress amplitude for three different dispersions, namely two in water and one in a water/glycerol solution. Comparing the results for the two aqueous dispersions, it is seen that G^* is larger for the more concentrated one throughout the stress amplitude range, as expected. Moreover, the LVR range does not change significantly with concentration, as also observed by [38].

Figure 3 also illustrates the influence of the solvent on the complex modulus. It is seen that the G^* curve for the water/glycerol Carbopol dispersion lies below the curves for the two aqueous dispersions, despite the fact that its Carbopol concentration is the highest, illustrating that the presence of glycerol reduces the complex modulus. Since in the LVR $G^* \approx G'$ for the three dispersions, this G^* reduction indicates that glycerol leads to a less elastic structure. The presence of glycerol slightly increases the loss modulus (not shown), as a consequence of the fact that glycerol is more viscous than water. It is interesting to observe that the 0.1 wt% Carbopol aqueous dispersion and the 0.125 wt% Carbopol dispersion in water/glycerol were designed to possess the same yield stress, namely $\tau_y = 2.7$ Pa.

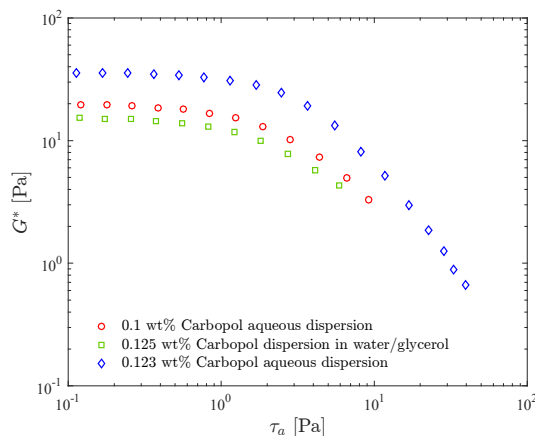


Figure 3. Stress amplitude sweep test results for three Carbopol dispersions: effects of the concentration and of the solvent.

3.1.1. Frequency Sweep Tests

Frequency sweep tests are a useful tool to assess the mechanical response of the material microstructure in its quiescent state [23]. It is known that the magnitude of the storage modulus G' can be related to the molecular weight and network density [18]. In this test, the stress amplitude is kept constant at a value low enough to ensure that the flow is kept within the linear viscoelastic regime throughout the range of frequency.

Figure 4 shows the storage modulus G' and the loss modulus G'' as a function of the frequency, for the 0.1 wt% aqueous Carbopol dispersion and for the 0.125 wt% Carbopol dispersion in the water/glycerol solution. It is worth recalling that the composition of these two solutions were chosen such that both possess the same yield stress. Comparison of the curves for the two dispersions illustrates the influence of the solvent type on the moduli.

It is seen in this figure that our data lie within the classic rubbery region (or frequency range) [54], since G' remains essentially constant and much larger than G'' throughout the frequency range, as expected for viscoelastic solids and crosslinked systems [64,65]. The G'' curves, on the other hand, increase with frequency.

Moreover, it is seen in this figure that the G' and G'' curves for the two materials are essentially coincident, except towards the high end of the frequency range, where the curve for G'' the aqueous dispersion lies below the one for the dispersion in water/glycerol, while for the G' curves the reverse is true. This indicates that more mechanical energy is dissipated at larger frequencies, and that the more viscous continuous phase tends to dissipate more energy. Moreover, the fact that the moduli of the two dispersions are essentially coincident suggests that the yield stress and the moduli—which are completely distinct properties—are closely related to the microstructure characteristics at its quiescent state, which is expected to be similar for both dispersions.

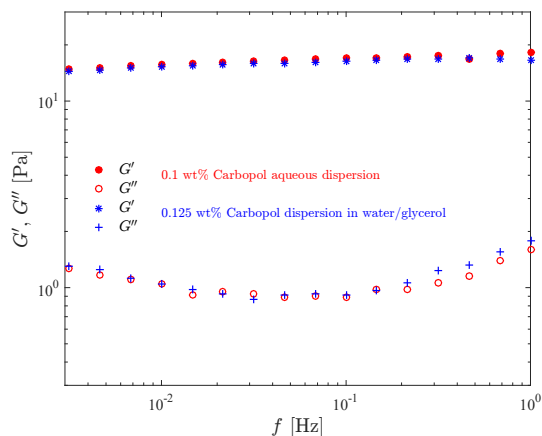


Figure 4. Results of the frequency sweep test for the Carbopol dispersions with the same yield stress.

3.1.2. Time Sweep Tests

The time sweep test consists of observing how the moduli change over time for a constant frequency and stress amplitude. The choice of stress amplitude and frequency should be such as to ensure that the flow is within the linear viscoelastic regime, i.e., the imposed stresses should be negligible when compared to the strength of the microstructure. This test is usually employed to investigate the material stability, i.e., if microscopic changes occur over time. Useful information such as polymer degradation, molecular weight building, cross-linking, solvent evaporation, sedimentation, setting and curing can be obtained with this test. It also allows the determination of the maximum time duration of a test to ensure that none of the just listed effects will interfere in the results.

Figure 5 compares the complex modulus G^* time sweep results for the 0.1 wt% Carbopol aqueous dispersion and for the 0.125 wt% dispersion of Carbopol in water/glycerol solution. Both curves were obtained at 1 Hz and at stress amplitudes well below the yield stress (which is 2.7 Pa), namely 0.08 and 0.1 Pa, respectively.

The results in Figure 5 show that the dispersions under investigation are very stable and free from aging, as indicated by the fact that the G^* curves are essentially horizontal, except for a very short transient behavior probably due to microstructure rebuilding after sample loading. The curve for the water/glycerol dispersion lies above the one for the aqueous dispersion, in accordance with the discussion and results presented above.

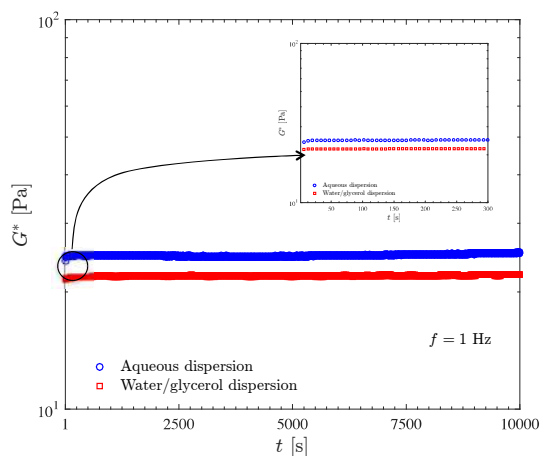


Figure 5. Evaluation of the stability of Carbopol dispersions by means of the time sweep test.

3.2. Constant Shear Rate Tests

Figure 6 shows the transient viscosity of the two Carbopol dispersions that possess the same yield stress. In this test, the sample is loaded on the rheometer and left to rest for a few minutes to allow for the microstructure reconstruction. Then, at time $t = 0$ we impose a constant shear rate, and record the transient shear stress (or viscosity) response. Due to the error caused by the instrument inertia, the data pertaining to the first second of each test were discarded.

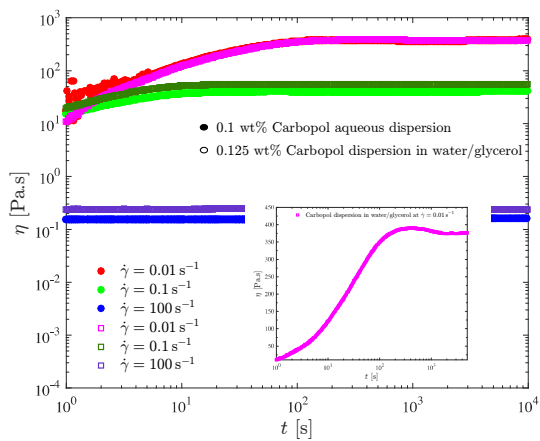


Figure 6. The constant shear rate test for the dispersions with the same yield stress.

For both dispersions and all shear rate values investigated, it is seen in Figure 6 that the viscosity eventually reaches a steady state. The larger the shear rate the lower the steady-state viscosity, because

larger shear rates imply larger shear stresses, which in turn result in more intense microstructure breakdown. Consequently, structuring levels pertaining to larger shear rates are lower, and there is a one-to-one relationship between the steady-state viscosity and the structuring level (e.g., [62,66,67]).

Figure 6 also shows that for both dispersions the time required for the steady state to be reached, say t_{ss} , decreases as the shear rate is increased. Specifically, $t_{ss} \approx 100; 10; 0$ s for $\dot{\gamma} = 0.01; 0.1; 100$ s⁻¹, respectively. These results are in agreement with the generally accepted rule of thumb $t_{ss} \approx 1/\dot{\gamma}$ used to estimate t_{ss} . To understand this trend we first note that the steady-state stresses corresponding to very low shear rates are always very close to the yield stress, while for high shear rates the corresponding shear stresses are well above the yield stress. Therefore, the long times required for the achievement of the steady state at low shear rates mean that the Carbopol dispersions display a sizable thixotropic effect when the stress is very close but above the yield stress. For larger stresses there is no thixotropy, as indicated by the very short times required for the steady state to be achieved.

The shear stress evolution with time is well illustrated by the curve for the 0.125 wt% Carbopol dispersion in glycerol/water at $\dot{\gamma} = 0.01$ s⁻¹, highlighted in the insert of Figure 6. At time $t < 0$, the gel is unstrained and fully structured, and thus it is a viscoelastic solid. At $t = 0$, when the shear rate jump occurs, a corresponding shear stress jump is expected due to an initially purely viscous response of the still unstrained sample. This viscous contribution to the stress is expected to remain fixed while the material remains fully structured, because the shear rate remains fixed in this test. The strain increases linearly, starting from zero at $t = 0$, causing the growth (also from zero) of the elastic contribution to the stress.

At large enough strains (but still below the yield point), the elastic contribution to the stress becomes much larger than the viscous one, and a linear growth of the (total) stress is observed. When the stress reaches the yield stress, the microstructure undergoes a major collapse and ceases to be percolated, and hence the material becomes a viscoelastic liquid and eventually a steady state is reached.

A sizable stress overshoot followed by a slight undershoot is observed in this curve, because in this case the imposed shear rate is small enough to cause stresses just above the yield stress, so that the microstructure does not respond instantaneously to the stress changes (i.e., thixotropic behavior).

For larger imposed shear rate values, most of the features of the stress evolution described here for $\dot{\gamma} = 0.01$ s⁻¹ are expected to be preserved, but occur too fast to be observable in this test.

The influence of the solvent type on the transient viscosity is quite mild. It is observed that for the lower shear rates, slightly longer t_{ss} values are required for Carbopol dispersions in water/glycerol. This suggests that the breakup process is hindered by the higher viscosity of the water/glycerol solution.

3.3. Flow Curves

The effect of the type of solvent and Carbopol concentration on the flow curve is illustrated in Figure 7, where the (steady-state) shear stress is given as a function of the shear rate for the 0.1 wt%, 0.123 wt% and the 0.125 wt% Carbopol aqueous dispersions, and also for the 0.125 wt% and 0.15 wt% Carbopol dispersions in the water/glycerol solution.

All flow curves are obtained by decreasing the shear rate from 100 to 10⁻³ 1/s. This procedure reduces significantly the time duration of the tests, as compared to imposing ascending shear rate values. It is worth emphasizing the importance of determining a large enough time $t \geq t_{ss}$ at each applied shear rate, to allow steady state to be achieved before moving to the next shear rate value. As mentioned above, the steady-state time can be estimated as $t_{ss} \approx 1/\dot{\gamma}$. In our experiments, we impose each shear rate value for a maximum period of 1000 s. At each 30 s, an averaged torque is recorded. After three consecutive 30-s periods the corresponding values of the averaged torque are compared, and steady state is assumed when they are the same within 0.1%.

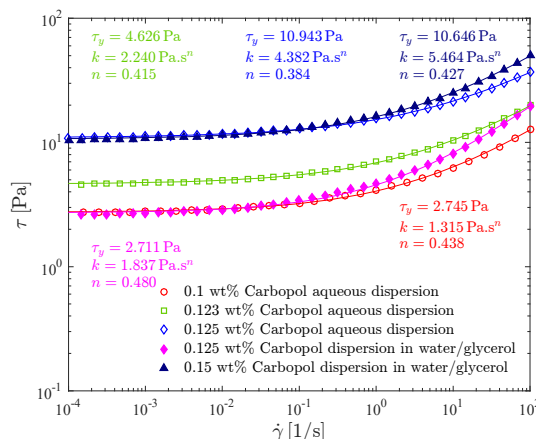


Figure 7. Solvent and polymer concentration influence on flow curve tests: shear stress as a function of shear rate.

The range of shear rate is limited from below by the rheometer torque resolution and from above by sample inertia effects. In addition, the use of cross-hatched parallel plates should be limited to moderate shear stresses, to avoid the occurrence of flow within the protuberances. In this connection, a smooth Couette geometry was used in the range between 3000 and 100 s^{−1}.

All the flow curves given in Figure 7 possess the usual Herschel-Bulkley shape. In addition, all of them are monotonic, indicating that shear banding does not occur [68,69].

The Herschel-Bulkley parameters for all curves are also given in Figure 7. As expected, it is seen that, for a given continuous phase, increasing the Carbopol concentration causes both the yield stress and the consistency index to increase, and the power law index to slightly decrease [70]. Moreover, the values found for the power-law index ranged from 0.38 to 0.48, in good agreement with the observations of [17].

It can be seen in Figure 7 that the flow curve for the 0.125 wt% aqueous dispersion lies well above the one for the 0.125 wt% dispersion in water/glycerol, demonstrating that at the same, Carbopol concentration, the one with a more viscous solvent, possesses a significantly lower viscosity level. In addition, the dispersion in water/glycerol possesses a higher power-law index than the aqueous dispersion, and hence the former is less pseudoplastic than the latter.

Comparing now the flow curves of two dispersions with the same yield stress (0.1 wt% aqueous dispersion and 0.125 wt% dispersion in water/glycerol; and 0.125 wt% aqueous dispersion and 0.15 wt% dispersion in water/glycerol), the dispersions in water/glycerol possess a viscosity level higher than the one of the corresponding aqueous dispersions, as it can be directly observed in Figure 7.

3.4. Creep Tests

The creep test consists of imposing a constant shear stress to an initially unstrained and fully structured sample, and recording the time evolution of the shear rate (or viscosity). It is commonly employed to assess viscoplastic and thixotropic effects of complex fluids, and especially to measure the yield stress [9,71–73]. A number of creep tests are required in order to identify the yield stress: if the imposed stress is lower than the yield stress, then the shear rate approaches zero as a maximum elastic strain is approached, as expected

for solids of amorphous microstructure [60,61,74]; and if the imposed stress is above the yield stress then the shear rate eventually attains a constant (steady-state) value [75].

The yield stress obtained from creep tests is the so-called static yield stress, $\tau_{y,s}$, i.e., it is the stress needed to cause irreversible flow on a sample initially unstrained and fully structured [9,71,72]. In contrast, the shear stress obtained from curve fitting to data of a flow curve test is the so-called dynamic yield stress, $\tau_{y,d}$. In general, these two yield stresses are distinct from each other, the dynamic yield stress being smaller than static yield stress [71].

Figure 8 presents creep test results for the 0.1 wt% Carbopol aqueous dispersion and for the 0.125 wt% Carbopol dispersion in water/glycerol. In Figure 8a the shear rate is plotted as a function of time, while in Figure 8b the same data are plotted as a function of the shear strain, $\gamma = \int_0^t \dot{\gamma} dt'$. For all curves shown in Figure 8, the data obtained below one second were discarded due to contamination with the instrument inertia [76,77]. Therefore, for each curve in Figure 8b a different initial strain is observed.

Figure 8 illustrates that the two dispersions possess similar static yield stresses, namely between 4 and 5 Pa for the dispersion in water/glycerol and between 3.5 and 4 Pa for the aqueous dispersion. It is noted that the curve for 4 Pa pertaining to the aqueous dispersion possesses a minimum at about 1400 s (or at a Hencky strain of about 2.5). Therefore, at 4 Pa the sample deformed elastically up to about 1400 s and then the microstructure collapsed, leading to the onset of irreversible flow. This long time delay before the occurrence of yielding is usually referred to as the avalanche effect [78], and is another manifestation of the thixotropic behavior of Carbopol dispersions when the imposed stress is very close but above the yield stress. It is interesting to comment that had we conducted the creep tests for 1000 s only, we would have concluded that the static yield stress of the aqueous dispersion is above 4 Pa, because at this point there was no sign of irreversible flow. On the other hand, if the tests had lasted for two hours, for example, it is possible that the aqueous dispersion would flow at stresses below 3.5 Pa. Therefore, the static yield stress obtained with this test is a function of the time duration of the test. In fact, this is also true for any other method for measuring the yield stress, as extensively discussed in the literature (e.g., [62]).

Ref. [36] observed a similar behavior for a dispersion of Carbopol ETD 2050, and interpreted it as an avalanche-like behavior involving wall slip and transient shear banding. They assumed the Carbopol dispersion as a “simple yield stress fluid”, i.e., a non-thixotropic viscoplastic material. A roughened Couette cell was employed and shear-rate controlled experiments were performed. The same behavior was later reported by [79] for shear-stress controlled experiments. On the other hand, the transient shear banding phenomenon was not observed by [80] under similar conditions for a yield stress fluid. Ref. [81] affirm that steady state is very difficult to be achieved under the influence of wall slip. Likewise, they observed that the solid-liquid transition is not reversible upon increasing or decreasing of the applied stresses, due to elastic and thixotropic effects. According to [82], imposing a constant shear stress, the glass fluidization near yielding is very slow, and persistent spatial heterogeneities remain present. Ref. [83] obtained a monotonic flow curve for a material that presented a time delay before yielding [78], and concluded that thixotropy cannot be ignored. More recently, Ref. [84] emphasized that the preparation procedure of Carbopol dispersions is of paramount importance as far as the final mechanical behavior is concerned. Low stirring times lead to large (non-colloidal) microgels and a non-thixotropic behavior. Long stirring times, on the other hand, lead to colloidal microgels and a time-dependent behavior. All this discussion attests that the physical origin of the time delay before yielding is not fully understood.

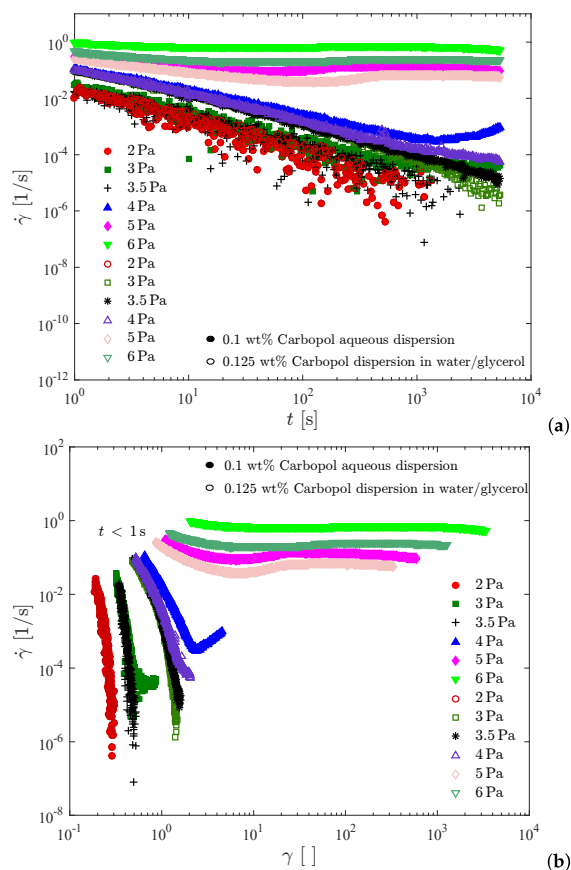


Figure 8. The creep tests. (a) Shear rate vs. time; (b) Shear rate vs. strain.

3.5. Constant Shear Rate vs. Constant Shear Stress Tests

Figure 9 presents a comparison between results obtained by imposing a constant shear rate, as in Figure 6, and a constant shear stress, as in Figure 8. For each dispersion, the values of imposed stress and shear rate were selected such that the steady-state viscosity was roughly the same both for imposed stress and rate.

For both dispersions considered in Figure 9, a viscosity overshoot is observed when a constant shear stress just above the yield stress is applied. On the other hand, imposing a constant shear rate leads to a much milder and difficult to observe viscosity overshoot, and to a faster achievement of steady state.

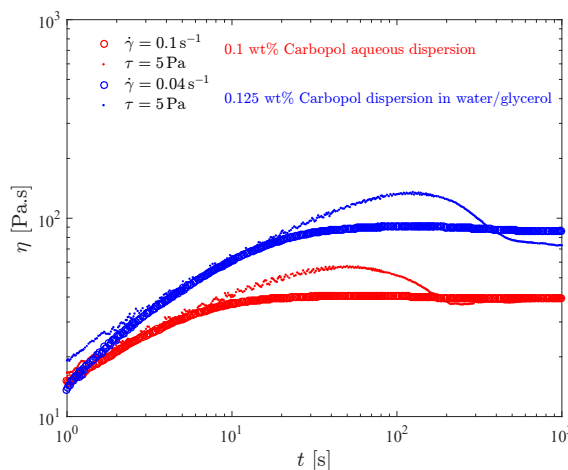


Figure 9. The transient viscosity obtained in constant-stress and constant-rate tests.

This behavior can be explained by observing that the viscosity overshoot that occurs with the application of a constant stress just above the yield stress is due to thixotropy, i.e., due to the time lag that is observed between the application of the stress and the microstructure collapse (yielding). Moreover, the viscosity overshoot is milder when the shear rate is imposed because in this case the transient shear stress is larger, which reduces or eliminates the thixotropic effect.

Creep-Recovery Tests

The creep-recovery test consists of imposing a stress above the yield stress until steady state is achieved, and then imposing a step change to a stress below the yield stress. The shear strain is recorded, and plotted as a function of time. This test is useful to assess the elasticity of the yielded material and also to provide the time required for the microstructure to rebuild. During the first step of the test, namely when a stress above the yield stress is imposed, the structuring level is brought down to a certain extent, while during the second step when the stress is below the yield stress the microstructure rebuilds.

Figure 10 presents the time evolution of the shear strain for the 0.1 wt% Carbopol aqueous dispersion and the 0.125 wt% Carbopol dispersion in water/glycerol. Upon inspection of these figures, it becomes clear that the qualitative behavior of both solutions is the same. The results indicate that the dispersions possess no elasticity whatsoever at the structuring levels that correspond to 5 and 3.5 Pa respectively, as attested by the absence of recoil right after the stress reduction. Another result is that the microstructure of both dispersions rebuild instantaneously, since no flow is observed after the stress reduction.

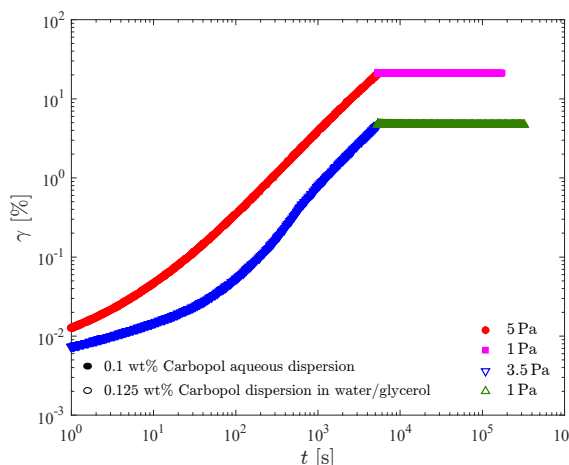


Figure 10. The strain evolution in the creep-recovery test for two Carbopol dispersions.

4. Final Remarks

The rheological properties of Carbopol dispersions in water and in water/glycerol solutions were investigated for concentrations ranging from 0.1 to 0.15 wt%. The preparation procedure and rheological experiments were discussed in detail.

For both formulations, an elasto-viscoplastic behavior was observed as well as a remarkable material stability over time (no aging). The elastic effects are dominant when the microstructure is fully structured, while viscous effects dominate after yielding. At stresses just above the yield stress, thixotropic effects are observed, in contrast to the observed absence of thixotropy at larger stresses. No elasticity was observed in the dispersions while unstructured, and their microstructure rebuilds instantaneously after reduction of the imposed stress to a value below the yield stress.

Comparing aqueous dispersions with dispersions in water/glycerol for the same Carbopol concentration, it is shown that the dispersion in water/glycerol possesses lower yield stress and moduli, while the power-law index is larger (less shear thinning) and the time required for steady state is longer.

Author Contributions: Conceptualization, P.R.V., M.F.N. and P.R.S.M.; Methodology, P.R.V., M.F.N. and P.R.S.M.; Validation, P.R.V., C.M.C. and B.S.F.; Formal Analysis, P.R.V., M.F.N. and P.R.S.M.; Investigation, P.R.V., C.M.C., B.S.F., M.F.N. and P.R.S.M.; Resources, P.R.S.M. and M.F.N.; Data Curation, P.R.V. and C.M.C.; Writing-Original Draft Preparation, P.R.V. and M.F.N.; Writing-Review Editing, P.R.S.M.; Supervision, P.R.S.M.; Project Administration, P.R.S.M.; Funding Acquisition, P.R.S.M. and M.F.N.

Funding: This research received no external funding.

Acknowledgments: The authors are indebted to Petrobras, Equinor, CNPq, CAPES, FAPERJ, FINEP, and MCT for the financial support to the Group of Rheology at PUC-Rio.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

References

1. Barnes, H.A.; Walters, K. The yield stress myth? *Rheol. Acta* **1985**, *24*, 323–326. [\[CrossRef\]](#)
2. Barnes, H.A. The yield stress—A review or ‘panta rei’—Everything flows? *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **1999**, *81*, 133–178. [\[CrossRef\]](#)
3. Astarita, G. The Engineering Reality of The Yield Stress. *J. Rheol.* **1990**, *34*, 275–277. [\[CrossRef\]](#)
4. Hartnett, J.P.; Hu, R.Y.Z. The yield stress—An engineering reality. *J. Rheol.* **1989**, *33*, 671–679. [\[CrossRef\]](#)
5. Evans, I.D. On the nature of the yield stress. *J. Rheol.* **1992**, *36*, 1313–1316. [\[CrossRef\]](#)
6. Nguyen, Q.D.; Boger, D.V. Measuring the flow properties of yield stress fluids. *Annu. Rev. Fluid Mech.* **1992**, *24*, 47–88. [\[CrossRef\]](#)
7. Möller, P.C.F.; Mewis, J.; Bonn, D. Yield stress and thixotropy: On the difficulty of measuring yield stresses in practice. *Soft Matter* **2006**, *2*, 274–283. [\[CrossRef\]](#)
8. Möller, P.; Fall, A.; Bonn, D. Origin of apparent viscosity in yield stress fluids below yielding. *EPL (Europhys. Lett.)* **2009**, *87*, 38004. [\[CrossRef\]](#)
9. Balmforth, N.J.; Frigaard, I.A.; Ovarlez, G. Yielding to Stress: Recent Developments in Viscoplastic Fluid Mechanics. *Annu. Rev. Fluid Mech.* **2014**, *46*, 121–146. [\[CrossRef\]](#)
10. Carnali, J.O.; Naser, M.S. The use of dilute solution viscometry to characterize the network properties of carbopol microgels. *Colloid Polym. Sci.* **1992**, *270*, 183–193. [\[CrossRef\]](#)
11. Magnin, A.; Piau, J. Cone-and-plate rheometry of yield stress fluids. Study of an aqueous gel. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **1990**, *36*, 85–108. [\[CrossRef\]](#)
12. 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-Newton. Fluid Mech.* **2013**, *201*, 80–93. [\[CrossRef\]](#)
13. Coussot, P. Yield stress fluid flows: A review of experimental data. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **2014**, *211*, 31–49. [\[CrossRef\]](#)
14. Jørgensen, L.; Le Merrer, M.; Delanoë-Ayari, H.; Barentin, C. Yield stress and elasticity influence on surface tension measurements. *Soft Matter* **2015**, *11*, 5111–5121. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
15. Roberts, G.P.; Barnes, H.A. New measurements of the flow-curves for Carbopol dispersions without slip artefacts. *Rheol. Acta* **2001**, *40*, 499–503. [\[CrossRef\]](#)
16. Piau, J.M. Carbopolgels: Elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges. Meso- and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **2007**, *144*, 1–29. [\[CrossRef\]](#)
17. Gutowski, I.A.; Lee, D.; de Bruyn, J.R. Scaling and mesostructure of Carbopol dispersions. *Rheol. Acta* **2012**, *51*, 441–450. [\[CrossRef\]](#)
18. Ahmed, E.M. Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review. *J. Adv. Res.* **2015**, *6*, 105–121. [\[CrossRef\]](#)
19. Taylor, N.W.; Bagley, E.B. Dispersions or Solutions? A Mechanism for Certain Thickening Agents. *J. Appl. Polym. Sci.* **1974**, *18*, 2747–2761. [\[CrossRef\]](#)
20. Putz, A.; Burghel, T. The solid-fluid transition in a yield stress shear thinning physical gel. *Rheol. Acta* **2009**, *48*, 673–689. [\[CrossRef\]](#)
21. Brodnyan, J.G.; Kelley, E.L. The Rheology of Polyelectrolytes. I. Flow Curves of Concentrated Poly(acrylic Acid) Solutions. *Trans. Soc. Rheol.* **1961**, *5*, 205–220. [\[CrossRef\]](#)
22. Fischer, W.H.; Bauer, W.H.; Wiberley, S.E. Yield Stresses and Flow Properties of Carboxypolymethylene Water Systems. *Trans. Soc. Rheol.* **1961**, *5*, 221–235. [\[CrossRef\]](#)
23. Kim, J.Y.; Song, J.Y.; Lee, E.J.; Park, S.K. Rheological properties and microstructures of Carbopol gel network system. *Colloid Polym. Sci.* **2003**, *281*, 614–623. [\[CrossRef\]](#)
24. Bonn, D.; Denn, M.M.; Berthier, L.; Divoux, T.; Manneville, S. Yield stress materials in soft condensed matter. *Rev. Mod. Phys.* **2017**, *89*, 035005. [\[CrossRef\]](#)
25. Larson, R.G. *The Structure and Rheology of Complex Fluids*; Oxford University Press Inc.: New York, NY, USA, 1999.

26. Oppong, F.K.; Rubatat, L.; Frisken, B.J.; Bailey, A.E.; de Bruyn, J.R. Microrheology and structure of a yield-stress polymer gel. *Phys. Rev. E* **2006**, *73*, 041405. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
27. Yoshimura, A.S.; Prud'homme, R.K. Response of an elastic Bingham fluid to oscillatory shear. *Rheol. Acta* **1987**, *26*, 428–436. [[CrossRef](#)]
28. Al-Hadithi, T.S.R.; Barnes, H.A.; Walters, K. The relationship between the linear (oscillatory) and nonlinear (steady-state) flow properties of a series of polymer and colloidal systems. *Colloid Polym. Sci.* **1992**, *270*, 40–46. [[CrossRef](#)]
29. Barry, B.; Meyer, M. The rheological properties of Carbopol gels I. Continuous shear and creep properties of Carbopol gels. *Int. J. Pharm.* **1979**, *2*, 1–25. [[CrossRef](#)]
30. Islam, M.T.; Rodríguez-Hornedo, N.; Ciotti, S.; Ackermann, C. Rheological Characterization of Topical Carbomer Gels Neutralized to Different pH. *Pharm. Res.* **2004**, *21*, 1192–1199. [[CrossRef](#)]
31. Di Giuseppe, E.; Corbi, F.; Funicello, F.; Massmeyer, A.; Santimano, T.N.; Rosenau, M.; Davaille, A. Characterization of Carbopol hydrogel rheology for experimental tectonics and geodynamics. *Tectonophysics* **2015**, *642*, 29–45. [[CrossRef](#)]
32. Moller, P.; Fall, A.; Chikkadi, V.; Derks, D.; Bonn, D. An attempt to categorize yield stress fluid behaviour. *Philos. Trans. R. Soc. Lond. A Math. Phys. Eng. Sci.* **2009**, *367*, 5139–5155. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
33. Coussot, P.; Tocquer, L.; Lanos, C.; Ovarlez, G. Macroscopic vs. local rheology of yield stress fluids. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **2009**, *158*, 85–90. [[CrossRef](#)]
34. Herschel, V.W.H.; Bulkley, R. Konsistenzmessungen von Gummi-Benzollösungen. *Colloid Polym. Sci.* **1926**, *39*, 291–300. [[CrossRef](#)]
35. Tabuteau, H.; Coussot, P.; de Bruyn, J.R. Drag force on a sphere in steady motion through a yieldstress fluid. *J. Rheol.* **2007**, *51*, 125–137. [[CrossRef](#)]
36. Divoux, T.; Tamari, D.; Barentin, C.; Manneville, S. Transient Shear Banding in a Simple Yield Stress Fluid. *Phys. Rev. Lett.* **2010**, *104*, 208301. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
37. Weber, E.; Moyers-González, M.; Burghelea, T.I. Thermorheological properties of a Carbopol gel under shear. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **2012**, *183–184*, 14–24. [[CrossRef](#)]
38. Ketz, R.J.; Prud'homme, R.K.; Graessley, W.W. Rheology of concentrated microgel solutions. *Rheol. Acta* **1988**, *27*, 531–539. [[CrossRef](#)]
39. Nelson, A.Z.; Ewoldt, R.H. Design of yield-stress fluids: A rheology-to-structure inverse problem. *Soft Matter* **2017**, *13*, 7578–7594. [[CrossRef](#)]
40. Nelson, A.Z.; Bras, R.E.; Liu, J.; Ewoldt, R.H. Extending yield-stress fluid paradigms. *J. Rheol.* **2018**, *62*, 357–369. [[CrossRef](#)]
41. Chu, J.S.; Yu, D.M.; Amidon, G.L.; Weiner, N.D.; Goldberg, A.H. Viscoelastic Properties of Polyacrylic Acid Gels in Mixed Solvents. *Pharm. Res.* **1992**, *9*, 1659–1663. [[CrossRef](#)]
42. Proniuk, S.; Blanchard, J. Anhydrous Carbopol polymer gels for the topical delivery of oxygen/water sensitive compounds. *Pharm. Dev Technol.* **2002**, *7*, 249–255. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
43. Corporation, T.L. *Neutralizing Carbopol and Pemulen Polymers in Aqueous and Hydroalcoholic Systems*; Technical Report TDS-237; The Lubrizol Corporation: Wickliffe, OH, USA, 2009.
44. 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. *AAPS J.* **2008**, *10*, 84–91. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
45. Noveon, I. *Formulating Topical Properties*; Technical Report Bulletin 14; Noveon Inc.: Cleveland, OH, USA, 2002.
46. Corporation, T.L. *Molecular Weight of Carbopol and Pemulen Polymers*; Technical Report TDS-222; The Lubrizol Corporation: Wickliffe, OH, USA, 2007.
47. Corporation, T.L. *Dispersion Techniques for Carbopol Polymers*; Technical Report TDS-103; The Lubrizol Corporation: Wickliffe, OH, USA, 2007.
48. Corporation, T.L. *Formulating Hydroalcoholic Gels with Carbopol Polymers*; Technical Report TDS-255; The Lubrizol Corporation: Wickliffe, OH, USA, 2009.
49. Sikorski, D.; Tabuteau, H.; de Bruyn, J. Motion and shape of bubbles rising through a yield-stress fluid. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **2009**, *159*, 10–16. [[CrossRef](#)]

50. Krieger, I.M. Bingham Award Lecture—1989: The role of instrument inertia in controlled-stress rheometers. *J. Rheol.* **1990**, *34*, 471–483. [\[CrossRef\]](#)
51. Baravian, C.; Quemada, D. Using instrumental inertia in controlled stress rheometry. *Rheol. Acta* **1998**, *37*, 223–233. [\[CrossRef\]](#)
52. Baravian, C.; Benbelkacem, G.; Caton, F. Unsteady rheometry: Can we characterize weak gels with a controlled stress rheometer? *Rheol. Acta* **2007**, *46*, 577–581. [\[CrossRef\]](#)
53. Läger, J.; Stettin, H. Effects of instrument and fluid inertia in oscillatory shear in rotational rheometers. *J. Rheol.* **2016**, *60*, 393–406. [\[CrossRef\]](#)
54. Barnes, H.A. *A Handbook of Elementary Rheology*; University of Wales, Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics: Wales, UK, 2000.
55. 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.* **1993**, *37*, 621–641. [\[CrossRef\]](#)
56. 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-Newton. Fluid Mech.* **1995**, *56*, 221–251. [\[CrossRef\]](#)
57. Barnes, H.A. Measuring the viscosity of large-particle (and flocculated) suspensions—A note on the necessary gap size of rotational viscometers. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **2000**, *94*, 213–217. [\[CrossRef\]](#)
58. Rabinowitsch, B. Über die Viskosität und Elastizität von Solen. *Z. Phys. Chem.* **1929**, *A145*, 1–26. [\[CrossRef\]](#)
59. De Souza Mendes, P.R.; Alicke, A.A.; Thompson, R.L. Parallel-plate geometry correction for transient rheometric experiments. *Appl. Rheol.* **2014**, *24*, 52721.
60. Lidon, P.; Villa, L.; Manneville, S. Power-law creep and residual stresses in a carbopol gel. *Rheol. Acta* **2017**, *56*, 307–323. [\[CrossRef\]](#)
61. Dimitriou, C.J.; Ewoldt, R.H.; McKinley, G.H. Describing and prescribing the constitutive response of yield stress fluids using large amplitude oscillatory shear stress (LAOSS). *J. Rheol.* **2013**, *57*, 27–70. [\[CrossRef\]](#)
62. De Souza Mendes, P.R.; Thompson, R.L. A unified approach to model elasto-viscoplastic thixotropic yield-stress materials and apparent-yield-stress fluids. *Rheol. Acta* **2013**, *52*, 673–694. [\[CrossRef\]](#)
63. De Souza Mendes, P.R.; Thompson, R.L.; Alicke, A.A.; Leite, R.T. The quasilinear large-amplitude viscoelastic regime and its significance in the rheological characterization of soft matter. *J. Rheol.* **2014**, *58*, 537–561. [\[CrossRef\]](#)
64. Raghavan, S.R.; Chen, L.A.; McDowell, C.; Khan, S.A.; Hwang, R.; White, S. Rheological study of crosslinking and gelation in chlorobutyl elastomer systems. *Polymer* **1996**, *37*, 5869–5875. [\[CrossRef\]](#)
65. Kocen, R.; Gasik, M.; Novak, S. Viscoelastic behaviour of hydrogel-based composites for tissue engineering under mechanical load. *Biomed. Mater.* **2017**, *12*, 025004. [\[CrossRef\]](#)
66. De Souza Mendes, P.R. Modeling the thixotropic behavior of structured fluids. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **2009**, *164*, 66–75. [\[CrossRef\]](#)
67. de Souza Mendes, P.R. Thixotropic elasto-viscoplastic model for structured fluids. *Soft Matter* **2011**, *7*, 2471–2483. [\[CrossRef\]](#)
68. Quemada, D.; Berli, C. Describing the Flow Curve of Shear-Banding Fluids Through a Structural Minimal Model. *arXiv* **2009**, arXiv:0903.0808.
69. Jain, A.; Singh, R.; Kushwaha, L.; Shankar, V.; Joshi, Y.M. Transient start-up dynamics and shear banding in aging soft glassy materials: Rate-controlled flow field. *arXiv* **2018**, arXiv:1801.07088.
70. Hassan, M.A.; Pathak, M.; Khan, M.K. Thermorheological Characterization of Elastoviscoplastic Carbopol Ultrez 20 Gel. *J. Eng. Mater. Technol.* **2015**, *137*, 031002. [\[CrossRef\]](#)
71. Cheng, D.C.H. Yield stress: A time-dependent property and how to measure it. *Rheol. Acta* **1985**, *25*, 542–554. [\[CrossRef\]](#)
72. Mujumdar, A.; Beris, A.N.; Metzner, A.B. Transient phenomena in thixotropic systems. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **2002**, *102*, 157–178. [\[CrossRef\]](#)
73. de Souza Mendes, P.R.; Thompson, R.L. A critical overview of elasto-viscoplastic thixotropic modeling. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **2012**, *187–188*, 8–15. [\[CrossRef\]](#)
74. Da C. Andrade, E.N. On the viscous flow in metals, and allied phenomena. *Proc. R. Soc. Lond. A Math. Phys. Eng. Sci.* **1910**, *84*, 1–12. [\[CrossRef\]](#)

75. Coussot, P.; Nguyen, Q.D.; Huynh, H.T.; Bonn, D. Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids. *J. Rheol.* **2002**, *46*, 573–589. [\[CrossRef\]](#)
76. Ferry, J.D. *Viscoelastic Properties of Polymers*; Wiley: New York, NY, USA, 1980.
77. Ewoldt, R.H.; McKinley, G.H. Creep ringing in rheometry or how to deal with oft-discarded data in step stress tests! *Rheol. Bull.* **2007**, *76*, 22–24.
78. Coussot, P.; Nguyen, Q.; Huynh, H.; Bonn, D. Avalanche Behavior in Yield Stress Fluids. *Phys. Rev. Lett.* **2002**, *88*, 175501. [\[CrossRef\]](#)
79. Divoux, T.; Barentin, C.; Manneville, S. From stress-induced fluidization processes to Herschel-Bulkley behaviour in simple yield stress fluids. *Soft Matter* **2011**, *7*, 8409–8418. [\[CrossRef\]](#)
80. Vasu, K.S.; Krishnaswamy, R.; Sampath, S.; Sood, A.K. Yield stress, thixotropy and shear banding in a dilute aqueous suspension of few layer graphene oxide platelets. *Soft Matter* **2013**, *9*, 5874–5882. [\[CrossRef\]](#)
81. Poumaere, A.; Moyers-González, M.; Castelain, C.; Burghel, T. Unsteady laminar flows of a Carbopol® gel in the presence of wall slip. *J. Non-Newton. Fluid Mech.* **2014**, *205*, 28–40. [\[CrossRef\]](#)
82. Chaudhuri, P.; Horbach, J. Onset of flow in a confined colloidal glass under an imposed shear stress. *Phys. Rev. E* **2013**, *88*, 040301. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
83. Cheng, P.; Burroughs, M.C.; Leal, L.G.; Helgeson, M.E. Distinguishing shear banding from shear thinning in flows with a shear stress gradient. *Rheol. Acta* **2017**, *56*, 1007–1032. [\[CrossRef\]](#)
84. Dinkgreve, M.; Fazilati, M.; Denn, M.; Bonn, D. Carbopol: From a simple to a thixotropic yield stress fluid. *J. Rheol.* **2018**, *62*, 773–780. [\[CrossRef\]](#)



© 2019 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).