

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

DISSERTAÇÃO

**ANÁLISE E ESTIMAÇÃO DAS PROPRIEDADES DE TORTAS DE
FILTRAÇÃO DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO NÃO-NEWTONIANOS**

RODRIGO FERNANDO DE OLIVEIRA BORGES

Agosto, 2019



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**ANÁLISE E ESTIMAÇÃO DAS PROPRIEDADES DE TORTAS DE
FILTRAÇÃO DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO NÃO-NEWTONIANOS**

RODRIGO FERNANDO DE OLIVEIRA BORGES

Sob a Orientação de
Verônica Maria de Araújo Calado

e Co-orientação de
Bruno Francisco Oechsler

Dissertação submetida como requisito parcial para a obtenção do grau de **Mestre em Engenharia Química**, Área de Concentração em Tecnologia Química.

Seropédica – RJ
Agosto/2019

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Biblioteca Central / Seção de Processamento Técnico

Ficha catalográfica elaborada
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

B732a Borges, Rodrigo Fernando de Oliveira, 1994-
Análise e estimação das propriedades de tortas de
filtração de fluidos de perfuração não-Newtonianos /
Rodrigo Fernando de Oliveira Borges. – Rio de Janeiro,
2019.
184 f.: il.

Orientadora: Verônica Maria de Araújo Calado.
Coorientador: Bruno Francisco Oechsler.
Dissertação (Mestrado). -- Universidade Federal
Rural do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Química, 2019.

1. Filtração. 2. Fluidos de perfuração. 3. Modelagem. 4.
Estimação de parâmetros. 5. Propriedades de torta de
filtração. I. Calado, Verônica M. A., 1958-, orient. II.
Oechsler, Bruno F., 1986-, coorient. III Universidade
Federal Rural do Rio de Janeiro. Programa de Pós-Graduação
em Engenharia Química. IV. Título.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001 “This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Finance Code 001”.

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

RODRIGO FERNANDO DE OLIVEIRA BORGES

Dissertação submetida como requisito parcial para a obtenção do grau de **Mestre em Engenharia Química**, no Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, área de concentração em Tecnologia Química.

DISSERTAÇÃO APROVADA EM 23/08/2019

Verônica Maria de Araújo Calado, D.Sc., EQ/UFRJ
(Orientadora)

Ricardo de Andrade Medronho, PhD., EQ/UFRJ

Amanda Lemette Teixeira Brandão, D.Sc., DEQM/PUC-RJ

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

RODRIGO FERNANDO DE OLIVEIRA BORGES

Dissertação submetida como requisito parcial para a obtenção do grau de **Mestre em Engenharia Química**, no Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, área de concentração em Tecnologia Química.

DISSERTAÇÃO APROVADA EM __ / __ / ____

Orientação:

Verônica Maria de Araújo Calado, D.Sc., EQ/UFRJ
(Orientadora)

Bruno Francisco Oechsler, D.Sc. (Co-orientador)

Banca examinadora:

Ricardo de Andrade Medronho, PhD., EQ/UFRJ

Amanda Lemette Teixeira Brandão, D.Sc., DEQM/PUC-RJ

AGRADECIMENTOS

Antes de tudo, gostaria de agradecer a Deus por me proporcionar tamanha conquista. Se hoje consegui alcançar este objetivo é porque Ele esteve me guiando e zelando por mim. Agradeço por ter me concedido forças, paciência e sabedoria ao longo de minha jornada até aqui. Esta caminhada não seria possível se Ele não a estivesse realizando ao meu lado.

Agradeço a minha amada mãe Lourdes Oliveira e querido irmão Moisés Borges pelo apoio durante toda a caminhada até aqui. Passamos por diversos momentos difíceis nesta jornada e sempre estiveram comigo. Muito obrigado pelos conselhos, carinho, amizade, companheirismo e dedicação. Agradeço aos meus avós Dina Menezes e João Augusto por estarem sempre presentes na minha vida, me aconselhando e tranquilizando durante todos os momentos. Obrigado família por sempre me ajudarem a crescer e me tornarem uma pessoa melhor a cada dia.

Agradeço a minha namorada Beatriz Rosas por estar ao meu lado, compartilhando conhecimento, sonhos, esperanças e desafios. Obrigado pelos momentos de carinho, afeto e paciência que sempre demonstra para comigo. Agradeço a Deus por ter te colocado em minha vida. Te amo, hoje e sempre.

Gostaria de agradecer especialmente à minha orientadora Verônica Calado e meu coorientador Bruno Oechsler pelo direcionamento, paciência e ensino que levarei para a vida. Obrigado pela orientação na condução deste trabalho e pelos conselhos fornecidos ao longo do período do mestrado. Agradeço imensamente a oportunidade de ter trabalhado com profissionais tão capazes, qualificados e determinados.

Agradeço aos professores Luís Américo Calçada e Cláudia Miriam Scheid pelas ponderações, aconselhamentos, correções e direcionamentos ao longo do período do mestrado. Muito obrigado por terem me acolhido de forma tão fraterna em seu laboratório, sempre acessíveis para conversas abertas a respeito de dúvidas, anseios e eventuais contratemplos ao longo deste período.

Agradeço aos meus amigos de laboratório Sérgio, Eduardo, Elias, Robson, Gabi, Lucas, Bárbara e Luíza pela amizade gerada que, com certeza guardarei para sempre. Obrigado por toda a ajuda ao longo deste período, aconselhamento e conversas descontraídas nos horários de almoço e café. São sempre ótimas conversas e geram momentos de muitas risadas.

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

“A Sabedoria é mais preciosa do que qualquer joia; tudo o que desejamos não se pode comparar a ela”

Provérbios, 9:9

RESUMO

BORGES, Rodrigo Fernando de Oliveira. **Análise e estimação das propriedades de tortas de filtração de fluidos de perfuração não-Newtonianos**. 2019. 173 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química, Tecnologia Química). Instituto de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2019.

O processo de perfuração de poços de petróleo está sempre evoluindo e sendo otimizado para garantir a máxima eficiência a fim de reduzir seu custo. Nesse cenário, a perda de circulação é um fenômeno a ser continuamente estudado e minimizado para evitar a perda de fluidos e a contaminação de reservatórios de petróleo. A perda de circulação é causada por um diferencial de pressão entre os poros da formação e a região anular do poço. À medida que o fluido de perfuração invade o reservatório, uma camada de sólidos é formada e a taxa de perda de fluido torna-se função de parâmetros da torta, como a permeabilidade e a porosidade. Para minimizar a perda de filtrado, os fluidos de perfuração são desenvolvidos a fim de fornecer uma torta fina com baixa permeabilidade. Diversos métodos de determinação das propriedades das tortas de filtração são apresentados. Percebe-se então a ausência de procedimentos de cálculo e estimação de parâmetros adequados, nos quais os erros experimentais associados às variáveis de saída experimentais sejam adequadamente descritos. Neste estudo, os efeitos da temperatura, da pressão e da concentração de sólidos nos parâmetros de torta de filtração foram avaliados. A compressibilidade das tortas foi analisada em processos de filtração a pressão constante. A estrutura interna das tortas de filtração foi estudada a partir de imagens obtidas em MEV. Filtrações estáticas foram realizadas em uma célula de filtração HTHP com suspensões não-Newtonianas de barita e carboximetilcelulose em concentrações similares às utilizadas em processos reais. Os parâmetros das tortas de filtração obtidas foram estimados a partir do ajuste do modelo de filtração para fluidos não-Newtonianos, utilizando o pacote Estima, escrito em linguagem Fortran. Foram apresentadas três diferentes metodologias para a estimação de parâmetros, que são estimados isoladamente para cada condição experimental (método implícito) ou estimados de forma direta, a partir de dados de volume de filtrado. O efeito do diferencial de pressão aplicado na permeabilidade da torta e na resistência do meio filtrante foi considerado a partir de equações constitutivas apropriadas.

Palavras-chave: Filtração, fluidos de perfuração, modelagem, estimação de parâmetros, propriedades de torta.

ABSTRACT

BORGES, Rodrigo Fernando de Oliveira. **Analysis and estimation of mud cakes properties of non-Newtonian drilling fluids**. 2019. 173 p. Thesis (Master of Science in Chemical Engineering, Chemical Technology). Institute of Technology, Department of Chemical Engineering, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2019.

The oil well drilling process is always evolving and being optimized to ensure maximum efficiency to reduce its cost. In this scenario, the loss circulation is a phenomenon to be continuously studied and minimized to avoid fluid loss and oil reservoirs contamination. It is caused by a pressure differential between the formation pores and the well annular region. As drilling fluid invades the reservoir, a layer of solids is formed and the fluid loss rate becomes a function of cake parameters such as permeability and porosity. To minimize the filtrate loss, drilling fluids are designed to provide a thin cake with low permeability. Several methods of determination of the properties of filtration pies are presented. So, it is noticed the absence of procedures of calculation and estimation of adequate parameters, in which the experimental errors associated with the experimental output variables are adequately described. In this study, the effects of temperature, pressure and solids concentration on the filter cake parameters were evaluated. The mud cake compressibility was analyzed in constant pressure filtration processes. The internal structure of the mud cakes was studied by SEM images. Static filtrations were performed in an HTHP filtration cell with non-Newtonian suspensions with concentrations similar to those used in actual processes. The mud cake parameters were estimated by adjusting the filtration model for non-Newtonian fluids using the Estima package, written in Fortran language. Three different methodologies for parameter estimation were presented, in which they are estimated separately for each experimental condition (implicit method) or directly estimated from filtrate volume data. The effect of the applied pressure differential on the cake permeability and on the filter resistance was considered from appropriate constitutive equations.

Keywords: Filtration, drilling fluids, parameter estimation, mudcake properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema para o mecanismo de invasão de filtrado devido ao gradiente de pressão entre a região anular e a rocha reservatório.....	2
Figura 2. Deslocamento da janela operacional ao longo da profundidade do poço. Adaptado de Omland (2009) apud Barbosa (2016).	5
Figura 3. Escoamento de um líquido entre placas paralelas. (A) instante inicial com ambas as placas paradas; (B) Início do movimento após a placa superior ser puxada com velocidade v	12
Figura 4. Comportamento de diferentes tipos de fluidos. (A) Curva tensão-taxa de cisalhamento; (B) Curva viscosidade aparente x taxa de cisalhamento. Adaptado de Schramm, 1998.	17
Figura 5. Representação de um fluido tixotrópico. Adaptado de Schramm (1998).	19
Figura 6. Diferentes combinações do sistema mola-pistão para desenvolvimento de modelos viscoelásticos. Adaptado de Barnes, 2000.....	21
Figura 7. Segregação das regiões de viscoelasticidade linear e não linear. Adaptado de Schramm, 1998.	26
Figura 8. Distribuição de tamanhos de partícula via base mássica/volumétrica (A) ou numérica (B). Adaptado de McCabe, 1993.	29
Figura 9. Diferentes processos de filtração: (a) filtração com formação de torta; (b) filtração via clarificação; (c) filtração cruzada. Adaptado de McCabe et al., (1993).	36
Figura 10. Exemplificação para a filtração estática (a) e dinâmica (b) na perfuração de poços. Adaptado de Araújo (2010) e Martins (2013).	37
Figura 11. Curvas t/V x V para fluidos Newtonianos (a) e não-Newtonianos (b).	41
Figura 12. Variação de p_s e p_l ao longo da torta de filtração.....	45
Figura 13. Perfis de porosidade com a posição adimensional na torta de filtração (adaptado de TILLER e COOPER, 1962).	49
Figura 14. Célula de filtração com eletrodos, utilizada por Shirato et al. (1971) (Adaptada de SHIRATO et al., 1971).	51
Figura 15. Dados experimentais e simulados para a curva de Slowness em filtração estática. Adaptado de Dewan e Chenevert (2001).	64
Figura 16. Distribuição volumétrica de tamanho de partícula para a barita 800/325.....	73
Figura 17. Representação esquemática da unidade experimental de filtração.	76
Figura 18. Estrutura suporte da célula de filtração.....	77
Figura 19. Detalhes das conexões para o sistema de pressurização: válvula de alívio com ponto de engate rápido para a mangueira industrial (à esquerda) e a válvula reguladora de pressão, localizada no ramal de saída do cilindro de N_2 (à direita).....	77
Figura 20. Detalhe da célula de filtração HTHP OFITE (Manual OFITE, 2015).	78
Figura 21. Detalhe das bases da célula de filtração HTHP.	78
Figura 22. Esquema para a filtração estática com formação de torta.	84
Figura 23. Diagrama esquemático para o processo de determinação do parâmetro de referência ótimo (Adaptado de Schwaab et al., 2007a).	93

Figura 24. Diagrama esquemático para a determinação do parâmetro de referência ótimo utilizado neste trabalho.....	94
Figura 25. Dados experimentais para o efeito da temperatura na tensão cisalhante para a solução base (água/CMC).....	100
Figura 26. Deformação observada nos fluidos quando submetidos a uma rampa de tensão: (a) solução base, suspensões com (b) 10% (v/v) e (c) 30% (v/v) de barita.	101
Figura 27. Dados experimentais para os testes de tixotropia da (a) solução base, suspensões com (b) 10% (v/v) e (c) 30% (v/v) de barita.	102
Figura 28. Efeito da aplicação de uma rampa de tensão no módulo complexo dos fluidos para a determinação da LVR. Avaliação da (a) solução base e suspensões de (b) 10% (v/v) nas temperaturas de 25 e 65°C.....	103
Figura 29. Experimentos de fluência e recuperação: efeito da tensão na compliância dos fluidos para (a) solução base e suspensões de (b) 10% (v/v) e (c) 30% (v/v).	104
Figura 30. Efeito da frequência do teste oscilatório nos módulos elástico (G') e viscoso (G'') dos fluidos para a (a) solução base e suspensões de (b) 10% (v/v) e (c) 30% (v/v), nas temperaturas de 25 e 65°C.....	105
Figura 31. Efeito do tempo de repouso no módulo complexo dos fluidos: análise de estabilidade das suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) de barita.	106
Figura 32. Dados experimentais de filtração. Efeito da pressão no volume de filtrado para as suspensões de 10% (v/v), na temperatura de (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.....	107
Figura 33. Dados experimentais de filtração. Efeito da pressão no volume de filtrado para as suspensões de 10% v/v, na temperatura de 25°C (a), 45°C (b) e 65°C (c).	108
Figura 34. Efeito combinado da diferença de pressão e da temperatura no volume de filtrado para as suspensões de 10% (v/v) (esquerda) e 30% (v/v) (direita).....	109
Figura 35. Efeito da temperatura e da diferença de pressão na porosidade média das tortas de filtração para as suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v).	109
Figura 36. Efeito da temperatura e da diferença de pressão na espessura das tortas de filtração para as suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v).	110
Figura 37. Efeito do tempo de filtração da porosidade média e espessura das tortas de filtração de suspensões com 30% (v/v) de barita, a 300 psi e 25°C.	111
Figura 38. Seção interna da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 10% v/v, a 300 psi e 45°C.	112
Figura 39. Seção da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 10% v/v, a 500 psi e 45°C.	112
Figura 40. Seção da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 10% v/v, a 700 psi e 45°C.	113
Figura 41. Seção da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 30% v/v, a 300 psi e 45°C.	113
Figura 42. Seção da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 30% v/v, a 500 psi e 45°C.	113
Figura 43. Seção da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 30% v/v, a 700 psi e 45°C.	114

Figura 44. Ajuste do modelo Power-Law (Mod.) com os intervalos de confiança (IC). Dados de curva de escoamento em diferentes temperaturas.....	115
Figura 45. Ajuste do modelo de tensão em função da taxa de cisalhamento e da temperatura. Utilização da equação WLF para consideração do efeito da temperatura.....	116
Figura 46. Ajuste do modelo de tensão em função da taxa de cisalhamento e da temperatura. Utilização da equação do tipo Arrhenius para consideração do efeito da temperatura.	117
Figura 47. Comportamento da função correlação avaliada para diferentes valores de T_{ref} ...	119
Figura 48. Regiões de confiança para os parâmetros ΔE e η_{ref} (a) e n e η_{ref} (b).	119
Figura 49. Ajuste do modelo de filtração (Mod) aos pontos experimentais (PE) e intervalos de confiança do modelo (IC). Dados de filtração para a suspensão de 10% (v/v) a (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.	120
Figura 50. Ajuste do modelo de filtração (Mod) aos pontos experimentais (PE) e intervalos de confiança do modelo (IC). Dados de filtração para a suspensão de 30% (v/v) a (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.	121
Figura 51. Permeabilidade média estimada para as tortas de filtração das suspensões de 10% (a) e 30% (b) v/v.....	122
Figura 52. Resistência do meio filtrante para a filtração das suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v).....	122
Figura 53. Regiões de confiança para a estimativa dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 25°C.	124
Figura 54. Comportamento da função correlação avaliada para diferentes valores de Δp_{ref} . Método de estimativa implícito.	125
Figura 55. Região de confiança para a estimativa de k_{ref} e ν (suspensão de 30% v/v a 25°C) a partir do método 1.	126
Figura 56. Ajuste do modelo de filtração (Mod) e intervalos de confiança do modelo (IC), considerando a resistência do meio filtrante independente da pressão. Dados de filtração para a suspensão de 10% (v/v) a (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.	127
Figura 57. Ajuste do modelo de filtração (Mod) e intervalos de confiança do modelo (IC), considerando a resistência do meio filtrante independente da pressão. Dados de filtração para a suspensão de 30% (v/v) a (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.	128
Figura 58. Curva de correlação para a pressão de referência (ΔP_{ref}). Caso 1, considerando a variação de k com a diferença de pressão e R_m constante. Suspensão de 10% v/v a 25°C....	129
Figura 59. Ajuste do modelo de filtração considerando a dependência da permeabilidade e da resistência do meio filtrante com a diferença de pressão. Dados para a suspensão de 10% (v/v) nas temperaturas de (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.	130
Figura 60. Ajuste do modelo de filtração considerando a dependência da permeabilidade e da resistência do meio filtrante com o diferencial de pressão. Dados para a suspensão de 30% (v/v) nas temperaturas de (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.	130
Figura 61. Curva de correlação para a pressão de referência (ΔP_{ref}). Caso 2, considerando a variação de k e R_m com a diferença de pressão. Suspensão de 10% (v/v) a 25°C.	131
Figura 62. Permeabilidade média da torta calculada em função da diferença de pressão (a) e da temperatura (b). Suspensão de 10% (v/v).....	133

Figura 63. Permeabilidade média da torta calculada em função da diferença de pressão (a) e da temperatura (b). Suspensão de 30% (v/v).....	133
Figura 64. Resistência do meio filtrante calculado em função da diferença de pressão (a) e da temperatura (b). Suspensão de 10% (v/v).....	133
Figura 65. Resistência do meio filtrante calculado em função da diferença de pressão (a) e da temperatura (b). Suspensão de 30% (v/v).....	134
Figura 66. Regiões de confiança para os parâmetros estimados k_{ref} , ν e R_{m0} para a suspensão de 10% (v/v) a 25°C	135
Figura 67. Regiões de confiança para os parâmetros estimados k_{ref} , ν e R_{m0} para a suspensão de 30% (v/v) a 25°C	135
Figura 68. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 300 psi e 45°C.....	154
Figura 69. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 300 psi e 65°C.....	154
Figura 70. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 500 psi e 25°C.....	154
Figura 71. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 500 psi e 45°C.....	155
Figura 72. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 500 psi e 65°C.....	155
Figura 73. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 700 psi e 25°C.....	155
Figura 74. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 700 psi e 25°C.....	156
Figura 75. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 700 psi e 25°C.....	156
Figura 76. Curvas de correlação para Δp_{ref} . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 25°C.....	157
Figura 77. Curvas de correlação para Δp_{ref} . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 45°C.....	157
Figura 78. Curvas de correlação para Δp_{ref} . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 65°C.....	157
Figura 79. Curvas de correlação para Δp_{ref} . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 25°C.....	158
Figura 80. Curvas de correlação para Δp_{ref} . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 45°C.....	158
Figura 81. Curvas de correlação para Δp_{ref} . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 65°C.....	158
Figura 82. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times \nu$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 10\%$ (v/v), 25°C.....	159
Figura 83. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times \nu$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 10\%$ (v/v), 45°C.....	159

Figura 84. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times v$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 10\%$ (v/v), 65°C.....	159
Figura 85. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times v$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 30\%$ (v/v), 25°C.....	160
Figura 86. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times v$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 30\%$ (v/v), 45°C.....	160
Figura 87. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times v$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 30\%$ (v/v), 45°C.....	160

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Outros tipos de aditivos de fluidos de perfuração. Adaptado de Guimarães e Rossi, 2008	8
Tabela 2. Valores de referência para a massa específica de fluidos de perfuração em diferentes condições de operação	9
Tabela 3. Modelos para dependência da viscosidade com a concentração de sólidos em suspensões	15
Tabela 4. Modelos reológicos para fluidos não-newtonianos	17
Tabela 5. Comportamento de diferentes fluidos sujeitos ao teste de Creep/Recovery. Adaptado de Schramm, 1998	22
Tabela 6. Exemplos de testes reológicos para caracterização de materiais	27
Tabela 7. Diâmetros característicos	30
Tabela 8. Equações para a determinação da taxa de cisalhamento característica para o escoamento de fluidos não newtonianos em meios porosos. Adaptado de Martins, 2004.....	34
Tabela 9. Faixas de diferencial de pressão aplicadas em alguns trabalhos experimentais de filtração	48
Tabela 10. Modificações para a equação de Kozeny-Carman. Adaptado de Xu e Yu (2008)	57
Tabela 11. Classificação grosseira para diversas condições de filtração baseadas na permeabilidade das tortas de filtração. Adaptado de Tiller et al. (1987).....	61
Tabela 12. Grau de compressibilidade associado a diferentes valores de ζ	63
Tabela 13. Diâmetros característicos das partículas de barita classe 800/325	74
Tabela 14. Fatores e níveis avaliados neste trabalho	79
Tabela 15. Parâmetros estimados a partir da metodologia 2. Resumo da abordagem proposta.	97
Tabela 16. Parâmetros estimados a partir da metodologia 2. Resumo da abordagem proposta.	98
Tabela 17. Análise do efeito de temperatura no grau de tixotropia (histerese) dos fluidos avaliados para cada condição experimental avaliada	103
Tabela 18. Função objetivo para as estimações do modelo <i>Power-Law</i> em cada temperatura	115
Tabela 19. Parâmetros do modelo <i>Power-Law</i> para diferentes temperaturas	116
Tabela 20. Parâmetros estimados do modelo de tensão, considerando o modelo WLF para a dependência com a temperatura	117
Tabela 21. Parâmetros estimados do modelo de tensão, considerando o modelo do tipo Arrhenius para a dependência com a temperatura.....	118
Tabela 22. Função objetivo para as estimações com os modelos WLF e Arrhenius para a dependência da viscosidade com a temperatura	118
Tabela 23. Resultados para a função objetivo em cada condição de filtração a partir da estimativa dos parâmetros de filtração pelo método implícito. Suspensões de 10% (v/v)	121
Tabela 24. Resultados para a função objetivo em cada condição de filtração a partir da estimativa dos parâmetros de filtração pelo método implícito. Suspensões de 30% (v/v)	122

Tabela 25. Permeabilidade da torta de filtração, estimadas a partir do método implícito. Valores médios e intervalos de confiança. Suspensões de 10% (v/v) e 30% (v/v).....	123
Tabela 26. Resistência do meio filtrante, estimadas a partir do método implícito. Valores médios e intervalos de confiança. Suspensões de 10% (v/v) e 30% (v/v).....	123
Tabela 27. Índices de compressibilidade estimados para as tortas de filtração formadas pelas suspensões de 10% (v/v). Intervalo da função Chi-quadrado: 0,001 – 5,023	125
Tabela 28. Índices de compressibilidade estimados para as tortas de filtração formadas pelas suspensões de 30% (v/v). Intervalo da função Chi-quadrado: 0,001 – 5,023	125
Tabela 29. Dados de pressão de referência ótimos (ΔP_{ref}) para cada conjunto de dados experimentais.....	129
Tabela 30. Parâmetros k_{ref} , ν e R_m estimados para o modelo de filtração com a suspensão de 10% (v/v)	129
Tabela 31. Parâmetros k_{ref} , ν e R_m estimados para o modelo de filtração com a suspensão de 30% (v/v)	129
Tabela 32. Dados ótimos de pressão de referência (ΔP_{ref}) para a estimação de k_{ref} , ν e R_{m0}	131
Tabela 33. Resultados para a função objetivo em cada condição de filtração a partir da estimação dos parâmetros de filtração pelo método implícito. Suspensões de 10% (v/v)	132
Tabela 34. Parâmetros k_{ref} , ν e R_{m0} estimados para o modelo de filtração com a suspensão de 10% (v/v)	132
Tabela 35. Parâmetros k_{ref} , ν e R_{m0} estimados para o modelo de filtração com a suspensão de 30% (v/v)	132
Tabela 36. Planejamento fatorial com triplicata no ponto central.	153

LISTA DE SÍMBOLOS

a	Parâmetro dos modelos reológicos da Tabela 3, sem significado físico (adim.)
a_1	Parâmetro de ajuste da Equação 3.25 (1/m)
a_d	Fração de sólidos aderida à torta (adim.)
A_f	Área efetiva de filtração (m ²)
A_i, B_i	Parâmetros do modelo de Andrade, Equação 2.4
B	Matriz de sensibilidade (-)
c	Constante da Equação de Forcheimer para a força resistiva
c_1, c_2	Fatores geométricos da Equação 2.36
C	Concentração mássica de sólidos na torta (m/m)
C_1, C_2	Parâmetros adimensionais (adim.)
C_d	Coefficiente empírico (Adim.)
C_{K-C}	Coefficiente empírico de Kozeny-Carman
d_m	Distância do cone até a torta de filtração (m)
De	Número de Deborah (adim.)
D_f	Área de poros fractais (m ²)
D_i	Diâmetro da partícula i (m)
D_{ie}	Constante dielétrica do fluido dispersante
\bar{D}_N	Diâmetro médio aritmético (m)
\bar{D}_V	Diâmetro médio volumétrico (m)
\bar{D}_S	Diâmetro de Sauter (m)
f	Frequência (Hz)
f_e	Coefficiente de fricção (adim.)
F	Variável do teste de Fischer (adim.)
F_{obj}	Função objetivo (adim.)
g	Aceleração da gravidade (m/s ²)
gl	Graus de liberdade (adim.)
G	Constante elástica da mola (Pa)
G'	Módulo elástico ou de armazenamento (Pa)
G''	Módulo viscoso ou de perda (Pa)
G_0	Constante elástica inicial (Pa)
G^*	Módulo complexo (Pa)
GM_ξ	Diâmetro médio geométrico (m)
J	Complância (Pa ⁻¹)
k	Permeabilidade do meio (m ²)
k_0	Permeabilidade inicial do meio poroso (m ²)
k_e	Condutividade elétrica específica da suspensão
k_m	Permeabilidade do meio filtrante (m ²)

k_{ref}	Parâmetro da Equação 5.41 (m^2)
K	Índice de consistência do fluido ($Pa \cdot s^n$)
l_m	Espessura do meio filtrante (m)
L_{mc}	Espessura da torta (m)
m	Força resistiva
$m_{s,t}$	Massa de sólidos na torta (kg)
m_s^A	Massa de torta seca por área de filtração (kg/m^2)
m_{seca}	Massa de torta de filtração seca (kg)
m_{umida}	Massa de torta de filtração úmida (kg)
M_w	Massa molar ($kg/kgmol$)
M_{wi}	Massa molar da espécie i na mistura ($kg/kgmol$)
n	Índice de comportamento do fluido (adim.)
n_e	Expoente empírico (adim.)
N	Adimensional relacionado à forma e grau de empacotamento do meio poroso (adim.)
N_1	Primeira diferença da tensão normal (Pa)
N_2	Segunda diferença da tensão normal (Pa)
NC	Nível de confiança (adim.)
NE	Número de experimentos (adim.)
NP	Número de parâmetros a serem estimados (adim.)
NY	Número de variáveis de saída (adim.)
p	Pressão total aplicada
p_a	Parâmetro das Equações 3.5, 3.22 e 3.31 (Pa)
p_f	Pressão no fluido (Pa)
p_{mc}	Diferença de pressão na torta de filtração (Pa)
p_s	Pressão nos sólidos (Pa)
q	Velocidade intersticial do fluido (m/s)
R	Constante dos gases ($Pa \cdot m^3/mol/K$)
Re	Número de Reynolds (adim.)
R_{ec}	Grau de recuperação do fluido (%)
R_{es}	Resistência elétrica pontual (ohm)
R_{es}^o	Resistência elétrica da solução de calibração (ohm)
R_m	Resistência do meio filtrante ($1/m$)
$R_{m,0}$	Parâmetro de proporcionalidade da Equação 5.43 ($1/m$)
R_{m0}	Resistência do meio filtrante na ausência de sólidos ($1/m$)
$R_{m\infty}$	Resistência do meio filtrante ao término da filtração ($1/m$)
S	Ponto da curva de <i>Slowness</i> (s/m)
S_p	Área superficial da partícula (m^2)
t	Tempo (s)
t_{st}	Variável do teste t de Student (adim.)
T	Temperatura (K)
T_g	Temperatura de transição vítrea (K)

T_{ref}	Temperatura de referência (K)
t_{st}	Variável normalizada do teste de Student (adim.)
v	Velocidade de escoamento (m/s)
v_f	Velocidade da fase fluida (m/s)
V_c	Volume da torta de filtração (m ³)
V_i	Volume da partícula i (m ³)
V_f	Volume de filtrado (m ³)
V_y	Matriz de covariância experimental (-)
V_θ	Matriz de covariância dos parâmetros (-)
v_s	Velocidade da fase sólida (m/s)
x_i	Fração molar da espécie i (adim.)
x_i^m	Variáveis de entrada do modelo (-)
y_{ij}^e	Variáveis de saída experimentais (-)
y_{ij}^m	Variáveis de saída preditas pelo modelo (-)
$\bar{\alpha}_t$	Resistividade média da torta (m/kg)
α_t	Resistividade local da torta (m/kg)
α_{t0}	Parâmetro da Equação 3.4 (m/kg)
β	Coefficiente de compressibilidade (adim.)
γ	Deformação (adim.)
$\dot{\gamma}$	Taxa de cisalhamento (s ⁻¹)
γ_e	Deformação final do material (adim.)
$\bar{\gamma}$	Coefficiente da Equação 5.16 ((m/kg) ^(n+1/2))
Υ_{PSD}	Coefficiente empírico (adim.)
δ	Ângulo de fase (graus)
ε	Porosidade (adim.)
ε_0	Porosidade inicial do meio (adim.)
ε_s	Concentração volumétrica de sólidos (adim.)
ε_{s0}	Concentração volumétrica inicial de sólidos (adim.)
$\varepsilon_{s,susp}$	Concentração volumétrica de sólidos da suspensão (adim.)
$\bar{\varepsilon}$	Porosidade média do meio (adim.)
$\bar{\varepsilon}_s$	Concentração volumétrica de sólidos média (adim.)
ζ	Coefficiente de compressibilidade (adim.)
η	Viscosidade do fluido (Pa.s)
η_p	Viscosidade plástica de Bingham (Pa.s)

η_{ref}	Viscosidade na temperatura de referência T_{ref} (Pa.s)
η_{ap}	Viscosidade aparente (Pa.s)
η_{mis}	Viscosidade da mistura de gases (Pa.s)
η_i	Viscosidade da espécie i (Pa.s)
η_{ef}	Viscosidade efetiva (Pa.s)
η_{dis}	Viscosidade do meio dispersante (Pa.s)
η^*	Viscosidade complexa (Pa)
η'	Componente elástica da viscosidade complexa (Pa)
η''	Componente viscosa da viscosidade complexa (Pa)
η_0	Viscosidade em baixas taxas de cisalhamento (Pa.s)
η_∞	Viscosidade a altas taxas de cisalhamento (Pa.s)
$\theta, \theta^{\text{est}}$	Parâmetro estimado (-)
λ	Tempo de relaxação (s)
λ_0	Parâmetro dos modelos reológicos da Tabela 3, sem significado físico (adim.)
λ_{max}	Tamanho máximo dos poros do leito (m)
ν	Coefficiente de compressibilidade (adim.)
ξ	Potencial eletrocinético das partículas
ρ_f	Massa específica do fluido (kg/m^3)
ρ_s	Massa específica do sólido (kg/m^3)
$\rho_{\theta_i \theta_j}$	Correlação entre os parâmetros θ_i e θ_j (-)
σ_ϕ	Desvio padrão da distribuição normal (m)
σ_{θ_j}	Desvio padrão do parâmetro associado à estimação (-)
σ_{ij}^2	Variância experimental (-)
$\sigma_{\theta_i \theta_j}^2$	Covariância entre os parâmetros θ_i e θ_j (-)
ζ	Diâmetro característico das moléculas de gás (m)
τ_{ij}	Tensão aplicada na direção i , com a normal j ao plano de atuação da força (Pa)
τ	Tensão cisalhante (Pa)
τ_0	Tensão limite de escoamento (Pa)
τ^*	Tensão extra (Pa)
τ_{mc}	Força de cisalhamento (Pa)

τ_{mc0}	Parâmetro da Equação 3.41 (Pa)
ϕ	Esfericidade (adim.)
χ_i^2	Valor da função chi-quadrado (adim.)
ψ_1	Primeiro coeficiente da tensão normal
ψ_2	Segundo coeficiente da tensão normal
ω	Velocidade angular (rad/s)
\mathcal{G}	Massa de permeado (kg)
Γ	Tortuosidade do meio poroso (adim.)
Γ_{con}	Parâmetro de interconectividade (adim.)
ΔE	Energia associada ao escoamento (J/mol)
Δp	Diferencial de pressão aplicado (Pa)
Δp_{ref}	Pressão de referência (Pa)
Λ_θ	Matriz de correlação paramétrica (-)
Ω	Fator geométrico (adim.)
Ω_n	Adimensional, função da temperatura
\underline{x}	Vetor da variável x (-)
$\underline{\underline{x}}$	Tensor da variável x (-)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	4
2.1 PERFURAÇÃO DE POÇOS	4
2.2 FLUIDOS DE PERFURAÇÃO	5
2.2.1 Tipos de fluidos de perfuração	6
2.2.2 Aditivos	7
2.2.3 Propriedade dos fluidos de perfuração	8
2.2.5 A questão ambiental.....	10
2.3 REOLOGIA	11
2.3.1 Introdução	11
2.3.2 Escoamento cisalhante e viscosidade.....	12
2.3.3 Dependência da viscosidade com a temperatura, pressão e concentração de soluções e suspensões	13
2.3.4 Equações constitutivas para tensão	15
2.3.5 Tixotropia.....	19
2.3.6 Viscoelasticidade.....	20
2.3.7 Oscilações de pequena amplitude	23
2.3.8 Testes reológicos.....	26
2.4 FLUIDODINÂMICA DE SISTEMAS PARTICULADOS	28
2.4.1 Introdução	28
2.4.2 Propriedades das partículas sólidas	28
2.4.3 Teoria das misturas e equações fenomenológicas.....	30
2.4.4 Força resistiva	31
2.4.5 Taxa de cisalhamento característica.....	34
2.5 COMENTÁRIOS PARCIAIS	34
3 FILTRAÇÃO	36
3.1 INTRODUÇÃO	36
3.2 HISTÓRICO E MODELOS SIMPLIFICADOS	38
3.3 PRESSÃO NOS SÓLIDOS	44
3.4 POROSIDADE	46
3.5 PERMEABILIDADE	53
3.5.1 Equações constitutivas para permeabilidade.....	54
3.6 COMPRESSIBILIDADE	62
3.7 FILTRAÇÃO DINÂMICA	65
3.8 MODELOS COMPLEXOS PARA A FILTRAÇÃO	67

3.9 TRABALHOS ANTERIORES DE FILTRAÇÃO REALIZADOS NO LABORATÓRIO DE ESCOAMENTO DE FLUIDOS GIULIO MASSARANI	68
3.10 COMENTÁRIOS PARCIAIS	70
4 MATERIAL E MÉTODOS	72
4.1 INTRODUÇÃO	72
4.2 DENSIDADE DOS SÓLIDOS	72
4.3 DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHOS DE PARTÍCULAS	73
4.4 COMPORTAMENTO REOLÓGICO	74
4.4.1 Curva de escoamento	74
4.4.2 Rampa de tensão	75
4.4.3 Teste de tixotropia	75
4.4.4 Varredura de tensão	75
4.4.5 Teste de <i>Creep/Recovery</i>	75
4.4.6 Varredura de frequência	75
4.4.7 Varredura no tempo	76
4.5 UNIDADE EXPERIMENTAL	76
4.6 PLANEJAMENTO E METODOLOGIA EXPERIMENTAL	78
4.6.1 Planejamento experimental	78
4.6.2 Metodologia experimental	79
4.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA - MEV	81
5 MODELAGEM E ESTIMAÇÃO DE PARÂMETROS	83
5.1 Introdução	83
5.2 Modelo de filtração para fluidos não-Newtonianos	83
5.3 ESTIMAÇÃO DE PARÂMETROS	88
5.3.1 Formulação da função objetivo	88
5.3.2 Qualidade do processo de estimação	90
5.3.3 Abordagens Numéricas para estimação de parâmetros	92
5.3.4 Determinação dos parâmetros de referência	93
5.3.5 Estimação dos parâmetros da torta e do meio filtrante	96
5.4 COMENTÁRIOS PARCIAIS	98
6 RESULTADOS E DISCUSSÕES	99
6.1 INTRODUÇÃO	99
6.2 RESULTADOS EXPERIMENTAIS	99
6.2.1 Caracterização dos fluidos	99
6.2.2 Experimentos de filtração	107
6.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	112
6.3 ESTIMAÇÃO DE PARÂMETROS	115
6.3.1 Ajuste para o modelo de tensão e de viscosidade	115

6.3.2 Ajuste do modelo de filtração para a estimação de parâmetros de forma implícita	120
6.3.3 Estimação de parâmetros considerando efeito da pressão na permeabilidade	126
6.3.4 Estimação de parâmetros considerando efeito da pressão na permeabilidade e resistência do meio filtrante	129
7 CONCLUSÕES.....	137
REFERÊNCIAS	139
APÊNDICE A – Regiões de confiança para os parâmetros de filtração estimados a partir da metodologia implícita.....	153
APÊNDICE B – Curvas de correlação para determinação de Δp_{ref}, considerando a resistência do meio filtrante independente do diferencial de pressão aplicado	157
APÊNDICE C – Curvas de correlação para determinação de Δp_{ref}, considerando a permeabilidade da torta e resistência do meio filtrante como funções do diferencial de pressão aplicado.....	158
APÊNDICE D – Regiões de confiança para estimação de k_{ref}, ν e $R_{m.ref}$.....	159

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

Resumo: Este capítulo apresenta uma breve contextualização do tema abordado nesta pesquisa, assim como as motivações que levaram ao desenvolvimento deste estudo e os objetivos a serem alcançados.

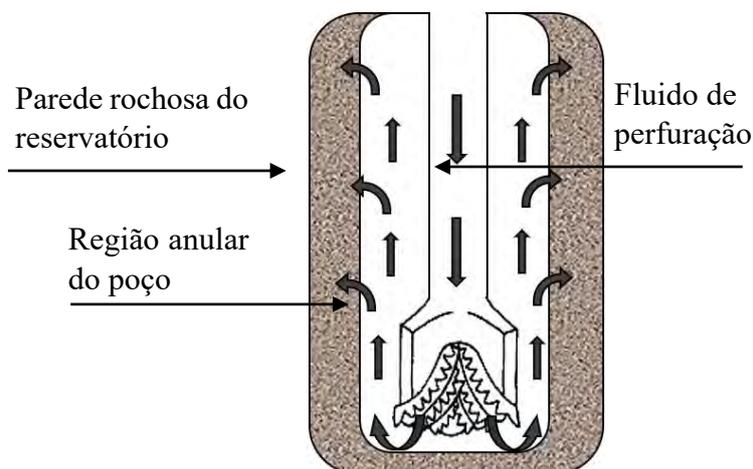
Na etapa de perfuração de poços de petróleo, os fluidos de perfuração representam uma grande parcela do investimento de processo e constituem um componente importante para a perfuração (ABIMBOLA *et al.*, 2014). Esses fluidos são bombeados ao longo da coluna de perfuração, deixando a estrutura por pequenas aberturas localizadas na cabeça da broca de perfuração.

Os fluidos de perfuração são constituídos de uma mistura de componentes químicos para ajuste de suas propriedades físico-químicas, em que a fase solvente contínua é a que define a denominação dos mesmos: base água, base óleo (com e sem emulsão) ou base-gás (THOMAS *et al.*, 2001). Os objetivos quanto à utilização dos fluidos de perfuração são: o carregamento dos cascalhos para a superfície do poço e prevenção da deposição dos mesmos nos tempos de parada; a lubrificação e resfriamento da broca de perfuração; e a manutenção e controle da pressão hidrostática no espaço anular (APALEKE *et al.*, 2012). De forma a elevar o peso específico do fluido, alguns sólidos como barita e calcita são comumente adicionados (CALÇADA *et al.*, 2017).

No método de perfuração *overbalanced*, a pressão no interior do poço de perfuração é mantida superior em valor equivalente à pressão de poros da rocha. Dessa forma, há a manutenção de um gradiente de pressão em direção à formação rochosa. Com o diferencial de pressão, os fluidos de perfuração que ascendem pela região anular tendem a invadir a rocha reservatório (Figura 1). Esse fenômeno é conhecido como invasão de filtrado, podendo ser estendido à perda de circulação (BOURGOYNE *et al.*, 1991; DI JIAO & SHARMA, 1992).

Com a invasão do fluido de perfuração, a parede rochosa atua como um elemento filtrante, possibilitando a retenção das partículas de sólidos em suspensão em sua superfície. Essas partículas retidas começam a acumular-se umas sobre as outras em camadas cada vez mais espessas, formando uma torta de filtração. Após a formação da primeira camada da torta de filtração, o fluxo de fluido de perfuração que permeia o meio poroso e invade a formação rochosa passa a ser controlado pela torta de filtração. Dessa forma, a permeabilidade da torta de filtração regula o fluxo de invasão do fluido de perfuração (FERRAZ, 2014).

Figura 1. Esquema para o mecanismo de invasão de filtrado devido ao gradiente de pressão entre a região anular e a rocha reservatório.



No âmbito dos processos de perfuração, uma grande seção no quadro de pesquisa e desenvolvimento se refere ao estudo e otimização das propriedades dos fluidos de perfuração. Particularmente, esses fluidos devem proporcionar a formação de uma torta compressível semipermeável e de baixa espessura (DI JIAO & SHARMA, 1992). Para tal, diversos trabalhos como Longeron (1998), Waldman (2005), Martins (2013), Calçada *et al.* (2014), Ferraz (2014) e Da Silva (2017) foram desenvolvidos ao longo dos anos para avaliar o efeito de diferentes composições de fluidos de perfuração nas propriedades das respectivas tortas formadas.

Modelos de filtração, como os desenvolvidos por Ruth (1935), Castro (1981), Dewan e Chenevert (1993), entre outros, possibilitaram o ajuste dos dados experimentais, bem como auxiliaram o planejamento e projeto de plantas de filtração industriais. Diversos trabalhos publicados por Tiller, Mompei Shirato, dentre outros contribuíram para o entendimento da dinâmica das propriedades de filtração ao longo dos anos. Essas pesquisas demonstram a inequívoca contribuição e importância no estudo das propriedades da torta de filtração tais como a permeabilidade e compressibilidade, fundamentais para a compreensão adequada da dinâmica do processo. De forma adicional, a permeabilidade do meio filtrante (ou resistência) e sua variação com o tempo de filtração também são de suma importância para a técnica.

Entretanto, a determinação dessas propriedades da filtração por muitas vezes é realizada de forma inconsequente, sem um critério rigoroso para a aquisição de dados, admissão e análise dos erros associados. Dados de volume de filtrado e tempo de filtração são comumente submetidos a mudanças de variável para, após uma regressão linear dos dados, fornecerem dados de permeabilidade da torta e resistência do meio filtrante. nesse contexto, é importante salientar que pouca importância tem sido dada para o levantamento das incertezas de parâmetros como permeabilidade de torta e resistência do meio filtrante na maioria dos trabalhos publicados na literatura aberta. Como os dados experimentais estão sujeitos às incertezas de medição, tais incertezas são propagadas para os parâmetros estimados, bem como para a predição dos respectivos dados a partir dos modelos envolvidos. Considerando que esses parâmetros (obtidos a partir de testes de filtração em escala de bancada) são utilizados com frequência, tanto na escolha da formulação adequada de fluidos de perfuração como em projeto

de poços de perfuração, o conhecimento das incertezas envolvidas (experimental, paramétrica e de modelagem) torna-se imprescindível.

Nesse cenário, o objetivo central desta pesquisa foi o enriquecimento do conhecimento a respeito das propriedades das tortas de filtração, utilizando suspensões com características semelhantes àquelas dos fluidos de perfuração. As atividades de caráter experimental foram conduzidas no Laboratório de Escoamento de Fluidos Giulio Massarani (LEF), no Departamento de Engenharia Química (DEQ) da Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ) e tiveram como objetivo a obtenção de dados de filtração em função de variáveis típicas presentes no problema de síntese de fluidos de perfuração, bem como variáveis de projeto de poços, tais como: concentração de sólidos adensantes e diferencial de pressão aplicado e temperatura.

Em relação à modelagem do processo de filtração, este trabalho teve como objetivo apresentar uma abordagem rigorosa para a determinação das propriedades das tortas de filtração (como permeabilidade e compressibilidade), assim como a resistência do meio filtrante. Particularmente, as incertezas dos parâmetros, bem como as incertezas de predição do modelo de filtração foram determinadas a partir de dados experimentais de volume de filtrado.

O modelo de filtração utilizado neste trabalho é baseado na teoria simplificada para fluidos não-Newtonianos desenvolvida por Castro (1981), com algumas modificações estruturais. O processo de estimação de parâmetros foi conduzido com o pacote Estima (SCHWAAB *et al.*, 2008), escrito em linguagem FORTRAN, que utiliza um modelo híbrido de otimização constituído pelos métodos de Enxame de Partículas e Gauss-Newton. Nesta pesquisa, a permeabilidade da torta e a resistência do meio filtrante foram consideradas como funções do diferencial de pressão aplicado, utilizando equações constitutivas e empíricas para a quantificação da dependência entre as variáveis.

A estrutura deste trabalho está segmentada da seguinte forma:

- Capítulo II – apresenta a fundamentação teórica utilizada como base no desenvolvimento técnico-científico desta pesquisa;
- Capítulo III – aborda tópicos importantes acerca do processo de filtração e as propriedades das tortas de filtração. Apresenta também os trabalhos mais relevantes de caráter experimental e teórico publicados na literatura;
- Capítulo IV – descreve a metodologia experimental realizada para a obtenção de dados, assim como os equipamentos utilizados ao longo dos experimentos e análises;
- Capítulo V – apresenta o modelo de filtração utilizado para o ajuste dos dados experimentais, assim como as metodologias de estimação de parâmetros adotadas;
- Capítulo VI – apresenta a descrição e discussão dos resultados obtidos nos experimentos de bancada e do ajuste do modelo de filtração, assim como os parâmetros estimados;
- Capítulo VII – apresenta as principais conclusões acerca dos resultados obtidos e as sugestões para o prosseguimento da pesquisa na área.

CAPÍTULO 2

FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Resumo: O presente capítulo agrupa importantes conceitos e trabalhos realizados no campo do estudo de perda de circulação, reologia de fluidos de perfuração e escoamento de fluidos em meios porosos. Tais elucidações serão de grande valia para o desenvolvimento das teorias de filtração e discussão de resultados nos capítulos seguintes.

2.1 PERFURAÇÃO DE POÇOS

Após adquirir o licenciamento pelo órgão governamental competente, têm-se início o processo de perfuração e a produção do poço. A perfuração consiste em um processo físico-mecânico no qual há a perfuração e a abrasão das rochas devido à ação rotacional e a aplicação de peso sobre uma broca ao fim da coluna de perfuração (THOMAS *et al.*, 2002).

Thomas *et al.* (2002), descrevem a continuidade do processo na forma da remoção dos cascalhos, ou fragmentos de rochas, através da região anular entre a coluna de perfuração e as paredes do reservatório. Essa remoção só se torna possível por meio da utilização de um fluido de perfuração.

Ainda segundo o autor, cessada a perfuração em uma determinada profundidade, ocorre a substituição da tubulação com a broca por uma coluna revestida com aço, com diâmetro inferior à primeira. A região anular entre a coluna e a formação rochosa do poço é então cimentada para isolamento e proteção das rochas. Após a cimentação, uma nova coluna é guiada através do poço, com uma nova broca, para que se prossiga com a perfuração.

A formação geológica do poço possui propriedades físico-químicas particulares e as camadas sobrepostas acabam por gerar um gradiente de pressão que aumenta com a profundidade da perfuração. Portanto, os fluidos aprisionados no interior das formações também estão submetidos a essas pressões (CALABREZ, 2013). Segundo Rocha e Azevedo (2009), a manutenção desse gradiente de pressão é indispensável para a segurança e a estabilidade do poço e, portanto, a pressão mantida na região anular, através do fluido de perfuração, deve ser semelhante à pressão de poros da formação geológica.

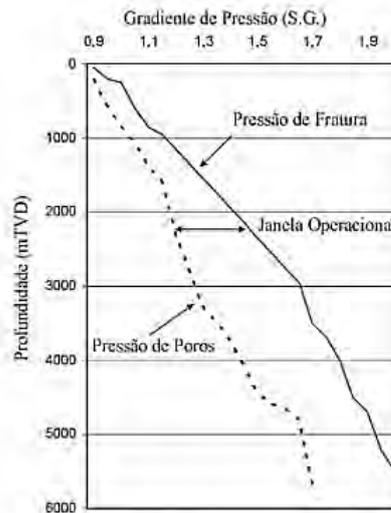
Vieira (2009) descreve a janela operacional de perfuração em função da profundidade alcançada. Conforme há o avanço da broca e novas etapas são realizadas, essa janela operacional torna-se cada vez mais estreita, como ilustrado na Figura 2.

Nygaard e Nædval (2006) e Abimbola *et al.* (2014) descrevem os três tipos de configurações de processo de perfuração:

- a) Perfuração *over-balanced*: a pressão do poço é mantida acima da pressão de poros da formação e menor que a pressão de fratura da mesma. Nesse processo, ocorre maior desgaste da broca e perda de circulação do fluido;
- b) Perfuração *near-balanced*: a pressão do poço é mantida próxima à pressão de poros da formação;

- c) Perfuração *under-balanced*: a pressão do poço é mantida abaixo da pressão de poros da formação, com a ocorrência de leves *kicks* (influxo de fluidos em direção ao poço) durante o processo de perfuração;

Figura 2. Deslocamento da janela operacional ao longo da profundidade do poço. Adaptado de Omland (2009) *apud* Barbosa (2016).



O método de controle *over-balanced* é o mais utilizado para a perfuração de poços. Nygaard e Nædval (2006) indicam que essa preferência ocorre pela baixa complexibilidade de controle, menor custo com equipamentos e há a eliminação dos riscos de *blow-out*, influxos incontrolados de fluidos da formação rochosa direcionados para o poço. Entretanto, podem surgir alguns contrapontos operacionais como a redução da taxa de perfuração, decorrente do elevado peso do fluido, invasão de fluido de perfuração à formação e retenção da broca (ABIMBOLA *et al.*, 2014).

Como resultado da operação *over-balanced*, há a invasão do fluido de perfuração através das paredes do reservatório, resultando na perda de circulação do mesmo, redução de pressão e redução da produtividade do poço (JAFFAL *et al.*, 2017).

2.2 FLUIDOS DE PERFURAÇÃO

Os fluidos de perfuração, também denominados de lamas de perfuração, são fluidos constituídos pela adição de produtos químicos a um fluido base (normalmente um líquido) de forma a auxiliar o processo de perfuração de poços (FANCHI, 2010). Segundo Thomas *et al.* (2002), esses fluidos são de fundamental importância no processo de perfuração de poços, uma vez que o desempenho do processo depende do bom funcionamento e da adequação daqueles.

Segundo Darley e Gray (1988), as principais funções dos fluidos de perfuração são:

- Carreamento dos cascalhos e demais sólidos até a superfície, mantendo-os em suspensão;
- Limpeza e resfriamento da broca;

- c) Redução do atrito entre a coluna de perfuração e o reservatório;
- d) Manutenção da estabilidade do reservatório, mantendo o gradiente de pressão hidrostática;
- e) Prevenção da invasão dos fluidos no interior da rocha para o reservatório;
- f) Formação de uma espessa camada de reboco, de baixa permeabilidade, nas paredes do reservatório;
- g) Não representação de quaisquer perigos de contaminação ao meio ambiente e ao homem;
- h) Não contaminação do reservatório, comprometendo a produtividade do mesmo.

Em determinados pontos do processo, uma ou mais funções podem se sobrepor às outras conforme as necessidades da perfuração (CAENN E CHILLINGAR, 1996). De modo geral, os fluidos de perfuração são bombeados através da região interna da coluna de perfuração e retornam à superfície através da região anular entre a coluna e as paredes do reservatório (CALCADA *et al.*, 2011).

2.2.1 Tipos de fluidos de perfuração

Os fluidos de perfuração podem ser classificados quanto ao tipo de fluido base empregado na formulação, podendo ser denominados de fluidos base água, fluidos base óleo e fluidos base ar. Cerca de uma baixa percentagem dos fluidos utilizados na indústria são base ar, sendo apenas utilizados quando a pressão de fratura da formação rochosa é baixa em relação à pressão relativa de uma coluna d'água (CAENN E CHILLINGAR, 1996).

Os fluidos base água são aqueles em que água é utilizada como fase dispersante e predominante, na qual são adicionados alcalinizantes, sais, surfactantes, polímeros orgânicos, e adensantes como barita ou outras argilas. A seleção desses aditivos deve ser realizada levando-se em conta o tipo de formação geológica a ser perfurada, os materiais dispersantes que estarão em suspensão ao longo do processo e do seu custo (APALEKE *et al.*, 2012).

Segundo Mellot (2008), os fluidos de perfuração base água possuem algumas desvantagens, como o aumento da massa específica do fluido devido ao potencial de dissolução salina da água, a interferência no escoamento de óleos e gases através de um meio poroso (escoamento bifásico), dispersão e desintegração de argilas e potencial de corrosão para tubulações de aço carbono. Ainda segundo o autor, como vantagens frente aos fluidos base óleo, podem-se citar o menor custo de fabricação e manutenção, a baixa agressividade ao meio ambiente e a praticidade de preparo e obtenção de matéria-prima.

Fluidos base óleo são aqueles onde a fase dispersante é composta por uma mistura de hidrocarbonetos, dentre eles diesel e óleo mineral, agentes emulsificantes e outros produtos químicos (THOMAS *et al.*, 2001). Segundo Apaleke *et al.* (2012), fluidos base óleo são os mais eficazes e melhor desempenham seus papéis em regiões de exploração onde há um elevado gradiente geotérmico no poço de perfuração.

Mellot (2008) cita como desvantagens da utilização de fluidos base óleo os elevados custos de obtenção, monitoramento, descarte, tratamento, o caráter nocivo e seus riscos como poluente marinho e terrestre. Por outro lado, possuem baixa capacidade para solubilizar sais inorgânicos, baixo potencial corrosivo, caráter estabilizante a elevadas temperaturas, além de conferir maior segurança operacional e acelerar o processo de perfuração.

2.2.2 Aditivos

Pesquisas contínuas sobre o uso de aditivos na formulação de fluidos são realizadas de forma a buscar sempre otimizar o processo de perfuração, com maximização de produtividade e redução de custos com material e o processo em si.

Um dos aditivos mais numerosos na indústria e mais utilizados são os polímeros. Estes materiais, segundo Caenn e Chillingar (1996), podem ser definidos como moléculas orgânicas com massa molecular de suas cadeias acima de 200 u.m. (unidades de massa). Estes materiais podem contribuir com diferentes funções na formulação de fluidos de perfuração, dentre elas, aumento da estabilidade, densidade e controle reológico.

Os polímeros mais utilizados nos estudos e na indústria de perfuração e exploração de petróleo são a carboximetilcelulose (CMC), carboximetilamido (CMA), hidroxietilcelulose (HEC) e goma xantana (GX). Segundo Guimarães e Rossi (2008), esses polímeros possuem como função principal, elevar a viscosidade do fluido de forma a otimizar a capacidade de manter os cascalhos em suspensão.

Hughes *et al.* (1993) avaliaram o efeito da utilização de polímeros de CMC com diferentes massas molares e força iônica na reologia de fluidos de perfuração, assim como em testes de perda de circulação, quando em mistura com bentonita (a partir de testes de filtração API). Os polímeros de CMC apresentavam massa molar na faixa de 57200 e 276300, o que corresponde a, segundo os autores, grau de polimerização entre 250 a 1000. Os autores observaram que, apesar da ampla faixa de massa molar, para soluções de força iônica nula, esse fator não levou a variações significativas nos resultados dos testes de filtração. Dessa forma, foi sugerido que polímeros de CMC com elevado grau de substituição possuem menores volumes hidrodinâmicos que polímeros com menores graus de substituição. Com o aumento da força iônica da solução, o volume de filtrado apresenta um aumento significativo para o uso de CMC de baixa viscosidade.

Fagundes *et al.* (2016) avaliaram a influência da massa molar de diferentes estruturas poliméricas de CMC e diferentes soluções iônicas (NaCl e KCl) no tempo de hidratação e inchamento de argilas. Os resultados obtidos pelos autores indicam a redução do inchamento das argilas quando combinadas com CMC de baixa massa molar. Essa observação é derivada da combinação de efeitos viscosos e interações entre as cadeias poliméricas do CMC e as camadas da argila. O CMC adsorvido na superfície das camadas de argila é responsável pela formação de uma camada superficial protetora que bloqueia o transporte de água até os poros da argila. Adicionalmente, polímeros com elevada massa molar levaram ao aumento das interações CMC – argila, levando à redução do grau de inchamento da mesma.

No trabalho de Fagundes *et al.* (2016), foi possível ainda observar que soluções iônicas de KCl menos concentradas possibilitam a redução da pressão osmótica do inchamento das argilas, aumentando os parâmetros cinéticos do processo. Entretanto, para soluções de alta concentração iônica, o excesso de cátions e ânions promove uma repulsão mútua entre os íons em solução nos espaços vazios da estrutura da argila, reduzindo a cinética de inchamento.

Para o caso de fluidos base água, um aditivo comum é aquele destinado a elevar o grau de lubrificidade do fluido que tem como principal função reduzir a fricção entre as paredes do reservatório e a tubulação de perfuração (CAENN E CHILLINGAR., 1996).

Aditivos cuja função principal é a de controlar os parâmetros reológicos e de filtração do fluido de perfuração, são denominados de viscosificantes (MAHTO E SHARMA, 2002). Os mais utilizados na indústria são bentonita, CMC e goma xantana (GX). A primeira, utilizada na maioria dos fluidos de perfuração, oferece grande capacidade de carregamento e manutenção dos cascalhos em suspensão. Entretanto, as argilas de bentonita são conhecidas por conter polímeros em sua estrutura, que dificultam a predição e o controle da viscosidade do fluido (CAENN E CHILLINGAR, 1996).

De forma semelhante à bentonita, goma xantana é um aditivo que eleva a viscosidade do fluido de perfuração; entretanto, a capacidade adequada de carregamento e manutenção dos cascalhos em suspensão são garantidas somente a partir de uma concentração crítica de GX. Essa concentração crítica se mostra dependente de parâmetros como temperatura, salinidade do reservatório e quantidade de sólidos presentes no fluido de perfuração (CAENN E CHILLINGAR, 1996). Outros aditivos podem ser observados na Tabela 1.

Tabela 1. Outros tipos de aditivos de fluidos de perfuração. Adaptado de Guimarães e Rossi, 2008

Aditivos	Características
Lignossulfatos, taninos, ligninos e fosfatos	Dispersante Inibidor físico
Baritina (sulfato de bário) e Hematita	Adensante
Soda cáustica e cal hidratada	Alcalinizantes Controladores de pH Floculante
Surfactantes: sabões e ácidos graxos	Emulsificante Redutor de tensão superficial
Carbonato e bicarbonato de sódio	Removedores de cálcio e magnésio

Lucena *et al.* (2014) avaliaram o efeito da concentração de agente viscosificantes (GX) e redutor de filtrado (CMC) nas propriedades reológicas e de filtração para fluidos de perfuração base água. Os autores observaram que o aumento da concentração dos agentes viscosificantes decorre do aumento da viscosidade aparente dos fluidos e uma redução dos volumes de filtrado observados.

2.2.3 Propriedade dos fluidos de perfuração

Inúmeros autores têm estudado o efeito da variação da composição dos fluidos de perfuração em suas propriedades. Uma vasta gama de trabalhos na literatura procura suprir as necessidades e demanda do avanço da tecnologia dos processos de perfuração, inovando e otimizando a composição e caracterização desses fluidos.

Segundo Caenn e Chillingar (1996), as propriedades mais importantes dos fluidos de perfuração são a massa específica, viscosidade aparente, força gel, teor de sólidos e aqueles referentes à dinâmica de filtração.

2.2.3.1 Massa específica

Os limites permitidos para a massa específica dos fluidos de perfuração são aqueles os quais se enquadram na faixa ótima de trabalho permitida, de acordo com a pressão de poros da

formação rochosa, sem provocar riscos à mesma (THOMAS *et al.*, 2001). Uma vez fora da faixa de operação, podem ocorrer fraturas em série na formação rochosa (pressão no poço maior que a pressão de fratura) ou ainda a existência de *kicks* e no pior caso, o *blowout* (pressão do poço abaixo da pressão de poros). A Tabela 2 apresenta alguns valores de referência encontrados na literatura.

Tabela 2. Valores de referência para a massa específica de fluidos de perfuração em diferentes condições de operação

Modo de operação	Massa específica do fluido de perfuração	Referência
Under-balance	0,62 – 0,99 g/cm ³	Jan <i>et al.</i> (2009)
Near-balance	0,96 – 1,02 g/cm ³	Qiansheng e Baoguo (2008)
Over-balance	1,06 – 1,68 g/cm ³	Simpson <i>et al.</i> (2005)

2.2.3.2 Teor de sólidos

O controle da concentração de sólidos nos fluidos de perfuração é algo importante e desafiador. Uma pequena variação na concentração acarreta a mudança de outros parâmetros como aqueles relacionados a reologia do fluido e massa específica. Dessa forma, a ausência de correção devido a eventuais perturbações na concentração de sólidos pode levar ao desgaste mecânico dos equipamentos e até mesmo à formação de novas fraturas nas rochas (FERRAZ, 2014).

2.2.3.3 pH

De forma a minimizar o efeito de corrosão, precipitação de hidróxidos e evitar a dispersão de partículas argilosas, o pH deve ser mantido em uma faixa intermediária entre 7,0 – 10,0 (FERRAZ, 2014). Outros autores discutem que em valores de pH mais baixos há um aumento significativo na viscosidade aparente e tensão limite de escoamento devido a formação de componentes insolúveis ácidos e ao aumento das interações entre partículas dos componentes sólidos do fluido de perfuração (KHANDAL e TRADOS, 1988; SAFI *et al.*, 2016).

Oliveira *et al.* (2018) não observaram esse fenômeno em seus resultados experimentais, utilizando NaCMC (derivado do CMC, polímero aniônico redutor de filtrado) em diferentes concentrações e argila natural. Os autores observaram que, após a adição de uma solução ácida à suspensão (até pH em torno de 5,0), a mesma não apresentou uma redução considerável em suas propriedades reológicas. Por outro lado, reações de protonação dos grupos carboxila do polímero levaram a um aumento no caráter hidrofóbico do mesmo e à consequente formação de agregados argilosos. Como consequência, uma redução da viscosidade da dispersão foi observada.

2.2.3.4 Parâmetros reológicos

Parâmetros reológicos são dados-chave para a operação de fluidos de perfuração. Diversos trabalhos vêm sendo desenvolvidos de forma a otimizar receitas de fluidos e/ou avaliar o impacto de n fatores nos parâmetros reológicos dos fluidos de perfuração. Autores como Omland *et al.* (2005), Lucena *et al.* (2014), Ahmad *et al.* (2017) e Kazemy-Beydokhti e

Hajiabadi (2018) discutem acerca destas questões e elucidam alguns comportamentos característicos para diferentes fluidos de perfuração.

Condições de alta temperatura e de alta pressão (*High Temperature High Pressure – HTHP*) são as que prevalecem nos poços de perfuração. Nessas condições, a reologia dos fluidos de perfuração é alterada drasticamente devido à quebra de cadeias poliméricas, aumento das tensões térmicas e intensificação do movimento Browniano, reduzindo consideravelmente as propriedades reológicas (APALEKE *et al.*, 2012).

A seção 2.5 apresenta um maior enfoque sobre a reologia de materiais, apresentando conceitos importantes que serão abordados nos capítulos de filtração e discussão dos resultados.

2.2.3.5 Filtração

A filtração ocorre quando o fluido de perfuração, contendo sólidos suspensos, é pressurizado contra a parede rochosa do poço de perfuração. Em primeiro instante, os sólidos mais finos percolam a rocha juntamente com a fase líquida do fluido de perfuração. Em seguida, as partículas iniciam o processo de colmatação dos poros, retendo as partículas maiores na superfície da rocha.

Quando as partículas sólidas possuem dimensão apropriada, a obstrução dos poros ocorre de forma mais rápida e pouco líquido flui através dos poros da rocha (FERRAZ, 2014). A espessura da camada de reboco formado deve crescer rapidamente a fim de reduzir a taxa de filtração e sem comprometer o diâmetro anular do poço.

O monitoramento adequado das propriedades dos fluidos de perfuração é um desafio e missão a ser alcançada. Dependendo da condição do processo, as propriedades desses fluidos podem variar rapidamente. Essas variações são detectadas somente após a análise via testes de campo realizados manualmente. Alguns estudos vêm sido desenvolvidos no âmbito de otimizar o controle das propriedades dos fluidos de perfuração. Autores como Saasen *et al.* (2009) e Magalhães *et al.* (2013) desenvolveram ferramentas de monitoramento on-line, de controle e de correção das propriedades de fluidos de perfuração. Ambos os autores realizaram testes de validação em campo.

2.2.5 A questão ambiental

Fluidos base óleo possuem uma desvantagem considerável frente aos fluidos base água e gás, que por vezes pode gerar complicações operacionais e de licenciamento para exploração de petróleo: a agressividade ao meio ambiente. Nesse âmbito, diversas pesquisas têm sido conduzidas a fim de modificar a composição desses fluidos, visando à otimização das propriedades dos mesmos e ao menor caráter agressor ao meio ambiente.

Nicora *et al.* (1998) avaliaram a capacidade de um novo agente dispersante, baseado em citrato de zircônio, de forma a regular o efeito gelificante de fluidos de perfuração a base de bentonita em elevadas temperaturas. A partir de análises de estabilidade térmica, biodegradabilidade e ecotoxicidade, os autores comprovaram a aplicabilidade do composto de forma a substituir compostos químicos comumente utilizados, para o desenvolvimento de fluidos de perfuração não agressivos ao meio ambiente.

Davidson *et al.* (2002) desenvolveram uma espécie de fluido de perfuração ambientalmente inerte, o qual possui a característica de capturar o H₂S liberado no processo de

perfuração. Essa absorção é realizada pela da formação de um complexo entre o H₂S e ferro, com um derivado carbohidratado como ativo químico.

Mahto e Sharma (2002) avaliaram a aplicação de uma nova formulação de fluido de perfuração base água utilizando goma de tamarindo e celulose polianiónica visando à redução de impactos ambientais. Para tal, ensaios de reologia e testes de filtração foram realizados. Os autores concluíram que o novo fluido de fato apresenta propriedades reológicas e de controle de perda de circulação otimizadas mesmo em baixas concentrações que minimizam o dano à formação.

Apaleke *et al.* (2012) apresentam uma revisão dos diversos trabalhos desenvolvidos em direção ao desenvolvimento sustentável e formulações de fluidos de perfuração menos agressivos ao meio ambiente. Os autores também debatem os desafios e tendências dos novos estudos da área, abordando também novos conceitos e caminhos para a sustentabilidade.

Uma vez que a legislação ambiental tem sofrido diversas modificações de forma a restringir cada vez mais a concentração de componentes agressivos ao meio ambiente, esforços vêm sendo tomados visando desenvolver novas formulações e/ou alternativas operacionais para levar a operação de perfuração à um patamar ambientalmente sustentável e ainda sim economicamente viável.

2.3 REOLOGIA

2.3.1 Introdução

Segundo Macosko (1993), reologia é o estudo do escoamento e deformação de materiais, com ênfase na análise das respostas de um material à aplicação de uma tensão ou uma deformação. A reologia permite estudar o comportamento de diferentes materiais de forma a melhor compreender sua estrutura e ainda prever as características e as propriedades em diferentes condições de processo.

A existência de um campo de tensão aplicada a um material é responsável por sua deformação, seja ela reversível ou irreversível. Assim como na termodinâmica de gases, os materiais sólido e fluido também recebem considerações acerca de seu comportamento dito ideal ou real (BARNES, 2000).

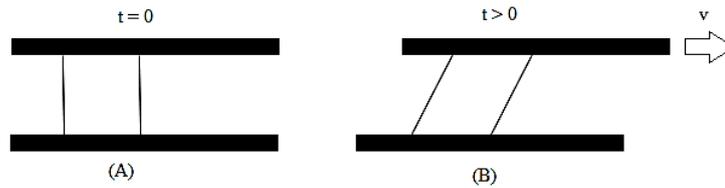
Sólidos ideais sofrem deformação totalmente elástica, na qual a energia necessária para alcançar a deformação é totalmente restituída após o cessamento das tensões no mesmo. Por outro lado, fluidos ideais deformam-se irreversivelmente e a energia necessária à deformação é dissipada na forma de calor no escoamento (SCHRAMM, 2000).

Entretanto, sólidos e fluidos reais não se deformam de maneira totalmente reversível ou irreversível. Sempre há uma combinação das mesmas. Bird *et al.* (2002) classifica os diferentes tipos de escoamento como cisalhantes, extencionais e mistos. Cada classificação contém suas ramificações de classe. Neste trabalho, o escoamento dominante e mais relevante é o cisalhante, enfoque principal das discussões que seguem. Adicionalmente, a aplicação dos modelos de filtração para fluidos não-newtonianos requer um conhecimento prévio do comportamento reológico do fluido base utilizado, surgindo a necessidade de uma caracterização reológica bem detalhada.

2.3.2 Escoamento cisalhante e viscosidade

Em exemplo clássico na literatura do segmento, um fluido, em repouso entre duas placas paralelas, começa a escoar quando uma das placas é movida com velocidade v em uma direção qualquer. Nesse cenário (Figura 3), a força exercida sobre a superfície do líquido em contato com a placa implica na existência de um tensor, cujas componentes são as tensões normais (perpendiculares ao plano de escoamento) e a tensão cisalhante (na direção do escoamento) (MACOSKO, 1993; SHRAMM, 1998).

Figura 3. Escoamento de um líquido entre placas paralelas. (A) instante inicial com ambas as placas paradas; (B) Início do movimento após a placa superior ser puxada com velocidade v .



As componentes da tensão podem ser encontradas a partir de uma análise tridimensional de um material submetido a forças viscosas. A notação para a componente tensorial τ_{ij} indica a direção da força (j) e a direção da normal ao plano de atuação da força.

$$\tau = \begin{vmatrix} \tau_{11} & \tau_{12} & \tau_{13} \\ \tau_{21} & \tau_{22} & \tau_{23} \\ \tau_{31} & \tau_{32} & \tau_{33} \end{vmatrix} \quad (2.1)$$

Para o escoamento cisalhante de fluidos newtonianos, as componentes da tensão normal τ_{ii} são nulas. Segundo Greensmith e Rivlin (1953), efeitos das tensões normais são relevantes apenas para líquidos que apresentem características viscoelásticas. Por outro lado, as componentes cisalhantes da tensão são não nulas e dadas pela equação 2.2, adaptadas para coordenadas retangulares (BIRD *et al.*, 2002).

$$\tau_{ji} \propto \frac{dv_i}{dj} \quad (2.2)$$

Para a análise do cenário apresentado na Figura 3, a força é proporcional à área e à velocidade do líquido e inversamente proporcional à distância entre as placas. A constante de proporcionalidade, definida como a viscosidade, é uma propriedade do fluido e está relacionada com a resistência ao escoamento (BARNES, 2000). Dessa forma, a Equação 2.2 se transforma na “Lei” de Newton para a viscosidade, que relaciona a tensão cisalhante à taxa de deformação do material observada.

$$\tau_{ji} = -\eta \frac{dv_i}{dj} = -\eta \dot{\gamma} \quad (2.3)$$

em que η é a viscosidade aparente do fluido e $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento.

Fluidos que seguem a relação descrita na equação 2.3 são denominados newtonianos e possuem viscosidade constante ao longo de toda a faixa de taxa de cisalhamento (ou deformação) avaliada. Aqueles que não seguem esta relação são denominados não-newtonianos.

Segundo Bird *et al.* (2002), essa equação só deve ser aplicada a casos em que o fluido em questão obedece aos critérios de classificação como fluido newtoniano, os quais englobam todos os gases, água, glicerina, óleo, soluções muito diluídas e fluidos com massa molar inferior a 5000 u.m.

Na literatura, estão inseridos diversos modelos reológicos para representar a relação tensão versus taxa de deformação. Sabe-se que o comportamento reológico dos materiais é função da temperatura, da pressão e da composição dos mesmos (FOX *et al.*, 2014). Diversas equações constitutivas foram desenvolvidas de forma a contemplar esses efeitos na variação da viscosidade dos fluidos e na elasticidade dos sólidos.

2.3.3 Dependência da viscosidade com a temperatura, pressão e concentração de soluções e suspensões

2.5.3.1 Temperatura

A viscosidade dos materiais líquidos decresce com o aumento da temperatura. Barnes (2000) descreve que essa dependência está relacionada ao aumento do movimento Browniano das moléculas constituintes do líquido. Para gases, a viscosidade aumenta com o aumento da temperatura.

Existem diversos métodos na literatura para contemplar o efeito da temperatura na viscosidade. Seja por meio de equações constitutivas ou até mesmo por métodos gráficos. Partington (1951) apresenta cerca de cinquenta diferentes equações para cálculo e ajuste da relação viscosidade/temperatura.

Para definir o comportamento da viscosidade frente à variação de temperatura, pode-se utilizar os modelos de Andrade (BARNES, 2002), Arrhenius e WLF (Equações 2.4, 2.5 e 2.6 respectivamente).

$$\log_{10} \eta = A_i + \frac{B_i}{T} \quad (2.4)$$

$$\eta = \eta_{ref} \exp \left[-\frac{\Delta E}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \right] \quad (2.5)$$

$$\eta = \eta_{ref} \exp \left[\frac{-C_1 (T - T_{ref})}{C_2 + (T - T_{ref})} \right] \quad (2.6)$$

sendo A, B, C₁ e C₂ parâmetros dos respectivos modelos, T a temperatura avaliada, ΔE a energia associada ao escoamento, T_{ref} a temperatura de referência adotada, η_{ref} a viscosidade na temperatura de referência e R a constante dos gases.

Bird *et al.* (2002) sugeriram a utilização da equação WLF (Equação 2.6) para o comportamento reológico de suspensões poliméricas de elevada massa molar e temperaturas de teste entre a temperatura de transição vítrea do polímero (T_g) e T_g + 100K. Os autores ainda indicam a utilização da equação do tipo Arrhenius (Equação 2.5) para soluções poliméricas de baixa massa molar, em temperaturas acima de T_g + 100K, para emulsões e para suspensões.

A teoria cinética dos gases aplicada à viscosidade e a sua variação com a temperatura foi inicialmente desenvolvida no final do século XIX, quando Maxwell obteve uma expressão para a viscosidade de gases em termos de parâmetros do modelo molecular, admitindo modelo reológico semelhante à “Lei” de Newton da viscosidade (MACOSKO, 1993). A viscosidade de gases mono e poliatômicos pode ser satisfatoriamente descrita pela equação 2.7 (BIRD *et al.*, 2002).

$$\eta = 2,6693 \cdot 10^{-5} \frac{\sqrt{M_W T}}{\zeta^2 \Omega_\eta} \quad (2.7)$$

em que M_w é a massa molar do gás, ζ é o diâmetro característico das moléculas do gás e Ω_η é um número adimensional que é função da temperatura.

Para uma mistura de gases, utiliza-se uma extensão da teoria de Chapman-Enskog, que apresenta um desenvolvimento matemático rigoroso da teoria cinética de gases monoatômicos a baixas densidades (BIRD *et al.*, 2002).

$$\eta_{mis} = \sum_{\alpha+1}^N \frac{x_\alpha \eta_\alpha}{\sum_\beta x_\beta \Phi_{\alpha\beta}} \quad (2.8)$$

$$\Phi_{\alpha\beta} = \frac{1}{\sqrt{B}} \left(1 + \frac{M_{W\alpha}}{M_{W\beta}} \right)^{-1/2} \left[1 + \left(\frac{\eta_\alpha}{\eta_\beta} \right)^{1/2} \left(\frac{M_{W\beta}}{M_{W\alpha}} \right)^{1/4} \right]^2 \quad (2.9)$$

em que η_{mix} é a viscosidade da mistura de gases, x_i é a fração molar da espécie i, η_i é a viscosidade da espécie i pura na temperatura e pressão do sistema, N é o número de espécies químicas na mistura e M_{wi} é a massa molar da espécie química “i” na mistura.

2.3.3.2 Pressão

Segundo Barnes (2002), o efeito da pressão na viscosidade de líquidos é por vezes desprezível. De uma forma geral, o aumento da pressão leva ao aumento da viscosidade. O autor ainda descreve, como uma regra de uso prático, a relação na qual a viscosidade aproximadamente duplica até 100 MPa. Neste trabalho, o efeito da pressão foi desprezado, uma vez que as pressões de operação utilizadas na filtração estão na faixa 2,4 – 4,8 MPa.

Por outro lado, para gases, a pressão exerce efeito significativo na viscosidade. A dinâmica se mantém a mesma dos líquidos: quanto maior a pressão, maior a viscosidade do gás.

2.3.3.3 Concentração de soluções e suspensões

A dinâmica da viscosidade ou quaisquer outras propriedades físicas para sistemas com mais de uma fase, por muitas vezes, torna-se algo complexo a ser avaliado. Usualmente, para escoamentos estacionários, utiliza-se a adaptação da “Lei” de Newton da viscosidade, em termos de viscosidade efetiva η_{ef} , para descrever um sistema hipotético contemplando as “n” fases em questão. Entretanto, a maioria dos escoamentos se apresenta em regime transiente e a teoria de Newton se mostra inapropriada.

Segundo Bird *et al.*, (2002), a primeira contribuição para a elucidação da dependência da viscosidade com a concentração de partículas (ε_s) no fluido está presente na equação de Einstein. Essa e outras equações para a viscosidade de suspensões estão exibidas na Tabela 3.

Tabela 3. Modelos para dependência da viscosidade com a concentração de sólidos em suspensões

Modelo	Referência	Observações
$\frac{\eta_{ef}}{\eta_{dis}} = 1 + \frac{5}{2} \varepsilon_s$	Bird <i>et al.</i> , 2002	Suspensões diluídas de esferas (Equação de Einstein)
$\frac{\eta_{ef}}{\eta_{dis}} = \exp \left[\frac{(5/2) \varepsilon_s}{1 - \varepsilon_s / \varepsilon_{s0}} \right]$	Mooney, 1951	Suspensões concentradas de esferas
$\frac{\eta_{ef}}{\eta_{dis}} = (1 - \varepsilon_s)^{-2,5}$	Ward e Whitmore, 1950	Suspensões de partículas esféricas
$\frac{\eta_{ef}}{\eta_{dis}} = 1 + \left(\frac{\eta_{dis} + \frac{5}{2} \eta_1}{\eta_{dis} + \eta_1} \right) \varepsilon_s$	Taylor, 1932	Emulsões ou suspensões de gotículas, com ou sem circulação interna
$\frac{\eta_{ef}}{\eta_{dis}} = 1 + \frac{5}{2} \varepsilon_s \left[1 + \frac{(D_{ie} \xi / 2\pi R)^2}{\eta_{dis} k_e} \right]$	Smoluchowsky, 1916	Suspensões de esferas carregadas

em que, η_{ef} é a viscosidade efetiva, η_{dis} é a viscosidade do meio dispersante, ε_s é a concentração volumétrica de sólidos, ε_{s0} é uma constante empírica na faixa 0,74-0,52, D_{ie} é a constante dielétrica do fluido dispersante, k_e é a condutividade específica da suspensão, ξ é o potencial eletrocinético das partículas e R é o raio das partículas.

2.3.4 Equações constitutivas para tensão

O modelo desenvolvido por Newton para fluidos newtonianos é a relação mais simples entre a tensão e a taxa de deformação de um fluido em movimento. Entretanto, para outros tipos

de fluidos, como líquidos poliméricos, emulsões e suspensões concentradas, a viscosidade pode se apresentar como uma função da taxa de cisalhamento (MACOSKO, 1993).

Inúmeros fluidos utilizados no cotidiano da engenharia apresentam o comportamento descrito anteriormente. Desses, grande parte apresenta uma dependência extra, a partir de uma tensão limite para início do escoamento (LIPSCOMB e DENN, 1984). Esses fluidos são denominados de fluidos de Bingham e o modelo que descreve esse comportamento é o modelo plástico ideal (BARNES, 2000).

$$\tau = \tau_0 + \eta_p \dot{\gamma} \quad (2.10)$$

sendo τ_0 a tensão limite de escoamento e η_p a viscosidade plástica.

Os fluidos nos quais a viscosidade é função também da taxa de cisalhamento do sistema são denominados fluidos não-newtonianos ou fluidos de Ostwald de Waale. Esses são classificados como pseudoplásticos ou dilatantes, conforme o comportamento do fluido com o aumento da taxa de cisalhamento (BIRD *et al.*, 2002).

Fluidos pseudoplásticos e dilatantes seguem o modelo conhecido como modelo *Power-Law*, em que a dependência da tensão com a taxa de cisalhamento é admitida como uma função de potência.

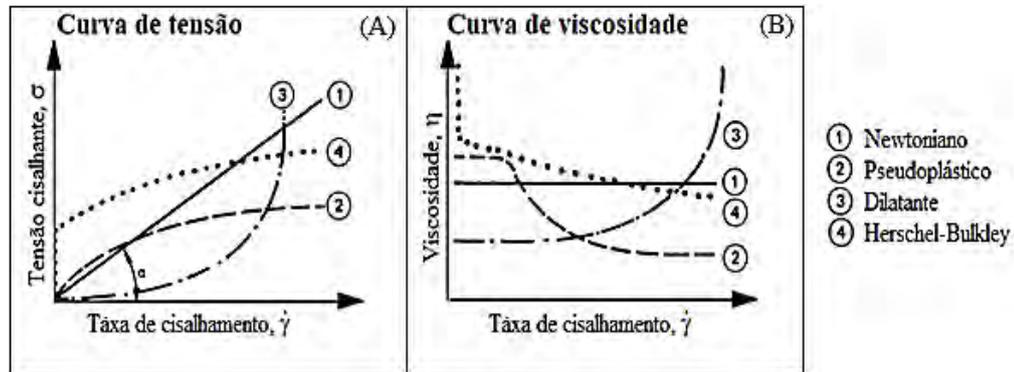
$$\tau = K \dot{\gamma}^n \quad (2.11)$$

sendo K e n são, respectivamente, o índice de consistência e o índice de comportamento do fluido.

Segundo Machado (2002), fluidos pseudoplásticos são aqueles em que a viscosidade aparente (viscosidade obtida a partir da razão tensão/taxa de cisalhamento no ponto avaliado) diminui com o aumento da taxa de cisalhamento ($n < 1$). Esses fluidos possuem duas regiões de viscosidade constante: em regiões de baixa e elevadas taxas de cisalhamento, representado no gráfico de curvas de viscosidade. São considerados fluidos pseudoplásticos as emulsões e soluções de polímeros ou macromoléculas lineares.

Fluidos dilatantes possuem o comportamento inverso; a viscosidade aumenta com o aumento gradual da taxa de cisalhamento ($n > 1$). Como exemplos desses tipos de fluidos, têm-se algumas pastas de uso odontológico, dispersões de polímeros e resinas (BARNES, 2000). A Figura 4 ilustra o comportamento de diferentes fluidos, quando submetidos a taxas de cisalhamento crescentes.

Figura 4. Comportamento de diferentes tipos de fluidos. (A) Curva tensão-taxa de cisalhamento; (B) Curva viscosidade aparente x taxa de cisalhamento. Adaptado de Schramm, 1998.



A partir desses modelos reológicos, podem ser encontradas na literatura diversas proposições para combinações desses e/ou relações empíricas, desenvolvidas visando melhor ajustar os dados experimentais para formulações específicas. A Tabela 4 contém alguns modelos reológicos encontrados na literatura.

Tabela 4. Modelos reológicos para fluidos não-newtonianos

Modelo	Referência	Comentários
$\tau = \tau_0 - K\dot{\gamma}^n$	Schramm, 1998	Descontinuidade em baixas taxas (η tende ao infinito).
$\tau = -\frac{\{[1 - \exp(-a\dot{\gamma})]\tau_0 + K\dot{\gamma}^n\}}{\dot{\gamma}}$	Papanastasiou, 1987	Não apresenta descontinuidades em baixas taxas.
$\tau = -\left[1 - \exp\left(-\frac{\eta_0\dot{\gamma}}{\tau_0}\right)\right]\left(\frac{\tau_0 - K\dot{\gamma}^n}{\dot{\gamma}}\right)\dot{\gamma}$	De Souza <i>et al.</i> , 2004	Não prevê tensão limite real. Superestima a viscosidade em baixas taxas.
$\tau = (\sqrt{\tau_0} + \sqrt{\eta_0\dot{\gamma}})^2$	Bird <i>et al.</i> , 2002	Modelo visco-plástico de dois parâmetros.
$\tau = -\lambda_0\tau_0\left[\frac{\text{arcsenh}(\lambda_0\dot{\gamma})}{\lambda_0}\right]$	Eyring <i>et al.</i> , 1941	Obtida via teoria molecular.
$\tau = -\left[\eta_\infty + \left(\frac{\eta_0 - \eta_\infty}{1 + \lambda_0^n\dot{\gamma}^n}\right)\right]$	Macosko, 1993	Apresenta platôs de viscosidade em altas e baixas taxas.
$\tau = -\left\{\eta_\infty + (\eta_0 - \eta_\infty)\left[1 + (\lambda_0\dot{\gamma})^2\right]^{(n-1)/2}\right\}$	Carreau, 1968	Se adequa bem a uma grande variedade de fluidos (modelo a 4 parâmetros).
$\tau = -\left\{\eta_\infty + (\eta_0 - \eta_\infty)\left[1 + (\lambda_0\dot{\gamma})^a\right]^{(n-1)/a}\right\}$	Yasuda, 1979	Adequa bem a vários fluidos e apresenta platôs de viscosidades a baixas e altas taxas.

em que η_0 é a viscosidade em baixas taxas de cisalhamento e η_∞ é a viscosidade a altas taxas de cisalhamento. Enquanto o parâmetro “a” não possui significado físico, o parâmetro λ_0 é uma constante equivalente ao inverso do gradiente de velocidade que, em condições de baixas taxas de cisalhamento, representa a transição do comportamento Newtoniano para o não-Newtoniano.

Fluidos de perfuração são classificados como fluidos de Herschell-Buckley (Equação 2.10). Entretanto, grande parte dos estudos na área conseguem ajustar o comportamento dos dados experimentais com o modelo *Power-Law* (BURANASRISAK e NARASINGHA, 2012; DA SILVA, 2017).

Robertson (1976), Davison (1999) e Kelessidis *et al.* (2006) estimaram os parâmetros reológicos para o modelo de Herschell-Buckley, de forma a ajustar os dados experimentais para fluidos base água e base óleo. Mahto e Sharma (2004), Melo (2008) e Shiroma (2012) utilizaram o modelo Power Law para descrever os dados experimentais acerca do comportamento reológico de fluidos de perfuração base água e verificaram que esse modelo possibilitou o ajuste dos dados experimentais.

Além da dependência da viscosidade com a taxa de cisalhamento aplicada, outro fator de diferença significativa entre fluidos newtonianos e não newtonianos é a que se refere às tensões normais. Conforme mencionado na seção 2.5.2, as componentes de tensão normal τ_{11} , τ_{22} e τ_{33} são nulas para fluidos newtonianos, ao passo que, para fluidos não newtonianos, essas componentes assumem valores não nulos (GREENSMITH e RIVLIN, 1953).

Tensões normais são majoritariamente responsáveis por alguns dos peculiares efeitos observados em líquidos poliméricos, tais como efeito Weissenberg, inchamento de extrudado, escoamentos secundários e redução de arrasto (BIRD *et al.*, 2002).

Para o escoamento incompressível de um fluido newtoniano, a viscosidade é a única função material relevante para descrição do mesmo. No caso de fluidos não newtonianos, em escoamento incompressível tridimensional em coordenadas retangulares, as funções materiais relevantes são as que seguem (MACOSKO, 1993):

$$\tau_{yx} = -\eta \frac{dv_x}{dy} \quad (2.12)$$

$$\tau_{xx} - \tau_{yy} = N_1 = -\Psi_1 \left(\frac{dv_x}{dy} \right)^2 \quad (2.13)$$

$$\tau_{yy} - \tau_{zz} = N_2 = -\Psi_2 \left(\frac{dv_x}{dy} \right)^2 \quad (2.14)$$

sendo N_1 e N_2 , respectivamente, a primeira e a segunda diferença da tensão normal; Ψ_1 e Ψ_2 , respectivamente, o primeiro e o segundo coeficientes da tensão normal.

As propriedades η , Ψ_1 e Ψ_2 são funções da taxa de cisalhamento. Como apontado em Macosko (1993) e Bird *et al.* (2002), em diversos líquidos poliméricos com macromoléculas flexíveis, os dois primeiros coeficientes η e Ψ_1 assumem valores positivos, enquanto Ψ_2 é quase

sempre negativo. Os autores ainda descrevem uma redução de cerca de 10^7 ordens de grandeza para os coeficientes de tensão normal, na faixa usual de taxa de cisalhamento.

A primeira diferença de tensão normal, N_1 , pode ser obtida em testes de escoamento de cisalhamento simples. De acordo com Schramm (1998), o valor de N_1 pode ser obtido com a utilização da geometria de placa-placa em reômetros de cisalhamento, enquanto a diferença $N_1 - N_2$ pode ser obtida a partir da geometria de cone-placa.

A obtenção da segunda diferença de tensão normal, N_2 , é complexa. A partir do supracitado, uma alternativa é a obtenção da primeira diferença utilizando a geometria placa-placa e a diferença $N_1 - N_2$ em cone-placa, para que, por diferença, N_2 seja obtida.

Martins (2004) discute que não existem equipamentos na indústria capazes de medir N_2 diretamente e, embora algumas pesquisas tenham sido desenvolvidas na área, tal objetivo ainda não pôde ser alcançado. O autor ainda reúne dados de literatura que indicam uma ordem de magnitude entre 10 e 15% de N_1 , para a segunda diferença da tensão normal.

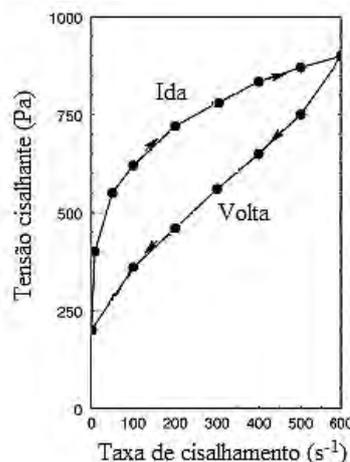
2.3.5 Tixotropia

Os modelos reológicos para a tensão, apresentados na seção anterior, não contemplam quaisquer efeitos do tempo em seus parâmetros. Entretanto, faz-se necessária a elucidação e a análise de uma classe de fluidos nos quais a viscosidade aparente também é uma função do tempo de cisalhamento.

Tais fluidos são categorizados em fluidos tixotrópico e reopético. Fox *et al.* (2014) definem um fluido pertencente à classe tixotrópica como aquele em que a viscosidade aparente diminui com o aumento do tempo de cisalhamento. Os autores ainda apontam que, fluidos reopéticos apresentam o comportamento inverso: a viscosidade aparente aumenta com o aumento do tempo de cisalhamento.

A Figura 5 apresenta uma curva de escoamento característica para um fluido tixotrópico. Após o aumento linear da taxa de cisalhamento, ela é reduzida linearmente até zero e a tensão obtida é registrada. Os percursos obtidos não se sobrepõem e a área entre as curvas representa a histerese do fluido, que está relacionada com a energia necessária para romper a estrutura tixotrópica (estrutura gel) do fluido (MACHADO, 2002).

Figura 5. Representação de um fluido tixotrópico. Adaptado de Schramm (1998).



Schramm (1998) indica que a força gel é a forma mais simples de avaliar a característica tixotrópica do fluido, uma vez que a energia necessária para romper a estrutura gel tridimensional é muito mais complexa de ser obtida. Machado (2002) define matematicamente a força gel como a diferença entre as tensões limite de escoamento real e a mínima necessária para o escoamento após um tempo de repouso qualquer.

O fenômeno de tixotropia é sempre foco de investigações científicas tendo em vista a otimização de processos industriais e aquisição de conhecimento sobre o tema. Autores como Mewis (1979), Barnes (1997), Dullaert e Mewis (2005a,b) e Møller, Mewis e Bonn (2006) desenvolveram trabalhos agregando o conhecimento desenvolvido ao longo dos anos, elucidando pontos acerca do tema.

Diversos modelos tixotrópicos foram desenvolvidos para diferentes fluidos existentes na indústria. Dentre eles destacam-se os modelos para as pastas de cimento (TATTERSALL, 1955; PAPO, 1988; ROUSSEL, 2006) e suspensões em geral (FREDRICKSON, 1970).

2.3.6 Viscoelasticidade

Como apontado em Schwalbert (2013), fluidos viscoelásticos são aqueles que, após o cessamento da aplicação de uma tensão, o mesmo não retorna imediatamente à condição inicial como um sólido, nem permanece em um estado de deformação irreversível. Esses fluidos apresentam uma reconstituição parcial de sua estrutura inicial como uma função exponencial decrescente do tempo de repouso.

O comportamento de fluidos viscoelásticos sempre é alvo de novas investigações e estudos focalizados, pois grande parte das soluções poliméricas existentes se enquadram nessa categoria. Favero *et al.* (1993) citam a relevância dessas investigações e apresentam uma metodologia de simulação computacional para avaliação do escoamento de fluidos viscoelásticos em superfícies livres. Os autores compararam dados experimentais do fenômeno de inchamento de extrudado com aqueles obtidos via simulação, observando uma boa reprodutibilidade dos mesmos quando comparados entre si.

A modelagem do comportamento de fluidos viscoelásticos engloba o conceito de mola e pistão reológicos. O primeiro representa o comportamento de um fluido puramente viscoso, em que a função material viscosa dominante é a “Lei” de Newton da viscosidade. O segundo representa o comportamento de um sólido puramente elástico, em que a função material elástica dominante é a Lei de Hooke (MACOSKO, 1993).

$$\tau = -G\gamma \quad (2.15)$$

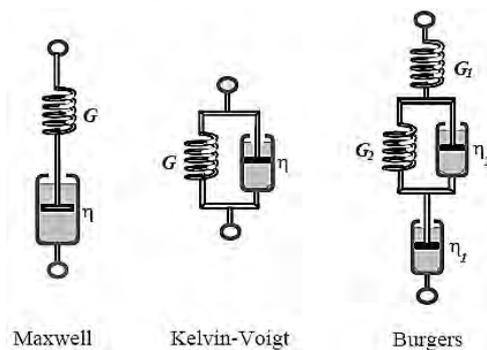
sendo G a constante elástica da mola e γ o grau de deformação do material.

O modelo viscoelástico mais simples é aquele que contempla um único arranjo mola-pistão em série, conhecido como modelo de Maxwell (MAXWELL, 1987). Esse modelo é apresentado na equação 2.16.

$$\tau + \frac{\eta}{G} \frac{\partial}{\partial t} \tau = -\eta\dot{\gamma} \quad (2.16)$$

Outros modelos matemáticos foram deduzidos de forma a buscar uma melhor representação do comportamento de soluções poliméricas. De uma forma geral, os modelos viscoelásticos mais usuais surgem como uma combinação de arranjos do sistema mola-pistão, desde a combinação mais simples até a mais complexa. Exemplos de combinações estão apresentados na Figura 6.

Figura 6. Diferentes combinações do sistema mola-pistão para desenvolvimento de modelos viscoelásticos. Adaptado de Barnes, 2000.



Diferentemente do sistema mola-pistão, outros modelos viscoelásticos foram desenvolvidos baseados em diferentes abordagens. Modelos reológicos baseados na teoria FENE (*Finitely Extensible Nonlinear Elastic*) elaborada por Warner (1972) e suas derivações (CHILCOTT e RALLISON, 1988) também são utilizados nas investigações científicas.

Assim como discutido por Schwalbert (2013), modelos reológicos mais complexos de fato conferem maior precisão tanto no ajuste de dados experimentais quanto na capacidade preditiva dos mesmos. Entretanto, o custo computacional das simulações e estimações de inúmeros parâmetros acaba por prejudicar o custo-benefício do método.

De forma a avaliar o comportamento reológico de fluidos viscoelásticos, desenvolveu-se um procedimento experimental conhecido como teste de fluência e recuperação ou *Creep/Recovery*. Esse método consiste na aplicação de uma tensão constante e posterior interrupção da aplicação da mesma, permitindo que o material se deforme e depois recupere (ou não) sua estrutura original (SCHRAMM, 1998).

Esse método possibilita a diferenciação entre os comportamentos puramente viscoso, puramente elástico ou viscoelástico de um material. A Tabela 5 apresenta alguns modelos reológicos de viscoelasticidade com suas respectivas respostas experimentais para amostras submetidas ao teste de *Creep/Recovery*.

A realização dos testes de fluência se mostra como uma valiosa ferramenta para a descrição do comportamento de diferentes materiais. A escolha do valor de tensão a ser adotado no teste é um parâmetro importante na realização dos ensaios de viscoelasticidade. Particularmente, o valor da tensão deve estar contido na região de viscoelasticidade linear – LVR (*Linear Viscoelastic Region*).

Tabela 5. Comportamento de diferentes fluidos sujeitos ao teste de *Creep/Recovery*. Adaptado de Schramm, 1998

Modelo	Equação	Curva característica
Sólido elástico	$\tau = -G\gamma$	
Líquido viscoso	$\tau = -\eta\dot{\gamma} = -\eta \frac{d\gamma}{dt}$	
Maxwell	$\tau + \frac{\eta}{G} \frac{\partial \tau}{\partial t} = -\eta\dot{\gamma}$ $\gamma(t) = \frac{\tau_0}{G} t + \frac{\tau_0}{G}$	
Kelvin-Voight	$\tau = G\gamma + \eta \frac{d\gamma}{dt}$ $\gamma(t) = \frac{\tau_0}{G} \left[1 - e^{(-tG/\eta)} \right]$	
Burgers	$\tau = G_1\gamma_1 + \eta_1 \frac{d\gamma}{dt} - \eta_1 \left[\frac{1}{G_0} \frac{d\tau}{dt} + \frac{\tau}{\eta_0} \right]$ $\gamma(t) = \frac{\tau_0}{\eta_0} t + \frac{\tau_0}{G} + \frac{\tau_0}{G_1} \left[1 - e^{(-tG_1/\eta_1)} \right]$	

Na região de viscoelasticidade linear, as equações relevantes para a descrição do comportamento reológico dos materiais são descritas por equações diferenciais ordinárias lineares, cujos coeficientes são funções materiais referentes à amostra. Fora dessa faixa, na região não-linear, os métodos de medição tornam-se supersensíveis a pequenas variações do material e ainda, devido à aplicação de elevadas taxas de cisalhamento a estrutura interna do material é comprometida. A determinação dessa região é realizada a partir de testes oscilatórios, como abordado na próxima seção.

Adicionalmente, a partir de ensaios de *Creep/Recovery*, é possível obter a compliância do material. A compliância (J) é definida como a grandeza que mensura o grau de deformação de um material frente à aplicação de uma tensão constante (MACOSKO, 1993; SCHRAMM, 1998). Ela é definida como:

$$J(t) = \frac{\dot{\gamma}(t)}{\tau} \quad (2.17)$$

em que, quanto maior o valor de J, maior é a facilidade do material em se deformar. Vale observar que a compliância (J) se mantém como função apenas da taxa de deformação do material desde que os testes sejam realizados na região de viscoelasticidade linear.

Adicionalmente à compliância, também é possível avaliar o grau de recuperação R(%) de um material, a partir da interrupção da aplicação de uma tensão cisalhante e avaliação do grau de deformação do material com o tempo de repouso. O grau de recuperação pode ser obtido a partir da Equação 2.18.

$$R_{ec}(\%) = \frac{J_e}{J_{m\acute{a}x}} \times 100 = \frac{\gamma_e}{\gamma_{m\acute{a}x}} \times 100 \quad (2.18)$$

sendo J_e a compliância de equilíbrio (ao final do tempo de recuperação), $J_{m\acute{a}x}$ a compliância máxima alcançada, γ_e a deformação no equilíbrio e $\gamma_{m\acute{a}x}$ a deformação máxima alcançada pelo material.

2.3.7 Oscilações de pequena amplitude

Em muitos casos, convém para a determinação de parâmetros reológicos a aplicação de testes de tensão ou de deformação oscilatória. A vantagem desse procedimento está na obtenção de dados transientes em condições de estado de cisalhamento permanente (MACHADO, 2002).

Adicionalmente ao supracitado, testes oscilatórios são considerados como testes não destrutivos e permitem a caracterização de materiais sensíveis ao cisalhamento devido a sua estrutura tridimensional frágil (SCHRAMM, 1998). Diferentemente das análises conduzidas em testes de cisalhamento simples, testes oscilatórios permitem diferenciar as propriedades elásticas e viscosas (MACOSKO, 1993).

O módulo complexo $|G^*|$ compreende valiosas informações para caracterizar o grau de resistência de um material frente à aplicação de uma tensão. Essa grandeza é definida como se segue.

$$G^* = \frac{\tau_0(t)}{\gamma_e(t)} \quad (2.19)$$

sendo G^* o módulo complexo e γ_e a deformação final do material.

A partir de sua definição, o módulo complexo pode ser descrito em termos de suas componentes elástica e viscosa. A componente responsável pelo caráter elástico é representada pelo módulo de armazenamento ou elástico, G' . Analogamente, o caráter viscoso é representado pelo módulo de perda ou viscoso, G'' . Segundo Machado (2002), ambos os parâmetros complexos estão relacionados à energia proveniente da aplicação de uma tensão na amostra, que pode ser armazenada e recuperada ou transferida, devido ao escoamento, na forma de calor.

$$G^* = G' + iG'', \left\{ \begin{array}{l} G' = \frac{\tau_0}{\gamma_e} \cos \delta \\ G'' = \frac{\tau_0}{\gamma_e} \operatorname{sen} \delta \end{array} \right. \quad (2.20)$$

O ângulo de fase δ é situado no intervalo $0 - 90^\circ$. No caso de um material puramente viscoso, G' é nulo e $\delta = 90^\circ$, ao passo que para um material puramente elástico, G'' é nulo e $\delta = 0$ (BARNES, 2000). O ângulo de fase também pode ser representado como a tangente do ângulo de perda, $\tan \delta$.

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \quad (2.21)$$

Pela definição do módulo complexo G^* , define-se a viscosidade complexa $|\eta^*|$ como a resistência total ao cisalhamento dinâmico. De forma análoga a G^* , η^* pode ser descrita em termos de suas componentes elástica (η'') e viscosa (η').

$$\eta^* = \frac{G^*}{\omega} \quad (2.22)$$

$$\eta^* = \eta' + i\eta'', \left\{ \begin{array}{l} \eta' = \frac{\tau_0}{\gamma_e \omega} \operatorname{sen} \delta \\ \eta'' = \frac{\tau_0}{\gamma_e \omega} \cos \delta \end{array} \right. , \quad (2.23)$$

sendo ω é a velocidade angular do movimento oscilatório. Dessa forma, a resposta de tensão em testes dinâmicos reescrita em termos dos módulos elásticos ou viscosidades tem a forma das equações 2.24 e 2.25.

$$\tau(t) = G' \gamma_0 \sin(\omega t) + G'' \gamma_0 \cos(\omega t) \quad (2.24)$$

$$\tau(t) = \eta'' \gamma_0 \omega \sin(\omega t) + \eta' \gamma_0 \omega \cos(\omega t) \quad (2.25)$$

Para um fluido de Maxwell, os módulos G' e G'' ainda podem ser definidos em termos das frequências angulares nas formas (MACHADO, 2000):

$$G' = \frac{G\omega^2\lambda^2}{1 + \omega^2\lambda^2} \quad (2.26)$$

$$G'' = \frac{G\omega\lambda}{1 + \omega^2\lambda^2} \quad (2.27)$$

sendo λ o tempo de relaxação do material. O comportamento das curvas de G' e G'' para líquidos poliméricos é, como esperado, função da concentração do polímero, da sua massa molar e da frequência utilizada.

Segundo Barnes (2000), respostas a baixas frequências indicam um comportamento próximo ao de Maxwell, com predominância do caráter viscoso da solução. O aumento da concentração do polímero na solução leva ao aumento dos módulos de perda e de armazenamento, com redução da inclinação da curva característica obtida quando comparada àquelas de concentrações menores.

Adicionalmente a análise de testes oscilatórios, o ponto de cruzamento ou a interseção das curvas de G' e G'' são de grande valia para a elucidação e a representação do comportamento da amostra em questão. Aqui, a mudança da predominância de um módulo em prol do outro representa uma região de mudança crítica na resposta do material à tensão aplicada.

Esse ponto de interseção é característico da estrutura molecular do material. Fluidos poliméricos reticulados (géis) apresentam em quase sua totalidade a predominância do caráter elástico, indicando que toda a energia absorvida pela aplicação da tensão é transformada em energia para a recuperação da deformação sofrida no processo (MACHADO, 2000). Segundo Schramm (1998), o módulo G' pode ser utilizado para avaliar, dentre outras propriedades, o grau de reticulação de um polímero, sendo de elevado interesse em indústrias alimentícias, petroquímicas e afins.

A viscosidade complexa, $|\eta^*(\omega)|$, a uma tensão fixa na região de viscoelasticidade linear, pode ser correlacionada com a viscosidade obtida como função da taxa de cisalhamento, $\eta(\dot{\gamma})$, via relação de Cox-Merz (COX E MERZ, 1958). A relação empírica de Cox-Merz implica que:

$$|\eta^*(\omega)| \equiv \eta(\dot{\gamma})|_{\dot{\gamma}=\omega} \quad (2.28)$$

Essa relação se mostra válida para polímeros termoplásticos e inúmeras soluções poliméricas com cadeias lineares, mas falha quando aplicada a suspensões ou fluidos complexos, cuja estrutura varia fortemente com o cisalhamento contínuo (MACOSKO, 1993). Uma aplicação direta da técnica se apresenta pelo fato de que para a maioria das soluções poliméricas, o cisalhamento contínuo a taxas maiores que 50 s^{-1} em reômetros rotacionais levam à formação do efeito Weissenberg, inviabilizando o teste (SCHRAMM, 1998). Então, a relação de Cox-Merz possibilita a realização dos ensaios experimentais em condições dinâmicas para a determinação da viscosidade complexa e futura correlação com a viscosidade como função da taxa de cisalhamento.

A técnica já vem sendo discutida amplamente na literatura, como em Laun (1986), Al-Hadithi *et al.* (1992), Dealy e Larson (2006) e Winter (2009). Além desses, Sharma e McKinley (2012) validaram a relação de Cox-Merz observando boas correlações a partir de dados de seis diferentes soluções poliméricas para uma ampla faixa de taxas de cisalhamento.

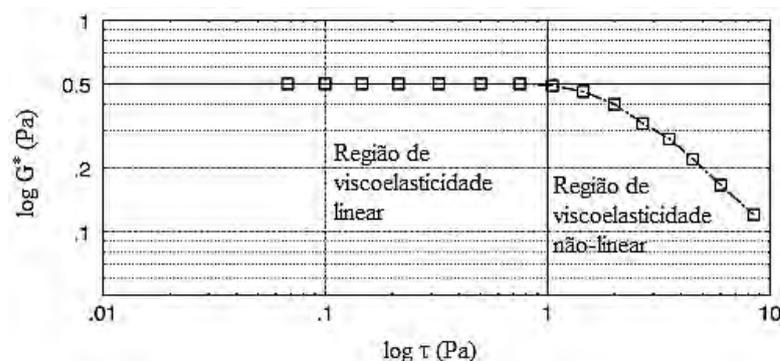
A relação de Laun (LAUN, 1986) permite correlacionar parâmetros viscoelásticos, obtidos em testes oscilatórios, com o primeiro coeficiente de tensão normal, função da taxa de cisalhamento.

$$N_1(\dot{\gamma})|_{\dot{\gamma}=\omega} \cong 2G'(\omega) \left\{ 1 + \left[\frac{G'(\omega)}{G''(\omega)} \right]^2 \right\}^{0,7} \quad (2.29)$$

Essa relação se mostra válida para polímeros termoplásticos e soluções concentradas de diversos polímeros de uso comum industrial (LAUN, 1986; SHARMA e MCKINLEY, 2012).

Conforme apresentado na seção anterior, a região de viscoelasticidade linear pode ser determinada via testes oscilatórios. Para tal, realiza-se uma varredura em um intervalo definido de tensão, sendo correlacionado com o módulo complexo G^* . A região de viscoelasticidade linear é definida na região a qual o módulo G^* permanece constante e paralelo ao eixo das abscissas até o ponto de inflexão da curva, onde G^* passa a ser função da tensão (Figura 7).

Figura 7. Segregação das regiões de viscoelasticidade linear e não linear. Adaptado de Schramm, 1998.



2.3.8 Testes reológicos

Com base nas informações contidas na literatura, diversos experimentos podem ser conduzidos visando à caracterização reológica adequada do material em questão. Análise do escoamento, como a relação tensão-taxa de cisalhamento, existência/ausência de caráter

tixotrópico, fluência, viscoelasticidade e estabilidade, são exemplos de informações valiosas que podem ser obtidas a partir de ensaios reológicos. A Tabela 6 apresenta alguns desses experimentos, com suas respectivas descrições.

Tabela 6. Exemplos de testes reológicos para caracterização de materiais

Teste	Variáveis controladas	Variáveis de saída	Objetivos
Curva de escoamento	τ ou $\dot{\gamma}$, t	τ ou $\dot{\gamma}$, η_{ap}	Avaliar o comportamento do material quando ele é submetido a uma faixa de tensão ou taxa controlada.
Rampa de tensão	τ , t	γ	Avaliar a existência ou ausência de uma tensão limite de escoamento.
Tixotropia	τ ou $\dot{\gamma}$, t	τ ou $\dot{\gamma}$, η_{ap}	Avaliar o efeito do tempo de cisalhamento nas respostas de tensão cisalhante e viscosidade aparente.
Varredura de tensão	τ , f ou ω	G' , G'' e $ \eta^* $	Verificar os limites da região de viscoelasticidade linear.
Varredura de frequência (f)	τ , f ou ω	G' , G'' e $ \eta^* $	Avaliar a resposta das componentes elástica e viscosa para uma faixa predefinida de frequências de oscilação.
<i>Creep/Recovery</i>	τ e t	γ , $\dot{\gamma}$ e J	Avaliar a dinâmica de deformação do material, quando ele é submetido a uma tensão de cisalhamento constante. Obter o grau de recuperação após o cessamento da aplicação da tensão.
Varredura no tempo	τ , f ou ω e t	G' , G'' e $ \eta^* $	Avaliar a resposta das componentes elástica e viscosa quando o material é submetido à aplicação de tensão cisalhante constante por um tempo determinado.

2.4 FLUIDODINÂMICA DE SISTEMAS PARTICULADOS

2.4.1 Introdução

A fluidodinâmica em sistemas particulados é comumente avaliada partindo-se da extrapolação do comportamento observado ou esperado de uma só partícula, para todo o volume de partículas no sistema (MASSARANI, 2001). Tal aproximação se faz possível pela consideração do conjunto de partículas presentes no sistema atuando como um fluido hipotético, de forma a aplicar a teoria da mecânica do contínuo (CREMASCO, 2011).

De fato, o mais apropriado, segundo Cremasco (2011), seria a adoção de um referencial lagrangiano que permitiria acompanhar a trajetória e o comportamento de cada partícula individualmente. O problema? A adoção desse referencial levaria à consideração de n -equações de transporte para cada uma das “ n ” partículas presentes no sistema. Todavia, a adoção da teoria de mistura para a mecânica do contínuo permite a adoção de um referencial euleriano que, como explicitado no parágrafo anterior, generaliza o comportamento das partículas, simplificando a abordagem matemática do problema.

2.4.2 Propriedades das partículas sólidas

O ponto de partida para o estudo de sistemas particulados é, sem dúvida, o conhecimento da partícula sólida presente no sistema em questão. De uma forma global, a interação fluido-partícula é o centro da ciência de sistemas particulados. Por conseguinte, a caracterização das propriedades das partículas como tamanho, forma e massa específica é essencial para estudo da dinâmica de interação com o fluido dispersante.

2.4.2.1 Tamanho das partículas

Segundo McCabe (1993), embora as partículas não sejam equidimensionais, a adoção de diâmetros característicos é a metodologia mais utilizada para caracterizar o tamanho das partículas. Diversas técnicas, como peneiramento, difração de luz e análise de imagens, podem ser utilizadas para a determinação do diâmetro das partículas.

A técnica de peneiramento consiste na obtenção da distribuição de tamanhos de um conjunto de partículas pelas frações mássicas retidas em uma série de peneiras com diferentes aberturas. Segundo Cremasco (2011), essa técnica é indicada para partículas com diâmetro médio superior a 75 μm .

As peneiras são sobrepostas entre si e alocadas sobre um agitador eletromagnético que, por vibração, induz o movimento descendente das partículas. Ao passo que as partículas de maior tamanho ficam retidas nas primeiras peneiras de maior abertura; as partículas finas atravessam as maiores aberturas e ficam retidas nas últimas peneiras (FOUST, 1982).

Para partículas consideradas finas com diâmetros inferiores a 75 μm , a técnica de espalhamento (ou difração) de luz se mostra a mais indicada para obtenção de dados de distribuição de tamanhos de partícula. A técnica baseia-se na passagem de uma suspensão diluída através de uma zona com foto-emissores onde o feixe de luz é absorvido, refratado ou espalhado em algum ângulo devido à presença de partículas sólidas. Dessa forma, por meio da quantificação correta do grau de espalhamento em uma ampla faixa de ângulos observados,

pode-se determinar o tamanho de partículas ou gotas em pós, emulsões e suspensões (HALLET, 1994; MALVERN, 2017).

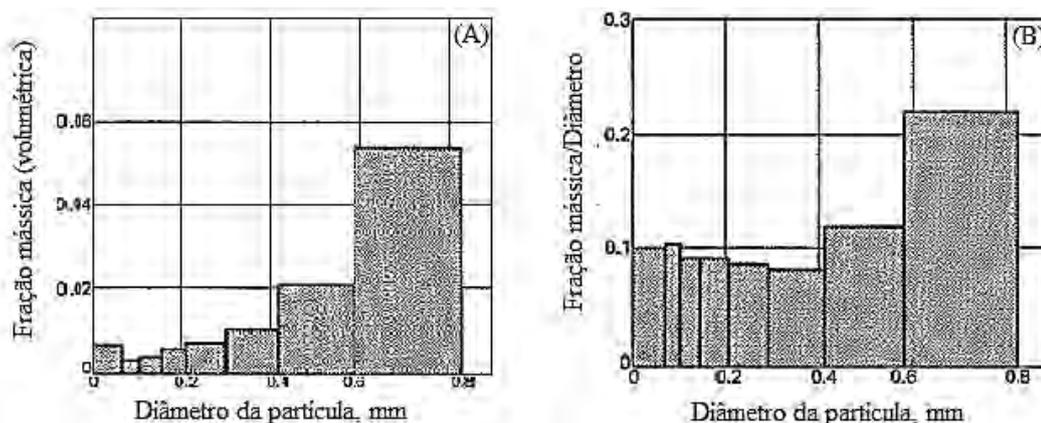
Existem diversas teorias que correlacionam o grau de espalhamento com a distribuição de tamanhos de partícula, como a teoria de Mie (MIE, 1908) e Fraunhofer, por exemplo (DE BOER *et al.*, 1987; STREEKSTRA *et al.*, 1993). Partículas pequenas apresentam maiores ângulos de espalhamento com menor intensidade, enquanto partículas maiores apresentam menor ângulo de espalhamento com maior intensidade (HORIBA, 2007).

A análise de imagens pode ser realizada pela utilização de microscópios eletrônicos ou câmeras com lentes apropriadas. A técnica de microscopia eletrônica de varredura é a mais utilizada nesse segmento. Com a imagem obtida, é possível ter aferições dos diâmetros de Feret (FERET, 1931), determinados a partir das distâncias entre duas tangentes opostas ao longo de uma mesma direção.

Adicionalmente, novos métodos computacionais vêm sendo desenvolvidos, apresentando ótimos resultados de distribuição de tamanhos quando comparados aos obtidos experimentalmente. Ma *et al.* (2019) obtiveram os perfis de distribuição de tamanhos de partícula, assim como informações acerca da morfologia das mesmas utilizando um algoritmo baseado no método combinado de elementos discretos (*Discrete Element Method – DEM*), com aquisição de dados de tamanho e forma a partir da técnica de geometria computacional.

A distribuição de tamanhos é obtida a partir de dados de frequência de partículas de um determinado diâmetro. Dependendo da característica da amostra, pode-se optar pela representação da faixa de diâmetros em relação ao volume ou número (Figura 8). Quando os dados são extensos, é comum representá-los na forma logarítmica, na qual os dados agrupam-se na forma de uma distribuição probabilística gaussiana (MCCABE, 1993).

Figura 8. Distribuição de tamanhos de partícula via base mássica/volumétrica (A) ou numérica (B). Adaptado de McCabe, 1993.



Outra etapa importante na caracterização do tamanho de partículas é a determinação do diâmetro característico. Existem diversas formas de representar o diâmetro médio de um conjunto de partículas. A Tabela 7 lista algumas formas dos diâmetros médios usuais.

Tabela 7. Diâmetros característicos

Representação	Equação	Nomenclatura usual
\overline{D}_N	$\sum_i D_i \frac{N_i}{N_T}$	Diâmetro médio aritmético
\overline{D}_V	$\left[\frac{1}{\sum_i^N (f_i / \overline{D}_i^3)} \right]^{1/3}$	Diâmetro médio volumétrico
\overline{D}_S	$\frac{1}{\sum_i \frac{x_i}{D_i}}$	Diâmetro de Sauter

2.4.2.2 Forma das partículas

O formato das partículas é por muitas vezes associado à esfericidade (ϕ), propriedade da partícula e independente do tamanho. No caso hipotético da forma ser equivalente a uma esfera perfeita, tem-se $\phi = 1$; entretanto, para partículas com formas diferentes, a relação a seguir é válida (MCCABE, 1993):

$$\phi = \frac{6V_i}{D_p S_p} \quad (2.30)$$

Técnicas de microscopia podem ser empregadas para varredura e determinação da forma das partículas. Uma vez que a imagem é obtida, um *software* de reconhecimento é responsável por obter as curvas de contorno da partícula. Coop e Altuhafi (2011) e Yan e Shi (2014) avaliaram a utilização da técnica de *scanner* a laser para determinação dos tamanhos de partícula e forma ao longo de um processo de compressão. Al Mahbub e Haque (2016) e Karatza e Andò (2017) realizaram experimentos com objetivos semelhantes aos autores anteriores, utilizando a técnica de tomografia com raios-X.

Outra abordagem também utilizada é aquela baseada em algoritmos computacionais utilizando métodos de elementos discretos (DEM). Essa técnica visa prever quantitativamente a resposta do material sólido à compressão, assim como seus respectivos mecanismos microscópicos de variação de forma e geometria. De Bono e McDowell (2016a,b), Fu, Hu e Zou (2017), Nadimi e Fonseca (2017) apresentam validações numéricas para a descrição da morfologia de partículas, utilizando algoritmos baseados no método combinado de elementos finitos e discretos.

2.4.3 Teoria das misturas e equações fenomenológicas

Ao considerar o conjunto de partículas como um fluido a parte, é possível estender a teoria do contínuo para a fase sólida e desenvolver as equações fenomenológicas apropriadas. Para um referencial cartesiano fixo na matriz porosa, as equações da continuidade e do

movimento para ambas as fases s3lida e fluida s3o apresentadas a seguir na forma diferencial (MASSARANI, 2001).

Equa33o da continuidade:

$$\text{- Fase fluida: } \frac{\partial}{\partial t}(\varepsilon_F \rho_F) + \nabla \cdot (\rho_F \varepsilon_F \underline{v}_F) = 0 \quad (2.31)$$

$$\text{- Fase s3lida: } \frac{\partial}{\partial t}(\varepsilon_S \rho_S) + \nabla \cdot (\rho_S \varepsilon_S \underline{v}_S) = 0 \quad (2.32)$$

Equa33o do movimento:

$$\text{- Fase fluida: } \frac{\partial}{\partial t}(\varepsilon_F \rho_F \underline{v}_F) + \nabla \cdot (\rho_F \varepsilon_F \underline{v}_F \underline{v}_F) = -\nabla \underline{p}_F + \nabla \cdot \underline{\tau}^* - \underline{m} + \rho_F \underline{g} \quad (2.33)$$

$$\text{- Fase s3lida: } \frac{\partial}{\partial t}(\varepsilon_S \rho_S \underline{v}_S) + \nabla \cdot (\rho_S \varepsilon_S \underline{v}_S \underline{v}_S) = -\nabla \underline{p}_S - \underline{m} - \varepsilon_S (\rho_S - \rho_F) \underline{g} \quad (2.34)$$

em que ε_F 3 a concentra33o volum3trica da fase fluida, ε_S 3 a concentra33o volum3trica da fase s3lida, ρ_S 3 a massa espec3fica da fase s3lida, ρ_F 3 a massa espec3fica da fase fluida, \underline{v}_S 3 a velocidade da fase s3lida, \underline{v}_F 3 a velocidade da fase fluida, \underline{p}_F 3 a press3o do fluido, \underline{p}_S 3 a press3o nos s3lidos, $\underline{\tau}^*$ 3 a tens3o extra, \underline{m} 3 a for3a resistiva e \underline{g} 3 a acelera33o da gravidade.

Vale ressaltar que as Equa333es (2.31) a (2.34) consideram o escoamento isot3rmico de um fluido homog3neo atrav3s de um meio poroso indeform3vel.

2.4.4 For3a resistiva

A primeira descri33o matem3tica para a for3a resistiva foi proposta por Darcy (DARCY, 1856), em que o escoamento lento de um fluido newtoniano atrav3s de um meio poroso com permeabilidade constante foi suposto. A equa33o de Darcy 3 apresentada conforme mostrado na Equa33o (2.35):

$$\underline{m} = \frac{\eta}{k} \underline{q} \quad (2.35)$$

em que k 3 a permeabilidade do meio poroso e \underline{q} 3 a velocidade intersticial do fluido que percola o meio poroso.

Embora a Equa33o (2.35) teoricamente esteja restrita ao escoamento lento de fluidos newtonianos, alguns trabalhos da literatura comprovam a boa adequa33o dessa equa33o tamb3m para o escoamento de alguns fluidos n3o-Newtonianos (CHRISTOPHER e MIDDLEMAN, 1965; KAPLAN *et al.*, 1979; CHHABRA e SRINIVAS, 1991; SABIRI e COMITI, 1995; MASSARANI e SILVA TELLES, 2001) em condi333es de escoamento lento.

De forma a contemplar maiores velocidades de escoamento, Forchheimer (1901) e Carmam (1937) propõem a Equação (2.36) válida para o escoamento newtoniano em meio isotrópico (não há variação espacial das propriedades físicas) e, segundo Massarani (1989), para escoamentos não isotérmicos contemplando a variação de viscosidade e massa específica do fluido com a dinâmica de escoamento.

$$\tilde{m} = \frac{\eta}{k} \left[1 + \frac{c\rho\sqrt{k}\|q\|}{\eta} \right] \tilde{q} \quad (2.36)$$

em que c é uma constante determinada analiticamente.

Caso o escoamento seja lento, na equação de Forchheimer, o segundo termo entre colchetes pode ser desprezado e a equação retorna à Lei de Darcy.

Silva Telles e Massarani (1978) desenvolveram uma generalização da forma quadrática de Forchheimer, possibilitando a descrição da força resistiva envolvendo fluidos não newtonianos.

$$\tilde{m} = \frac{\tau(\dot{\gamma})}{\sqrt{k}\|q\|} \Omega \left[1 + \frac{c\rho\|q\|^2}{\Omega\tau(\dot{\gamma})} + \frac{c_1 N_1(\dot{\gamma})}{\tau(\dot{\gamma})} + \frac{c_2 N_2(\dot{\gamma})}{\tau(\dot{\gamma})} \right] \tilde{q} \quad (2.37)$$

em que $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento característica e Ω , c_1 e c_2 são fatores geométricos determinados experimentalmente.

O modelo de Silva Telles e Massarani considera escoamento cisalhante simples, ou seja, o escoamento no qual, como apresentado na Seção 2.5.4, as funções materiais importantes são definidas pela tensão cisalhante e pelas tensões normais.

$$\tau = -\eta \frac{dy}{dt} \quad (2.38)$$

$$\tau_{11} - \tau_{33} = N_1 = -\Psi_1 \left(\frac{dy}{dt} \right)^2 \quad (2.39)$$

$$\tau_{22} - \tau_{33} = N_2 = -\Psi_2 \left(\frac{dy}{dt} \right)^2 \quad (2.40)$$

Os limites das funções materiais quando ($\dot{\gamma} \rightarrow 0$) são dados por:

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow 0} \frac{\tau_{ij}(\dot{\gamma})}{\dot{\gamma}} = \eta \quad (2.41)$$

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow 0} \frac{\tau_{ii}(\dot{\gamma})}{\tau_{ij}(\dot{\gamma})} = 0 \quad (2.42)$$

O modelo apresentado na Equação (2.37) permite, quando acoplado à equação do movimento (Equações 2.33 e 2.34), estabelecer uma relação direta entre pressão e velocidade de escoamento de fluidos não newtonianos através de uma matriz porosa indeformável.

Analisando a Equação (2.36), podem-se relacionar os termos entre colchetes com os números adimensionais de Reynolds e de Deborah. Isso permite que a equação de Silva Telles e Massarani contemple tanto os efeitos inerciais do escoamento (Reynolds) quanto aqueles referentes às tensões normais (Deborah).

$$\text{Re} = \frac{c\rho \|q\|^2}{\Omega\tau(\dot{\gamma})} \quad (2.43)$$

$$\text{De}_i = \frac{c_i N_i(\dot{\gamma})}{\tau(\dot{\gamma})}, i = 1, 2. \quad (2.44)$$

Embora a equação generalizada de Silva Telles e Massarani contemple inúmeras situações de amplo interesse de pesquisa, algumas considerações precisam ser feitas. A primeira é que, como os próprios autores discutem em seu trabalho, o modelo não contempla fatores de interação físico-química entre o fluido e a matriz porosa. Em alguns sistemas em que se sabe da existência de interações elétricas, químicas ou físicas entre as fases sólida e fluida, encontra-se uma divergência para a aplicabilidade da equação, uma vez que essas interações, nesses casos, afetam diretamente a dinâmica de escoamento do fluido através do meio poroso.

A utilização da Equação (2.37) requer o conhecimento das funções materiais $\tau(\dot{\gamma})$, $N_1(\dot{\gamma})$ e $N_2(\dot{\gamma})$ e dos fatores geométricos k , Ω , c , c_1 e c_2 . A função para a tensão cisalhante pode ser obtida via ajuste de um modelo reológico aos dados de curva de escoamento; entretanto, as funções para as tensões normais são um pouco complexas. Conforme abordado na Seção 2.5.4, as tensões normais podem ser obtidas pelas medições indiretas em testes com cisalhamento simples. Para os fatores geométricos k e c , equações constitutivas já consolidadas na literatura podem ser utilizadas. Já os fatores Ω , c_1 e c_2 , como Silva Telles e Massarani discutem, só podem ser determinados com experimentos utilizando fluidos não newtonianos.

O fator geométrico Ω ainda pode ser obtido a partir da relação descrita pela teoria capilar de Christopher e Middleman (CHRISTOPHER e MIDDLEMAN, 1965), adotada para descrever o escoamento lento em meios porosos.

$$\Omega = 0,9\sqrt{\Gamma\varepsilon} \quad (2.45)$$

em que Γ é a tortuosidade do meio. Sabe-se ainda, segundo os autores, que quando a porosidade do meio poroso se aproxima de 0,4, o fator geométrico Ω se aproxima de 0,9.

2.4.5 Taxa de cisalhamento característica

Para fluidos não-Newtonianos, a viscosidade aparente é função da taxa de cisalhamento aplicada, enquanto, para fluidos newtonianos, a viscosidade é independente da taxa.

Nas equações para o cálculo da força resistiva, considerando o escoamento de fluidos não newtonianos, é necessário o conhecimento da taxa de cisalhamento característica relativa ao escoamento do fluido não newtoniano em contato com a superfície da partícula sólida. A Tabela 8 contém algumas equações constitutivas encontradas na literatura para o cálculo da taxa de cisalhamento característica.

Tabela 8. Equações para a determinação da taxa de cisalhamento característica para o escoamento de fluidos não newtonianos em meios porosos. Adaptado de Martins, 2004

Equação	Referência
$\dot{\gamma} = \frac{\ q\ }{\Omega k^{1/2}}$	Silva Telles e Massarani, 1978
$\dot{\gamma} = \frac{\ q\ }{\sqrt{\frac{1}{2} \frac{k}{\varepsilon}}}$	Huang <i>et al.</i> , 1986
$\dot{\gamma} = \left[\frac{3n+1}{4n} \right]^{n-1} \frac{\ q\ }{\sqrt{k\varepsilon}}$	Wreath <i>et al.</i> , 1990
$\dot{\gamma} = \frac{3n+1}{4n} \frac{12\ q\ }{\sqrt{150k\varepsilon}}$	Khan <i>et al.</i> , 2004

Martins (2004) apresenta um estudo acerca da sensibilidade dessas equações a partir da variação do parâmetro reológico “n” do modelo Power Law. Segundo o autor, o modelo de Wreath (1990) não sofre alterações significativas com a variação do parâmetro, enquanto o modelo proposto por Khan *et al.* (2004) apresenta maior sensibilidade, principalmente para a avaliação de fluidos com baixos valores de “n”.

2.5 COMENTÁRIOS PARCIAIS

O fenômeno de filtração é identificado no processo de perfuração de poços quando o fluido de perfuração (suspensão) é pressurizado contra a rocha porosa. Isso ocorre quando o processo de perfuração é caracterizado pelo método de controle *overbalanced* no qual a pressão no interior do poço de perfuração é mantida superior à pressão da formação rochosa.

A filtração em poços está intimamente relacionada ao fluido de perfuração, que por sua vez apresenta diversas propriedades, as quais interferem diretamente na dinâmica do processo. Além do fluido a ser filtrado, de grande importância é a caracterização do meio filtrante a ser empregado. A formação rochosa atua como um meio poroso indeformável, no qual as leis de conservação se tornam válidas.

Diante do exposto no presente capítulo, alguns pontos podem ser destacados como resultado da primeira parte de revisão bibliográfica realizada neste trabalho:

- i. A correta caracterização dos fluidos de perfuração é parte essencial da pesquisa do fenômeno de filtração. Modelos fenomenológicos e equações constitutivas para as propriedades associadas dependem diretamente de propriedades reológicas dos fluidos e do conhecimento do sistema particulado presente nos mesmos;
- ii. No que se refere à obtenção de dados reológicos cruciais, ensaios experimentais devem ser conduzidos em diferentes condições, de forma a: a) obter correlações entre propriedades (já bem definidas na literatura) e b) avaliar a possibilidade de simplificações nos modelos utilizados;
- iii. Para a caracterização do sistema particulado, uma eficiente varredura ao longo das distribuições de diâmetro e massa específica deve ser realizada, a fim de possibilitar a clareza em definir e segregar possíveis comportamentos secundários não esperados.

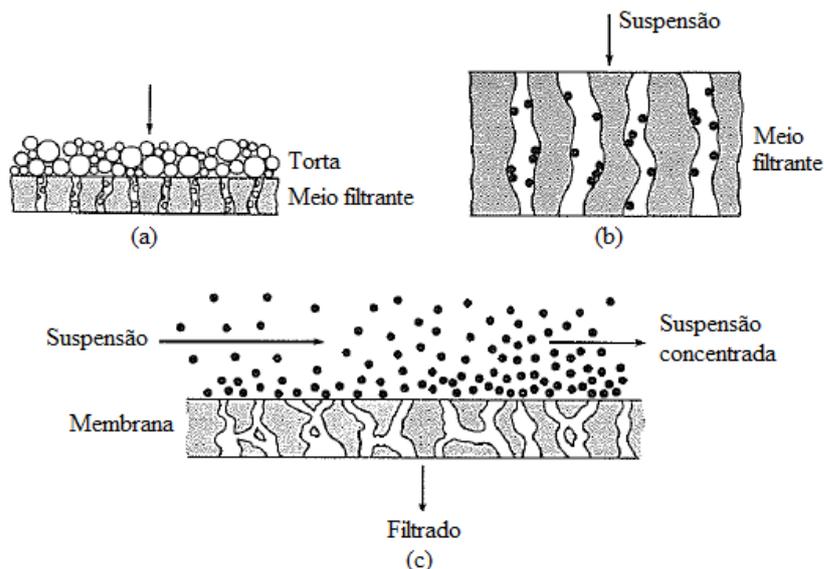
CAPÍTULO 3 FILTRAÇÃO

Resumo: Este capítulo possui como objetivo apresentar os principais trabalhos publicados na literatura científica acerca do processo de filtração. Os princípios básicos envolvidos, bem como os principais modelos propostos para descrever esse processo, são apresentados sob uma perspectiva histórica. São apresentadas também as principais equações constitutivas usadas para descrever as propriedades da torta de filtração, assim como os parâmetros envolvidos. Por último, são apresentados os principais trabalhos de filtração no contexto de perfuração de poços de petróleo.

3.1 INTRODUÇÃO

Segundo McCabe *et al.* (1993), a filtração é definida como o processo de separação sólido-líquido no qual ocorre a passagem de uma suspensão através de um meio filtrante. A principal característica dessa operação é a retenção dos sólidos com diâmetro maior que o diâmetro da abertura do filtro na superfície do meio filtrante. Os processos de filtração podem ser subdivididos em três grandes grupos: filtração com formação de torta, filtração via clarificação e filtração de fluxo cruzado (MCCABE *et al.*, 1993). Esses processos são ilustrados na Figura 9.

Figura 9. Diferentes processos de filtração: (a) filtração com formação de torta; (b) filtração via clarificação; (c) filtração cruzada. Adaptado de McCabe *et al.*, (1993).



A filtração com formação de torta é usualmente empregada para separação de suspensões concentradas e consistem na classe de filtração mais difundida na indústria (FOUST *et al.*, 1982). Podem-se citar os filtros-prensa, filtros de mangas, filtros a vácuo e tambores rotativos

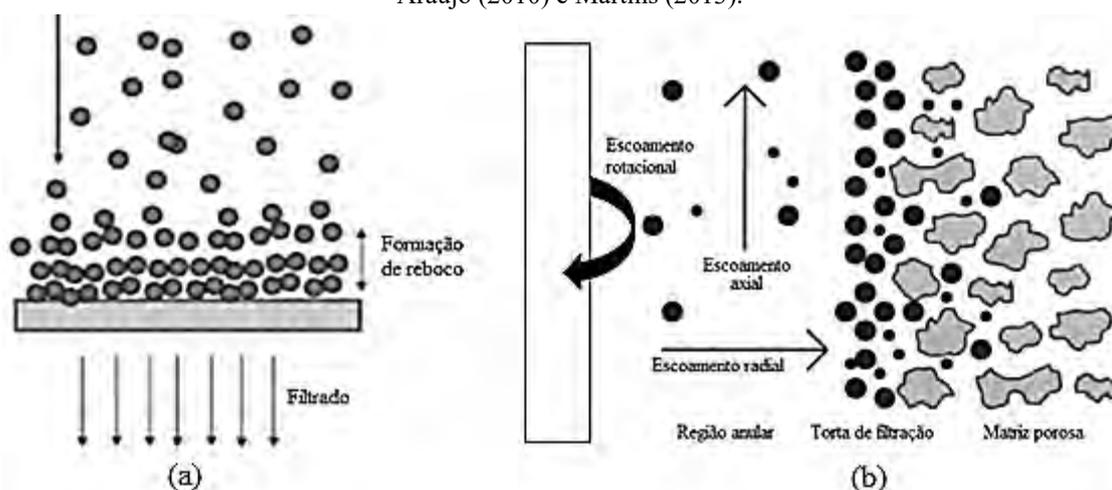
como tecnologias pertencentes a essa classe. Filtros clarificadores são aqueles pelos quais uma suspensão pouco concentrada atravessa uma camada espessa contendo diferentes materiais que atuam como meio filtrante (MCCABE *et al.*, 1993). Essa classe é mais utilizada na área de tratamento de águas e efluentes industriais. Os filtros em lamelas e filtros multimídia são os principais exemplos dessa classe.

Na filtração de fluxo cruzado, a suspensão escoava tangencialmente à superfície do meio filtrante, ao passo que o escoamento do filtrado ocorre devido ao diferencial de pressão. Nesse caso, não há a formação de torta, uma vez que o escoamento tangencial da suspensão é responsável por carregar as partículas sólidas retidas na superfície do meio filtrante. Como exemplos dessa tecnologia, pode-se citar a ultra e microfiltração e a osmose reversa (FOUST *et al.*, 1982).

Na perfuração de poços de petróleo, conforme apresentado nos capítulos anteriores, ocorre o escoamento dos fluidos de perfuração (suspensões) em direção ao reservatório. As rochas que compõem a parede do poço sendo perfurado atuam como meio filtrante que retém as partículas sólidas de diâmetro maior que o diâmetro dos poros em sua superfície, formando a torta de filtração. Nesse aspecto, vale observar a existência de dois fenômenos distintos de filtração ocorrendo simultaneamente: a filtração estática e a dinâmica (OUTMANS, 1963).

A filtração estática possui como principal característica o escoamento unidimensional, representado pela invasão do fluido de perfuração na rocha e formação de torta, ao passo que a filtração dinâmica corresponde ao processo em que ocorre o escoamento multidimensional da suspensão. A ação rotacional da broca e o escoamento ascendente do fluido de perfuração adicionam as componentes angular e axial ao escoamento do fluido através do meio poroso. Como resultado, um efeito cisalhante de erosão na torta formada na direção radial pode ser observado. A Figura 10 ilustra esquematicamente a filtração estática e dinâmica na perfuração.

Figura 10. Exemplificação para a filtração estática (a) e dinâmica (b) na perfuração de poços. Adaptado de Araújo (2010) e Martins (2013).



Apesar da aparente simplicidade do processo de filtração, o projeto de equipamentos, bem como o monitoramento das diversas propriedades, se mantém-se empíricos em quase sua totalidade (MAIDLA e WOJTANOWICZ, 1990; CHESSER *et al.*, 1994).

Uma vez iniciado o processo de perfuração, o poço torna-se inalcançável para equipamentos de medição e de coleta de amostras em tempo real. Pesquisas vêm sendo desenvolvidas de forma a utilizar equipamentos sonares para coletar dados em tempo real da formação rochosa (ROY e LUBCZYNSKI, 2003; HALDORSEN *et al.*, 2006). Todavia, essas técnicas não podem ser utilizadas para a medição de propriedades das tortas de filtração formadas nas paredes do reservatório devido à presença dos fluidos de perfuração que alteram a velocidade do som no meio, interferindo no sinal recebido pelos sensores.

Para otimizar a formação da torta de filtração, é necessário o estudo prévio do efeito dos diversos componentes do fluido de perfuração em propriedades da torta como a permeabilidade, porosidade, espessura e compressibilidade. Atualmente, esses estudos vêm sendo conduzidos em escala laboratorial a partir de instrumentos e equipamentos projetados a proporcionarem similaridade com uma condição de perfuração genérica (API RP 13B-1). E, a partir dos dados obtidos em bancada, as propriedades da torta são correlacionadas entre si a partir de equações constitutivas ou puramente empíricas, como apresentado neste capítulo.

Dessa forma, os avanços na modelagem e simulação desses sistemas são cruciais para redução de erros de predição e maior precisão de técnicas de controle, assim como melhor descrição do comportamento dinâmico do processo.

O tópico a seguir apresenta a evolução das diferentes metodologias de avaliação do processo de filtração estática com formação de torta sob uma perspectiva histórica. Em seguida (Seções 3.3 a 3.6), as principais propriedades relevantes ao estudo de filtração são apresentadas, assim como as equações constitutivas e métodos experimentais para a sua obtenção.

A filtração dinâmica tem destaque na Seção 3.7, compreendendo alguns aspectos teóricos relevantes para o entendimento da técnica e abordagens matemáticas propostas encontradas na literatura. Por fim, na Seção 3.8, são apresentados alguns modelos complexos de filtração nos quais técnicas numéricas de solução são empregadas.

3.2 HISTÓRICO E MODELOS SIMPLIFICADOS

A filtração é um dos processos de separação mais antigos desenvolvidos pelo homem. Relatos da aplicação da técnica remetem há tempos longínquos nos quais a Grécia antiga e Índia já utilizavam filtros de areia e cascalho para tratamento e purificação de água. Esses povos investigavam e desenvolviam novas técnicas para a remoção de sólidos em suspensão de grandes volumes de água, de forma a abastecer suas cidades LONDE, 2002.

Embora a técnica seja antiga, contribuições científicas registradas apareceram por volta do início do século XX. Almy e Lewis (1912) propuseram a equação fundamental da filtração, na qual consideravam a proporcionalidade entre o fluxo de líquido que percola um meio filtrante e a espessura da torta de filtração formada. Esse modelo, anos mais tarde, teve sua dedução elucidada por Weber e Hershey (1926). Os autores desenvolveram também a primeira relação direta entre pressão aplicada e taxa de filtração observada. Desde então, foi dada a largada para estudos e avaliações da validade do modelo proposto por Lewis e eventuais correções.

Sperry (1916,1917,1928), Baker (1921) e Weber e Hershey (1926) discorrem acerca da validade dessas equações e relações a partir de ensaios experimentais com filtros-prensa em

escala acadêmica. Baker (1921) aponta que a real importância e significância da equação de Lewis se enquadra na determinação da área de filtração efetiva necessária para filtros industriais. Adicionalmente, o autor, assim como Sperry (1928), discute a validade da hipótese da torta já pré-formada, a qual desempenha papel fundamental na dinâmica de filtração.

Weber e Herschey (1926) desenvolveram o conceito inicial de resistência da torta, considerada como uma função de sua espessura, área transversal e de um fator relativo à compressibilidade do sólido constituinte. Métodos analíticos de estimação de parâmetros de filtração, como apresentado em Baker (1921) e Gilse *et al.* (1924), contribuíram para que o modelo da equação fundamental perpetuasse por alguns anos no meio industrial para projetos de filtros-prensa.

Ruth *et al.* (1933) abordam em uma série de trabalhos que despontam no período de 1933 – 1935, intituladas “Estudos em Filtração”, nos quais os autores abordam uma série de questões envolvendo a discrepância de diversos dados experimentais em relação aos dados preditos pelas equações de Lewis (1912) e pelos métodos analíticos de Baker (1921) e Gilse *et al.* (1924). Esse comportamento errático se refere ao formato quadrático das curvas de filtração não contemplado pelas referidas equações. Assim como os trabalhos de Hinchley *et al.* (1925,1926) e Underwood (1929), os autores discutem que, ao contrário dos pressupostos de Lewis, a resistência do meio filtrante deveria ser levada em conta nos modelos de filtração.

As limitações experimentais da época prejudicaram a investigação dessas hipóteses, ainda que, com base na teoria comum, algumas delas puderam ser avaliadas. As pesquisas até então exemplificaram a dificuldade da obtenção de uma solução analítica para a taxa de filtração considerando apropriadamente todas as variáveis envolvidas. No entanto, os trabalhos de Ruth (RUTH *et al.*, 1933; RUTH, 1935; RUTH, 1946) levaram a uma quebra de paradigma e à teoria convencional para a filtração unidimensional.

Baseada em um sistema de associação de duas resistências em série, representando uma analogia com a elétrica, a teoria simplificada da filtração contempla dois parâmetros referentes às resistências mecânicas do meio filtrante e da torta de filtração. A equação obtida pela teoria simplificada da filtração é apresentada na Equação (3.1).

$$\frac{t}{V} = \frac{\eta \bar{\alpha}_t C}{2\Delta p A_f^2} V + \frac{\eta R_m}{\Delta p A_f} \quad (3.1)$$

em que V é o volume de filtrado, t é o tempo de filtração, η é a viscosidade do fluido, C é a concentração mássica de sólidos na torta, Δp é o diferencial de pressão aplicado, A é a área de filtração, $\bar{\alpha}_t$ é a resistividade média da torta e R_m é a resistividade média do meio filtrante. Essa equação é amplamente utilizada para pesquisa e para projetos de filtros industriais (OLIVIER *et al.*, 2007).

A resistividade da torta de filtração é uma propriedade local, função da massa de sólidos depositada em uma camada específica da torta e da pressão de compactação das mesmas (KOTTWITZ e BOYLAN, 1958). Essa definição está intrinsecamente conectada à definição e à avaliação da compressibilidade das tortas de filtração. As resistividades local e média da torta de filtração podem ser representadas por:

$$\alpha_t = \frac{1}{\rho_s (1 - \varepsilon) k(\varepsilon)} \quad (3.2)$$

$$\bar{\alpha}_t = \frac{p(l,t) - p(0,t)}{\int_0^{p(l,t) - p(0,t)} \frac{dp_s}{\alpha_t}} \quad (3.3)$$

Por se tratar de uma propriedade local, a resistividade da torta pode ser correlacionada com a pressão nos sólidos no ponto desejado, assim como a porosidade. Dessa forma, pode-se definir a resistividade local da torta como uma função da pressão nos sólidos, como por exemplo na forma das Equações 3.4 (TILLER e CRUMP, 1977) e 3.5 (TILLER *et al.*, 1987).

$$\alpha_t = \alpha_{to} p_s^{-\zeta} \quad (3.4)$$

$$\alpha_t = \alpha_{to} \left(1 + \frac{p_s}{p_a} \right)^{\zeta} \quad (3.5)$$

Nas equações anteriores, α_{to} é um parâmetro de ajuste do modelo, p_a é um parâmetro empírico sem significado físico e ζ é o coeficiente de compressibilidade. No caso da ausência de uma célula de compressão para a determinação das pressões locais, o perfil de α_t é desconhecido. Dessa forma, faz-se uso da resistividade média, conforme descrito nas Equações (3.2) e (3.3).

O método de determinação de $\bar{\alpha}_t$ e R_m proposto em diversos trabalhos publicados na literatura, bem como na maioria dos projetos de filtros industriais, baseia-se na obtenção de dados de volume de filtrado e na posterior regressão linear dos dados obtidos. Dados de t/V em função de V são descritos por retas com coeficiente angular e linear bem definidos. A partir deles, são obtidos os valores para os parâmetros $\bar{\alpha}_t$ e R_m .

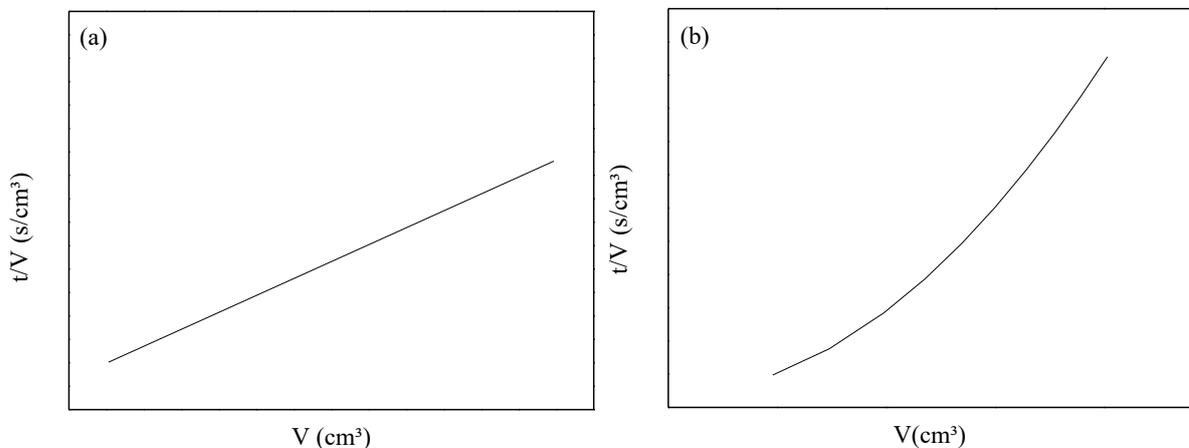
Embora o modelo apresentado na Equação (3.1) possa representar de forma aceitável o comportamento das curvas de filtração, ele apresenta alguns contrapontos a serem discutidos.

- Uma das hipóteses assumidas no desenvolvimento matemático do modelo é a de torta de filtração incompressível ou de baixa compressibilidade. Experimentalmente observa-se que a maioria das tortas de filtração com diferentes materiais apresentam compressibilidade significativa e, por vezes, elevada;
- Como apontado por Olivier *et al.* (2007), o modelo da Equação (3.1) não leva em conta características estruturais da torta de filtração formada ao longo do experimento. Trabalhos sequenciais, como os de TILLER (1953, 1955), procuraram descrever o comportamento de propriedades como porosidade, permeabilidade e resistividade da torta com o avanço da filtração;
- A literatura já conta com discussões acerca da nulidade da hipótese de $\bar{\alpha}_t$ e R_m como valores constantes, uma vez que tanto a resistividade média da torta quanto a resistência do meio filtrante variam ao longo do processo de filtração. Tiller e Leu (1983) ainda restringem a validade da Equação (3.1); ela deve ser usada

apenas quando $\bar{\alpha}_t$ e R_m são considerados constantes ao longo do processo de filtração;

- Para a obtenção da permeabilidade da torta de filtração, devem-se utilizar dados experimentais de porosidade média de torta obtidos via gravimetria, conforme mostrado na Equação (3.2). Nesse caso, é importante salientar que os erros experimentais associados à medida da porosidade média de torta (variável experimental não controlada) não são levados em conta na obtenção da permeabilidade (parâmetro), tendo em vista a abordagem baseada na teoria simplificada de filtração;
- Outra questão importante a ser levantada é referente ao caráter Newtoniano do fluido-base a ser filtrado. A Equação (3.1) assume a hipótese de fluido Newtoniano, que é validada pela equação da reta, quando dados experimentais de filtração são plotados na forma $t/V \times V$. Quando o fluido-base apresenta elevado caráter não-Newtoniano, a curva de filtração não é mais descrita por uma reta, mas sim uma curva suave com ponto de inflexão. Nesse caso, a equação da teoria simplificada não é adequada. A Figura 11 a seguir apresenta, de uma forma comparativa, o efeito do caráter Newtoniano dos fluidos na curva de filtração $t/V \times V$.

Figura 11. Curvas $t/V \times V$ para fluidos Newtonianos (a) e não-Newtonianos (b).



Tiller e Yeh (1987) consideram o fenômeno de colmatção do meio filtrante como um fator determinante para a variação temporal de R_m . Para cada diferente tipo de meio filtrante, tais como discos cerâmicos, rochas sintetizadas, tecido ou papel de filtro, há uma faixa característica de diâmetros de retenção. Se a distribuição de tamanhos das partículas presentes na suspensão a ser filtrada incluir diâmetros inferiores àqueles admitidos na retenção dos filtros, ocorre a invasão e penetração de material particulado através do meio filtrante (TILLER e LEU, 1983; NOTEBEART *et al.*, 1975; ENDO e ALONSO, 2001).

Notebeart *et al.* (1975) propuseram uma correlação empírica para o cálculo da variação temporal da resistência do meio filtrante em função da massa de sólidos presentes na torta.

$$R_m = R_{m\infty} - (R_{m\infty} - R_{m0}) e^{-j \left(m_s^A \right)^2} \quad (3.6)$$

em que R_{m0} é a resistência do meio filtrante na ausência de sólidos ou, no início da filtração, j é um parâmetro do modelo, m_s^A é a massa de torta seca por área de filtração e $R_{m\infty}$ é a resistência final do meio filtrante.

Baseado na teoria simplificada da filtração, Castro (1981) desenvolveu um modelo para a filtração estática unidimensional considerando o comportamento não-Newtoniano do fluido base. Nesse trabalho, a viscosidade aparente do fluido foi descrita pelo modelo *Power-Law*. O modelo desenvolvido por Castro (1981) é apresentado na Equação (3.7):

$$V = \frac{n}{(n+1) A_f b} \left(\frac{K}{\Delta p} \right)^{\frac{1}{n}} \left[(a + bV)^{\left(\frac{n+1}{n} \right)} - a \left(\frac{n+1}{n} \right) \right] \quad (3.7)$$

em que os grupos a e b são definidos como:

$$a = R_m k_m^{\frac{1-n}{2}} \Omega_m^{1-n} \quad (3.8)$$

$$b = \frac{\bar{\alpha}_t^{\frac{n+1}{2}} (1-\bar{\varepsilon})^{\frac{n-1}{2}} \rho_f \rho_s^{\frac{n-1}{2}} C}{A_f} \quad (3.9)$$

Na Equação (3.8), Ω_m é um fator geométrico, geralmente assumido como igual a 1,0 e k_m é a permeabilidade do meio filtrante, definido pela relação l_m/R_m , sendo l_m a espessura do meio filtrante.

A Equação (3.7) é uma extensão da teoria simplificada da filtração na qual, após a substituição de $n = 1$ (índice de comportamento para fluidos Newtonianos), o modelo recai na Equação (3.1). Apesar de considerar o efeito das tensões e da taxa de cisalhamento no comportamento reológico do fluido-base, a Equação (3.7) apresenta algumas limitações remanescentes do modelo de Ruth (Equação 3.1).

De forma análoga à fonte original, o modelo desconsidera eventuais variações dinâmicas da resistividade média da torta, assim como da resistência do meio filtrante. Para a determinação da permeabilidade da torta, Castro (1981) relata a necessidade da estimação dos parâmetros intermediários “a” e “b” a partir dos dados experimentais de volume de filtrado e de tempo de filtração. A partir de “a” e “b”, são determinados os parâmetros R_m , k e $\bar{\alpha}_t$. Adicionalmente, propriedades estruturais da torta e a compressibilidade da mesma não são contempladas pelo modelo.

Dewan e Chenevert (1993,2001) apresentaram um modelo empírico para calcular a espessura da torta e o fluxo de filtrado ao longo do tempo de filtração sob condições de filtração estática e dinâmica. O modelo proposto pelos autores é apresentado na Equação (3.10) a seguir.

$$q(t) = \frac{p - p_{mc}(t)}{14,7} \frac{k_m}{1000} \frac{1}{\eta l_m} \quad (3.10)$$

em que p é a pressão total aplicada e p_{mc} é a diferença de pressão na torta de filtração. No início da filtração, quando não há torta formada, p_{mc} é nulo e o fluxo de filtrado é máximo. Conforme ocorre o avanço da filtração e a formação da torta, p_{mc} aumenta e o fluxo de filtrado é reduzido. Os autores apresentam a seguinte relação para o cálculo de $p_{mc}(t)$:

$$p_{mc}(t) = 14700 \frac{q(t) l_{mc}(t) \eta}{k(t)} \quad (3.11)$$

sendo k e l_{mc} , respectivamente, a permeabilidade e a espessura da torta de filtração. Adicionalmente, os autores propõem uma série de correlações para a espessura da torta, porosidade e permeabilidade. As equações empíricas para a porosidade e a permeabilidade são apresentadas e detalhadas nas Seções 3.4 e 3.5 deste capítulo. Para a espessura de torta, os autores propõem a seguinte correlação:

$$l_{mc}(t) = \int_0^t \left[q(t) \frac{\varepsilon_{s,susp}}{1 - \varepsilon_{s,susp} - \varepsilon} a_d(t) \right] dt \quad (3.12)$$

em que $\varepsilon_{s,susp}$ é a concentração volumétrica de sólidos na suspensão, l_{mc} é a espessura da torta de filtração e $a_d(t)$ é a fração aderida. Os autores indicam que, para a filtração estática, todas as partículas são aderidas à torta e o coeficiente a_d é igual à unidade. Para a filtração dinâmica, o coeficiente a_d diminui com o tempo de filtração, atingindo um valor constante quando a espessura da torta se aproxima de um valor de equilíbrio (DEWAN e CHENEVERT, 1993,2001).

Ao longo da filtração, a Equação (3.12) é utilizada para considerar o incremento natural da espessura da torta de filtração.

$$l_{mc,2} = l_{mc,1} \frac{1 - \varepsilon_1}{1 - \varepsilon_2} \quad (3.13)$$

em que os subscritos 1 e 2 representam as propriedades calculadas nos tempos t_1 e t_2 , sendo $t_2 > t_1$.

Adicionalmente, os autores sugerem um método gráfico para obtenção do índice de compressibilidade da torta de filtração, a partir da construção da curva de *Slowness* (S). Essa metodologia é discutida com mais detalhes na Seção 3.6 deste capítulo. Os tópicos seguintes apresentam as principais equações constitutivas e empíricas utilizadas nos estudos de filtração.

3.3 PRESSÃO NOS SÓLIDOS

É de conhecimento comum que com o avanço da filtração, a porosidade local da torta é reduzida na direção do fluxo de líquido que se direciona ao meio filtrante (TILLER, 1953). O arranjo tridimensional e a estrutura ordenada de deposição dos sólidos levam ao aumento das forças de compressão nos sólidos em regiões mais próximas do meio filtrante, justificando a redução da porosidade (TILLER, 1958; SMILES, 1970).

Segundo Tiller (1953), a pressão total diferencial aplicada na célula de filtração pode ser decomposta entre duas contribuições: a pressão na fase fluida e a pressão nos sólidos. Ambas as contribuições são originadas a partir de um balanço de forças na torta, em que, a cada nova camada, há um aumento diferencial dp_s relativo ao aumento das forças de compressão aplicadas à fase sólida. Contrariamente, há um decréscimo diferencial das forças aplicadas à fase fluida dp_f . Portanto, o balanço de forças na célula de filtração pode ser descrito pela Equação (3.13).

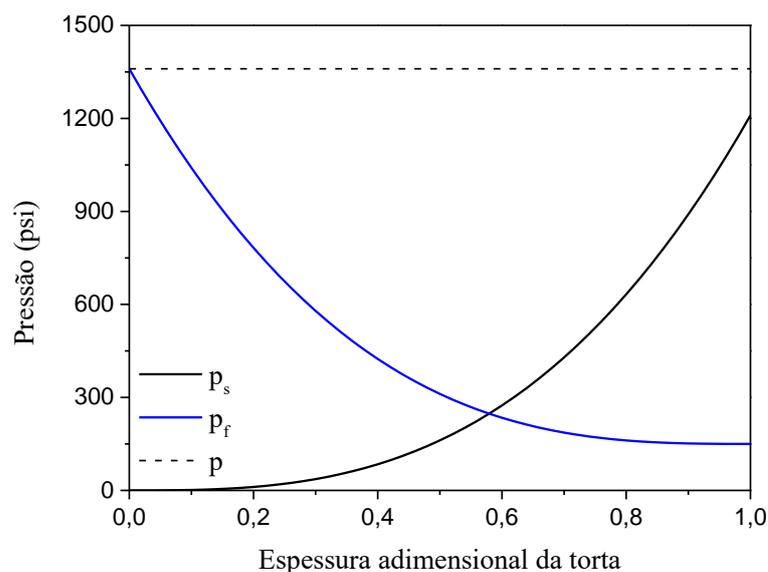
$$dp_s = -dp_f \quad (3.14)$$

No início da filtração, no caso de suspensões diluídas, a concentração de sólidos em suspensão geralmente não é suficiente para garantir uma contribuição expressiva da força de compressão nos sólidos. Dessa forma, considera-se que a pressão nos sólidos (p_s) no início da filtração, assim como na interface suspensão-torta de filtração, é constante e nula, enquanto que a pressão no fluido (p_f) é equivalente à pressão total aplicada (TILLER, 1953, 1955; TILLER e COOPER, 1960; TILLER e LEU, 1983; ARTHUR *et al.*, 1988; DI JIAO e SHARMA, 1992).

A Figura 12 apresenta um esquema generalizado da dinâmica de variação da pressão nos sólidos e no fluido em função da espessura da torta de filtração. Na figura, o ponto inicial para a variável adimensionalizada de espessura refere-se a superfície da torta (interface torta-suspensão).

Observa-se que à medida que a torta de filtração é formada no interior da célula de filtração, ocorre o aumento da pressão nos sólidos até alcançar seu valor de máximo na interface torta-meio filtrante.

Tiller (1953,1955), Tiller e Cooper (1962), Shirato *et al.* (1969), Ershaghi e Azari (1980) e Shirato *et al.* (1980) apresentaram em seus modelos de filtração a hipótese de que a resistência do meio filtrante pode ser ignorada e que, na interface torta-meio filtrante a pressão no fluido se equivale à pressão atmosférica de saída do filtrado. Dessa forma, a pressão no fluido é desprezada frente à contribuição expressiva da pressão nos sólidos, que é admitida como equivalente à pressão total aplicada.

Figura 12. Variação de p_s e p_f ao longo da torta de filtração.

D'Ávila e Sampaio (1977) apresentaram um estudo rigoroso a respeito da variação da pressão nos sólidos em função da concentração desses sólidos na suspensão. Para os autores, a variação da pressão nos sólidos é decorrente do acúmulo de sólidos gerado pelo efeito das forças de campo atuantes no sistema. No caso da filtração, o gradiente de pressão é a força-motriz do processo e, portanto, o responsável pelo acúmulo de sólido nas regiões próximas ao meio filtrante, contribuindo para o aumento da pressão nos sólidos nessas regiões.

Experimentalmente a pressão nos sólidos pode ser obtida a partir de ensaios em células de permeabilidade via compressão ou a partir de dados de diferença de pressão com a resistência total à filtração (TILLER *et al.*, 1972; WAKEMAN, 1981, MURASE *et al.*, 1989). Esse aparato experimental consiste em um cilindro com um pistão móvel, responsável por aplicar uma carga à matriz porosa em análise. Com o experimento, são obtidos dados de porosidade e de permeabilidade (ou resistência) em função da pressão aplicada, a partir da percolação de um fluido de teste através do meio poroso.

Se as forças de compressão forem consideradas constantes ao longo da célula de compressão, então os dados experimentais obtidos podem ser utilizados via integração numérica para a determinação da resistividade média da torta de filtração (TILLER *et al.*, 1972). Entretanto, em alguns casos, efeitos de fricção entre as paredes da célula e o sistema pistão-torta de filtração podem levar à não-uniformidade da distribuição de tensões na torta, impossibilitando a correlação direta com a resistividade da torta (WAKEMAN, 1981).

Efeitos da fricção de sólidos nas paredes da célula e da não-uniformidade das tortas de filtração nos dados experimentais obtidos nas células de compressão foram avaliados por Tiller *et al.* (1972), Tiller e Lu (1972), Lu *et al.* (1998a,b) e Zhao *et al.* (2003).

Lu *et al.* (1998a) avaliaram a distribuição de tensões na estrutura de tortas de filtração confinadas. Os autores obtiveram fatores de correção para o perfil de tensões, considerando os efeitos de fricção nas paredes da célula, como proposto por Tiller *et al.* (1972). Zhao *et al.* (2003) avaliaram o efeito da aplicação de perfis transientes de tensões, deformações e distribuições de porosidade na formação e na compressibilidade de tortas de filtração em uma

célula de compressão. Os autores obtiveram bons resultados de ajuste do modelo quando comparados aos dados experimentais apresentados por Lu *et al.* (1998a).

Como discutido nesse tópico, a pressão nos sólidos tem relação direta com a porosidade e a concentração de sólidos (TILLER e TSAI, 1985) das tortas de filtração. A determinação da distribuição de porosidades locais em função da pressão nos sólidos é melhor detalhada na próxima seção.

3.4 POROSIDADE

A porosidade é usualmente definida como a fração de vazios em um meio poroso. Particularmente, essa propriedade está relacionada com diversos outros parâmetros e fenômenos durante a filtração com formação de torta.

A importância da porosidade na filtração foi observada já nos primeiros trabalhos relacionados ao tema, como em Kozeny (1927) e Ruth (1933, 1935 1946), nos quais ela foi relacionada como uma das propriedades responsáveis pela resistência global do processo de filtração.

Nos anos que se sucederam, Frank M. Tiller juntamente com seus associados, publicou diversas pesquisas buscando compreender o real papel da porosidade na filtração. A série “*The Role of Porosity in Filtration*” apresenta um estudo aprofundado sobre diversos aspectos da variação da porosidade das tortas de filtração associadas a mudanças no diferencial de pressão aplicada, na taxa de filtração, na estrutura e na dinâmica de crescimento das tortas de filtração.

Tiller (1953) apresentou um estudo acerca da determinação da porosidade de tortas de filtração a partir de testes de consolidação de tortas, utilizando células de compressão-extensão. Como resultados, curvas dinâmicas de evolução da porosidade com o tempo de teste foram obtidas para diferentes pressões aplicadas. Para tortas de filtração formadas com fragmentos rochosos, a permeabilidade média final é alcançada com cerca de 5 minutos de teste. Para tortas formadas por argilas naturais ou similares, o tempo necessário para alcançar o valor de equilíbrio é muito maior.

A porosidade das tortas de filtração pode ser definida como função apenas da variável espacial do eixo de orientação e da pressão nos sólidos (TILLER, 1953,1955,1958; TILLER e COOPER, 1960; OUTMANS, 1963; SHIRATO *et al.*, 1968; SMILES, 1970; SHIRATO *et al.*, 1971, TILLER e LEU, 1983).

A dependência da porosidade com a pressão nos sólidos pode ser ajustada a partir de um modelo empírico de lei de potência, tal qual exibido na Equação (3.14).

$$\varepsilon = \varepsilon_0 p_s^{-\zeta} \quad (3.15)$$

sendo ε a porosidade e ε_0 e ζ os parâmetros de ajuste do modelo. O modelo de potência ilustrado pela Equação (3.14) apresenta bons ajustes para dados experimentais obtidos em filtrações a baixas pressões (aproximadamente 100 psi ou 0,69 MPa). Porém, ele não fornece dados satisfatórios quando utilizado em condições de altas pressões (TILLER, 1953).

De fato, Terzaghi e Peck (1948) propuseram uma equação diferente para descrever a variação da porosidade em função da pressão nos sólidos. Para tortas de filtração contendo materiais argilosos, os autores observaram um comportamento linear quando os dados são comparados em escala logarítmica. A relação proposta pelos autores é da forma:

$$\frac{\varepsilon}{1-\varepsilon} = C_1 \ln(p_s) + C_2 \quad (3.16)$$

sendo c_1 e c_2 os parâmetros de ajuste do modelo. Os autores observaram um bom ajuste aos dados experimentais para tortas obtidas a partir de filtrações conduzidas em intervalos de 142 a 1420 psi.

Para melhor desenvolver o conhecimento a respeito da aplicabilidade e limites da Equação (3.14), Tiller (1955) agrupa uma série de dados de porosidade em uma ampla faixa de trabalho para a pressão nos sólidos. Para tortas de filtração compostas por diferentes materiais, os dados experimentais, quando plotados em escala semi-log, apresentam comportamento linear entre 100 e 600 psi, indicando a validade da Equação (3.14) nessa faixa de trabalho.

Quando analisada em baixas pressões, a porosidade calculada via Equação (3.14) tende ao infinito, limitando o uso da equação nessas condições de pressão. Como orientação, para pressões na faixa de 1 psi (0,01 MPa), aconselha-se a considerar a porosidade constante (TILLER, 1953,1955).

De forma a contornar o efeito singular da Equação (3.14), Tiller *et al.* (1987) apresentam uma modificação, considerando os efeitos da compressibilidade da torta de filtração.

$$\varepsilon = \varepsilon_o \left(1 + \frac{p_s}{p_a} \right)^\beta \quad (3.17)$$

em que p_a é um parâmetro empírico do modelo e β é o coeficiente de compressibilidade da torta de filtração. Os autores propõem correlações similares para a resistividade média da torta e permeabilidade. Segundo os autores, quando a compressibilidade β é superior a 2, a faixa de aplicabilidade do modelo decresce e os ajustes experimentais passam a apresentar um desvio considerável.

Pesquisas na área da filtração de fluidos de perfuração são direcionadas ao emprego de elevadas condições de temperatura e de pressão. O critério API (API 13B-1, 2003) sugere um diferencial de pressão de aproximadamente 500 psi (3,45 MPa) para os testes experimentais. Entretanto, os trabalhos publicados na literatura sugerem que a avaliação do efeito da pressão diferencial nas propriedades das tortas de filtração deve ser efetuada a partir de uma varredura ao longo de uma faixa estabelecida. A Tabela 9 apresenta exemplos de faixas de pressão diferencial típicas para estudos de filtração.

Tabela 9. Faixas de diferencial de pressão aplicadas em alguns trabalhos experimentais de filtração

Referência	Faixa de pressão
Fisk e Jamison (1989)	600 psi
Dewan e Chenevert (2001)	300 – 1000 psi
Elkatany e Mahmoud (2011)	300 psi
Balavi e Boluk (2017)	600 psi
Da Silva (2017)	300 – 700 psi

Observa-se que a faixa usual experimental coincide com a faixa linear semi-log das Equações (3.14) e (3.15), validando assim sua utilização na modelagem da variação da porosidade nas tortas de filtração.

Dewan e Chenevert (1993,2001) propõem uma relação empírica para o cálculo da porosidade média da torta de filtração, como função da pressão aplicada.

$$\varepsilon = \frac{\varepsilon_0}{\Delta p^{\delta v}} \quad (3.18)$$

em que δ é uma constante do modelo na faixa de 0,1-0,2 e v é o índice de compressibilidade da torta de filtração. O modelo proposto pelos autores pode ser utilizado para avaliar a dinâmica de variação da porosidade a partir da variação do diferencial de pressão observado através da torta.

De uma forma geral, as equações para a porosidade de meios porosos compressíveis possuem dois aspectos limitantes quanto a sua utilização:

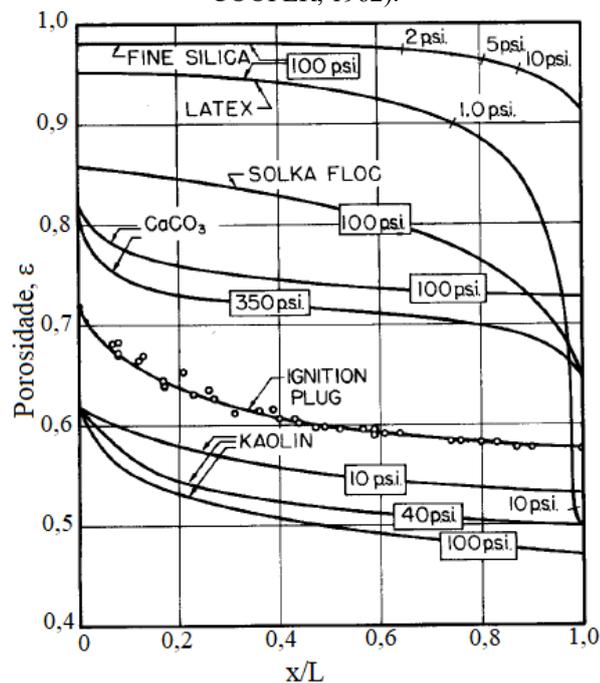
- São modelos empíricos. As equações constitutivas para a porosidade encontradas na literatura referentes às pressões nos sólidos (ou pressão total aplicada) provêm de ajustes de modelos a dados experimentais e que, portanto, não são válidas em todas as faixas de uso de pressão;
- São propriedades médias globais. Todos os modelos de porosidade apresentados até aqui admitem uma porosidade média em função da pressão. Como a estrutura interna das tortas de filtração estão em constante mudança ao longo do processo de filtração, a determinação das propriedades locais de forma dinâmica torna-se complexa. Dessa forma, admite-se que a porosidade média não varia de forma significativa com a dinâmica de filtração, sendo função somente da pressão (TILLER, 1953).

Para a obtenção das porosidades locais, um perfil de concentração de sólidos deve ser obtido a partir de experimentos em uma célula de compressão-extensão ou com a aplicação de técnicas numéricas para as equações de transporte.

Para tal, a premissa inicial apresentada na literatura é a unidimensionalização da porosidade; ou seja, a porosidade possui comportamento aproximadamente constante ao longo da posição radial das tortas de filtração. Desta forma, a porosidade se torna apenas função da posição axial (espessura) da torta de filtração (TILLER e COOPER, 1962; SHIRATO *et al.*, 1971; ELKATATNY, 2012).

Dados presentes na literatura mostram que a porosidade local parte de um valor máximo na superfície da torta em contato com a suspensão, até um valor mínimo na interface com o meio-filtrante. Shirato e Okamura (1959) já haviam correlacionado dados de porosidade em função de uma variável adimensional x/L representando a posição axial da torta de filtração. Os autores observaram que a porosidade local decresce exponencialmente conforme há a aproximação do meio filtrante, atingindo um valor mínimo constante nessa região. Exemplos de perfis de distribuição de porosidades são ilustrados na Figura 13.

Figura 13. Perfis de porosidade com a posição adimensional na torta de filtração (adaptado de TILLER e COOPER, 1962).



Na Figura 13, x/L é um grupo adimensional relacionado à espessura da torta analisada. Esse grupo é dado pela expressão (TILLER, 1955; SHIRATO e OKAMURA, 1959) apresentada na Equação (3.18).

$$\frac{x}{L} = \frac{\int_0^{p_s} \frac{dp_s}{\alpha(1-\epsilon)}}{\int_0^p \frac{dp_s}{\alpha(1-\epsilon)}} \quad (3.19)$$

A integral presente no denominador da Equação (3.18) é sempre constante para uma dada pressão total aplicada, p , e representa a parcela referente à espessura da torta formada. A integral presente no numerador é função do limite superior de integração para cada ponto interno da torta. A partir dessa equação, tem-se uma relação entre a posição em um ponto interno da torta e a pressão nos sólidos aplicada referente àquele ponto.

Observa-se que para a maioria dos materiais, a porosidade tem comportamento decrescente ao longo da espessura da torta de filtração. Vale ressaltar que a distância x

mensurada segue em direção à interface torta-meio filtrante. Nesse caso, para a posição inicial $x/L = 0$ (superfície da torta), a porosidade se mantém constante e não é função da pressão aplicada.

A partir da Figura 13, pode-se observar que, para sólidos de elevada capacidade compressível como o látex e partículas de sílica, o comportamento da curva de porosidade local calculada é diferente dos outros materiais. Para materiais semelhantes, as partículas localizadas próximo ao meio filtrante recebem uma carga adicional à pressão nos sólidos já existente e, portanto, apresentam maior compactação em sua estrutura agregada. Dessa forma, observa-se uma queda brusca na curva de porosidade ao se aproximar dessas regiões (TILLER e COOPER, 1962; SHIRATO *et al.*, 1971).

Baird *et al.* (1967) e Shirato *et al.* (1971) mensuraram experimentalmente o crescimento de tortas de filtração, bem como os perfis de concentração de sólidos em tortas de filtração a partir da avaliação da resistência elétrica obtida com a utilização de eletrodos distribuídos uniformemente ao longo da região de crescimento da torta. Os primeiros autores observaram uma instabilidade para tortas de filtração argilosas de elevada concentração com consecutivo colapso quando atingido um valor crítico de espessura. Nesse trabalho, os autores não correlacionaram matematicamente os dados de resistência elétrica em porosidades locais, mas aproximaram os dados obtidos de forma quantitativa à porosidade e a espessura da torta.

Shirato *et al.* (1971) propuseram uma correlação direta entre a porosidade local e a resistência elétrica medida ao longo da espessura da torta de filtração formada. Um fator de proporcionalidade foi obtido após a calibração dos eletrodos utilizando uma solução salina de NaCl, nas diferentes condições de temperatura avaliadas na pesquisa. Após a calibração, os autores conduziram seus experimentos nas mesmas temperaturas utilizadas nos testes de calibração. A equação apresentada pelos autores para a porosidade local é apresentada na Equação (3.20).

$$\varepsilon = \exp \left[-0,277 \left(\frac{R_{es}}{R_{es}^0} - 1 \right) \right] \quad (3.20)$$

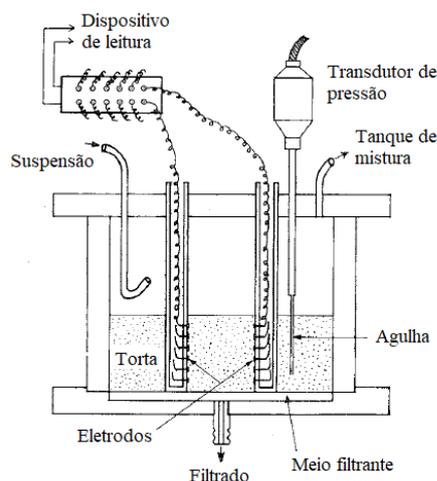
em que R_e é a resistência elétrica pontual medida na torta de filtração e R_e^0 é a resistência elétrica da solução de calibração na mesma temperatura da filtração. Um esquema da célula de filtração utilizada pelos autores é apresentado na Figura 14.

Embora a metodologia experimental adotada pelos autores seja promissora, ela promove a distinção e a particularização de experimentos que são elegíveis a serem desenvolvidos. Segundo os autores, os pontos de coleta de dados de resistência elétrica estão igualmente espaçados em cerca de 10 mm a partir do meio filtrante, contemplando 6 pontos de coleta de dados.

Dessa forma, para garantir a coleta adequada de dados experimentais, a torta formada deve possuir espessura média esperada de 60 mm ou acima. Assim, para a obtenção de tortas com a espessura adequada ao experimento, devem-se utilizar suspensões de elevada concentração de sólidos. Alternativamente, podem-se conduzir experimentos em temperaturas elevadas, o que contribui para o aumento da taxa de deposição dos sólidos na torta de filtração.

A área efetiva de filtração pode também ser reduzida em prol da obtenção de tortas mais espessas.

Figura 14. Célula de filtração com eletrodos, utilizada por Shirato *et al.* (1971) (Adaptada de SHIRATO *et al.*, 1971).



Outro ponto a ser discutido é acerca da necessidade da instalação de um dispositivo adicional na célula de filtração, de forma a obter dados de pressão nos sólidos ao longo da espessura da torta de filtração. Como apontado por Fathi-Najafi e Theliander (1995) e Lu *et al.* (1998), a utilização de dois dispositivos inseridos na região de formação da torta pode gerar efeitos de empacotamento das partículas, levando à obtenção de erros de medição ao longo do experimento.

É também verdade que a metodologia pode vir a ser de grande valia em testes de determinação da porosidade local em tortas de filtração, desde que alguns parâmetros de projeto sejam reavaliados, tais como o número de pontos de coleta e espaçamento entre os mesmos. Shirato *et al.* (1971) obtiveram ainda perfis dinâmicos pontuais para as porosidades locais como função da evolução do fluxo de filtrado, permitindo também a avaliação dinâmica da variação da porosidade local em adição à apresentada variação espacial.

De forma análoga à pesquisa de Shirato *et al.* (1971), perfis de porosidade foram obtidos experimentalmente utilizando a técnica de resistência elétrica por Shirato e Aragaki (1972), Wakeman (1981) e Chase e Willis (1991). Os autores concluem que o posicionamento dos eletrodos ao longo da parede da célula de filtração pode influenciar o mecanismo de formação de torta, uma vez que estes podem afetar o escoamento do fluido através da torta.

Bierk *et al.* (1988), Tiller *et al.* (1990), Jia *et al.* (2005) obtiveram perfis de porosidade em tortas de filtração a partir da aplicação da técnica de raios-X. Utilizou-se um dispositivo emissor de raios-X acoplado a um sistema de controle e obtenção de dados à célula de filtração, de forma a obter dados de concentração de sólidos ($1-\epsilon$) a cada 1 segundo de teste ao longo de toda a espessura da torta formada. Os autores observaram 3 momentos distintos em relação à concentração média de sólidos na torta:

- No início da filtração, no período de estabilização e durante o aumento da diferença de pressão ao longo da torta, a concentração média de sólidos não apresentou valores

constantes. Observou-se um aumento gradual da mesma até uma concentração de equilíbrio, quando então a diferença de pressão ao longo da torta atingiu um valor constante;

- Ao longo da filtração, agora com a diferença de pressão na torta constante, a concentração média de sólidos na torta se manteve constante;
- O aumento da concentração média de sólidos foi novamente observado após o início da etapa de compressão da torta, quando as partículas sólidas já estavam aderidas integralmente na mesma.

Horsfield *et al.* (1989) e La Heij *et al.* (1996) determinaram experimentalmente os perfis de porosidade de tortas de filtração utilizando a técnica de ressonância magnética. Essa técnica juntamente com a técnica de raios-X representa técnicas não-destrutivas que são indicadas à avaliação da estrutura interna de tortas de filtração, uma vez que não influenciam de nenhuma forma a natureza de compactação e a organização tridimensional das partículas.

Os autores observaram que, para o caso de suspensões diluídas, a porosidade da suspensão e a porosidade na superfície da torta de filtração apresentam uma diminuta diferença indicando a ausência de uma descontinuidade na porosidade em termos de distância a partir do meio filtrante. Adicionalmente, foi observado que a porosidade na interface torta-meio filtrante não decresce rapidamente como esperado, mas sim na forma de uma curva potencial suave (LA HEIJ *et al.*, 1996).

Relativo ao efeito da compressibilidade da torta na porosidade, Tiller e Yeh (1985) observaram que para tortas aproximadamente incompressíveis, o formato das curvas do perfil de porosidade apresenta um formato côncavo decrescente. O aumento do índice de compressibilidade leva a uma alteração no comportamento da distribuição de porosidades para um formato convexo. Nesse caso, o aumento do grau de compressibilidade da torta leva ao aumento da compactação de sua estrutura desde a interface com o meio filtrante até regiões mais afastadas dessa.

Na teoria da filtração considera-se que, para filtrações a pressão constante, as consideradas propriedades locais das tortas de filtração são funções apenas do ponto de distância adimensional vertical x/L a partir da superfície da mesma (TILLER, 1955,1958; TILLER e COOPER, 1960,1962; TILLER e SHIRATO, 1965). Essa dedução se apresenta válida quando é considerado um estado pseudo estacionário em que o tempo de filtração é suficientemente longo, validando a consideração de propriedades locais da torta independentes do tempo e, portanto, apresentam um valor constante a cada camada da torta de filtração, a partir do meio filtrante (ERSHAGHI e AZARI, 1980; SHIRATO *et al.*, 1980).

A porosidade média da torta de filtração pode ser determinada analiticamente a partir da correlação com as porosidades locais individuais e a posição adimensional x/L . Tiller e Cooper (1962) apresentam duas formulações distintas para o cálculo da porosidade média das tortas de filtração. A primeira é obtida a partir da definição clássica para uma propriedade média, com a sequente substituição da equação de porosidade local.

$$\bar{\varepsilon} = \frac{1}{L} \int_0^L \varepsilon dx \quad (3.21)$$

em que $\bar{\varepsilon}$ é a porosidade média e L é a espessura da torta. Os autores apontam que o termo $(1-\varepsilon)$ pode ser reescrito em termos da pressão nos sólidos quando essa relação é conhecida. Entretanto, a utilização de uma equação para descrever o comportamento da relação $\varepsilon(p_s)$ pode levar a uma integral complexa para se resolver analiticamente possibilitando apenas a resolução numérica.

A segunda proposta fomentada pelos autores pode ser aplicada para tortas de filtração de baixa compressibilidade, nas quais a pressão aplicada não exerce efeitos muito significativos na porosidade local.

$$1 - \bar{\varepsilon} = (1 - \bar{\varepsilon}_0) \left(\frac{p}{p_a} \right)^\beta \quad (3.22)$$

em que $\bar{\varepsilon}_0$ é a porosidade média calculada em uma filtração conduzida sob pressão p_0 e β é a compressibilidade da torta.

Experimentalmente, a porosidade média pode ser obtida pela da técnica de gravimetria a partir da relação de massas seca (m_{seca}) e úmida (m_{umida}) da torta de filtração. Dessa forma, após a aplicação de um balanço de massa na torta de filtração, a porosidade média pode ser calculada a partir da Equação (3.23) (Dewan e Chenevert (1993,2001)).

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\frac{m_{umida}}{m_{seca}} - 1}{\frac{m_{umida}}{m_{seca}} - 1 + \frac{\rho_f}{\rho_s}} \quad (3.23)$$

A Equação 3.23 é a mais utilizada em trabalhos relacionados à filtração com formação de torta, uma vez que é função apenas de variáveis obtidas em experimentos de gravimetria. Por outro lado, sabe-se que a Equação (3.21) fornece resultados mais precisos devido a sua natureza analítica, baseada no princípio algébrico de uma propriedade média. Entretanto, para a aplicação da Equação (3.21), é necessário o conhecimento do perfil de porosidade local para posterior integração numérica.

3.5 PERMEABILIDADE

O fluxo de perda dos fluidos de perfuração para a formação rochosa é regulado pela torta de filtração de baixa permeabilidade formada na parede dos poços. Para tal, os fluidos de perfuração devem ser projetados de tal modo que a formação de uma torta de filtração com a menor permeabilidade possível seja obtida, para minimizar o fluxo de filtrado e manter a estabilidade do poço de perfuração.

De forma geral, a permeabilidade é uma das propriedades do meio poroso que caracterizam o escoamento de fluidos homogêneos através dele. Li *et al.* (2005) descrevem dois métodos experimentais para a determinação da permeabilidade: via escoamento de um fluido através de uma torta já formada (método I) e através de uma filtração com formação de torta (método II).

O método I é baseado na aplicação direta da Lei de Darcy (Darcy, 1856); ou seja, consiste na percolação de um fluido puro, geralmente água, através de uma torta já formada. Nesse caso, o método, embora prático, demanda a realização de duas filtrações. A primeira, para a formação da torta de filtração, e a segunda, para a aquisição de dados de volume de fluido. Nesse caso, os autores ressaltam a sensibilidade do teste no qual deve-se zelar para que o fluido a percolar a torta de filtração não danifique a superfície da mesma. Adicionalmente, pode-se ressaltar que o tratamento matemático aplicado na determinação da permeabilidade não leva em consideração a resistência do meio filtrante como resistência adicional ao escoamento do filtrado.

Para o método II, somente uma filtração é necessária. Esse método é o convencional e mais utilizado no desenvolvimento de pesquisas na área de filtração com formação de torta. Embora seja mais prático por demandar apenas um único experimento, alguns cuidados adicionais devem ser tomados para que os dados não sejam comprometidos. Por exemplo, a formulação da suspensão deve ser realizada de tal forma que a rápida sedimentação dos sólidos acima do meio filtrante seja evitada ou, para filtrações em condição isobárica, a manutenção de um diferencial de pressão constante ao longo de todo o experimento. O tratamento numérico envolve a utilização de equações constitutivas para a permeabilidade em função de outras variáveis tais como porosidade e espessura da torta.

3.5.1 Equações constitutivas para permeabilidade

Krumbein e Monk (1943) descrevem a dependência da permeabilidade de meios porosos consolidados cuja distribuição de tamanho de partículas segue a distribuição log-normal. Os autores desenvolvem relações funcionais entre a permeabilidade do meio e os parâmetros estruturais como forma e assimetria das partículas, grau de empacotamento e distribuição de diâmetros.

Hubbert (1940), *apud* Krumbein e Monk (1943), apresenta a Equação (3.24) para a dependência da permeabilidade com parâmetros estruturais do meio poroso.

$$k = \frac{Nd^2 \rho g}{\eta} \quad (3.24)$$

em que a constante N um adimensional que acopla diversos fatores tais como forma e grau de empacotamento do meio poroso. Para a descrição da dependência da permeabilidade com parâmetros da distribuição normal, os autores desenvolveram a Equação (3.25).

$$k = \left(\frac{k}{GM_{\xi}^2} \right)_0 GM_{\xi}^2 e^{-a_1 \sigma_{\phi}} \quad (3.25)$$

em que GM_{ξ} é o diâmetro médio geométrico (cm), a_1 é um parâmetro de ajuste e σ_{ϕ} é o desvio-padrão da distribuição normal. A permeabilidade resultante na Equação (3.25) é dada em Darcys. As constantes $(k/GM_{\xi}^2)_0$ e a_1 são determinadas experimentalmente a partir do ajuste linear dos dados de permeabilidade e de desvio-padrão em escala semi-log. Ambas as constantes são adimensionais e seus valores estão associados às unidades de medida adotadas.

Krumbein e Monk (1943) realizaram experimentos para a avaliação do efeito da distribuição de tamanhos de partículas na permeabilidade de tortas de filtração, utilizando areia como sólido em suspensão. Os resultados experimentais obtidos pelos autores demonstram que a permeabilidade das tortas de filtração reduz com o aumento do tamanho de partícula. Gates e Bowie (1942) observaram ainda que fluidos contendo agregados coloidais levam à formação de tortas de filtração com permeabilidades na faixa de 1,5 a $0,31 \cdot 10^{-3}$ mD ($1,5 \cdot 10^{-14}$ a $3,1 \cdot 10^{-18}$ m²). No caso de suspensões sem agregados coloidais, foram observados tortas de filtração com maiores permeabilidades.

A equação de Kozeny-Carman (KOZENY, 1927; CARMAN, 1938) é semi empírica, desenvolvida para a predição da permeabilidade de um meio poroso. A equação na sua forma original é descrita como:

$$k = \left(\frac{\vartheta}{\eta} \right) \left(\frac{1}{C_{K-C}} \right) \left(\frac{1}{S_0^2} \right) \left[\frac{\varepsilon^3}{1 + \varepsilon} \right] \quad (3.26)$$

em que ϑ é a massa de permeado, C_{K-C} é o coeficiente empírico de Kozeny-Carman e S_0 é a área superficial por volume de partículas. Carman (1956) indica que a constante C_{K-C} pode ter valores de $4,8 \pm 0,3$ para partículas em forma de esferas uniformes. Quando essa hipótese é válida, a Equação (3.27) pode ser reduzida à expressão:

$$k = 552d^2 \left[\frac{\varepsilon^3}{1 + \varepsilon} \right] \quad (3.27)$$

A Equação (3.27) relaciona diretamente a permeabilidade do meio poroso com o diâmetro médio das partículas e a porosidade do meio. Entretanto, algumas limitações e considerações sobre a equação de Kozeny-Carman podem ser apontadas. Como apontado por Carrier (2003), o modelo não considera a existência de eventuais partículas eletricamente carregadas no meio, o que poderia levar a erros na permeabilidade de meios porosos contendo argilas ou sólidos iônicos. Nesse cenário, Carrier e Beckman (1984) desenvolveram correlações para a determinação da permeabilidade de meios porosos argilosos, em função da compressibilidade, da atividade da argila e de outros parâmetros.

Conforme apontado por Hazen (1892), em meios porosos formados por cascalhos com diâmetros maiores que 3 mm, a permeabilidade não varia uniformemente com o diâmetro na segunda potência, mas sim com a raiz quadrada do mesmo. Nesse cenário, a aplicabilidade da equação de Kozeny-Carman torna-se restrita.

Adicionalmente, o modelo considera a existência de um meio poroso isotrópico, em que a permeabilidade não é uma função espacial e não depende de coordenadas pontuais no meio.

Para o caso de meios porosos anisotrópicos, Carrier (2003) descreve a superioridade da permeabilidade horizontal (função radial) frente à permeabilidade vertical (função axial) do meio. Nesse caso, um cuidado adicional deve ser tomado quando da aplicação da Equação (3.27).

Existem diversos trabalhos na literatura com proposições de alterações na equação de Kozeny-Carman visando o melhor ajuste e ampliando a faixa de aplicabilidade da mesma. Bear (1972) apresentam uma extensão da Equação (3.27), considerando a tortuosidade do meio, Γ na forma da equação (3.28).

$$k = \frac{d^2}{36c\Gamma} \left[\frac{\varepsilon^3}{1 + \varepsilon} \right] \quad (3.28)$$

Segundo o autor, para partículas aproximadamente esféricas, o conjunto $c\Gamma$ possui valor aproximado de 5, sendo coerente com os dados experimentais. Não obstante, outros autores propuseram modificações para a Equação (3.28). Panda e Lake (1994) propuseram uma correção na equação para associar a permeabilidade de meios porosos não consolidados em função da distribuição de tamanho de partículas e nas propriedades físicas do meio. Shih e Lee (1998) e Rodriguez *et al.* (2004) propuseram modificações para o ajuste da permeabilidade considerando partículas de vidro e fibras, variando os parâmetros c e n .

O conjunto $c\Gamma$, embora seja considerado constante ao longo de uma extensa faixa de meios granulométricos, de fato não possui valor constante e deve ser estimado para diferentes meios porosos, uma vez que é função da porosidade e de características morfológicas dos poros. No caso de meios porosos constituídos por fibras, Kyan *et al.* (1970) observaram a alta dependência do grupo $c\Gamma$ com a porosidade, sendo aproximadamente exponencial quando essa é superior a 95%. A Tabela 10 contém exemplos de modificações para a equação de Kozeny-Carman propostas na literatura.

Xu e Yu (2008) agruparam os dados experimentais encontrados na literatura para avaliar o comportamento do grupo $c\Gamma$ com a variação da porosidade do meio poroso. Os resultados obtidos apresentam um decréscimo inicial do grupo $c\Gamma$ em baixas porosidades até um valor mínimo, a partir do qual, passa a aumentar com o aumento da porosidade. Deve-se ressaltar que as porosidades avaliadas são médias e não locais.

Tabela 10. Modificações para a equação de Kozeny-Carman. Adaptado de Xu e Yu (2008)

Referência	Equação	Tipo de meio poroso
Panda e Lake (1994)	$k = \frac{\varepsilon^3 d^2}{72\Gamma^2 (1-\varepsilon)^2} \left[\frac{(\gamma_{PSD} C_d^3 + 3C_d^2 + 1)^2}{(1 + C_d^2)^2} \right]$	Não Consolidado
Shih e Lee (1998)	$k = \frac{\varepsilon^{n_e+1}}{c(1-\varepsilon)^{n_e}}$	Fibroso e vidro
Koponen, <i>et al.</i> (1997)	$k = \frac{\varepsilon_{ef}^3}{c\Gamma^2 S^2}$	Partículas quadradas
Makvo e Nur (1997)	$k(mD) = cd^2 \frac{(\varepsilon - \varepsilon_c)^3}{(1 + \varepsilon_c - \varepsilon)^2}$	Arenito (carbonáceo)
Pape <i>et al.</i> (2000)	$k = \frac{\varepsilon (d/2)^2}{8\Gamma^2} \left[\frac{2\varepsilon}{3\Gamma^2 (1-\varepsilon)} \right]^{D-1}$	Arenito
Civan (2001)	$\sqrt{\frac{k}{\varepsilon}} = \Gamma_{con} \left(\frac{\varepsilon}{c - \varepsilon} \right)^{n_e}$	Meio poroso genérico

n_e : expoente empírico; γ_{PSD} e C_d : coeficientes empíricos; ε_{ef} : porosidade efetiva; ε_c : limite de percolação; D : dimensão fractal; Γ_{con} : parâmetro de interconectividade.

Os autores derivam expressões para a permeabilidade, baseadas no modelo de Kozeny-Carman, como função da porosidade para meios porosos isentrópicos não consolidados. As expressões são funções de parâmetros microestruturais do meio poroso, com a ausência de constantes empíricas e somente com variáveis com significado físico.

$$k = \frac{2 - D_f}{32(4 - D_f)} \frac{\varepsilon}{1 - \varepsilon} \lambda_{\max}^2 \quad (3.29)$$

sendo que D_f a área de poros fractais e λ_{\max} o tamanho máximo dos poros. Segundo os autores, a Equação (3.29) é um modelo mais generalizado com 3 parâmetros microestruturais (D_f , ε e λ_{\max}). Embora os parâmetros não sejam independentes entre si, podem ser determinados por meio de relações diretas encontradas na literatura.

A equação de Kozeny-Carman e suas derivações proporcionam também a avaliação da influência da porosidade do meio no cálculo da permeabilidade. Por meio dessa relação intrínseca entre porosidade e permeabilidade, podem-se obter perfis de permeabilidade ao longo de um meio poroso.

No que se refere à filtração, Dangou e Chandler (2009) descrevem que a permeabilidade das tortas de filtração varia significativamente com a taxa de cisalhamento, uma vez que ela interfere diretamente na distribuição de tamanho das partículas que compõem a estrutura das tortas. A partir de experimentos com diferentes taxas de cisalhamento impostas à superfície das tortas de filtração, os autores observaram que tortas de filtração formadas a partir de baixas taxas de cisalhamento características possuíam um maior número de partículas grandes em sua estrutura, resultando em uma maior permeabilidade. No caso de tortas de filtração formadas com elevadas taxas de cisalhamento, essas tortas apresentavam menor permeabilidade devido ao maior número de partículas pequenas em sua estrutura.

A permeabilidade pode ser avaliada também como função temperatura e da pressão aplicada. O efeito da temperatura ainda não é totalmente conhecido e perfeitamente descrito na literatura. Trabalhos realizados com esse objetivo acabaram por divergir na concepção de uma forma padrão de dependência dessa propriedade com a temperatura.

Autores, como Weinbrandt *et al.* (1975), Cassé e Ramey (1979), e Gobran *et al.* (1987), observaram a redução da permeabilidade com o aumento da temperatura do experimento em diversos meios porosos consolidados e não-consolidados. Por outro lado, autores como Somerton e Gupta (1965) e Aktan e Farouq (1975) observaram o comportamento oposto; ou seja, o aumento da permeabilidade com o aumento da temperatura para meios porosos argilosos e rochas de arenito.

Embora esses estudos sejam datados em torno da década de 70 e 80, nenhuma conclusão definitiva a respeito de um comportamento funcional geral da permeabilidade com a temperatura foi obtida. Da mesma forma, equações constitutivas e até mesmo empíricas são escassas ou até mesmo raras na literatura. Eventuais contribuições do efeito térmico podem ser utilizadas a partir de propostas numéricas baseadas em perfis de permeabilidade experimentais, em que o efeito da temperatura na permeabilidade da torta pode ser descrito por uma relação do tipo potência ou até mesmo do tipo Arrhenius.

Mesmo avaliando qualitativamente o efeito da temperatura na permeabilidade de meios porosos, os autores anteriormente citados não se aventuraram a propor um modelo mesmo que empírico para a quantificação e possível ajuste dos dados obtidos experimentalmente.

Em relação ao efeito da pressão, a literatura apresenta informações bem consolidadas no que se refere ao comportamento da permeabilidade com a variação da pressão. McCabe *et al.* (1993) descreve que, com o aumento do diferencial de pressão aplicado, observa-se uma redução da permeabilidade resultante devido aos efeitos de compressibilidade do meio poroso que levam à variação do perfil de porosidades locais e, conseqüentemente, da porosidade média do leito.

Equações constitutivas clássicas já bem estabelecidas na literatura conseguem descrever bem o comportamento da permeabilidade com a pressão diferencial, utilizando uma relação do tipo potência (TILLER E SHIRATO, 1964) ou exponencial (TILLER *et al.*, 1987).

$$k = k_0 \Delta p^{-\nu} \quad (3.30)$$

$$k = k_0 \left(1 + \frac{p_s}{p_a} \right)^{-\nu} \quad (3.31)$$

em que p_a é um parâmetro de referência para a pressão, k_0 é a permeabilidade inicial do meio poroso, p_s é a pressão nos sólidos e δ é um parâmetro de ajuste do modelo por muitas vezes associado ao índice de compressibilidade (ν) do meio poroso.

Deve-se atentar que todas as equações para a permeabilidade apresentadas até aqui, referem-se à permeabilidade média do meio poroso. Sabe-se que um perfil de distribuição de permeabilidades é desenvolvido uma vez que a porosidade do meio é uma propriedade local. Adicionalmente à porosidade, a compressibilidade dessas estruturas possui um efeito importante na distribuição dos perfis de permeabilidade, uma vez que meios porosos mais compressíveis tendem a possuir menores valores de permeabilidade média que aqueles menos compressíveis.

A obtenção dos parâmetros das Equações (3.30) e (3.31) é um desafio adicional aos que se propõem ao estudo prático e numérico da permeabilidade e da dinâmica de filtração. Os modelos de filtração, em sua forma geral, orbitam na utilização de dados de volume de filtrado em função do tempo de filtração. A partir desses, diversos parâmetros de filtração podem ser obtidos, empregando técnicas de estimação de parâmetros.

Da Silva (2017) apresenta uma breve comparação das permeabilidades calculadas pela equação de Kozeny-Carman (Equação 3.26), Lei de Darcy (Equação (2.34), Seção 2.4.4) e pela teoria simplificada da filtração (Equação 3.1). Os dados apresentados sugerem que as permeabilidades encontradas variavam cerca de uma ordem de grandeza entre cada metodologia adotada. Essa diferenciação pode ser explicada a partir das diferentes aplicabilidades de cada modelo e parâmetros envolvidos na determinação das permeabilidades.

Considerando o uso da equação simplificada da filtração (RUTH, 1935), o tratamento comum para a determinação da permeabilidade segue a partir da linearização da equação e da determinação dos coeficientes linear e angular da reta obtida. Essa metodologia, além de não considerar eventuais flutuações dos dados de entrada, não preserva a significância estatística dos parâmetros (SCHWAAB e PINTO, 2007b).

Adicionalmente, caso o efeito da pressão na mudança da permeabilidade de torta seja investigado, os parâmetros das Equações (3.30) e (3.31) são estimados a partir dos dados de permeabilidades individuais para diferentes experimentos submetidos a distintos diferenciais de pressão. Nesse caso, como a permeabilidade não é medida experimentalmente, não se têm as informações necessárias de modo a caracterizar os intervalos de confiança dos parâmetros, tornado comprometida, portanto, a estimação. Logo, k_0 assim como ν devem ser estimados diretamente a partir dos dados de volume de filtrado, de tempo de filtração e de dados tais como concentração da suspensão, densidade dos materiais componentes das fases, etc.

Não somente o diferencial de pressão aplicado, mas também a permeabilidade é comumente descrita em termos de porosidade ou da pressão nos sólidos da matriz porosa. A Equação (3.30) é um exemplo de dependência com essa grandeza. A relação exponencial entre a permeabilidade e a pressão nos sólidos garante bons resultados quanto ao ajuste aos dados experimentais (TILLER, 1953, 1955, 1958. TILLER e COOPER, 1960, 1962; TILLER e SHIRATO, 1964; TILLER *et al.*, 1972).

A partir de dados experimentais da distribuição de pressão nos sólidos ao longo da matriz porosa, o perfil de distribuição de permeabilidades pode ser obtido, assim como o de porosidade

local. Dessa forma, pode-se obter a variação da permeabilidade não somente com a pressão, mas também com a espessura do meio poroso.

Dewan e Chenevert (1993) propõem uma metodologia empírica para cálculo e determinação da permeabilidade, como uma função de uma permeabilidade inicial de referência, k_{mc0} , definida como aquela obtida a partir da aplicação da Lei de Darcy para filtrações conduzidas a 1,0 psi (0,01 MPa), e o índice de compressibilidade ν da torta de filtração. Os autores ainda afirmam que esse valor permanece em uma faixa em torno de 0,4 a 0,9. Nesse ponto, vale ressaltar que compressibilidades nulas indicam meios porosos (ou tortas de filtração) totalmente incompressíveis.

Os autores apresentam a Equação (3.32), que descreve a variação da permeabilidade (mD) com a variação da pressão aplicada sobre o meio poroso, avaliada na faixa experimental de 1 a 100 psi (0,01 a 0,69 MPa) (DEWAN e CHENEVERT, 1993,2001).

$$k(t) = \frac{k_{mc0}}{\Delta p^\nu} \quad (3.32)$$

Para os autores, a permeabilidade de referência k_{mc0} pode ser determinada analiticamente sem a necessidade de experimentos prévios ou em qualquer outra condição experimental. Aqueles sugerem a interpretação gráfica dos pontos de fluxo para a determinação de dados relevantes para a rotina de cálculos.

A curva de *Slowness* (Dewan e Chenevert, 2001) representa o inverso do fluxo de filtrado para um experimento não isobárico, ou seja, com a aplicação de uma mudança degrau na pressão imposta. A Equação (3.33), a seguir, apresenta a expressão analítica para o cálculo de k_{mc0} .

$$k_{mc0} = 14700 \frac{\eta s \left(\frac{2t_1}{S_1^2} \right)}{\Delta p^{1-\nu} \left[1 - \left(\frac{2t_1}{S_1^2} \right) - \left(\frac{\varepsilon}{\Delta p} \right)^{\delta \nu} \right]} \quad (3.33)$$

sendo (t_1, S_1) o par coordenado pertencente à curva de *Slowness* no início da formação da torta e δ um parâmetro de ajuste do modelo. A metodologia descrita em Dewan e Chenevert (1993,2001) envolve a determinação do momento de estabilização e ascensão do inverso do fluxo de filtrado, visando à obtenção do coeficiente de compressibilidade da torta de filtração. O método em si não demanda considerações complexas acerca da determinação da compressibilidade nem, portanto, da aplicação de sistemas de soluções ou até mesmo da utilização da estimação de parâmetros.

Entretanto, deve-se ressaltar que o método possui uma elevada sensibilidade do parâmetro frente aos pontos escolhidos. Por se tratar de um método de construção gráfica, os pontos característicos são sensíveis à perícia e à experiência do analista, que mesmo um simples desvio consciente ou inconsciente leva à obtenção de diferentes coeficientes de compressibilidade e, portanto, da permeabilidade da torta.

Bourgoyne (1991) desenvolve uma equação para a permeabilidade a partir da relação entre o volume de filtrado e o tempo de filtração, conforme apresentado na Equação (3.34).

$$V_f = A_f \sqrt{\frac{2k\Delta p}{\eta} \left(\frac{\varepsilon_{s,c}}{\varepsilon_{s,susp}} - 1 \right)} \sqrt{t} \quad (3.34)$$

em que k é a permeabilidade da torta em Darcy, $\varepsilon_{s,c}$ é a concentração de sólidos na torta e $\varepsilon_{s,susp}$ é a concentração de sólidos na suspensão. Mahesh (2000) desenvolveu um procedimento de cálculo para a determinação da permeabilidade de tortas de filtração baseada na Lei de Darcy, conforme exibido na Equação (3.35).

$$k = V_f V_c \frac{\eta}{2t A_f^2 \Delta p} \quad (3.35)$$

sendo V_c é o volume da torta de filtração. Tiller *et al.* (1987) apresentam uma tabela comparativa para diferentes faixas de permeabilidades de tortas de filtração. A Tabela 11 apresenta uma classificação grosseira para as tortas de filtração quanto à permeabilidade média calculada.

Tabela 11. Classificação grosseira para diversas condições de filtração baseadas na permeabilidade das tortas de filtração. Adaptado de Tiller *et al.* (1987)

Descrição	k (m ²)
Escoamento laminar através do meio poroso	10 ⁻⁵
Torta de filtração arenosa	10 ⁻¹¹
Filtração de alto fluxo	10 ⁻¹²
Filtração com fluxo moderado	10 ⁻¹⁴
Filtração de baixo fluxo	10 ⁻¹⁵
Filtração de fluxo “nulo”, sílica coloidal	10 ⁻¹⁶

Peden *et al.* (1984) realizaram experimentos de filtração estática e dinâmica avaliando o comportamento dos dados de filtração a partir da variação da concentração do sólido adensante. Os autores observaram que o aumento da concentração dos sólidos resulta na redução do fluxo de filtrado, no aumento da espessura e na redução da permeabilidade das tortas de filtração formadas.

Waldman (2005) observou que a morfologia dos agentes adensantes nos fluidos de perfuração exerce influência direta na permeabilidade das tortas de filtração. Segundo dados do autor, as partículas de carbonato de cálcio com formato de lâminas apresentaram melhor característica de acomodação entre as camadas da torta de filtração, reduzindo a porosidade e, conseqüentemente, a permeabilidade da torta de filtração.

Fattah e Lashin (2016) observaram que ao utilizar calcita e barita como agentes adensantes nos fluidos de perfuração, um aumento na permeabilidade para o primeiro sólido (CaCO_3) em relação ao segundo (BaSO_4) foi obtido. Esses dados apresentam coerência quando correlacionados com a porosidade média e espessura de torta obtidos pelos autores. Adicionalmente, os autores observaram que a utilização de calcita como agente adensante levou a uma redução de cerca de 25% da permeabilidade do meio filtrante (disco de cerâmica), enquanto que com a utilização de barita, essa redução foi da ordem de 30%.

3.6 COMPRESSIBILIDADE

A compressibilidade é a propriedade de meios porosos que representa o grau de compactação desse meio quando submetido a ação de forças de compressão em sua estrutura (TILLER *et al.*, 1987). Essa grandeza é fundamental para o entendimento das etapas de compressão das tortas de filtração, onde não há mais suspensão a ser filtrada e a pressão aplicada está incidindo diretamente nas partículas constituintes da torta de filtração.

Para tortas incompressíveis, a aplicação da Lei de Darcy ao escoamento da fase fluida parte do pressuposto que a permeabilidade da torta não é afetada pela pressão aplicada. Por outro lado, para tortas compressíveis, a aplicação de uma força sobre a estrutura da torta leva à deformação das partículas. Essas modificações no arranjo das partículas afeta o escoamento do fluido e a permeabilidade do meio poroso (TILLER e LEU, 1980; TILLER *et al.*, 1987).

Segundo os autores, para a determinação da compressibilidade da torta de filtração, é necessário observar o comportamento dos parâmetros estimados a partir das relações para a resistividade da torta, porosidade e permeabilidade local.

$$\alpha_t = \alpha_{to} \left(1 + \frac{p_s}{p_a} \right)^\zeta \quad (3.5)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_o \left(1 + \frac{p_s}{p_a} \right)^\beta \quad (3.16)$$

$$k = k_0 \left(1 + \frac{p_s}{p_a} \right)^{-\nu} \quad (3.31)$$

Como apresentado nas seções anteriores, os termos ζ , β e ν são coeficientes de compressibilidade. Segundo Tiller *et al.* (1987), na ausência de dados experimentais pode-se assumir $\zeta = 4\beta$. Os autores ainda apresentam uma tabela característica para a definição de regiões de compressibilidade para tortas de filtração, apresentadas na Tabela 12.

Tabela 12. Grau de compressibilidade associado a diferentes valores de ζ

Característica da torta	Valor de ζ
Incompressível	0
Ligeiramente compressível	0 – 2,5
Compressibilidade moderada	2,5 – 0,6
Elevada compressibilidade	0,6 – ∞

Tiller e Kwon (1998) avaliam o comportamento dos parâmetros ζ , β e ν para diferentes meios porosos consolidados. Os autores avaliaram a influência da característica dispersa e floculada da suspensão na concentração média de sólidos na torta ($\bar{\epsilon}_s$). Dados apresentados indicam que suspensões com elevados valores de $\bar{\epsilon}_s$ correspondem a sistemas dispersos que levam à formação de tortas de baixa permeabilidade e porosidade. Suspensões floculadas (baixos valores de $\bar{\epsilon}_s$) levam à formação de tortas com maior permeabilidade e porosidade que, por muitas vezes, dependendo do objetivo final, necessitam de espessamento.

Os autores apresentam duas equações para o cálculo de $\bar{\epsilon}_s$ em função dos coeficientes de compressibilidade a uma dada pressão (TILLER e KWON, 1998).

$$\bar{\epsilon}_s = \epsilon_{so} \left(\frac{1-\nu}{1-\zeta} \right) \frac{(1+p/p_a)^{1-\zeta} - 1}{(1+p/p_a)^{1-\nu} - 1} \quad (3.36)$$

$$\bar{\epsilon}_s = \epsilon_{so} \left(\frac{\nu-1}{\zeta-1} \right) \frac{1-1/(1+p/p_a)^{\zeta-1}}{1-1/(1+p/p_a)^{\nu-1}} \quad (3.37)$$

A Equação (3.36) permite a correlação da concentração de sólidos média na torta com a concentração zero (ϵ_{so}) em uma dada condição de pressão total aplicada p . A Equação (3.37) representa uma particularidade da equação anterior para condições quando ζ e ν são maiores que 1 (tortas altamente compressíveis) (FATHI-NAJAFI e THELIANDER, 1995, TILLER e KWON, 1998).

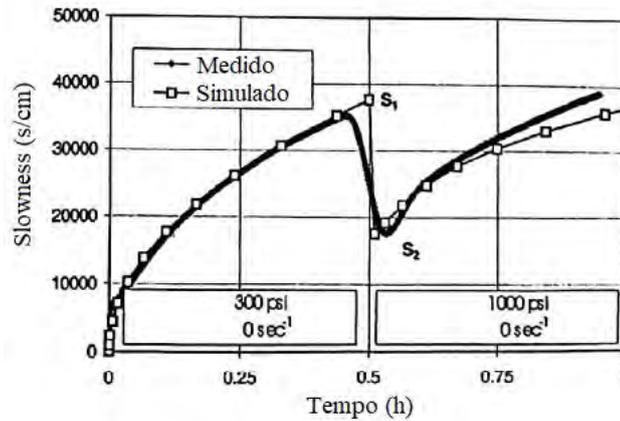
Conforme mencionado na Seção 3.2, Dewan e Chenevert (1993,2001) apresentaram uma nova metodologia para cálculo da compressibilidade de tortas de filtração a partir da curva de *Slowness* do experimento de filtração. Por definição, a grandeza *Slowness* é definida como:

$$S(t) = \frac{1}{q(t)} \quad (3.38)$$

Para obter a curva de *Slowness* (Figura 15), é necessário realizar uma mudança no diferencial de pressão total na célula de filtração, de forma a obter o ponto de “quebra” e descontinuidade. A Esse dessa variação, um método gráfico é aplicado para a determinação dos pontos S_1 e S_2 . Este método consiste no prolongamento ou na extrapolação dos dados das duas

regiões da curva de *Slowness* até a semirreta vertical que intercepta o eixo das abcissas no ponto de mudança do diferencial de pressão.

Figura 15. Dados experimentais e simulados para a curva de *Slowness* em filtração estática. Adaptado de Dewan e Chenevert (2001).



O crescimento da curva de *Slowness* apresentada na Figura 15 é derivado da redução do fluxo de filtrado com a progressão da filtração. Após os 30 primeiros minutos de filtração, ocorre a mudança do diferencial de pressão, que é mantido constante até o final do experimento de filtração. Nessa mudança de pressão, o fluxo de filtrado aumenta drasticamente devido ao gradiente de pressão imposto ao processo que, pela Equação (3.38), promove uma queda brusca nos valores calculados de *Slowness*.

Esses pontos são correlacionados de forma a obter o índice de compressibilidade da torta de filtração. Segundo Dewan e Chenevert (2001), assume-se que a transição seja realizada rapidamente de forma que a quantidade de sólidos depositados sobre a torta seja desprezível nesse intervalo de tempo. Aplicando a equação de Darcy (Equação 2.34) nos pontos S₁ e S₂, pode-se obter uma correlação para o índice de compressibilidade na forma:

$$\frac{S_1}{S_2} = \left(\frac{P_2}{P_1} \right)^{1-\nu} \frac{1-\varepsilon_1}{1-\varepsilon_2} \quad (3.39)$$

Ou, explicitando a compressibilidade:

$$\nu = 1 - \frac{\log(S_1 / S_2)}{\log(P_2 / P_1)} \quad (3.40)$$

Vale ressaltar que, na Equação (3.40), os autores sugerem a eliminação do termo referente às porosidades nas condições 1 e 2 devido à diminuta contribuição do quociente da razão em questão.

Aqui, alguns aspectos são importantes a serem discutidos. A correlação proposta por Dewan e Chenevert (1993,2001) para o cálculo da compressibilidade da torta de filtração é

baseada, principalmente, na aproximação e na aplicação de um método gráfico. É verdade que, alternativamente à forma totalmente gráfica, pode-se ajustar um modelo para cada região de condição de pressão constante e então obter os valores de S para o ponto de mudança da pressão. Para o primeiro caso (método gráfico manual), a incerteza na obtenção dos pontos S_1 e S_2 é desconhecida. Como os valores de S_1 e S_2 , seja pelo ajuste gráfico ou por extrapolação a partir de modelos, não são medidos experimentalmente, não é possível determinar o intervalo de confiança da compressibilidade estimada a partir dessa metodologia.

Conforme discutido por Schwabb e Pinto (2007a), o procedimento de estimação de parâmetros deve preservar a significância estatística a partir do uso do método da máxima verossimilhança. A incerteza das variáveis experimentais deve ser conhecida e preservada durante o procedimento de estimação. Portanto, é importante reforçar que as variáveis S_1 e S_2 não são medidas experimentalmente e, portanto, as incertezas associadas a essas variáveis são desconhecidas. Nesse caso, é impossível determinar a incerteza associada ao índice de compressibilidade.

3.7 FILTRAÇÃO DINÂMICA

Conforme sucintamente apresentado na Seção 3.1, na filtração dinâmica estão presentes, além da pressão diferencial, o cisalhamento (ou erosão) contínuo na superfície da torta de filtração provocado pelo movimento axial e rotacional do fluido de perfuração (OUTMANS, 1963).

No poço de perfuração, a ação da broca e o fluxo contínuo de fluido de perfuração promovem elevadas taxas de cisalhamento. Consequentemente, a porosidade e a permeabilidade das tortas de filtração obtidas a partir de testes dinâmicos são menores que aquelas observadas para condições estáticas, em regiões próximas à superfície da torta (OUTMANS, 1963; JIAO e SHARMA, 1993).

Jiao e Sharma (1993) apresentaram o conceito de valores críticos de pressão diferencial e de permeabilidade. Segundo os autores, existe uma permeabilidade mínima do reservatório, tal qual o fluxo de filtrado e não há a deposição de partículas sobre a superfície do reservatório. Dessa forma, não há acúmulo de sólidos e nem formação de uma torta de filtração. Os autores apontaram que para reservatórios de baixa permeabilidade (permeabilidade inferior a 1 mD ou 10^{-14} m²), o conceito de diferencial de pressão crítica é extremamente importante, uma vez que acima desse valor, pode-se obter a minimização de danos ao reservatório e ainda garantir a formação de uma camada superficial da torta de filtração.

Outmans (1963) define que sob condições dinâmicas, a filtração compreende dois momentos distintos: o primeiro definido pela filtração com formação de torta sob condições de cisalhamento; e a segunda, a filtração estática através de uma torta de filtração de espessura constante. Jiao e Sharma (1993) observaram que durante essa primeira fase da filtração dinâmica, a taxa de filtração decresce até um ponto de equilíbrio no qual permanece constante até o término do processo. O uso de elevadas taxas de cisalhamento promove a obtenção de tortas de filtração pouco espessas e elevado fluxo de filtrado de equilíbrio. De forma contrária, para baixas taxas de cisalhamento, as tortas obtidas possuem maior espessura e baixos valores de fluxo de filtrado no equilíbrio.

O fenômeno de erosão da torta ocorre quando a tensão de cisalhamento resultante do movimento tangencial do fluido na superfície da torta de filtração excede a denominada força de cisalhamento da torta (DEWAN e CHENEVERT, 2001).

Segundo Dewan e Chenevert (2001), a tensão cisalhante pode ser calculada a partir da utilização de um modelo *Power-Law* para fluidos não-Newtonianos, enquanto a força de cisalhamento pode ser avaliada a partir da Equação 3.41 dada a seguir.

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \quad (2.11)$$

$$\tau_{mc} = \tau_{mc0} + 68950 f_e p_{mc} \left(\frac{d_m}{l_{mc}} \right)^{\frac{1}{1-\nu}} \quad (3.41)$$

em que τ_{mc} é a força de cisalhamento, τ_{mc0} é um parâmetro do modelo, f_e é o coeficiente de fricção, p_{mc} é a diferença de pressão na torta de filtração, l_{mc} é a espessura da torta, d_m é a distância até a torta e ν é o índice de compressibilidade da torta. Dessa forma, segundo os autores, a erosão da superfície da torta somente ocorrerá quando a tensão calculada pela Equação (2.11) for maior que a força de cisalhamento calculada pela Equação (3.38).

A espessura da torta obtida pode ser calculada a partir da aplicação da Equação (3.39) a seguir (DEWAN e CHENEVERT, 2001).

$$l_{mc} = \frac{m_{umida}}{A_f \rho_s (1-\varepsilon)} \quad (3.42)$$

Alternativamente, uma forma simplificada baseada em um modelo de crescimento para a espessura de torta é apresentada na Equação (3.40) (NISHABOORI, 2009).

$$l_{mc}(t) = \frac{1}{2,54} \sqrt{\frac{2\lambda_c \Delta p t k}{14,696 \eta}} \quad (3.43)$$

em que λ_c é o fator de crescimento da torta.

Outmans (1963) apresenta uma discussão a respeito da validade de testes de filtração estática estendidos a condições dinâmicas. Segundo o autor, a eficiência de agentes reguladores de fluxo nem sempre é mantida de uma condição a outra. E, no caso de materiais redutores de viscosidade, esses agentes levam a uma redução considerável no fluxo de filtrado em filtrações dinâmicas.

Longeron (1998) avaliou 8 diferentes formulações de fluidos de perfuração base água e óleo quanto às propriedades de filtração sob condições estáticas e dinâmicas. O autor observou que em condições de filtração dinâmica, mesmo em baixos valores de taxa de cisalhamento (aproximadamente $50s^{-1}$), foram obtidos maiores valores de *spurt loss* (volume de fluido

filtrado enquanto não há torta de filtração) e taxas de filtração quando comparados a condições de filtração estática.

3.8 MODELOS COMPLEXOS PARA A FILTRAÇÃO

Neste trabalho, modelos considerados complexos envolvem a solução numérica conjunta de um sistema de equações diferenciais ordinárias ou parciais para a determinação dos parâmetros e propriedades de tortas de filtração. Como apresentado por Olivier *et al.* (2007), a diferença entre os diversos modelos para filtração continuamente desenvolvidos se baseia na forma com que as equações características são obtidas e as condições de contorno aplicadas.

Bürger *et al.* (2001) apresentam o desenvolvimento matemático para a filtração baseados na proposta da existência conjunta dos processos de filtração e de sedimentação. Os autores apontam uma tendência na literatura para o desenvolvimento de modelos e estudos científicos para o já bem estabelecido comportamento da fase fluida ao longo da filtração. Entretanto, pouca atenção é dedicada ao mecanismo de deformação e de movimento da fase sólida.

As equações deduzidas para a filtração consideram os diferentes estágios de consolidação e compactação, com a contribuição adicional do efeito de sedimentação na formação da torta. Bürger *et al.* (2001) partem das equações fenomenológicas multifásicas de escoamento, derivando uma equação para a porosidade em função da variável espacial e do fluxo de filtrado. Dessa forma, é obtido um modelo hiperbólico-parabólico do tipo convecção-difusão, contemplando a condição de fronteira móvel do sistema. Os autores introduzem uma abordagem numérica baseada na técnica de diferenças finitas à frente para a solução do problema. Como resultados, os autores obtêm perfis de porosidade, permeabilidade e pressão nos sólidos ao longo do volume de controle analisado.

Bai e Tien (2005) avaliaram propriedades de tortas de filtração a partir de simulações baseadas das equações multifásicas do movimento e da continuidade. As propriedades da torta de filtração foram avaliadas como funções da pressão nos sólidos. Os autores também avaliaram a sensibilidade dos parâmetros preditos pelo modelo utilizado.

Conforme sugerido por Tien *et al.* (2001), Bai e Tien (2005) avaliaram o efeito de diferentes relações entre a pressão na fase fluida (p_l) e a pressão nos sólidos (p_s). As seguintes relações entre p_s - p_l foram avaliadas.

$$dp_l + dp_s = 0 \quad (3.44)$$

$$(1 - \varepsilon_s) dp_l + dp_s = 0 \quad (3.45)$$

$$(1 - \varepsilon_s) dp_l + \varepsilon_s dp_s = 0 \quad (3.46)$$

Pela comparação com dados experimentais de filtração isobárica de suspensões de CaCO_3 , os autores observaram que a relação descrita pela Equação (3.45) apresentou o melhor ajuste dos dados. Para dados experimentais com suspensões de kaolin, a Equação 3.46 se mostrou mais eficiente. Os resultados encontrados pelos autores foram obtidos a partir da

comparação entre as resistividades da torta simuladas e aquelas obtidas experimentalmente, via análise em células de compressão-permeabilidade.

Raheem e Vipulanandan (2019) avaliaram o comportamento dinâmico da permeabilidade, o fluxo de filtrado e o coeficiente de compressibilidade para tortas de filtração de suspensões de bentonita em diferentes concentrações (2% e 8%) e diferentes temperaturas (25°, 50°, 75° e 100° C). Para tal propósito, os autores desenvolveram um modelo diferenciado, baseando-se na teoria de infiltração-consolidação de tortas de filtração e compararam os resultados obtidos com aqueles obtidos com o teste API e com a metodologia proposta por Terzaghi (1943) (proposta para a teoria de infiltração-consolidação). Os autores inferiram que o modelo proposto foi o que melhor ajustou os dados experimentais para a previsão do volume de filtrado, uma vez que alcançaram maiores valores de R^2 nos referidos ajustes.

De forma alternativa aos modelos determinísticos apresentados, Kim e Hoek (2002) apresentaram uma metodologia para determinação da distribuição radial de porosidades locais em tortas já consolidadas ao final da filtração, utilizando um modelo probabilístico a partir da aplicação da técnica com simulações de Monte Carlo. Nessa pesquisa, simulações isotérmicas-isobáricas foram realizadas para um sistema com partículas esféricas considerando as interações entre as mesmas, de forma a obter a distribuição radial do sistema particulado na torta de filtração formada. De forma a contemplar a dinâmica de crescimento da torta de filtração e a redução de fluxo de filtrado, os autores consideraram a dependência dinâmica das propriedades da torta a partir de equações do tipo convecção-difusão, acopladas com o modelo de filtração.

A abordagem via simulações de Monte Carlo se mostrou eficaz para a descrição das interações inter partículas, e caracterizaram de forma eficiente as camadas da torta com porosidade média e distribuição radial bem definidas. Segundo os autores, a aproximação à tortas de filtração reais foi satisfatória, uma vez que considera as condições operacionais do processo e propriedades físico-químicas da suspensão a ser filtrada.

3.9 TRABALHOS ANTERIORES DE FILTRAÇÃO REALIZADOS NO LABORATÓRIO DE ESCOAMENTO DE FLUIDOS GIULIO MASSARANI

Martins (2013) avaliou o efeito do tipo de fluido utilizado na filtração (base água, base óleo e base óleo com emulsão) e o efeito da variação do meio filtrante (papel de filtro, CaCO_3 e arenito) nos parâmetros de filtração e propriedades da torta, a partir de experimentos sob condições estáticas e dinâmicas. Os dados de filtração foram ajustados usando o modelo empírico apresentado por Dewan e Chenevert (1993,2001). As principais observações são listadas a seguir:

- As taxas de filtração obtidas com a utilização de fluidos base óleo em emulsão foram as menores ao longo de toda a gama de experimentos executados, considerando todos os meios filtrantes utilizados. As gotículas emulsionadas preencheram parte do volume de vazios existentes na torta de filtração e nos meios filtrantes (torta interna), obstruindo canais de passagem do fluido (AL-RIYAMY e SHARMA, 2004);
- Para o efeito dos diferentes meios filtrantes, a utilização de rochas de arenito de alta permeabilidade proporcionou a maior taxa de filtração observada. De uma

forma geral, o aumento da permeabilidade do meio poroso implica em um aumento no fluxo de filtrado e na taxa de filtração;

- Tortas de filtração formadas por fluidos base água apresentam maior compressibilidade que aquelas obtidas a partir de fluidos base óleo. A permeabilidade das tortas de filtração também é maior para fluidos base água.

Calçada *et al.* (2014) utilizaram diferentes tipos de fluidos (base água e óleo em emulsão) para a estimação de parâmetros de filtração segundo a modelagem proposta por Dewan e Chenevert, sob condições estáticas e dinâmicas. Os autores verificaram que:

- Fluidos base água apresentaram maior taxa de filtração, quando comparados ao fluido base óleo em emulsão, decorrente da formação de tortas de menor espessura, com maior porosidade e permeabilidade.
- O cálculo do fator de crescimento das tortas comprovou e sustentou a observação experimental em relação à maior espessura da torta de filtração formada pelo fluido base óleo (aproximadamente 3 vezes maior que aquela formada pelo fluido base água).

Ferraz (2014) avaliou o efeito do tamanho das partículas de agentes adensantes (CaCO_3 e esferas de vidro) e a concentração de dois agentes viscosificantes (carboximetilcelulose e goma xantana). Os dados de filtração foram ajustados ao modelo empírico apresentado por Dewan e Chenevert (1993,2001). As principais observações são listadas a seguir:

- Para fluidos contendo esferas de vidro viscosificados com CMC, a maior taxa de filtração foi obtida com suspensões contendo partículas de maior tamanho. Para aqueles viscosificados com goma xantana, a maior taxa de filtração foi observada na presença de partículas finas de esferas de vidro em suspensão.
- Suspensões constituídas por partículas mais finas apresentam uma característica de deposição ordenada e compacta sobre o meio filtrante, resultando em tortas de menor porosidade, permeabilidade e espessura (efeito também observado por TIEN *et al.*1997). No caso das suspensões constituídas por partículas maiores, ocorre a predominância da deposição de partículas com orientações irregulares resultando em tortas rugosas de alta porosidade e espessura.
- Tortas de filtração obtidas a partir de suspensões com CMC possuem maior espessura e permeabilidade que aquelas obtidas utilizando goma xantana. Essas tortas apresentaram maior compressibilidade do que as primeiras. Essas observações podem ser justificadas pela diferença de viscosidade aparente das suspensões.
- O aumento da concentração de goma xantana resultou na redução da compressibilidade das tortas de filtração obtidas utilizando partículas maiores de CaCO_3 . Para partículas menores, nenhum efeito significativo foi constatado. Foram obtidas tortas de filtração com menor espessura para uma maior concentração de goma xantana. Esse efeito é decorrente do aumento da viscosidade aparente do fluido, que reduz a taxa de deposição de partículas em camadas acima do meio filtrante.

Da Silva (2017) avaliou o efeito do diferencial de pressão aplicado (300, 500 e 700 psi) do tipo de agente viscosificantes (goma xantana e CMC) e do tipo de sólido adensante (BaSO_4 e CaCO_3) nas propriedades de torta de filtração. O modelo de Castro (1981) (Equação 3.7) foi utilizado para o ajuste dos dados experimentais de filtração e de estimação de parâmetros. A compressibilidade das tortas de filtração foi obtida a partir da regressão linear da forma logarítmica da Equação 3.4. Entre as principais observações, é possível destacar que:

- Tortas de filtração obtidas com suspensões de barita (BaSO_4) apresentaram maior compressibilidade que aquelas obtidas com suspensões de calcita (CaCO_3). Dessa forma, para suspensões de calcita, observa-se o aumento da taxa de filtração em função da pressão de forma mais significativa que aquela observada para suspensões de barita;
- Não houve efeitos significativos dos fatores avaliados no que se refere à porosidade das tortas de filtração;
- No que se refere à espessura da torta, não houve efeito significativo do diferencial de pressão aplicado e do tipo de agente viscosificante utilizado. Entretanto, observa-se o aumento da espessura das tortas de filtração de suspensões de calcita, quando comparadas àquelas obtidas com suspensões de barita;
- Fluidos contendo CMC apresentaram menor volume de filtrado em relação àqueles contendo goma xantana em sua formulação. O aumento do volume de filtrado pode ser explicado pelo aumento da viscosidade da suspensão de CMC em relação a de goma xantana;

3.10 COMENTÁRIOS PARCIAIS

Neste capítulo, uma varredura na literatura foi realizada de forma a elevar o conhecimento da técnica e das propriedades envolvidas no processo. Modelos de filtração, como os desenvolvidos por Ruth (1935), Castro (1981), Dewan e Chenevert (1993), entre outros, possibilitaram o ajuste de dados de filtração obtidos a partir de ensaios em bancada para fins de projeto de filtros industriais ou para agregar conhecimento a partir de pesquisas científicas no referido segmento.

Diversos autores, como Frank Tiller e Mompei Shirato, dedicaram anos em pesquisas acerca das propriedades das tortas de filtração, estabelecendo relações diretas entre variáveis como porosidade, permeabilidade, pressão nos sólidos e compressibilidade. Essas pesquisas demonstram a inequívoca contribuição e importância no estudo das propriedades da torta de filtração, tais como permeabilidade e compressibilidade, fundamentais para a compreensão adequada da dinâmica do processo.

Por outro lado, observa-se que o cálculo das propriedades médias das tortas de filtração é realizado de forma inapropriada, desvincilhando-se da consideração de eventuais erros experimentais associados à medição e/ou aferição de variáveis de saída dos experimentos de bancada. Dados de volume de filtrado e de tempo de filtração são comumente submetidos a mudanças de variável para, após uma regressão linear dos dados, levarem à obtenção de dados de permeabilidade da torta e de resistência do meio filtrante.

Pelo presente exposto, vale ressaltar que a literatura carece de pesquisas nas quais, tanto as incertezas associadas aos dados de saída experimental quando às associadas aos parâmetros como a permeabilidade da torta e a resistência do meio filtrante. Considerando-se que esses parâmetros serão posteriormente utilizados, seja para o dimensionamento de filtros industriais ou até mesmo, no caso na perfuração de poços, para o design e otimização da composição dos fluidos de perfuração, o conhecimento das incertezas é de vital importância.

Nesse aspecto, a presente pesquisa ampliará a literatura por meio da apresentação de uma abordagem estatística rigorosa para a determinação das propriedades das tortas de filtração, assim como do meio filtrante. Nesta metodologia, são considerados os erros relativos ao ajuste do modelo e a estimação de parâmetros a partir de dados experimentais de volume de filtrado.

CAPÍTULO 4 MATERIAL E MÉTODOS

Resumo: Este capítulo destina-se a descrever as técnicas empregadas nesta pesquisa, tanto nas etapas de caracterização dos materiais quanto no procedimento experimental de filtração. Nesta seção, são apresentadas também as propriedades dos materiais empregados que serão utilizadas posteriormente na etapa de modelagem e de estimação de parâmetros.

4.1 INTRODUÇÃO

Todos os experimentos realizados nesta pesquisa foram conduzidos utilizando como padrão a barita classe 810/525, proveniente da mineradora BrasilMinas. A barita é empregada como agente adensante em fluidos de perfuração, atuando no ajuste da densidade e permitindo o controle da pressão no interior de poços de perfuração. A carboximetilcelulose, obtida na empresa System Mud, foi utilizada como agente viscosificante.

A caracterização do material particulado foi realizada a partir da aplicação das técnicas de picnometria a gás para determinação da densidade (Seção 4.1) e técnica de espalhamento de luz para distribuição de tamanho das partículas (Seção 4.2). Para a fase fluida, foram realizados experimentos para a caracterização do comportamento reológico carboximetilcelulose (Seção 4.3). A unidade experimental utilizada para a realização dos experimentos, bem como a metodologia adotada, é descrita nas Seções 4.4 e 4.5, respectivamente. Não obstante, a Seção 4.6 apresenta o procedimento para obtenção das imagens por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para caracterização das tortas de filtração.

4.2 DENSIDADE DOS SÓLIDOS

A densidade da barita foi determinada a partir da técnica de picnometria a gás, na qual o volume de uma amostra é obtido pela comparação da variação de pressão de gás, geralmente hélio, e a de uma câmara de volume calibrado. Hélio é o gás mais utilizado por seu caráter inerte e por poder penetrar mais facilmente nos poros acessíveis da amostra devido ao menor tamanho dos seus átomos, permitindo maior precisão na determinação do volume do sólido (MOURA e FIGUEIREDO, 2002).

De forma análoga a ROCHA (2018), a aplicação da técnica foi realizada com o apoio do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Petrobrás (CENPES). Foi utilizado um picnômetro a gás hélio modelo AccuPyc 1330 da Micromeritics, obtendo uma densidade média de $3,8116 \pm 0,0008 \text{ g/cm}^3$ (aproximadamente $3811,6 \text{ kg/m}^3$).

4.3 DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHOS DE PARTÍCULAS

A distribuição de tamanhos de partículas foi determinada a partir da aplicação da técnica de espalhamento de luz. Esse método consiste na passagem da suspensão através de uma zona com fotos emissores, em que onde o feixe de luz é absorvido, refratado ou espalhado em algum ângulo devido à presença de partículas sólidas. Dessa forma, por meio da quantificação correta do grau de espalhamento em uma ampla faixa de ângulos observados, pode-se determinar o tamanho de partículas ou gotas em pós, emulsões e suspensões (HALLET, 1994; MALVERN, 2017).

Existem diversas teorias que correlacionam o grau de espalhamento com a distribuição de tamanhos de partículas como a teoria de Mie e Franunhofer, por exemplo. Partículas pequenas apresentam maiores ângulos de espalhamento com menor intensidade, enquanto partículas maiores apresentam menor ângulo de espalhamento com maior intensidade (HORIBA, 2007).

Com base no supracitado, a determinação da distribuição de tamanhos de partículas da Barita comercial classe 800/325 foi realizada a partir do analisador de partículas Malvern Mastersizer 2000, com capacidade de identificação de partículas de 10 nm a 3,5 mm. Foi utilizada água deionizada como meio dispersante, assim como fluido para limpeza do equipamento após a análise. Ondas ultrassônicas foram utilizadas de forma a prevenir a aglomeração das partículas.

A distribuição volumétrica de tamanhos de partículas de barita 800/325 utilizada nesta pesquisa está ilustrada na Figura 16. , assim como seus respectivos diâmetros característicos na Tabela 13.

Figura 16. Distribuição volumétrica de tamanho de partícula para a barita 800/325.

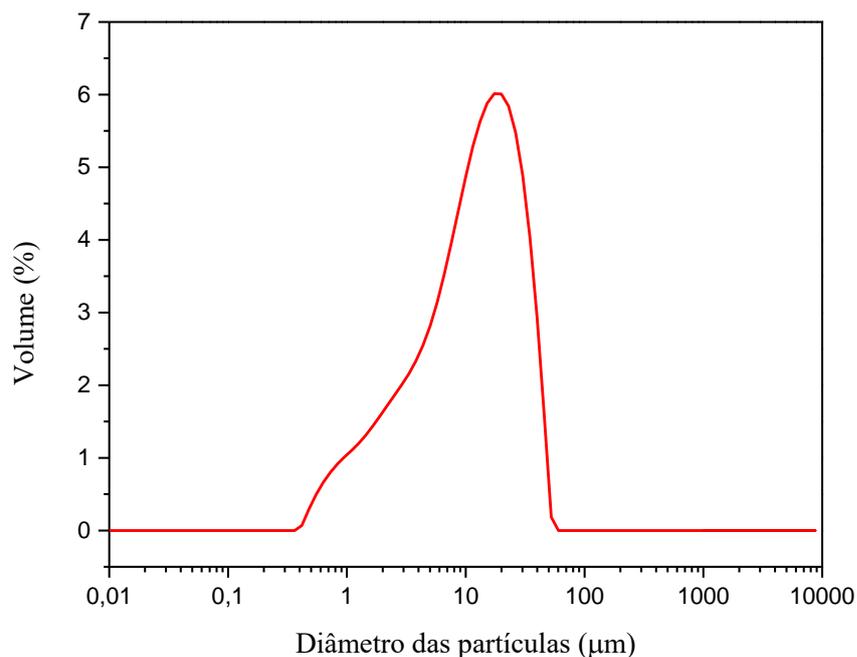


Tabela 13. Diâmetros característicos das partículas de barita classe 800/325

Diâmetros Característicos		
d (0,1)	1,77	µm
d (0,5)	11,04	µm
d (0,9)	29,09	µm
D _{3,2} (Sauter)	4,54	µm
D _{4,3}	13,44	µm

4.4 COMPORTAMENTO REOLÓGICO

Foram realizados experimentos para caracterização reológica da solução base (água e CMC) assim como para as suspensões com diferentes concentrações de barita. Os testes reológicos foram realizados a fim de determinar importantes e diferentes aspectos da fase fluida, tais como: o comportamento da resposta da tensão de cisalhamento frente à imposição de uma taxa de cisalhamento; o grau de tixotropia; o grau de viscoelasticidade; a capacidade de recuperação do fluido após cessada a aplicação de uma tensão; e a estabilidade do fluido.

Foram realizados os seguintes testes:

- Reograma ou curva de escoamento;
- Rampa de tensão;
- Teste de tixotropia;
- Varredura de tensão;
- Teste de *Creep/Recovery*;
- Varredura de frequência;
- Varredura no tempo.

Todos os testes foram realizados em um reômetro rotacional HAAKE RheoStress 1 da Thermo Scientific TM, utilizando a geometria de cilindros coaxiais (cód. DG-43 Ti).

Esse reômetro permite a realização de testes em diferentes condições de temperatura a partir da operação conjunta com o banho de circulação Thermo HAAKE K10, adaptado com um controlador digital com precisão de $\pm 0,02^{\circ}\text{C}$. O banho permite o aquecimento/resfriamento do recipiente onde se encontra a amostra para adequação da temperatura, caso necessário. Adicionalmente, é responsável por manter a base que receberá a amostra na temperatura desejada de análise.

4.4.1 Curva de escoamento

Esse teste possui como objetivo examinar as propriedades do escoamento do fluido sob variação de condições de cisalhamento e de tensão. Pode ser realizado a partir do controle da tensão ou da taxa, sendo o segundo mais utilizado devido à maior flexibilidade aos limites de operação do equipamento. Para cada temperatura avaliada nesta pesquisa, foram realizados testes com taxa de cisalhamento controlada na faixa de 0 a 1021 s^{-1} , com 180 s de duração.

4.4.2 Rampa de tensão

O teste de rampa de tensão possui como objetivo verificar a existência ou ausência de uma tensão limite para que o escoamento se inicie. Aqui, aplica-se uma tensão controlada na amostra, observando o grau de deformação da mesma. Para cada temperatura avaliada, foram realizados testes com faixa de tensão de 0,001 a 20 Pa, com duração de 180 s.

4.4.3 Teste de tixotropia

O emprego deste teste tem como objetivo determinar o efeito do tempo nas propriedades do escoamento. Para tal, utilizam-se dois testes de rampa de cisalhamento, um crescente e outro decrescente, intercalados pela aplicação da taxa de cisalhamento a um valor constante por um tempo predefinido. A tixotropia é caracterizada a partir da histerese ou área entre as curvas de ida e de volta de taxa de cisalhamento.

Para cada temperatura avaliada, foram realizados testes de tixotropia com a seguinte configuração:

- Rampa crescente: taxa de cisalhamento controlada $0 - 1021 \text{ s}^{-1}$, por 240s;
- Estabilização: taxa de cisalhamento constante em 1021 s^{-1} , por 30s;
- Rampa decrescente: taxa de cisalhamento controlada $1021 - 0 \text{ s}^{-1}$, por 240s.

4.4.4 Varredura de tensão

Utilizado como teste preliminar, possui como objetivo verificar a faixa e a região limite de viscoelasticidade linear. Para tal, deve-se identificar a região na qual as funções materiais G' e G'' são independentes da tensão aplicada na amostra, sendo dependentes apenas da frequência. Para cada temperatura avaliada, foram realizados testes oscilatórios de varredura de tensão na faixa de 0 a 20 Pa, com frequência de 1 Hz.

4.4.5 Teste de *Creep/Recovery*

Possui como objetivo agrupar informações importantes sobre as propriedades viscoelásticas da amostra. Por meio desse teste, é possível observar o comportamento dinâmico da amostra quando é submetida a uma tensão ou deformação constante. Após a aplicação da tensão, essa é suprimida e observa-se o grau de recomposição ou recuperação da estrutura do material. Propriedades da amostra, como viscosidade zero, constante de deformação elástica, tempo de relaxação característico e primeiro coeficiente de tensão normal, são exemplos de propriedades obtidas a partir de métodos gráficos, executados com o próprio *software* do equipamento.

Para cada temperatura avaliada, foram realizados testes sucessivos, conforme descrito abaixo:

- *Creep*: tensão constante de 0,1 Pa por 300 s;
- *Recovery*: tensão nula por 900 s.

4.4.6 Varredura de frequência

Utilizado como teste para caracterizar materiais quanto ao caráter de líquido viscoso e sólido elástico, utilizando os dados obtidos a partir das curvas dos módulos G' e G'' ao longo de uma faixa de frequência. Para cada temperatura avaliada, foram realizados testes oscilatórios de varredura com frequências no intervalo de 0,001 a 10 Hz, com tensão constante de 0,1 Pa.

4.4.7 Varredura no tempo

Possui como objetivo determinar o comportamento reológico do material ao longo do tempo. Nesse teste, é possível identificar se existem efeitos predominantes de volatilização do solvente, sedimentação ou degradação da amostra. Para cada temperatura avaliada, foram realizados testes oscilatórios de varredura no tempo com tensão constante de 0,1 Pa, frequência constante de 1 Hz durante 1800 s.

4.5 UNIDADE EXPERIMENTAL

A unidade experimental consiste em uma célula de filtração HTHP (*High Temperature High Pressure*) OFITE 171-01-C, com capacidade de 0,5 L ($5,0 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3$), equipada com uma balança analítica e um sistema de pressurização a gás com N_2 , conforme ilustrado na Figura 17.

O aparato consiste em uma estrutura de dimensões $25,4 \times 45,7 \times 106,7 \text{ cm}^3$, contendo a célula de filtração e uma camisa de aquecimento (800W), com temperatura máxima alcançável de 204°C (400°F). Na face frontal da estrutura suporte da célula de filtração, há um regulador termostato com 10 níveis de aquecimento. Cada nível equivale a um *set point* específico de temperatura não informado pelo fabricante. A aferição da temperatura do corpo da célula é realizada a partir da inserção de um termômetro (específico para o equipamento) em um bocal apropriado na seção superior da mesma. Dessa forma, move-se o termostato até o nível no qual a temperatura do corpo da célula seja a desejada. A Figura 18 ilustra a vista frontal da estrutura suporte da célula de filtração.

Figura 17. Representação esquemática da unidade experimental de filtração.

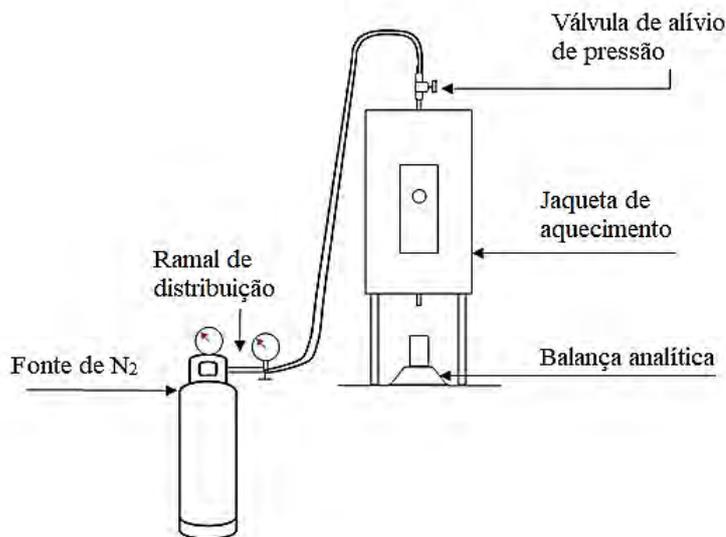


Figura 18. Estrutura suporte da célula de filtração.



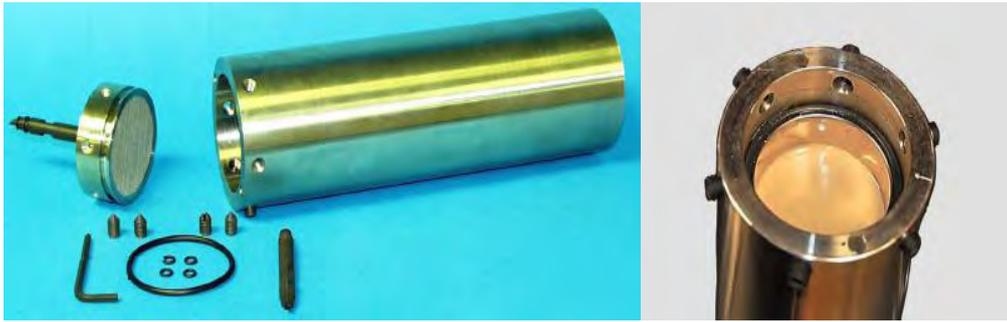
O sistema de pressurização é suprido por um cilindro de N₂ com 20L de capacidade, com pressão máxima alcançável de 2000 psi (13,8 MPa). Um ramal de distribuição de gás está acoplado a esse cilindro, de modo a permitir a pressurização sequencial do sistema cilindro-célula de filtração. A ligação é realizada por uma mangueira industrial conectada à válvula superior da célula de filtração. A Figura 19 ilustra em detalhes as conexões do sistema de pressurização na extremidade superior da célula de filtração (à esquerda) e no cilindro de N₂ (à direita).

Figura 19. Detalhes das conexões para o sistema de pressurização: válvula de alívio com ponto de engate rápido para a mangueira industrial (à esquerda) e a válvula reguladora de pressão, localizada no ramal de saída do cilindro de N₂ (à direita).



A Figura 20 detalha alguns componentes da célula de filtração. A célula, de aço INOX, possui em suas extremidades bases removíveis que permitem a utilização de meios filtrantes com diferentes espessuras. Nessas bases estão conectadas as válvulas de abertura e fechamento da célula. Neste trabalho, foi utilizado papel de filtro FANN com 23,3 cm² ($2,33 \cdot 10^{-3}$ m²) de área útil e retenção de partícula na faixa de 2,7 a 5,0 μm ($2,7 \cdot 10^{-6}$ a $5,0 \cdot 10^{-6}$ m).

Figura 20. Detalhe da célula de filtração HTHP OFITE (Manual OFITE, 2015).



Diferentes bases da célula de filtração estão destacadas na Figura 21. As peças apresentadas na figura a seguir diferenciam-se uma da outra por sua superfície, a qual é específica para diferentes condições de filtração. A base à direita na figura é utilizada quando são realizadas filtrações nas quais o papel de filtro é o meio filtrante a ser utilizado. Por outro lado, a base à esquerda é utilizada quando o meio filtrante considerado é representado por um material cerâmico ou rocha porosa natural ou sintética.

Figura 21. Detalhe das bases da célula de filtração HTHP.



4.6 PLANEJAMENTO E METODOLOGIA EXPERIMENTAL

4.6.1 Planejamento experimental

Neste trabalho, foi investigado o efeito da pressão, da temperatura e da concentração de sólidos na suspensão, na dinâmica de filtração e nas propriedades de torta obtidas de fluidos base água viscosificados com CMC. Para tal, foi elaborado um planejamento fatorial 3^3 com triplicatas no ponto central.

Assim como a formulação típica empregada na indústria, utilizaram-se 2 lb/bbl ($5,7 \text{ kg/m}^3$) como concentração padrão de CMC. Os intervalos de pressão (P) escolhidos foram arbitrados como pontos equidistantes a partir do ponto central definido como a condição e teste API, 500 psi (API 13B-1, 2003). Dessa forma, os níveis de 300 e 700 psi (2,07 e 4,83 MPa) foram adicionados. Sabe-se que a temperatura nos processos de perfuração pode variar em uma ampla faixa, principalmente se o poço estiver localizado em águas ultra profundas (acima de

1500 m de profundidade), onde a variação é de cerca de 4°C a 150°C (SANTOS, 2013). Nesta pesquisa, as temperaturas selecionadas para a realização dos experimentos de filtração foram 25, 45 e 65°C.

Atualmente, na produção de fluidos de perfuração base água adensados com barita, costuma-se acompanhar a massa específica da suspensão adicionando o sólido até que a mesma atinja um valor próximo de 1,16 g/cm³ (1160 kg/m³). Nesse caso, a concentração de sólidos (Cs) se encontra em torno de 17-23 % (v/v). Para esta pesquisa, os níveis de concentração foram determinados de forma a simular as condições de sub e sobre dosagem de sólidos no fluido: 10% e 30% (v/v) de barita, respectivamente.

A Tabela 14 apresenta os fatores e os níveis avaliados. As combinações de experimentos realizados são apresentadas no Apêndice A.

Tabela 14. Fatores e níveis avaliados neste trabalho

Níveis \ Fatores	P (psi)	T (°C)	Cs (% v/v)
-1	300	25	10
0	500	45	20
+1	700	65	30

Para a caracterização do erro experimental, admitiu-se que os dados obtidos na triplicata seguem a distribuição normal, de tal modo que o dobro do desvio-padrão obtido foi considerado como o erro experimental, adotando-se 5% de nível de significância.

4.6.2 Metodologia experimental

4.6.2.1 Preparação da suspensão

Para o preparo dos fluidos, 2,85g de CMC foram solubilizados em 500 mL ($5,0 \cdot 10^{-4}$ m³) de água destilada em um agitador mecânico Fisatom, sob agitação constante a 1600 rpm por aproximadamente 10 minutos, garantindo a homogeneização adequada e solubilização completa do CMC em água. Em seguida, adicionou-se a barita (nas quantidades 190,5; 381 e 571,5 g referentes às diferentes concentrações da suspensão utilizadas) à solução mantendo-se a agitação constante em 1600 rpm por 20 minutos.

4.6.2.2 Filtração

Antes de receber a suspensão a ser filtrada, a célula já deve estar devidamente preparada. Fecha-se a célula de filtração com o suporte superior e a válvula, mantendo-a fechada. Para os testes de temperatura em que é necessário aquecimento, selou-se completamente a célula de filtração, mantendo-a em aquecimento por aproximadamente 15 minutos antes de receber a suspensão.

Após o preparo da suspensão, preencheu-se a célula de filtração HTHP até aproximadamente 1,5 cm da borda (API RP 13B-1, 2003). Posicionaram-se os anéis (o-rings) de vedação e o papel de filtro. Em seguida, a base inferior da célula, utilizada como base do meio filtrante, foi conectada à célula e fixada com parafusos. Aqui, a válvula foi mantida fechada.

Já na estrutura suporte, a válvula de alívio foi acoplada junto à base superior no topo da célula de filtração. A partir dessa, conectou-se a mangueira industrial para alimentação do gás. Abriu-se completamente a válvula do cilindro fonte de N₂ e, gradativamente, abriu-se a válvula reguladora do ramal correspondente até que a pressão desejada fosse alcançada na linha. Manteve-se a válvula do cilindro aberta ao longo de todo o processo de filtração a fim de evitar a redução da pressão na linha decorrente da expansão do gás no interior da célula de filtração.

Após alcançada a pressão desejada, a válvula superior da célula foi aberta de modo a permitir a pressurização da câmara de filtração. Em seguida, posicionou-se o termômetro na base superior da célula. Na sequência, permitiu-se a abertura da válvula inferior, de tal modo que o processo de filtração fosse iniciado. Os dados de volume de filtrado, de temperatura de teste e de tempo de filtração foram registrados ao longo de 30 minutos com intervalos regulares de 60s cada.

Após o término do tempo estipulado, a válvula inferior foi completamente fechada, assim como a válvula do cilindro de N₂. Em seguida, permitiu-se a depressurização completa da linha após a abertura da válvula de alívio, conectada na parte superior da célula. Fechou-se completamente a válvula reguladora sucedido da desengate da mangueira industrial e da válvula de alívio no topo da célula. A célula foi então removida da estrutura suporte e seguiu para esvaziamento e descarte da suspensão não filtrada e recolhimento da torta de filtração formada.

4.6.2.3 Gravimetria

Os métodos gravimétricos se baseiam em medidas de massas realizadas com uma balança analítica, capaz de fornecer dados com elevada precisão. Nessa técnica, o analito é separado da amostra original na forma de um precipitado ou produto calcinado e então pesado para que, por diferença das massas, possa ser determinado seu teor na amostra (SKOOG *et al.*, 2006).

Nesta pesquisa, utilizou-se a técnica gravimétrica para a determinação das massas de sólido presentes na torta de filtração para o posterior cálculo da porosidade média das mesmas. As seguintes etapas do processo foram adotadas:

- 1) Aferição da massa da placa de Petri vazia, m_{placa} ;
- 2) Remoção e aferição da massa do conjunto placa + torta úmida, $m_{úmida}$;
- 3) Secagem na estufa a 100°C até alcançar massa constante;
- 4) Aferição da massa do conjunto placa + torta seca, m_{seca} ;

Após aquisição das referidas massas, procedeu-se para a determinação da massa de sólidos na torta e cálculo da porosidade média (Dewan e Chenevert, 2001) das mesmas a partir das seguintes relações:

$$m_{s,t} = m_{úmida} - m_{seca} \quad (4.1)$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{m_{úmida}}{m_{seca}} - 1}{\frac{m_{úmida}}{m_{seca}} - 1 + \frac{\rho_f}{\rho_s}} \quad (4.2)$$

4.6.2.4 Dinâmica de porosidade

Esses experimentos foram conduzidos de tal forma a obter dados de porosidade média e espessura de torta em diferentes tempos de filtração. Para tal, foram conduzidos experimentos de filtração (conforme descritos no referido tópico) com duração de 5, 10, 15, 20 e 30 minutos para o cenário mais crítico de atraso de dinâmica (menor recolhimento do volume de filtrado). Esse cenário foi definido após o recolhimento dos dados experimentais das filtrações definidas no planejamento experimental.

Com base nesses dados, verifica-se que a condição mais crítica é aquela na qual é produzido o menor volume de filtrado; ou seja, a filtração é conduzida nos pontos inferiores dos fatores pressão e temperatura, e no ponto superior de concentração de sólidos.

Dessa forma, foram preparados novos fluidos antes de cada filtração, seguindo o procedimento descrito no primeiro item deste tópico, sucedendo-se a filtração com diferentes durações de teste. Ao final de cada experimento, a torta foi recolhida, efetuando-se a medição da espessura e a técnica de gravimetria para determinação da porosidade média.

4.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA - MEV

Chenevert e Huycke (1991) realizaram experimentos com tortas de filtração utilizando bentonita como agente viscosificante, fraturando as mesmas após um resfriamento rápido com iso-pentano. Após a fratura, os fragmentos da torta foram inseridos em uma câmara de alto vácuo para sublimação da água contida nos poros da torta. Os autores discutem que, dessa forma, a estrutura original da torta é mantida mesmo após a quebra.

Rugang *et al.* (2014) estudaram o efeito da concentração de barita e outros componentes na estrutura de tortas de filtração, provenientes do estudo da perda de circulação com fluidos de perfuração base água viscosificados com bentonita. De forma semelhante ao estudo de Chenevert e Huycke, os autores empregaram o resfriamento rápido, utilizando nitrogênio líquido, com posterior sublimação do líquido residual na torta.

Entretanto, considerando o comportamento anômalo da água na faixa de 0 a 4°C, uma vez que é o constituinte predominante da fase fluida na torta, o rápido resfriamento provoca uma dilatação dos poros e cavidades que estão preenchidos com fluido. Dessa forma, a estrutura interna da torta não será totalmente preservada. Uma técnica alternativa é a fragmentação da torta ainda úmida e secagem na estufa a 100°C para remoção da fase fluida. Nessa técnica, ocorre a vaporização do solvente, derivando da leve expansão dos poros e camadas preenchidas com fluido agora caminhando para a mudança de fase (gravimetria – SKOOG *et al.*, 2006).

Com base no apresentado, conclui-se que ambas as técnicas, mesmo com procedimentos diferentes, interferem de alguma forma na estrutura interna da torta de filtração e no arranjo das partículas. Dessa forma, preferiu-se utilizar o segundo método como abordagem nesta pesquisa.

Após a pesagem da torta ainda úmida, a mesma foi fraturada em aproximadamente 1 cm da borda. O fragmento seguiu para a estufa juntamente com a peça original da torta para secagem e então reservadas para análise.

As amostras analisadas no MEV foram selecionadas de forma a permitir a avaliação do efeito da pressão, da temperatura e da concentração isoladamente. Ao todo, foram avaliadas 11

diferentes amostras. Elas foram realizadas com o apoio do Laboratório de Microscopia da Universidade do Estado do Rio de Janeiro.

Inicialmente foi efetuado o recobrimento da superfície dos fragmentos com uma fina camada de carbono com o depositador de filme Desk V da Denton Vacuum, a partir da técnica de evaporação térmica utilizando bastões de carbono. Após o recobrimento das amostras, as análises foram efetuadas em um microscópio eletrônico da JEOL modelo JSM-6510 com fonte de emissão de tungstênio. O microscópio conta com detectores EDS, WDS e elétrons secundários. Permite também magnificações da ordem de 5 a 300000 vezes, com aceleração de voltagem de 0,5 a 30 kV. Utilizou-se aceleração de voltagem de 15kV ao longo de todas as análises, com *spot size* 20 e magnificações de 1000 e 5000 vezes.

CAPÍTULO 5

MODELAGEM E ESTIMAÇÃO DE PARÂMETROS

Resumo: Este capítulo tem como objetivo apresentar o desenvolvimento do modelo matemático de filtração para o ajuste dos dados experimentais e equações constitutivas auxiliares utilizadas nesta pesquisa. Adicionalmente, a seção de estimação de parâmetros apresenta de forma detalhada o procedimento utilizado neste trabalho.

5.1 INTRODUÇÃO

Neste capítulo, serão discutidos alguns temas acerca da aplicação do modelo baseado na teoria clássica da filtração, bem como suas limitações, visando ao desenvolvimento do modelo de filtração estática para fluidos não-Newtonianos. Para tal, a equação para a força resistiva desenvolvida por Telles e Massarani (1979) é utilizada, conforme já apresentada na Seção 2.4.4 do Capítulo 1, para representar a relação entre as forças de interação sólido-fluido ao longo do processo de escoamento da suspensão através da torta de filtração.

Os procedimentos de estimação de parâmetros também são apresentados. Apresenta-se a métrica utilizada para a função objetivo obtida a partir do Método da Máxima Verossimilhança, assim como o pacote computacional empregado para realização do processo e suas eventuais condições de teste.

5.2 MODELO DE FILTRAÇÃO PARA FLUIDOS NÃO-NEWTONIANOS

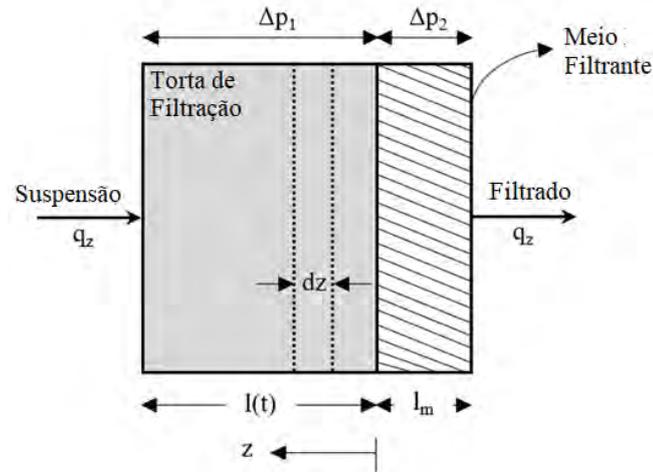
O modelo de filtração utilizado neste trabalho para ajuste dos dados experimentais é uma extensão da teoria clássica da filtração desenvolvida por Ruth (RUTH, 1935), considerando fluido Newtoniano. Essa abordagem clássica considera a aplicabilidade da Lei de Darcy e suas hipóteses para a descrição da força resistiva relativa ao escoamento do fluido através do meio poroso.

Como apresentado no Capítulo 2, a teoria clássica da filtração apresenta algumas limitações, tais como a consideração da existência de uma torta de filtração pré-formada, homogênea e incompressível, de espessura constante, bem como a consideração do caráter Newtoniano para o fluido que percola a torta de filtração, desprezando efeitos de cisalhamento.

O modelo de filtração desenvolvido por Castro (1981) considera o comportamento de fluidos não-Newtonianos em processos de filtração estática. Esse modelo pode ser aplicado em diferentes cenários quando utilizadas suspensões de elevada viscosidade, sensíveis à variação da taxa de cisalhamento das partículas que são depositadas sobre o meio filtrante.

A filtração estática unidirecional com formação de tortas compressíveis pode ser descrita como uma extensão da teoria do contínuo (teoria para misturas), apresentada na Seção 3.1 do Capítulo 3. A Figura 22 apresenta uma representação esquemática para a filtração estática.

Figura 22. Esquema para a filtração estática com formação de torta.



Considerando o esquema apresentado na Figura 22, as equações da continuidade e do movimento para as fases sólida e fluida são apresentadas a seguir.

Equação da Continuidade (5.1) e do Movimento (5.2) para Fase fluida:

$$\frac{\partial}{\partial t}(\varepsilon\rho_f) + \nabla \cdot [\varepsilon\rho_f\tilde{v}_f] = 0 \quad (5.1)$$

$$\varepsilon\rho_f \left[\frac{\partial \tilde{v}_f}{\partial t} + \tilde{v}_f \cdot (\nabla \tilde{v}_f) \right] = -\nabla p - \tilde{m} + \rho_f \tilde{g} \quad (5.2)$$

Equação da Continuidade (5.3) e do Movimento (5.4) para a Fase sólida:

$$\frac{\partial}{\partial t}[(1-\varepsilon)\rho_s] + \nabla \cdot [(1-\varepsilon)\rho_s\tilde{v}_s] = 0 \quad (5.3)$$

$$(1-\varepsilon)\rho_s \left[\frac{\partial \tilde{v}_s}{\partial t} + \tilde{v}_s \cdot (\nabla \tilde{v}_s) \right] = \nabla p_s + \tilde{m} + (1-\varepsilon)(\rho_s - \rho_f)\tilde{g} \quad (5.4)$$

As seguintes hipóteses simplificadoras podem ser adotadas no desenvolvimento do modelo para filtração estática:

- H₀: Escoamento unidirecional, z (Equação da continuidade e do movimento);
- H₁: Propriedades físicas constantes (Equação da continuidade e do movimento);
- H₂: Os termos de aceleração local e convectiva (Equação do movimento) podem ser negligenciados;
- H₃: Os termos associados ao campo gravitacional (Equação do movimento) podem ser desprezados;

- H4: A porosidade da torta de filtração é estacionária, ou seja, a dinâmica da torta de filtração é suficientemente rápida de tal modo que ela pode ser negligenciada.

De acordo com as hipóteses anteriores, as equações da continuidade e do movimento para a fase fluida tornam-se:

$$\frac{dq_z}{dz} = 0 \quad (5.5)$$

$$\frac{dP_f}{dz} = -\frac{dP_s}{dz} = m_z \quad (5.6)$$

sendo q a velocidade intersticial do fluido e m a força resistiva de interação sólido-fluido.

É importante enfatizar que o fluxo de filtrado é uma função somente do tempo de filtração, conforme pode ser visto na Equação (2.54). A equação constitutiva para a força resistiva proposta por Silva Telles e Massarani, válida para o escoamento de fluidos não-Newtonianos em meios porosos (Capítulo I, Equação 2.36), contempla os efeitos das tensões normais (De) e inerciais do escoamento (Re). Os adimensionais podem ser descritos pelas seguintes relações:

$$m_z = \frac{\tau(\dot{\gamma})}{\sqrt{k}q_z} \Omega \left[1 + \frac{c\rho q_z^2}{\Omega\tau(\dot{\gamma})} + \frac{c_1 N_1(\dot{\gamma})}{\tau(\dot{\gamma})} + \frac{c_2 N_2(\dot{\gamma})}{\tau(\dot{\gamma})} \right] q_z \quad (2.36)$$

$$Re = \frac{\rho c \sqrt{k} q_z}{\tau(\dot{\gamma})/\dot{\gamma}} = \frac{\rho c \sqrt{k} q_z}{\eta(\dot{\gamma})} \quad (5.7)$$

$$De_i = \frac{c_i N_i(\dot{\gamma})}{\tau(\dot{\gamma})} = \frac{c_i \Psi_i(\dot{\gamma}) \dot{\gamma}}{\eta(\dot{\gamma})} \quad (5.8)$$

Segundo Bird *et al.* (2002), para líquidos poliméricos, os coeficientes de tensão normal, Ψ_i , podem ter uma diminuição na ordem de 10^7 na faixa usual de taxas de cisalhamento. Portanto, considera-se que De_i pode assumir valores diminutos e/ou próximos de zero. Adicionalmente, considera-se o escoamento lento através do meio poroso, com $Re \leq 1$. A partir dessas considerações, a Equação (2.36) torna-se:

$$m_z = \frac{\tau(\dot{\gamma})\Omega}{\sqrt{k}q_z} q_z \quad (5.9)$$

Para descrever a dependência da tensão cisalhante com a taxa de cisalhamento aplicada, utilizou-se o modelo Power-Law, descrito pela Equação (2.11).

$$\tau(\dot{\gamma}) = K\dot{\gamma}^n \quad (2.11)$$

$$\eta = \frac{\tau(\dot{\gamma})}{\dot{\gamma}} = K\dot{\gamma}^{n-1} \quad (5.10)$$

Combinando as Equações (5.6), (5.9) e (5.10), têm-se que:

$$\frac{dp_f}{dz} = -\frac{dp_s}{dz} = \frac{K(\dot{\gamma})^n \Omega}{\sqrt{k}} \quad (5.11)$$

A resistividade local da torta e a massa infinitesimal de sólidos contidos em uma fatia da torta de espessura dz são descritas pelas seguintes equações:

$$\alpha = \frac{1}{k(1-\varepsilon)\rho_s} \quad (5.12)$$

$$dm = (1-\varepsilon)\rho_s A dz \quad (5.13)$$

Utiliza-se uma aproximação para a resistividade média da torta $\bar{\alpha}$, definida por:

$$\bar{\alpha} = \frac{p(l,t) - p(0,t)}{\int_0^{p(l,t)-p(0,t)} \frac{dp_s}{\alpha}} \quad (5.14)$$

Substituindo as Equações (5.12) e (5.13), a Equação (5.11) se torna:

$$-dp_s = \frac{K}{A} q^n \Omega^{1-n} \alpha^{\frac{n+1}{2}} [\varepsilon_s \rho_s]^{\frac{n-1}{2}} dm \quad (5.15)$$

A integração da Equação (5.15) fornece:

$$\Delta p_1 = \bar{\gamma} \frac{K}{A} q^n \rho_s \left(\frac{n-1}{2} \right) \rho_f CV \quad (5.16)$$

em que a variável $\bar{\gamma}$ é definida a partir do teorema do valor médio conforme a Equação (5.17) a seguir.

$$\bar{\gamma} = \frac{\Delta p_1}{\int_0^{\Delta p_1} \frac{dp_s}{\Omega^{1-n} \bar{\alpha}^{\left(\frac{n+1}{2}\right)} [1-\bar{\varepsilon}]^{\left(\frac{n-1}{2}\right)}}} \approx \Omega^{1-n} \bar{\alpha}^{\left(\frac{n+1}{2}\right)} [1-\bar{\varepsilon}]^{\left(\frac{n-1}{2}\right)} \quad (5.17)$$

em que $\bar{\varepsilon}$ e $\bar{\alpha}$ são a porosidade e a resistividade média da torta, Ω é o fator geométrico e C é a razão entre a massa de sólidos na torta e a massa de filtrado, definida como:

$$C = \frac{m_d}{V_f \rho_f} \quad (5.18)$$

A forma integrada da equação do movimento aplicada ao escoamento do filtrado no meio filtrante é apresentada a seguir:

$$\Delta p_2 = \Omega_m^{1-n} K R_m k_m^{\left(\frac{1-n}{2}\right)} q^n \quad (5.19)$$

Somando as Equações (5.16) e (5.19), tem-se que:

$$\Delta p = K \left[\frac{\bar{\gamma}}{A} \rho_f \rho_s^{\left(\frac{n-1}{2}\right)} C V + \Omega_m^{1-n} k_m^{\left(\frac{1-n}{2}\right)} R_m \right] \left(\frac{1}{A} \frac{dV}{dt} \right)^n \quad (5.20)$$

A integração da Equação (5.18) fornece, portanto:

$$V = \frac{1}{a} \left[\left(\frac{n+1}{n} \right) at + b \left(\frac{n+1}{n} \right) \right]^{\left(\frac{n+1}{n}\right)} - \frac{b}{a} \quad (5.21)$$

em que os grupos a e b são definidos como:

$$a = \frac{K \bar{\gamma}}{\Delta p A^{n+1}} \rho_f \rho_s^{\left(\frac{n-1}{2}\right)} C \quad (5.22)$$

$$b = \frac{K}{\Delta p A^n} R_m k_m \left(\frac{1-n}{2} \right) \Omega^{(1-n)} \quad (5.23)$$

$$k_m = \frac{L_m}{R_m} \quad (5.24)$$

Nas Equações (5.22) a (5.24), L_m , k_m and R_m são, respectivamente, a espessura, a permeabilidade e a resistência do meio filtrante. Segundo a teoria capilar de Kozeny-Carman (KOZENY, 1927; CARMAN, 1938), o fator geométrico Ω foi considerado como constante e igual à unidade. Para o caso da aplicação do modelo na filtração de suspensões Newtonianas, o parâmetro reológico “n” é unitário e a Equação (5.19) recai na teoria simplificada da filtração proposta por Ruth (1954).

Diferentemente do desenvolvimento matemático elaborado por Castro (1981), as variáveis relativas ao diferencial de pressão, os parâmetros reológicos do fluido e a área efetiva de filtração foram inseridos nas variáveis auxiliares “a” e “b”.

A partir da estimação das variáveis auxiliares “a” e “b”, a permeabilidade da torta de filtração e a resistência do meio filtrante são obtidas com a aplicação direta das Equações (5.20) e (5.21), respectivamente.

O coeficiente de compressibilidade das tortas de filtração pode ser obtido a partir da relação matemática do tipo potência, conforme sugerido por McCabe (1993), semelhante à Equação (3.4) apresentada no Capítulo 3.

$$\bar{\alpha} = \alpha_0 \Delta p^\nu \quad (5.25)$$

Substituindo a resistividade média da torta $\bar{\alpha}$ pela permeabilidade da torta, via Equação (5.11), tem-se uma relação direta entre a permeabilidade e o índice de compressibilidade da torta, dada por:

$$k(\Delta p) = k_0 \Delta p^{-\nu} \quad (5.26)$$

5.3 ESTIMAÇÃO DE PARÂMETROS

5.3.1 Formulação da função objetivo

Como ponto de partida para o ajuste de dados experimentais e estimação de parâmetros, deve-se definir uma métrica para avaliar a “distância” dos dados experimentais e aqueles computados pelo modelo em questão (SCHWAAB e PINTO, 2008b).

Neste trabalho, é adotada a função de mínimos quadrados ponderados (MQP) como métrica a ser minimizada, obtida pelo método da máxima verossimilhança.

$$F_{obj} = \sum_{i=1}^{NE} \sum_{j=1}^{NY} \frac{(y_{ij}^e - y_{ij}^m(x_i^m, \theta))^2}{\sigma_{ij}^2} \quad (5.27)$$

em que F_{obj} representa a função objetivo a ser minimizada, NE é o número de experimentos, NY é o número de variáveis de saída, y_{ij}^e são os valores experimentais das variáveis de saída, y_{ij}^m são as variáveis de saída previstas pelo modelo matemático, x_i^m são as variáveis de entrada do modelo, θ é o conjunto de parâmetros a ser estimado e σ_{ij}^2 é a variância experimental.

Segundo Schwaab e Pinto (2007b), para o uso da função de mínimos quadrados ponderados, algumas considerações são realizadas.

- Os erros experimentais seguem a distribuição normal;
- Os erros experimentais não estão correlacionados;
- As variáveis de entrada são bem controladas;
- Os dados experimentais apresentam reprodutibilidade (experimento bem feito);
- O modelo consegue descrever com precisão as relações entre as variáveis de entrada e de saída, as medidas experimentais não equivalem com as obtidas pelo modelo somente devido aos desvios experimentais (modelo perfeito);

Ainda, segundo os autores, a Equação (5.27) é ponderada pela variância experimental, que age como um fator de normalização natural das variáveis encontradas no problema. Segundo Myung (2003), a função MQP possui algumas propriedades diferenciadas que lhe garantem o caráter de função com melhor tratamento para estimação e fornecimento de dados estatísticos. São esses:

- Suficiência: Informações completas dos parâmetros estimados são obtidas pelo próprio processo de estimação;
- Consistência: O valor verdadeiro do parâmetro que gerou os dados da estimação é recuperado de forma assintótica;
- Eficiência: Desvios dos parâmetros obtidos são otimizados e minimizados continuamente.
- Invariância de parametrização: A utilização da métrica promove a mesma solução para a estimação independentemente da parametrização utilizada.

Os parâmetros estimados a partir da minimização da Equação (5.27) devem ser tais que obedeçam à relação:

$$\theta = \theta^{est} = \min_{\theta} F_{obj} \quad (5.28)$$

sendo os parâmetros estimados θ^{est} os parâmetros ótimos obtidos no valor de mínimo para a função objetivo.

A métrica MQP ainda possibilita a aplicação do teste chi-quadrado, quanto à qualidade da estimação de parâmetros. O teste chi-quadrado, quando aplicado à estimação de parâmetros, fornece o intervalo de confiança da função objetivo, conforme descrito pela Equação (5.29) a seguir.

$$\chi_{\min}^2 \left(\frac{1-NC}{2}, gl \right) < F_{obj}(\theta^{est}) < \chi_{\max}^2 \left(\frac{1+NC}{2}, gl \right) \quad (5.29)$$

$$gl = NE.NY - NP \quad (5.30)$$

em que χ_{\min}^2 e χ_{\max}^2 são, respectivamente, os valores mínimo e máximo da variável normalizada chi-quadrado, gl é o número de graus de liberdade, NC o nível de confiança e NP o número de parâmetros a serem estimados.

Para o procedimento de estimação de parâmetros, deseja-se que a função objetivo minimizada esteja dentro do intervalo da variável chi-quadrado, garantindo a qualidade da estimação realizada. Caso a função minimizada esteja fora do intervalo, a estimação não foi bem realizada e dois cenários são possíveis (SCHWAAB e PINTO, 2007b):

1. $F_{obj} > \chi_{\max}^2$.

Nesse caso, o modelo não consegue prever com precisão a variável de saída, de forma que os erros de predição excedem os erros experimentais. Diz-se que o modelo está subparametrizado, sendo recomendada a revisão ou até mesmo a alteração do modelo matemático utilizado.

2. $F_{obj} < \chi_{\min}^2$.

Aqui, o modelo consegue prever a variável de saída, com um erro de predição inferior ao erro experimental. Diz-se que o modelo está superparametrizado e recomenda-se rever os parâmetros utilizados de forma a eliminar parâmetros sem significância estatística ou até mesmo apenas corrigir o modelo em questão em relação aos parâmetros.

5.3.2 Qualidade do processo de estimação

Em relação à qualidade dos parâmetros estimados, Myung (2003) e Schwaab e Pinto (2007b) definem alguns importantes aspectos a serem observados, como: os intervalos de confiança dos parâmetros, as matrizes de covariância e sensibilidade dos parâmetros, grau de significância do parâmetro, correlação paramétrica e regiões de confiança dos parâmetros.

5.3.2.1 Intervalos de confiança dos parâmetros

Para a função MQP, os intervalos de confiança dos parâmetros podem ser determinados a partir da utilização do teste t de Student, considerando o número de graus de liberdade da estimação (gl) e a probabilidade acumulada, de acordo com o nível de confiança utilizado. Deve-se destacar que, ao utilizar números de graus de liberdade mais baixos, o intervalo de confiança dos parâmetros tende a ser ampliado, levando a resultados mais conservativos.

Dessa forma, o intervalo de confiança dos parâmetros é desenvolvido a partir da forma apresentada na Equação (5.31).

$$\theta_j - t_{st} \left(\frac{1-NC}{2}, gl \right) \sigma_{\theta_j} < \theta_j < \theta_j + t_{st} \left(\frac{1+NC}{2}, gl \right) \sigma_{\theta_j} \quad (5.31)$$

em que t_{st} é a variável normalizada do teste de Student e σ_{θ_j} é o desvio-padrão do parâmetro associado à estimação.

5.3.2.2 Matrizes de covariância de predição e sensibilidade

A matriz de covariância dos parâmetros (V_{θ}) é obtida a partir da relação exibida na Equação (4.32).

$$V_{\theta} = [B^T V_y^{-1} B]^{-1} \quad (5.32)$$

em que V_y e B são as matrizes de covariância experimental e de sensibilidade, definidas pelas Equações (5.33) e (5.34), respectivamente. Deve-se evidenciar que V_{θ} contém uma relação entre os erros de predição, a qualidade dos dados experimentais e o próprio processo de estimação (SCHWAAB e PINTO, 2007b).

$$V_y = \begin{bmatrix} \sigma_{y_1}^2 & 0 & \dots & 0 \\ 0 & \sigma_{y_2}^2 & \dots & 0 \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ 0 & 0 & \dots & \sigma_{y_{NE}}^2 \end{bmatrix} \quad (5.33)$$

$$B = \left[\frac{\partial y^m}{\partial \theta} \right] = \begin{bmatrix} \frac{\partial y_1^m}{\partial \theta_1} & \frac{\partial y_1^m}{\partial \theta_2} & \dots & \frac{\partial y_1^m}{\partial \theta_{NP}} \\ \frac{\partial y_2^m}{\partial \theta_1} & \frac{\partial y_2^m}{\partial \theta_2} & \dots & \frac{\partial y_2^m}{\partial \theta_{NP}} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \frac{\partial y_{NY}^m}{\partial \theta_1} & \frac{\partial y_{NY}^m}{\partial \theta_2} & \dots & \frac{\partial y_{NY}^m}{\partial \theta_{NP}} \end{bmatrix} \quad (5.34)$$

5.3.2.3 Grau de significância do parâmetro

O parâmetro tem, por função cerne, o objetivo de auxiliar o ajuste do modelo escolhido ao conjunto de dados experimentais em questão. Dessa forma, um ponto importante na estimação de parâmetros é a verificação da existência de significância estatística para o parâmetro em questão.

A partir do intervalo de confiança dos parâmetros, se for incluído o zero então diz-se que o parâmetro não possui significância estatística. Nesse caso, pelo ponto de vista estatístico, o parâmetro e sua respectiva contribuição podem ser removidos do modelo analisado.

5.3.2.4 Correlação paramétrica

Conforme apontado por Schwaab e Pinto (2008b) e Schwaab *et al.* (2008c), quanto mais próximo de zero o coeficiente de correlação paramétrico estiver, mais eficiente o processo de estimação de parâmetros. Valores de correlação elevados próximos da unidade indicam forte correlação entre os parâmetros, resultando na maior sensibilidade de um parâmetro frente a uma leve variação em outro parâmetro associado ao primeiro.

Os autores afirmam que sempre que há elevada correlação entre dois parâmetros, a equação deve ser rearranjada de forma a minimizar a correlação existente. Uma forma de alcançar a minimização dos efeitos da correlação é a partir da reparametrização do modelo. A partir da utilização de uma variável de referência, um modelo não-linear com elevada correlação pode ser recondicionado e novos parâmetros podem ser admitido, como funções daqueles e da nova variável de referência.

A matriz de correlação paramétrica é representada por:

$$\Lambda_{\theta} = \begin{bmatrix} \rho_{\theta_1\theta_1} & \rho_{\theta_1\theta_2} & \cdots & \rho_{\theta_1\theta_j} \\ \rho_{\theta_2\theta_1} & \rho_{\theta_2\theta_2} & \cdots & \rho_{\theta_2\theta_j} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \rho_{\theta_i\theta_2} & \rho_{\theta_i\theta_2} & \cdots & \rho_{\theta_i\theta_j} \end{bmatrix} \quad (5.35)$$

$$\rho_{\theta_i,\theta_j} = \frac{\sigma_{\theta_i,\theta_j}^2}{\sigma_{\theta_i}\sigma_{\theta_j}} \quad (5.36)$$

em que $\sigma_{\theta_1,\theta_2}^2$ é a covariância entre os parâmetros θ_1 e θ_2 .

5.3.2.5 Regiões de confiança dos parâmetros

As regiões de confiança podem ser determinadas a partir da aplicação do teste F, apresentado na Equação (5.34) a todos os conjuntos de parâmetros estimados.

$$F_{obj}(\theta) \leq F_{obj}(\theta^{est}) \left(1 + \frac{NP}{NE.NY - NP} F_{NP,NE.NY-NP}^{1-NC} \right) \quad (5.37)$$

sendo F a variável de Fischer com gl graus de liberdade com um nível de confiança NC. Segundo Schwaab e Pinto (2007b), a região de confiança na forma elíptica é obtida pela utilização da Equação (5.34), quando aplicada a modelos nos quais os erros experimentais seguem uma distribuição normal.

5.3.3 Abordagens Numéricas para estimação de parâmetros

Todos os ajustes experimentais e estimação de parâmetros foram realizados com o pacote computacional Estima (SCHWAAB *et al.*, 2008a), escrito em plataforma Fortran 90. O código

computacional utiliza um método híbrido que combina o método de enxame de partículas, PSO (KENNEDY e EBERHART, 1995), com o algoritmo de Gauss-Newton.

Para todas as simulações, 300 partículas foram utilizadas e 200 iterações permitidas. A tolerância adotada para o critério de parada foi de 0,0001.

5.3.4 Determinação dos parâmetros de referência

Conforme discutido por Schwaab e Pinto (2008b), equações do tipo lei de potência possuem elevado grau de correlação (ρ_{ij}) entre os parâmetros a serem estimados. A elevada correlação entre os parâmetros pode levar a problemas numéricos durante o processo de estimação. Exemplos desses problemas estão localizados na minimização da função objetivo e na caracterização do intervalo de confiança dos parâmetros obtidos (ESPIE e MACCHIETTO, 1988).

Dessa forma, a reparametrização de equações não-lineares pode ser realizada de forma a eliminar a correlação entre os parâmetros estimados. Schwaab e Pinto (2007b) afirmam que a escolha adequada do parâmetro de referência, além de proporcionar a estimação de parâmetros com correlação mínima leva ao aumento da precisão dos parâmetros obtidos.

Ainda segundo os autores, a literatura apresenta algumas equações reparametrizadas em que os respectivos parâmetros de referência são escolhidos como o ponto médio entre o intervalo da variável independente experimental.

No entanto, a determinação da variável de referência deve ser realizada a partir de um método iterativo. Schwaab *et al.* (2008c) descrevem um procedimento iterativo para determinação do valor ótimo do parâmetro de referência a partir da minimização da correlação entre os parâmetros estimados. Um esquema para o processo apresentado pelos autores está apresentado na Figura 23.

Figura 23. Diagrama esquemático para o processo de determinação do parâmetro de referência ótimo (Adaptado de Schwaab *et al.*, 2007a).

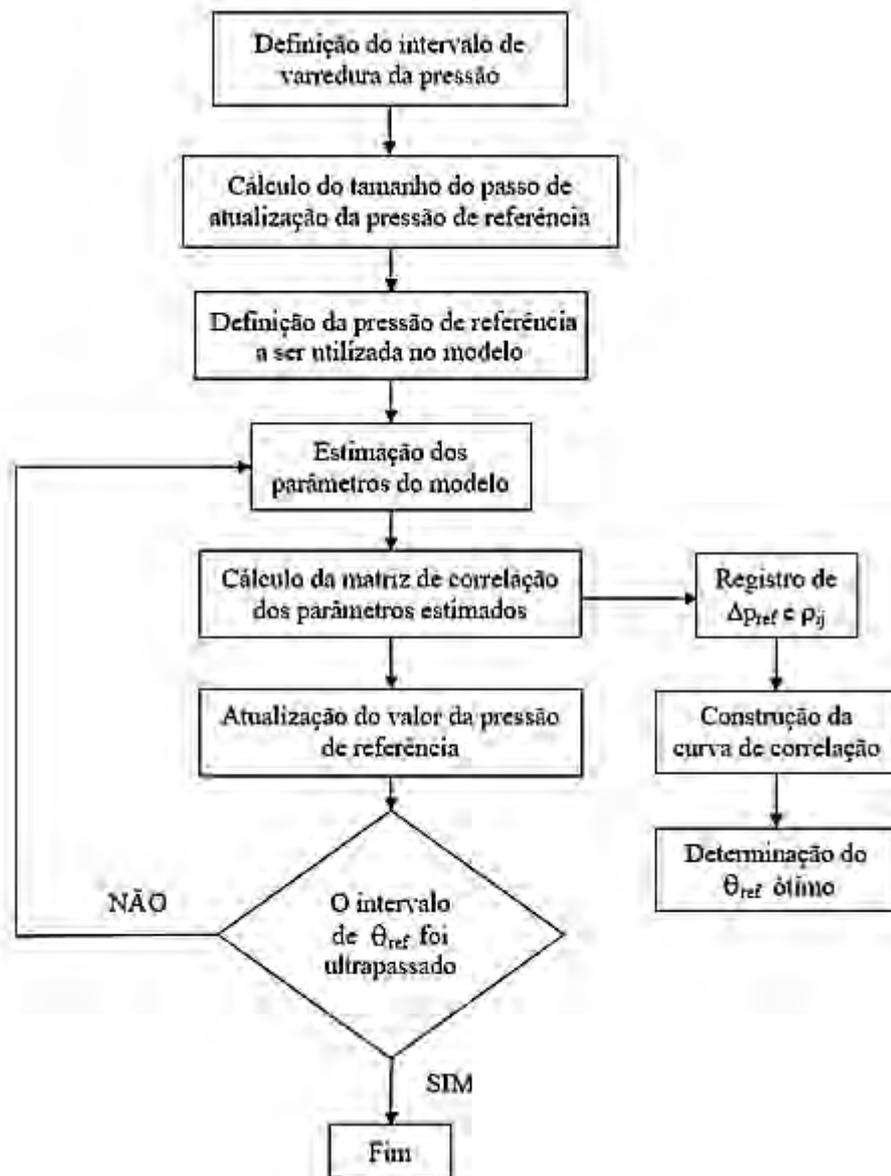


Nesse procedimento, a correlação entre os parâmetros estimados é calculada e comparada à tolerância admitida pelo usuário, que será considerada como o máximo aceitável.

De forma semelhante ao abordado pelos autores, neste trabalho os parâmetros de referência foram determinados graficamente a partir do ponto de mínimo da curva de correlação ou, naquele ponto o eixo de correlação é interceptado ($\rho_{ij} = \text{zero}$). O diagrama do procedimento adotado é ilustrado na Figura 24.

Uma rotina computacional de passo ajustável foi implementada no pacote Estima de forma a obter o conjunto de valores da variável de referência e a respectiva correlação entre os parâmetros. Após a construção gráfica, tem-se o valor de Δp_{ref} no qual a correlação é minimizada.

Figura 24. Diagrama esquemático para a determinação do parâmetro de referência ótimo utilizado neste trabalho.



De acordo com a Figura 24, a partir da definição da estimativa inicial para o parâmetro de referência θ_{ref} , os parâmetros do modelo são estimados e a correlação entre eles é calculada. Após esse procedimento, ocorre uma atualização no parâmetro de referência, segundo um passo predefinido, e reinicia-se o processo.

Neste trabalho, a metodologia de reparametrização foi aplicada em duas situações distintas: na estimação de parâmetros para o modelo reológico (caracterização reológica) e na estimação de parâmetros para o modelo de compressibilidade das tortas de filtração.

Para a caracterização reológica, o modelo do tipo *Power-Law* (Equação 2.11) foi ajustado aos dados experimentais para descrever a relação tensão-taxa de deformação das soluções apresentadas no Capítulo 3. Adicionalmente, os modelos do tipo Arrhenius e WLF foram utilizados para descrever o comportamento da viscosidade η com a temperatura.

$$\eta(T) = \eta_{ref} \exp \left[\frac{\Delta E}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \right] \quad (5.38)$$

em que,

$$\eta_{ref} = \eta_0 \exp \left[-\frac{\Delta E}{RT_{ref}} \right] \quad (5.39)$$

Sabe-se que da Equação (2.11) tem-se a relação apresentada pela Equação (5.40).

$$\tau(\dot{\gamma}) = K \dot{\gamma}^n \quad (2.11)$$

$$\frac{\tau(\dot{\gamma})}{\dot{\gamma}} = \eta \quad (5.40)$$

Substituindo $\eta(T)$ na Equação (5.10), tem-se que:

$$\tau(\dot{\gamma}, T) = \eta_{ref} \exp \left[\frac{\Delta E}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \right] \dot{\gamma}^n \quad (5.41)$$

sendo ΔE , K_{ref} e n os parâmetros do modelo. Para determinação da temperatura de referência, o intervalo de 25°C a 65°C foi utilizado (intervalo experimental) como intervalo de busca que compreende o valor ótimo de T_{ref} .

O modelo WLF, explicitando a tensão cisalhante, é apresentado na Equação (5.42).

$$\tau(\dot{\gamma}, T) = \eta_{ref} \exp \left[\frac{-C_1 (T - T_{ref})}{C_2 + (T - T_{ref})} \right] \dot{\gamma}^n \quad (5.42)$$

Para o modelo da compressibilidade das tortas de filtração, a Equação (5.25) foi reparametrizada e adotou-se uma variável de referência Δp_{ref} , conforme exibido na Equação (5.43).

$$k(\Delta p) = k_{ref} \left(\frac{\Delta p}{\Delta p_{ref}} \right)^{-\nu} \quad (5.43)$$

sendo k_{ref} é um parâmetro de ajuste sem significado físico aplicável, descrito pela Equação (4.44).

$$k_{ref} = k_0 \Delta p_{ref}^{\nu} \quad (5.44)$$

Baseado nessa metodologia, adotou-se como valor inicial 300 psi, valor do limite inferior da faixa de pressão avaliada nesta pesquisa; e então, a curva Δp_{ref} x Correlação foi construída e o ponto ótimo foi determinado. Após a determinação dos parâmetros de referência ótimos, as estimações dos parâmetros para as Equações (5.37) e (5.38) foram conduzidas, utilizando os parâmetros de referência ótimos encontrados.

5.3.5 Estimação dos parâmetros da torta e do meio filtrante

Nesta pesquisa, a estimação dos parâmetros de filtração foi realizada a partir de três diferentes metodologias. A primeira, considerada como a estimação de parâmetros implícita, em que a permeabilidade e a resistência do meio filtrante são obtidas a partir da estimação dos ‘parâmetros’ “a” e “b” (Equações 5.22 e 5.23) para cada condição experimental, totalizando 18 conjuntos de parâmetros. Adicionalmente, a compressibilidade da torta de filtração foi estimada a partir da aplicação da Equação (5.43), considerando os dados de permeabilidade da torta obtidos anteriormente. Esse método é o comumente utilizado para estimar parâmetros de tortas de filtração, quando considerados os modelos apresentados na Seção 3.2 nas Equações (3.1 e 3.7).

Todavia, o procedimento mais adequado à estimação desses parâmetros é aquele em que são estimados diretamente a partir dos dados de volume de filtrado. Dessa forma, as incertezas paramétricas são descritas apropriadamente e a dependência dos parâmetros com a pressão é melhor compreendida.

Baseado no exposto, duas metodologias adicionais ditas “explícitas” foram avaliadas:

Metodologia 2: Estimação dos parâmetros (k_{ref} e ν) da correlação de permeabilidade média da torta (como função do diferencial de pressão) e da resistência do meio filtrante diretamente no modelo de filtração. Essa é assumida como uma propriedade independente do diferencial de pressão aplicado. A Tabela 15 apresenta, de forma resumida, os parâmetros a serem estimados. O modelo de filtração é considerado na forma:

$$V = \frac{1}{a} \left[\left(\frac{n+1}{n} \right) at + b \left(\frac{n+1}{n} \right) \right]^{\left(\frac{n+1}{n} \right)} - \frac{b}{a} \quad (5.21)$$

$$a = \frac{K}{\Delta p A^{n+1}} \left\{ \frac{1}{\rho_s (1-\bar{\varepsilon}) \left[k_{ref} \left(\frac{\Delta p}{\Delta p_{ref}} \right)^{-v} \right]} \right\}^{(n+1)/2} (1-\bar{\varepsilon})^{(n-1)/2} \rho_f \rho_s^{(n-1)/2} C \quad (5.45)$$

$$b = \frac{K}{\Delta p A^n} R_m^{(1+n)/2} l_m^{(1-n)/2} \quad (5.46)$$

Tabela 15. Parâmetros estimados a partir da metodologia 2. Resumo da abordagem proposta.

Grandeza	Parâmetro estimado	A partir de...
Permeabilidade da torta	k_{ref}	Substituindo “a” (Equação 5.45) na Equação 5.21
Resistência do meio filtrante	R_m	Substituindo “b” (Equação 5.46) na Equação 5.21
Compressibilidade da torta	v	Substituindo “a” (Equação 5.45) na Equação 5.21

Metodologia 3: Estimação a) da permeabilidade como função do diferencial de pressão e da compressibilidade da torta, e b) da resistência do meio filtrante, como função do diferencial de pressão. De forma a considerar o efeito do diferencial de pressão na resistência do meio filtrante, foi proposto um modelo como o apresentado na Equação (5.47).

$$R_m(\Delta p) = R_{m,0} \Delta p \quad (5.47)$$

$$b = \frac{K}{\Delta p A^n} (R_{m,0} \Delta p)^{(1+n)/2} l_m^{(1-n)/2} \quad (5.48)$$

em que $R_{m,0}$ é um parâmetro de proporcionalidade do modelo. De forma similar à metodologia 2, os parâmetros foram estimados diretamente a partir da equação do modelo de filtração. A Tabela 16 apresenta, de forma resumida, os parâmetros a serem estimados.

Tabela 16. Parâmetros estimados a partir da metodologia 2. Resumo da abordagem proposta.

Grandeza	Parâmetro estimado	A partir de...
Permeabilidade da torta	k_{ref}	Substituindo “a” (Equação 5.45) na Equação 5.21
Resistência do meio filtrante	$R_{m,0}$	Substituindo “b” (Equação 5.48) na Equação 5.21
Compressibilidade da torta	ν	Substituindo “a” (Equação 5.45) na Equação 5.21

Para as novas estimações, foi necessário realizar uma varredura no intervalo de pressão adotado para a determinação do parâmetro de referência ótimo que promove a estimação de parâmetros (k_{ref} e ν) não correlacionados. Essa análise foi realizada pontualmente para cada grupo de dados experimentais.

5.4 COMENTÁRIOS PARCIAIS

O desenvolvimento passo-a-passo do modelo de filtração utilizado nesta pesquisa foi elucidado, partindo-se das equações fenomenológicas multifásicas da continuidade e do movimento. O modelo desenvolvido aqui muito se assemelha ao modelo de Castro (1981); nesta pesquisa, optou-se por manter o parâmetro do modelo reológico (índice de consistência do fluido) e o diferencial de pressão dentro dos ‘parâmetros’ estimados “a” e “b”. Dessa forma, os ‘parâmetros’ “a” e “b” apresentaram melhor resposta frente à variação do diferencial de pressão considerado.

Três distintas metodologias de estimação de parâmetros utilizadas nesta pesquisa foram apresentadas. Elas foram organizadas de forma a comparar os resultados obtidos frente à capacidade de ajuste do modelo aos dados experimentais, regiões de confiança dos parâmetros obtidos e intervalos de confiança (modelo e parâmetros). De uma forma simplificada, a utilização das distintas metodologias busca realizar a comparação dos parâmetros obtidos a partir de diferentes pontos de vista.

CAPÍTULO 6

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Resumo: Este capítulo tem como objetivo apresentar e discorrer sobre os resultados experimentais e de estimação de parâmetros obtidos nesta pesquisa. De forma a simplificar a apresentação dos tópicos abordados, o presente capítulo foi dividido em duas grandes seções: a primeira contempla os resultados dos experimentos envolvendo os ensaios de reologia e filtração; a segunda apresenta os resultados de ajuste dos modelos utilizados e os parâmetros estimados.

6.1 INTRODUÇÃO

A Seção 6.2 apresenta os resultados experimentais para a caracterização da fase fluida (Seção 6.2.1). Os resultados experimentais obtidos nos ensaios de filtração são apresentados na Seção 6.2.2, enquanto os resultados de caracterização das tortas pela técnica de microscopia eletrônica de varredura são apresentados na Seção 6.2.3.

Os resultados de predição dos modelos reológicos analisados, considerando o efeito da taxa de cisalhamento e temperatura nos dados experimentais de viscosidade, são apresentados na Seção 6.3.1. As Seções 6.3.3 e 6.3.4 são destinadas à apresentação dos resultados de estimação dos parâmetros de permeabilidade, resistência do meio filtrante e compressibilidade das tortas de filtração, bem como os dados de predição dos respectivos modelos de filtração.

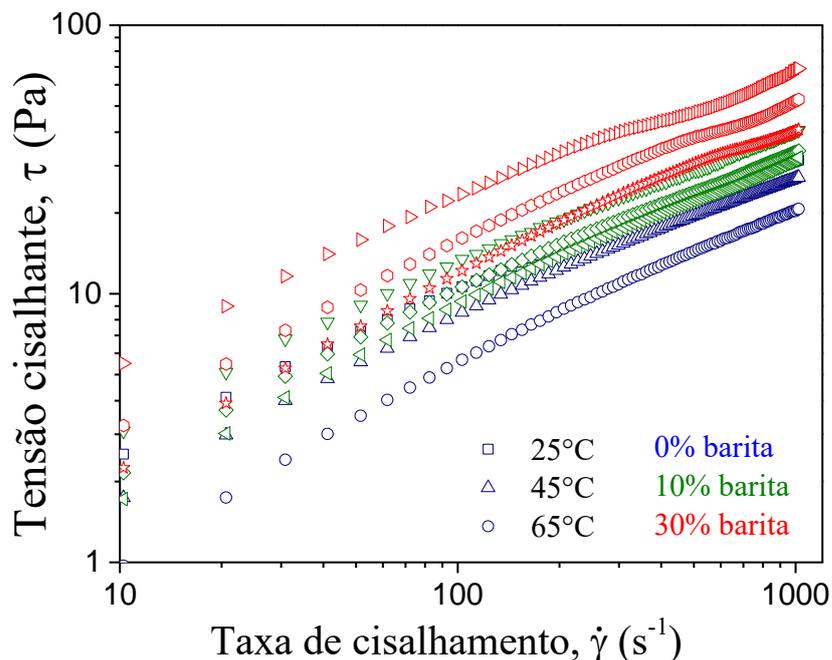
6.2 RESULTADOS EXPERIMENTAIS

6.2.1 Caracterização dos fluidos

A Figura 25 apresenta os dados experimentais da curva de escoamento para a solução base (água/CMC; suspensão com concentração de 0% de barita) e para as suspensões (com concentrações de 10% e 30% v/v). Como já esperado, o aumento da temperatura do experimento leva à redução da tensão cisalhante observada, com a conseqüente redução da viscosidade aparente dos fluidos. Esse efeito é bem conhecido na literatura, conforme apresentado na Seção 2.3.3. Diferentes símbolos representam diferentes temperaturas, conforme apresentado na legenda da figura. As diferentes concentrações da suspensão são destacadas por diferentes cores.

Pode-se observar que os três fluidos apresentam comportamento não-Newtoniano pseudoplástico, de acordo com os dados da literatura para suspensões de CMC (BENCHABANE e BEKKOUR, 2008; FAGUNDES *et al.*, 2016; DA LUZ *et al.*, 2017). O comportamento pseudoplástico está associado ao desatamento das cadeias poliméricas enoveladas presentes na solução/suspensão e à reorientação das mesmas na direção do escoamento (CLASEN e KULICKE, 2001; BENCHABANE e BEKKOUR, 2008).

Figura 25. Dados experimentais para o efeito da temperatura na tensão cisalhante para a solução base (água/CMC).

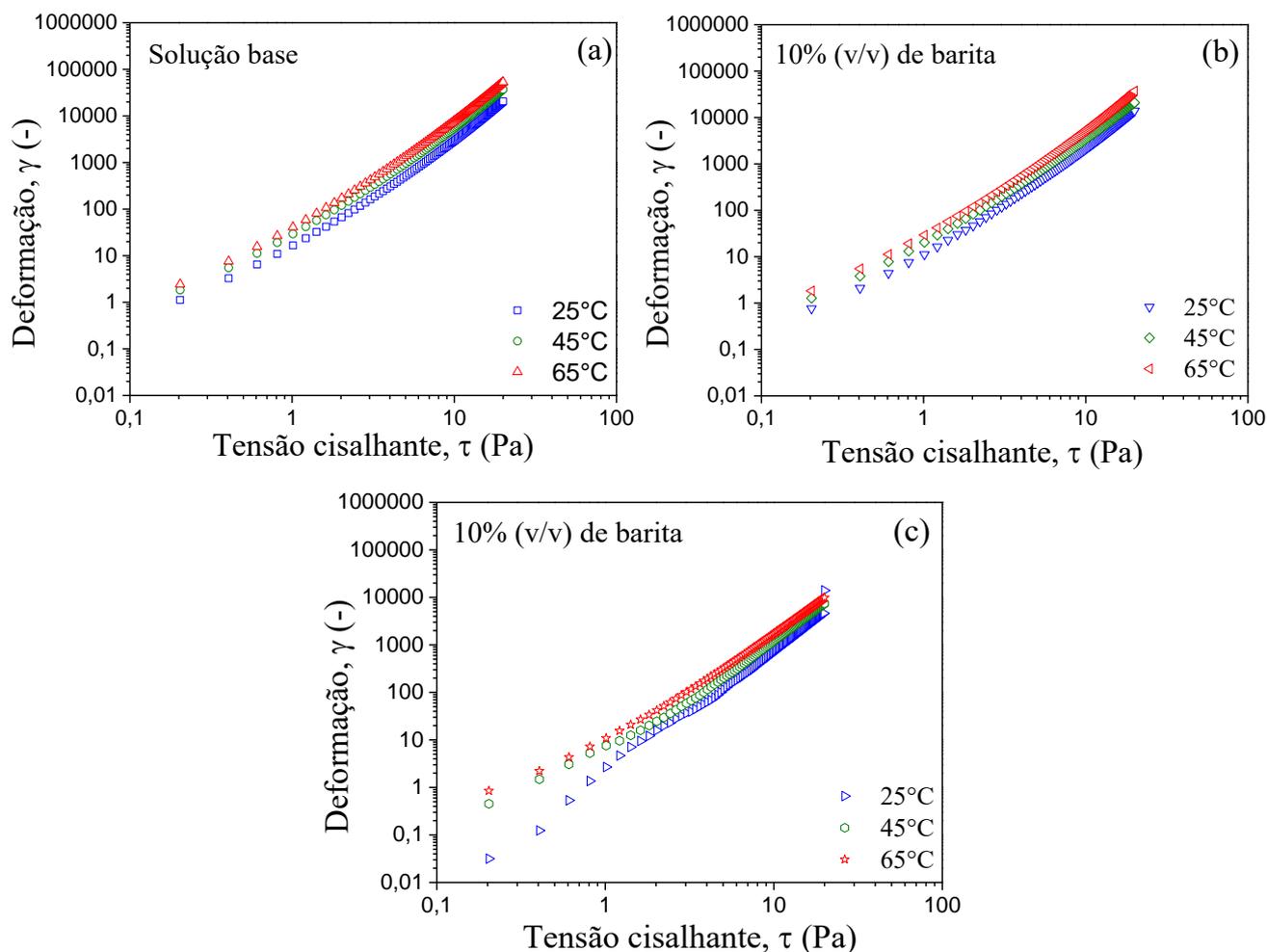


Em relação à concentração de sólidos na suspensão, observa-se que o aumento dessa variável provoca o aumento da tensão cisalhante, em condições estabelecidas de temperatura e de taxa de cisalhamento. Esse comportamento pode ser explicado devido aos efeitos de aglomeração das partículas de barita e à existência de interações intermoleculares do tipo van der Waals entre as partículas e as cadeias poliméricas de CMC (CONCEICAO *et al.*, 2003). Adicionalmente, o aumento da tensão cisalhante com o aumento da concentração de sólidos na suspensão é bem conhecido na literatura a partir das equações de Einstein (Seção 2.3.3.3) e Ward e Whitmore.

Observa-se que os fluidos, para todas as condições de temperatura, possuem comportamento característico de fluidos pseudoplásticos que seguem o modelo do tipo lei de potência. A Figura 26 apresenta os dados experimentais obtidos para o teste de rampa de tensão, ao longo das três temperaturas analisadas. Nessa figura, dados de deformação do fluido em função da tensão aplicada podem ser observados.

Os dados apresentam comportamento proporcional para a relação taxa de deformação observada em termos da tensão aplicada, demonstrando a ausência de uma tensão limite de escoamento para a formulação dos fluidos adotada. Esse resultado está em acordo com o apresentado na literatura, referindo-se à ausência de uma tensão limite para soluções de baixa concentração de CMC (GHANNAM e ESMAIL, 1997; BENCHABANE e BEKKOUR, 2008).

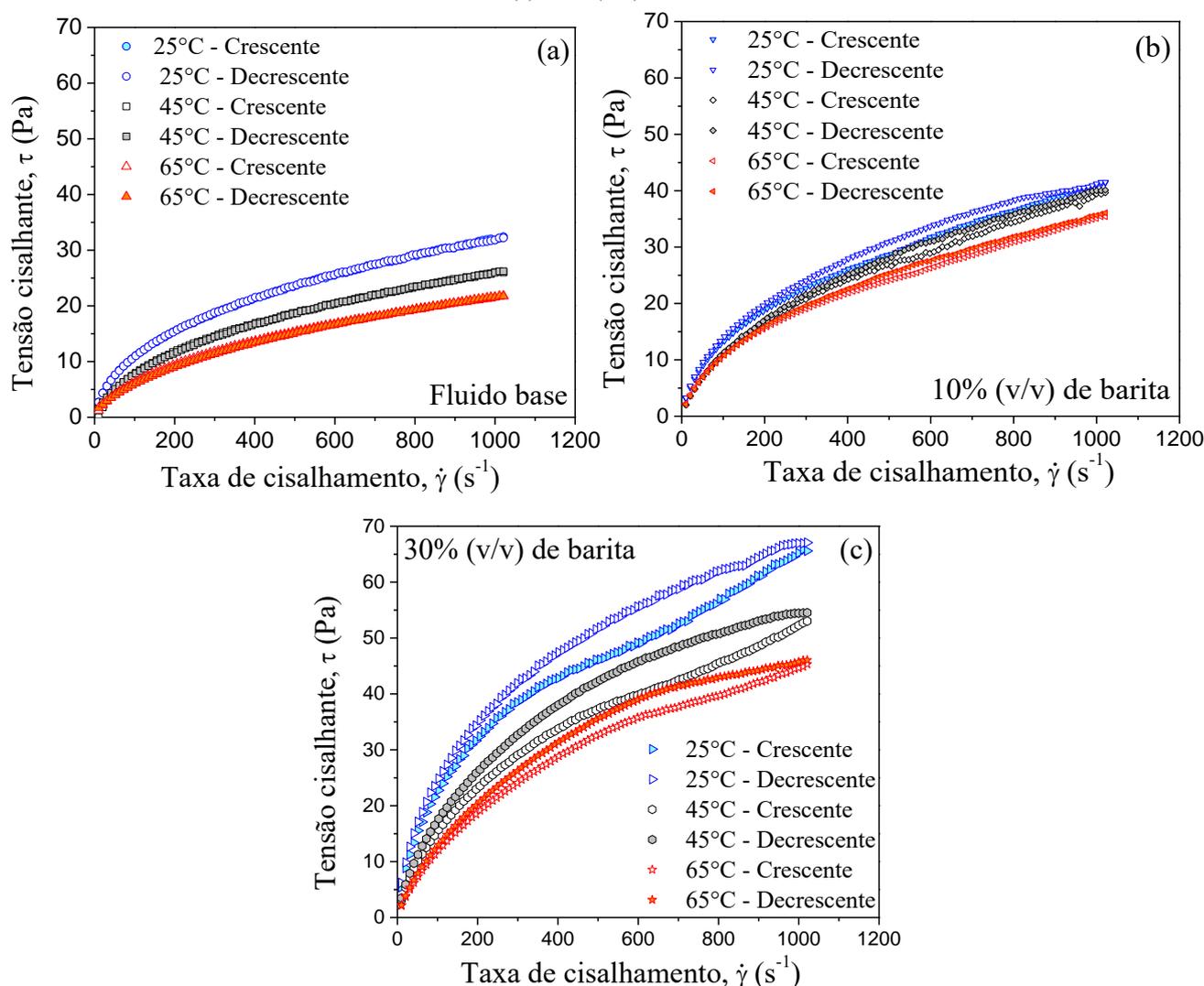
Figura 26. Deformação observada nos fluidos quando submetidos a uma rampa de tensão: (a) solução base, suspensões com (b) 10% (v/v) e (c) 30% (v/v) de barita.



A Figura 27 apresenta os dados experimentais para os testes de tixotropia das suspensões, ao longo das três temperaturas avaliadas. A característica tixotrópica dos fluidos foi avaliada a partir da histerese (região entre as curvas crescente e decrescente da tensão). Pode-se observar que a solução de CMC sem adição de barita não apresenta variação considerável entre o sentido ascendente e descendente da curva de tensão. Comportamento similar foi observado nas três diferentes temperaturas avaliadas, indicado que o fluido base analisado não apresenta características tixotrópicas.

Para os fluidos contendo barita, é possível observar que, a uma concentração de sólidos estabelecida, o aumento da temperatura reflete na eventual redução da tensão cisalhante observada e na redução do grau de tixotropia do fluido, mensurado a partir da redução da área entre as curvas experimentais obtidas a 25 e 65°C. Esse efeito é explicado pela redução da intensidade das forças de interação entre as partículas de barita, distribuídas ao longo da rede estrutural formada pelas cadeias poliméricas de CMC (ROUSSEL, 2006). Observa-se que, para um mesmo fluido, o aumento da temperatura contribui para a redução da histerese e, por conseguinte, do grau de tixotropia do material.

Figura 27. Dados experimentais para os testes de tixotropia da (a) solução base, suspensões com (b) 10% (v/v) e (c) 30% (v/v) de barita.



Observando o comportamento dos fluidos a uma temperatura estabelecida, observa-se que o aumento da concentração de barita promove o aumento do grau de tixotropia dos fluidos. Esse comportamento é observado em virtude do aumento da taxa de movimento Browniano e à evolução das interações coloidais entre as partículas, quando a concentração de partículas de barita no fluido é aumentada (BARNES, 1997; ROUSSEL, 2006).

Segundo Benchabane e Bakkour (2008), características tixotrópicas relevantes para soluções de CMC apenas são observadas em concentrações maiores que 2% m/m. Os autores ainda apontam que o comportamento tixotrópico dessas soluções é derivado pela dinâmica dos processos de (des)enovelamento das cadeias poliméricas na direção do cisalhamento (escoamento). Com base no exposto, o resultado experimental encontrado é condizente com a literatura existente.

Conforme apresentado na Seção 2.3.5, a área entre as curvas representa a energia necessária para quebrar a estrutura do gel formada pela solução. A Tabela 17 a seguir apresenta os graus de tixotropia (área entre as curvas) calculados para cada experimento.

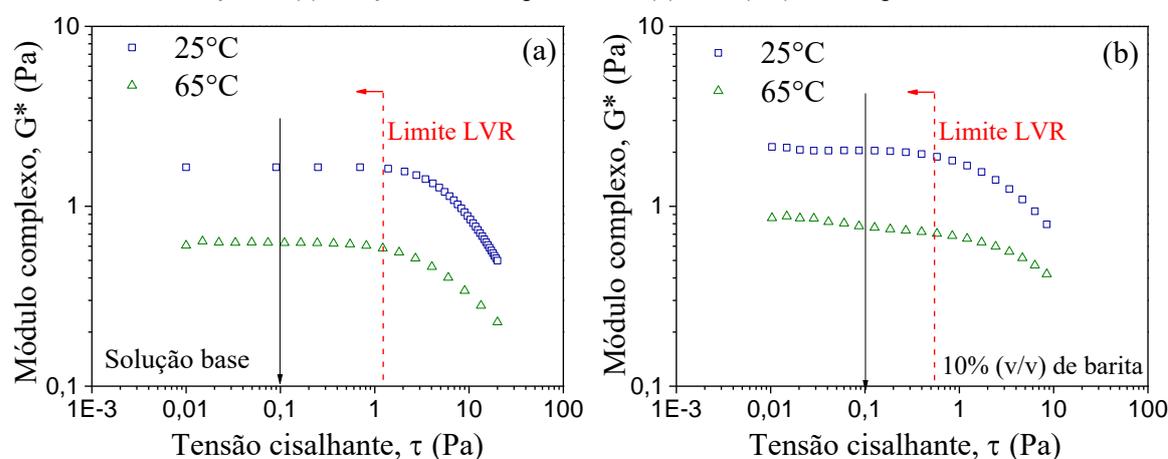
Tabela 17. Análise do efeito de temperatura no grau de tixotropia (histerese) dos fluidos avaliados para cada condição experimental avaliada

Temperatura	Concentração de sólidos (% v/v)		
	0%	10%	30%
25°C	680 Pa/s	1390 Pa/s	4190 Pa/s
45°C	390 Pa/s	1108 Pa/s	4160 Pa/s
65°C	312 Pa/s	960 Pa/s	2330 Pa/s

Observa-se que, conforme esperado, o grau de tixotropia (área entre as curvas) é reduzido com o aumento da temperatura, ao passo que, apresenta o comportamento inverso com o aumento da concentração. Na perfuração, os fluidos devem ser formulados tendo características tixotrópicas, de modo a evitar a precipitação dos cascalhos formados no processo após eventuais paradas na operação (DARLEY & GREY, 1988). Essa propriedade se torna possível a partir da gelificação (formação da estrutura gel) após a interrupção do cisalhamento imposto pelo bombeamento do fluido (LAGALY, 1989).

A Figura 28 apresenta os resultados experimentais para os testes de varredura de tensão para os fluidos avaliados ao longo do intervalo de temperatura proposto.

Figura 28. Efeito da aplicação de uma rampa de tensão no módulo complexo dos fluidos para a determinação da LVR. Avaliação da (a) solução base e suspensões de (b) 10% (v/v) nas temperaturas de 25 e 65°C.

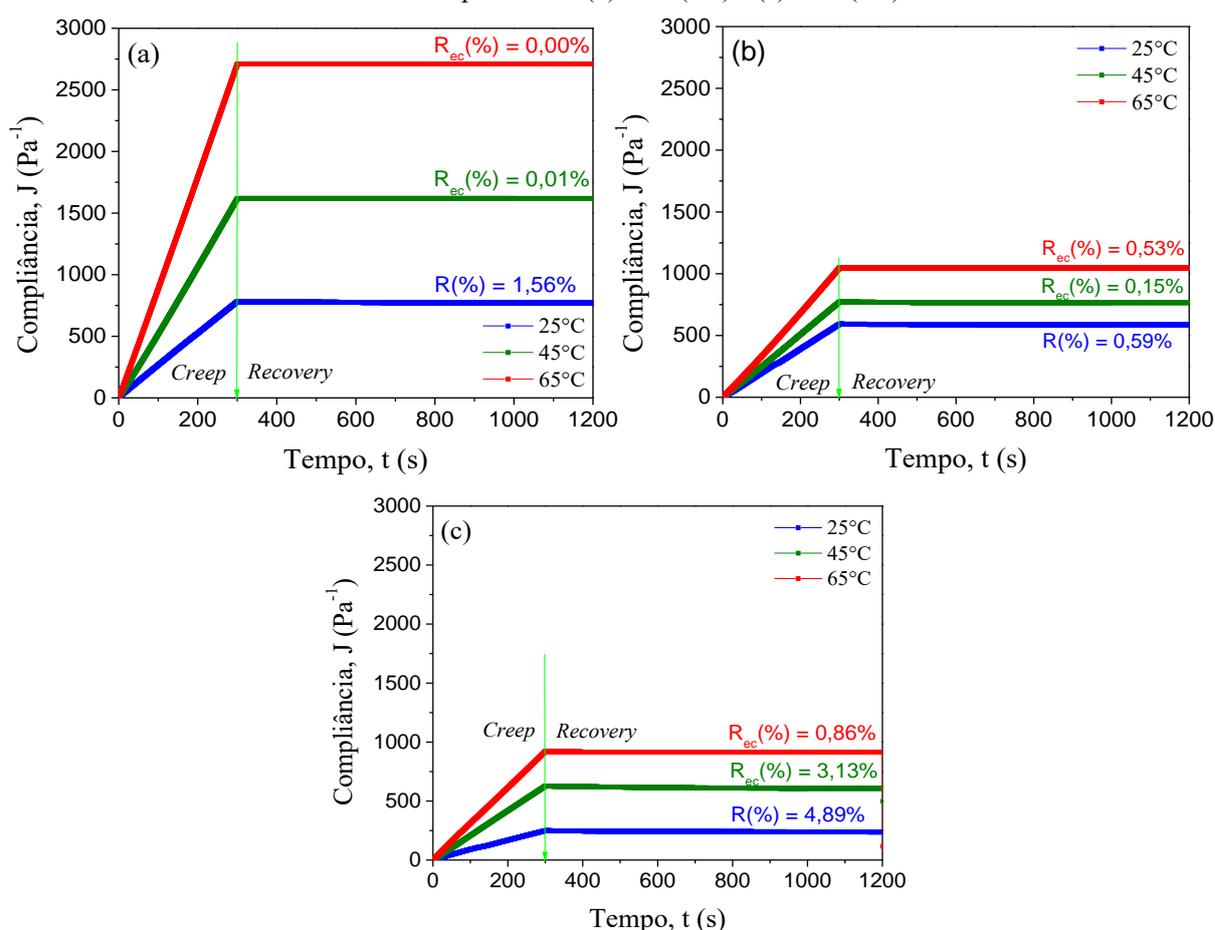


Pode-se observar que o aumento da temperatura leva à redução do limite da região de viscoelasticidade linear para os fluidos analisados. Escolheu-se a tensão de 0,1 Pa como a tensão cisalhante a ser aplicada aos fluidos para os testes oscilatórios e de *Creep/Recovery*, de forma a garantir a realização dos experimentos na região de viscoelasticidade linear (LVR). A Figura 29 apresenta os resultados experimentais de compliância (J) para os três fluidos, ao longo da faixa de temperatura avaliada.

Sabe-se que a compliância (J) está diretamente relacionada com a deformação do material (γ) (Equação 2.17) e, portanto, algumas observações podem ser realizadas a partir das curvas da Figura 29. Observa-se que os três fluidos exibem taxa de deformação constante ao longo da etapa de fluência (*Creep*), indicando uma característica puramente viscosa. Em relação ao efeito da temperatura, observa-se um aumento nos dados de compliância com o aumento da

temperatura. Esse comportamento é esperado uma vez que maiores valores de J refletem uma maior capacidade de escoamento do fluido e está associada à redução da viscosidade do mesmo. Nos gráficos a seguir, também é apresentado o grau de recuperação $R_{ec}(\%)$ (Seção 2.3.6, Equação 2.18) das amostras em cada condição analisada.

Figura 29. Experimentos de fluência e recuperação: efeito da tensão na compliância dos fluidos para (a) solução base e suspensões de (b) 10% (v/v) e (c) 30% (v/v).



Entretanto, o aumento da concentração de barita proporcionou a redução da compliância (ou deformação) em condições estabelecidas de temperatura. Esse fenômeno está associado ao aumento da viscosidade aparente dos fluidos, ocasionada pelo aumento das forças de interação inter partículas na estrutura de base polimérica da solução água-CMC.

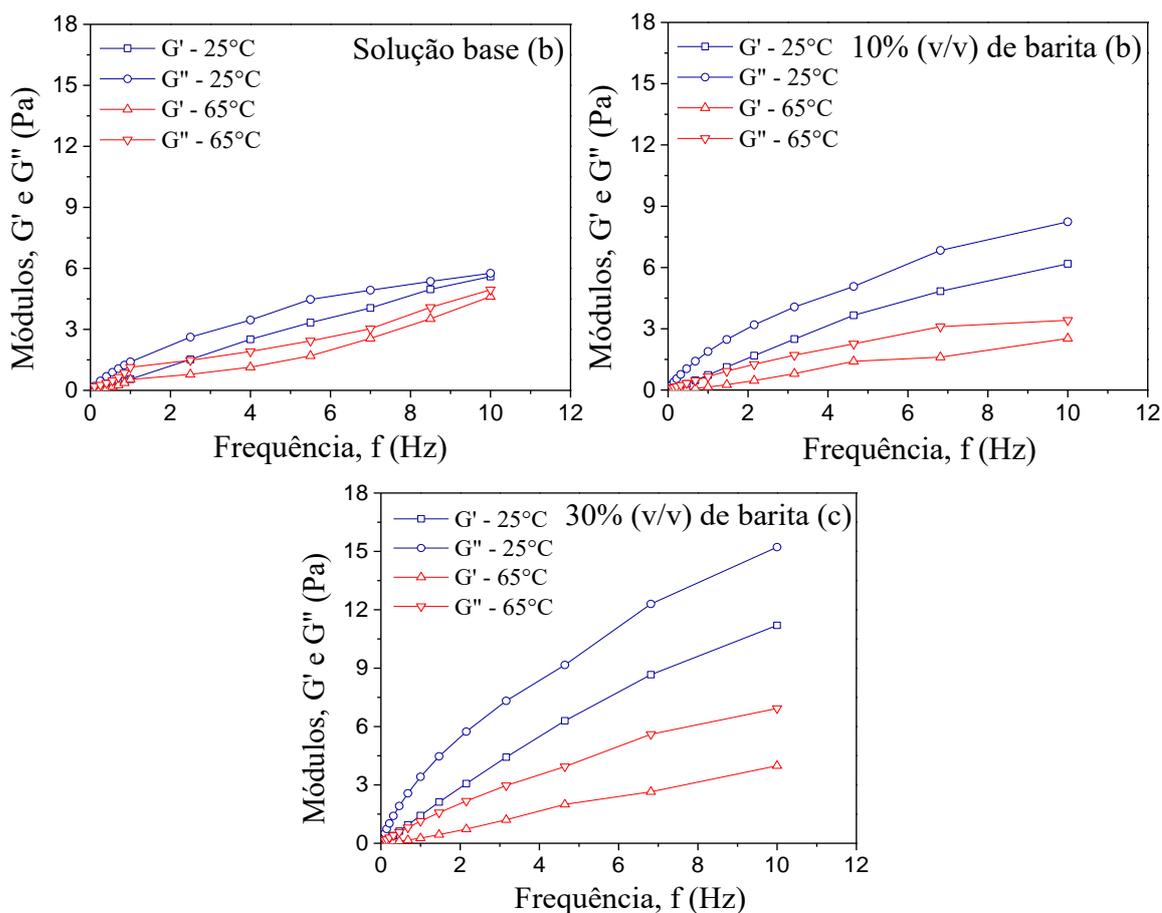
É interessante observar que, mesmo apresentando um comportamento de deformação equivalente a um fluido puramente viscoso, os fluidos apresentam uma pequena característica elástica que permite a restauração de uma diminuta fração de sua estrutura original. Com o aumento da temperatura, pode-se observar uma tendência de redução da fração estrutural recuperada. Ao passo que, com o aumento da concentração de barita ocorre o aumento da fração estrutural recuperada pelo fluido. Esse aumento ocorre devido ao aumento da concentração de partículas de barita na suspensão, que aumenta o caráter elástico do fluido, ainda que esse aumento não ocorra de forma expressiva.

Para fluidos de perfuração, o aumento da predominância de características viscosas implica na redução da potência necessária para o bombeamento dos fluidos após paradas de processo. Da mesma forma, leva a uma maior taxa de perda dos fluidos de perfuração via invasão de filtrado pela redução da força resistiva sólido-fluido e da taxa de deposição de sólidos na torta, e ocasionalmente, no fundo do poço (DARLEY e GREY, 1988; JACHNIK, 2005).

Pode-se observar que, de forma análoga à análise realizada para a compliância, o grau de recuperação das amostras segue um comportamento decrescente com o aumento da temperatura. Relativo ao valor máximo de compliância (ou deformação) alcançado, a recuperação das amostras indica uma característica plástica ou elástica desprezível. Uma vez que, para fluidos puramente viscosos, a recuperação observada é nula.

A Figura 30 apresenta os dados experimentais para os testes de varredura de frequência para os três fluidos, ao longo da faixa de temperatura avaliada. São apresentados os dados dos módulos elástico (G') e viscoso (G'') como função da frequência.

Figura 30. Efeito da frequência do teste oscilatório nos módulos elástico (G') e viscoso (G'') dos fluidos para a (a) solução base e suspensões de (b) 10% (v/v) e (c) 30% (v/v), nas temperaturas de 25 e 65°C.



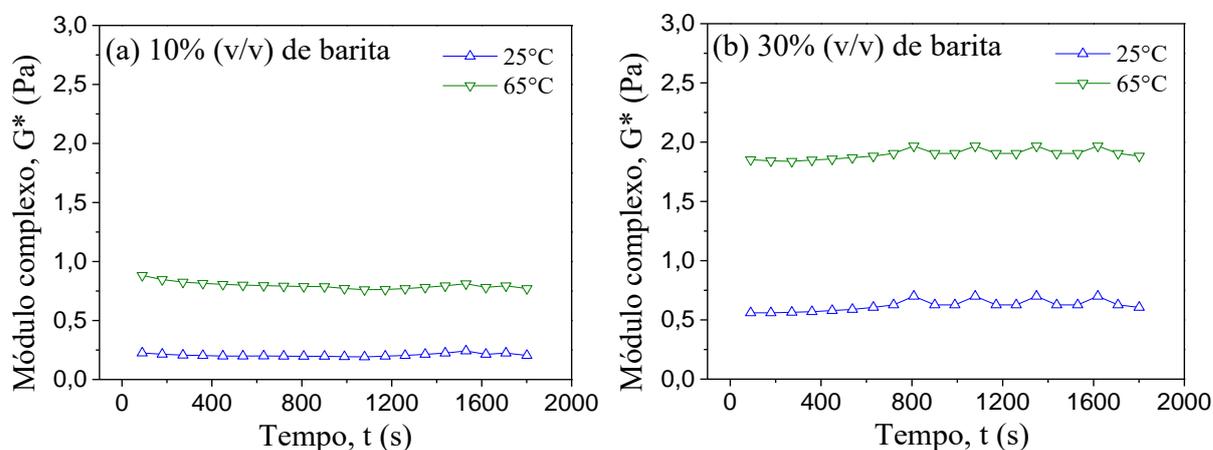
De forma a simplificar a visualização e a compreensão dos gráficos, os dados de G' e G'' na condição de temperatura de 45°C foram ocultados. Pode-se observar que os três fluidos possuem características viscosas predominantes ao longo de toda a faixa de frequência

analisada. Esses resultados seguem por confirmar e completar a análise inicialmente discutida nos testes de *Creep/Recovery* para o comportamento dos fluidos. Benchabane e Bekkour (2008) observaram que esse comportamento das curvas de G' e G'' é característico para fluidos compostos por CMC em baixas concentrações.

Percebe-se que o aumento da concentração de sólidos nos fluidos leva ao aumento dos valores associados aos módulos elástico e viscoso. Esse fenômeno ocorre devido ao aumento das interações entre as partículas do sólido com as cadeias poliméricas em solução, formando redes estruturais de cadeias enoveladas com partículas semidiluídas (EDALI *et al.*, 2001; BENCHABANE e BEKKOUR, 2008).

A Figura 31 apresenta os dados experimentais para os testes de varredura no tempo para as suspensões ao longo da faixa de temperatura avaliada.

Figura 31. Efeito do tempo de repouso no módulo complexo dos fluidos: análise de estabilidade das suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) de barita.



Na Figura 31, as curvas referentes à temperatura de 45°C foram omitidas por opção de simplicidade. Verifica-se que o comportamento linear dos dados é observado para os dois pontos extremos de temperatura, representando o caráter estável do fluido ao longo do tempo avaliado. Vale lembrar que o tempo adotado para o teste de estabilidade é aquele equivalente ao tempo total dos experimentos de filtração. A estabilidade das suspensões pode ser verificada uma vez que não há variação significativa dos módulos de viscoelasticidade ao longo do tempo, de tal modo que efeitos de degradação do polímero ou até mesmo a volatilização do solvente estão ausentes.

Com base no exposto, pode-se afirmar que as características das suspensões avaliadas correspondem aos fluidos de perfuração reais e, portanto, adequadas aos experimentos de filtração. Dessa forma, em relação aos fluidos analisados, pode-se definir como conclusões parciais obtidas a partir dos experimentos realizados:

- São fluidos não-Newtonianos pseudoplásticos com características viscoelásticas, em que o comportamento viscoso é majoritariamente expressivo frente ao comportamento elástico;

- Não apresentam tensão limite de escoamento (*yield point*). A solução base e as suspensões apresentam comportamento da curva de tensão seguindo o modelo de lei de potência;
- Nos testes de fluência (*Creep/Recovery*), a recuperação máxima observada é da ordem de 5%, em que se observa a predominância do comportamento de fluido viscoso ao longo de toda a faixa de temperatura e concentração avaliadas;
- As suspensões apresentam propriedades tixotrópicas, ao passo que a solução base não apresenta comportamento dependente do tempo de cisalhamento;
- Apresentam caráter estável ao longo do tempo e da faixa de temperatura estabelecida para os experimentos de filtração.

6.2.2 Experimentos de filtração

As Figuras 32 e 33 a seguir apresentam o efeito do diferencial de pressão no volume de filtrado para as suspensões de 10% e 30% (v/v), respectivamente. Como esperado, com o aumento da pressão observa-se o aumento do volume de filtrado. O diferencial de pressão é a força-motriz que controla o processo de filtração. Esse fenômeno pode ser explicado pelo aumento característico da taxa de cisalhamento no fluido, que promove a redução da viscosidade aparente do mesmo e o aumento da taxa de filtração (McCABE *et al.*, 1993).

Figura 32. Dados experimentais de filtração. Efeito da pressão no volume de filtrado para as suspensões de 10% (v/v), na temperatura de (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.

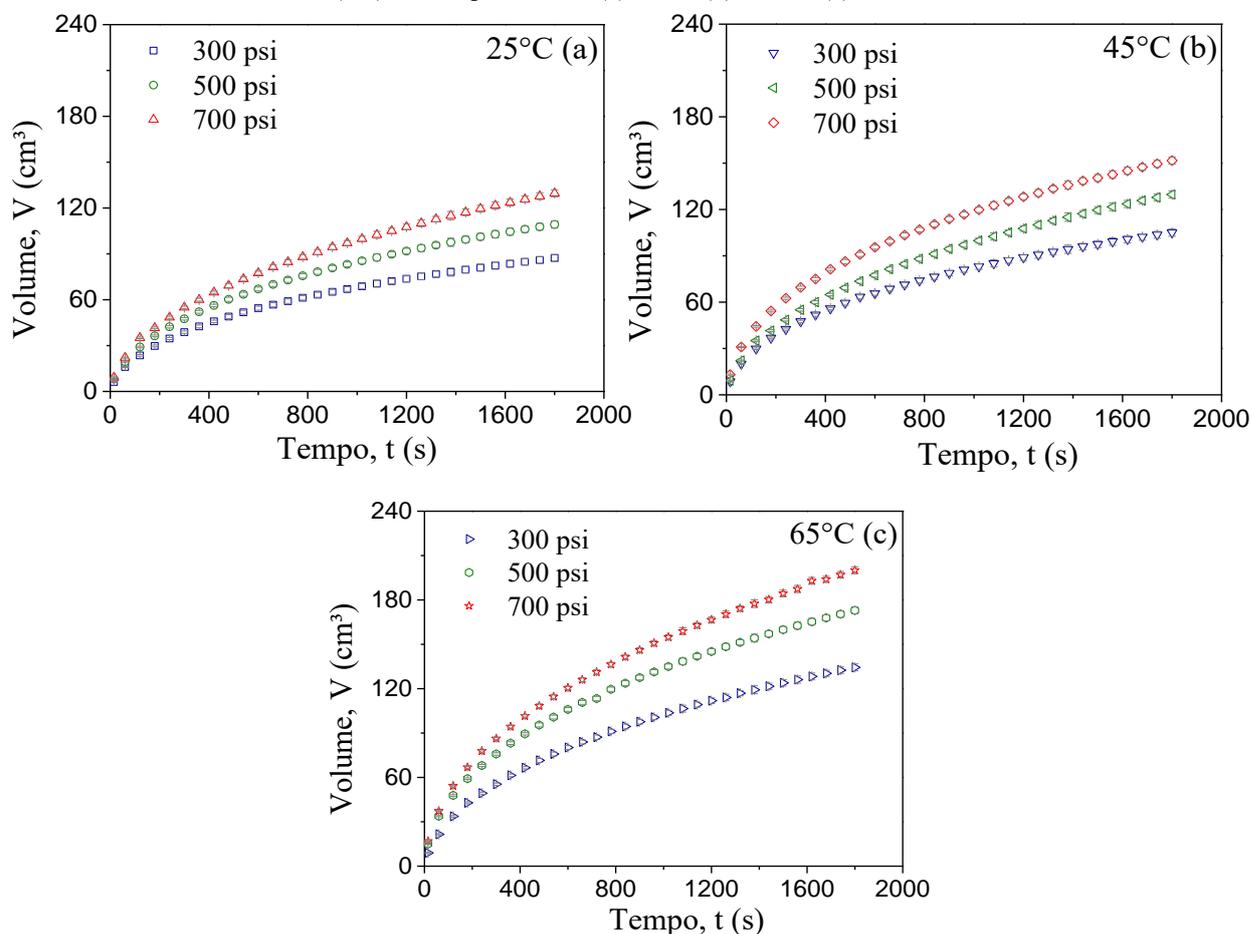
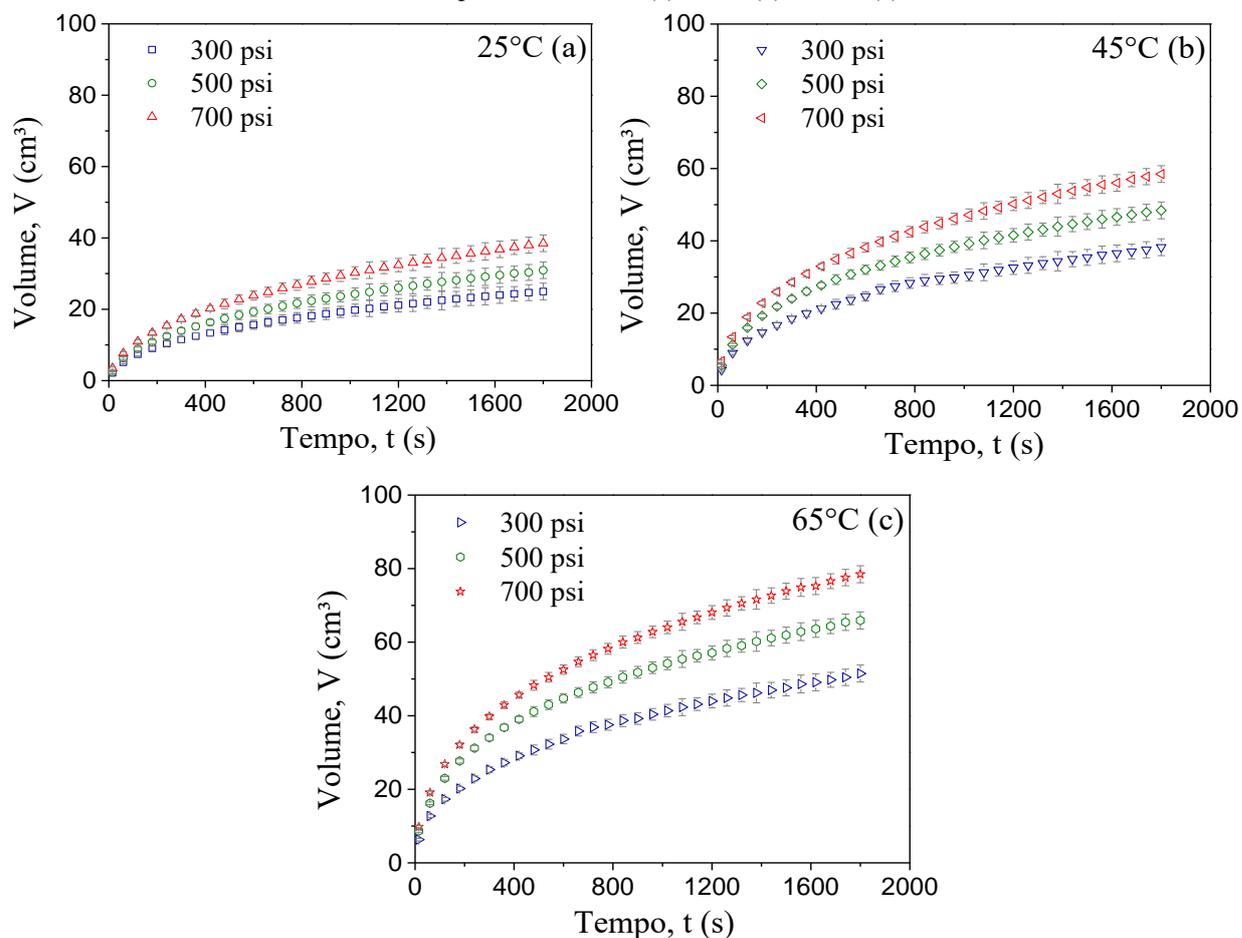


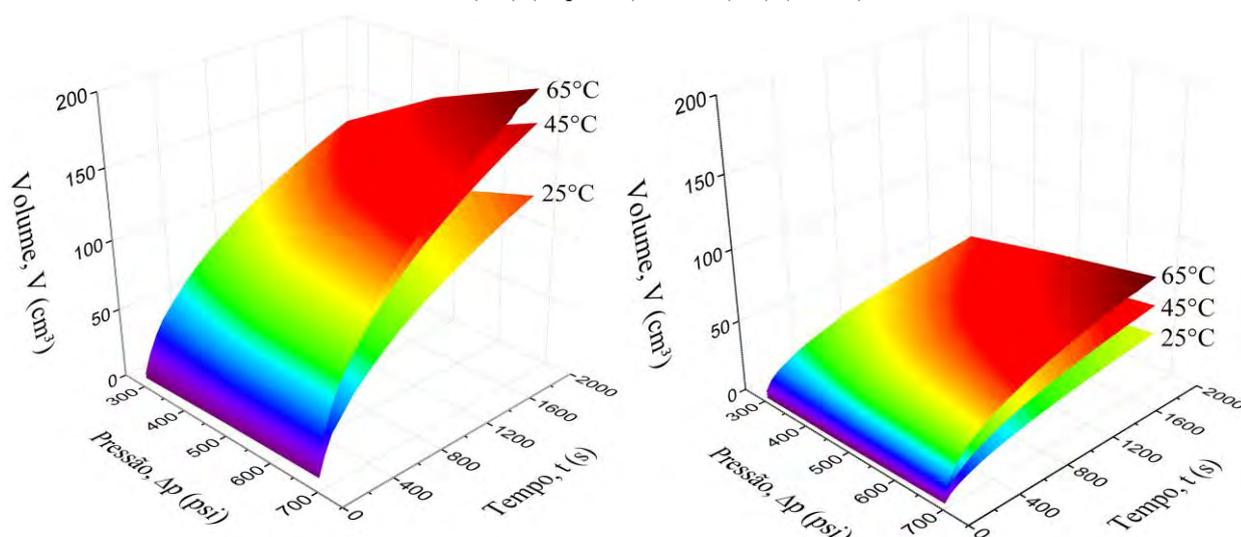
Figura 33. Dados experimentais de filtração. Efeito da pressão no volume de filtrado para as suspensões de 10% v/v, na temperatura de 25°C (a), 45°C (b) e 65°C (c).



No que se refere ao efeito da temperatura, o aumento dessa variável contribuiu para o aumento do volume de filtrado. O aumento da temperatura contribui na redução da viscosidade aparente da suspensão, levando ao aumento da taxa de filtração. Adicionalmente à influência na viscosidade aparente, o aumento da temperatura afeta a dinâmica de formação de torta. Ao longo desta seção, são apresentados resultados experimentais que, juntos, auxiliam à formulação de teorias para a influência da temperatura na dinâmica de filtração.

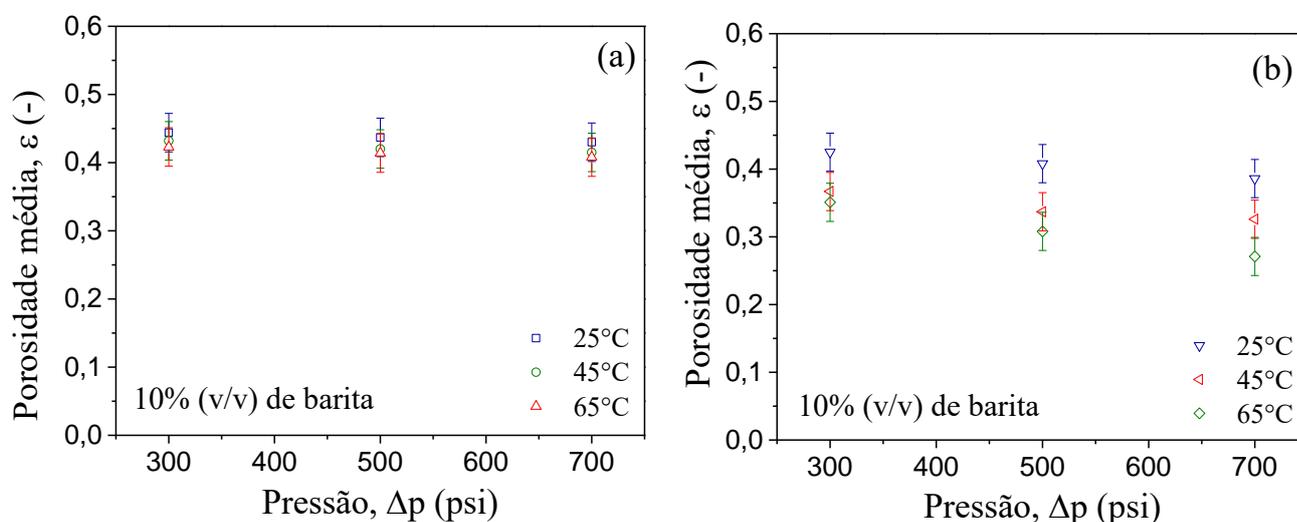
A Figura 34 apresenta o efeito combinado da diferença de pressão e da temperatura para ambas as concentrações analisadas.

Figura 34. Efeito combinado da diferença de pressão e da temperatura no volume de filtrado para as suspensões de 10% (v/v) (esquerda) e 30% (v/v) (direita).



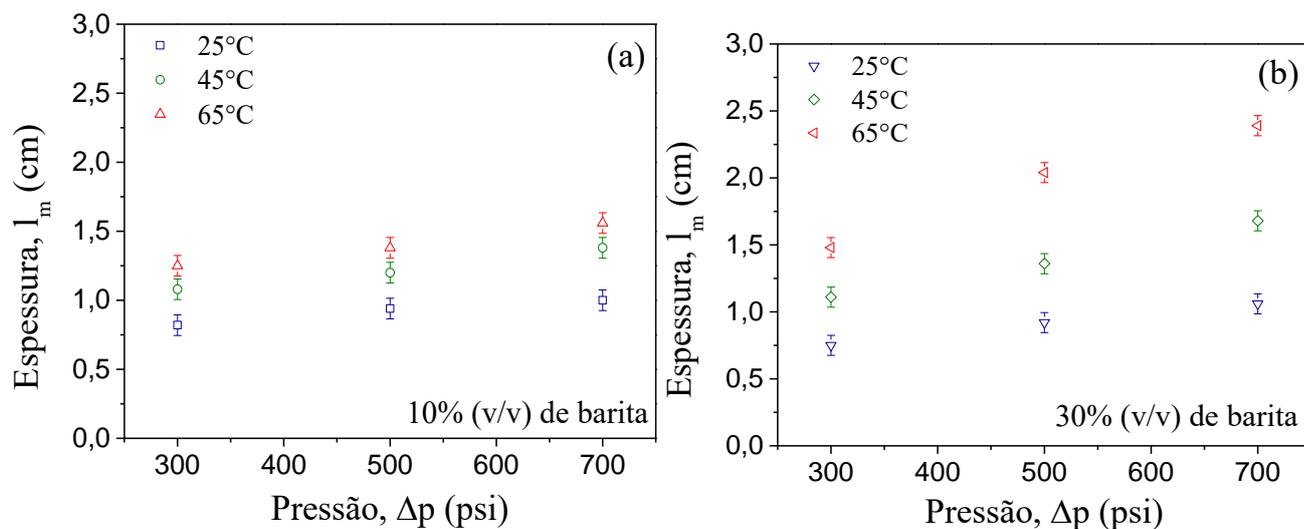
As Figuras apresentam os dados experimentais para a porosidade média e espessura, respectivamente, das tortas de filtração.

Figura 35. Efeito da temperatura e da diferença de pressão na porosidade média das tortas de filtração para as suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v).



Na Figura 35, pode-se observar que, para a suspensão de 10% (v/v), os dados experimentais de porosidade média das tortas de filtração não apresentaram diferença estatística significativa a um nível de confiança de 95%, quando avaliados ao longo da faixa experimental de pressão e temperatura. Esse resultado sugere que, na faixa de condições experimentais avaliadas, a concentração volumétrica de sólidos na torta alcançou seu valor máximo.

Figura 36. Efeito da temperatura e da diferença de pressão na espessura das tortas de filtração para as suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v).



Entretanto, para as suspensões de 30% (v/v), observou-se uma tendência de redução da porosidade média com o aumento da diferença de pressão na região entre 300 e 500 psi nas três temperaturas avaliadas. Embora as incertezas experimentais possam se interceptar ao longo de toda a faixa da diferença de pressão avaliada, não se pode afirmar que não exista efeito significativo dessa variável na porosidade média das tortas, em virtude do comportamento bem definido dos dados na faixa experimental avaliada. Os cálculos de porosidade média envolvem a aplicação da técnica de determinação gravimétrica das massas de torta seca e úmida e, portanto, constituem uma elevada fonte de erro experimental. Em relação à espessura das tortas de filtração, observa-se que o aumento da temperatura e da pressão proporcionou um aumento da espessura na filtração das suspensões com ambas concentrações.

Para o efeito isolado da diferença de pressão, o aumento da espessura combinado com a redução da porosidade média das tortas pode ser explicado devido ao aumento do fluxo de filtrado a partir do aumento do gradiente de pressão. Particularmente, o aumento do gradiente de pressão proporciona o aumento da taxa de deposição de sólidos sobre o meio filtrante e a compactação da torta formada.

Conforme discutido anteriormente, o efeito da temperatura pode ser explicado como um conjunto de fatores que contribuem para o comportamento dos dados obtidos. A partir das figuras, observa-se uma redução da porosidade média das tortas de filtração e o aumento da espessura final da torta formada com o aumento da temperatura. Esse comportamento pode ser explicado devido à redução da viscosidade aparente das suspensões com o aumento da temperatura. Nesse caso, um maior fluxo de filtrado (Figura 34) é observado devido à redução na força resistiva ao escoamento do fluido através da torta de filtração. Dessa forma, é esperado o aumento da taxa de deposição de sólidos na torta e a redução na porosidade média das tortas, devido ao efeito de compressibilidade das mesmas.

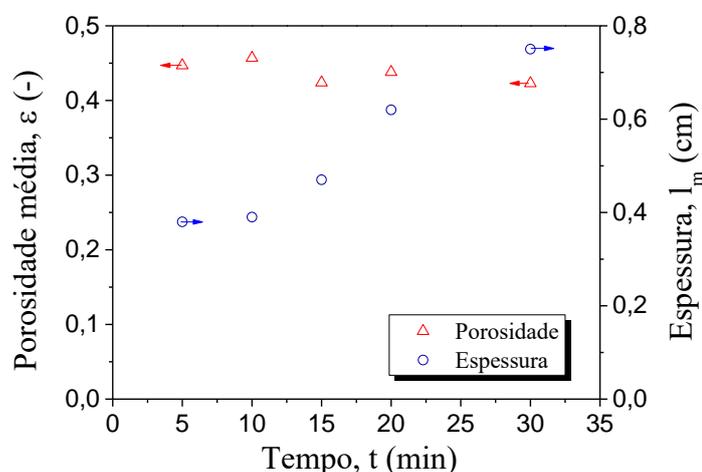
Adicionalmente aos experimentos de filtração previstos no planejamento experimental, foram realizados experimentos adicionais para avaliação da dinâmica de evolução da porosidade média e da espessura da torta com o tempo de filtração. As condições experimentais

de realização dos testes foram escolhidas como aquelas do cenário de menor taxa de filtração (ou fluxo de filtrado), uma vez que fornece o comportamento dinâmico mais lento em relação à porosidade média e à espessura da torta. Nesse caso, optou-se pela filtração da suspensão de 30% (v/v) a 25°C e 300 psi (caso de menor taxa de filtração). Para a realização do teste, foram realizadas filtrações com diferentes tempos de duração, a partir de diferentes suspensões de mesma concentração.

Ainda em relação à Figura 34, pode-se observar que, para a suspensão de 30% (v/v) os pontos de volume de filtrado experimentais na temperatura de 45°C encontram-se equidistantes no intervalo observado, considerando as curvas a 25°C e 65°C. Essa observação pode ser explicada devido aos efeitos de compressibilidade das tortas de filtração formadas, onde o mesmo comportamento é observado nas curvas de porosidade média e de espessura da torta. Para a suspensão de 10% (v/v), o deslocamento das curvas de volume de filtrado não seguem a mesma proporção, visto que o mesmo comportamento é observado nos dados de porosidade média e de espessura das tortas.

Os resultados experimentais são apresentados na Figura 37. Pode-se observar que a espessura da torta apresenta uma taxa de crescimento aproximadamente constante entre 10 e 20 minutos de filtração. Após esse período, observa-se um decréscimo na taxa de crescimento, derivado pela redução da taxa de filtração e consequente redução do número de partículas depositadas sobre as camadas já formadas da torta.

Figura 37. Efeito do tempo de filtração da porosidade média e espessura das tortas de filtração de suspensões com 30% (v/v) de barita, a 300 psi e 25°C.



Pode-se observar que, em 5 minutos de filtração, o valor da porosidade média da torta é equivalente àquela final obtida com o experimento anterior do planejamento experimental. Observa-se também uma pequena flutuação dos dados de porosidade em relação a um referencial de porosidade aproximadamente igual ao valor inicial. Tais flutuações podem ser explicadas pela existência de erros experimentais na determinação das porosidades, bem como à filosofia empregada no teste em si. Uma vez que as filtrações são interrompidas após um tempo pré-estabelecido, as tortas de filtração estão submetidas a diferentes forças de compressão, o que afeta diretamente a distribuição de porosidades locais ao longo da torta e, consequentemente, a porosidade média da torta.

6.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A estrutura microscópica das tortas de filtração foi investigada a partir da utilização da técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Nas Figuras 38 a 43, são apresentadas imagens referentes à estrutura interna das tortas de filtração, seccionadas horizontalmente, formadas a partir de experimentos de filtração estática de suspensões de 10% v/v de barita, a 45°C, na faixa de pressão de 300 a 700 psi. Nas figuras a seguir, são apresentados dois focos de imagem com magnitude de aproximação de 1000x (esquerda) e 5000x (direita).

Figura 38. Seção interna da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 10% v/v, a 300 psi e 45°C.

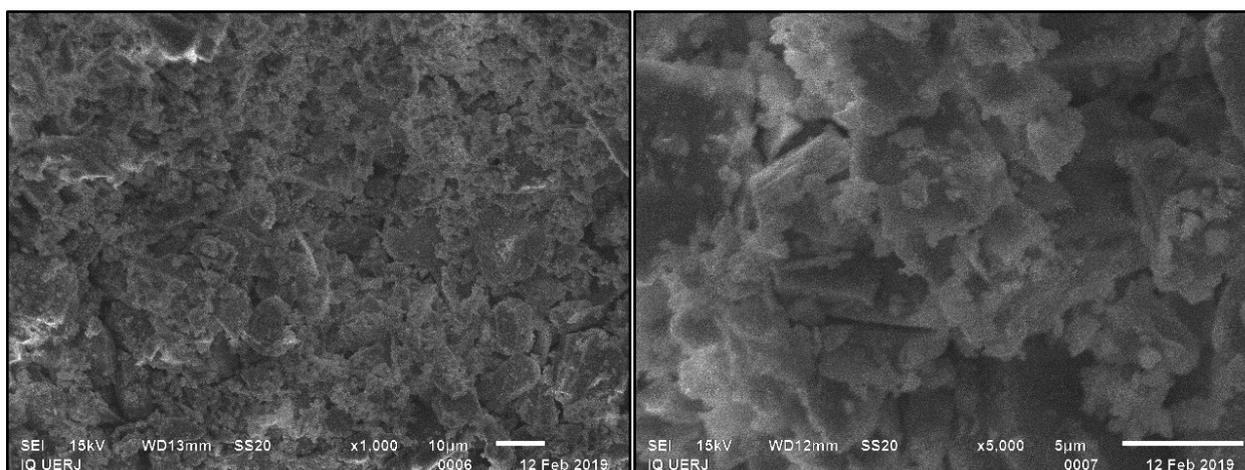


Figura 39. Seção da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 10% v/v, a 500 psi e 45°C.

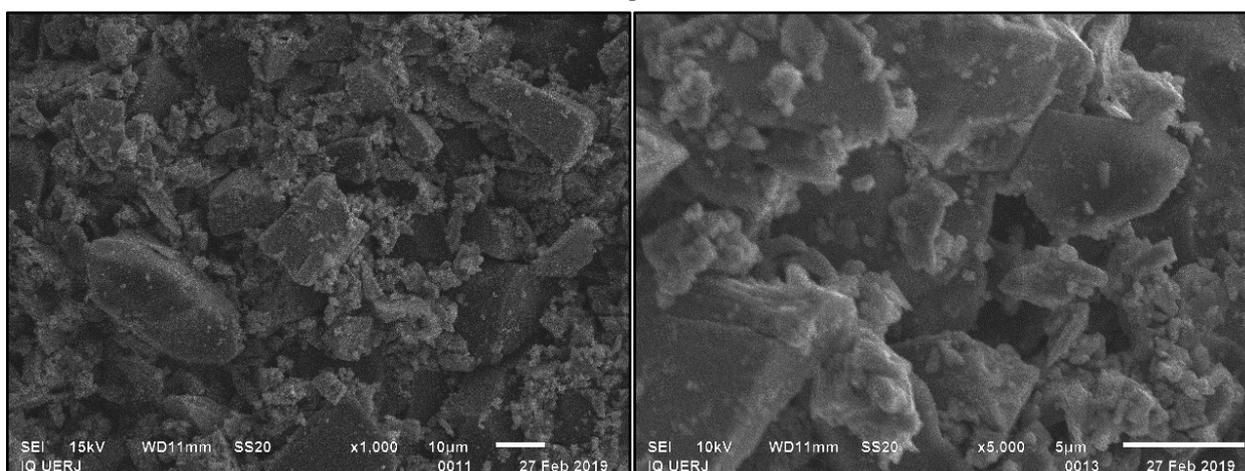


Figura 40. Seção da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 10% v/v, a 700 psi e 45°C.

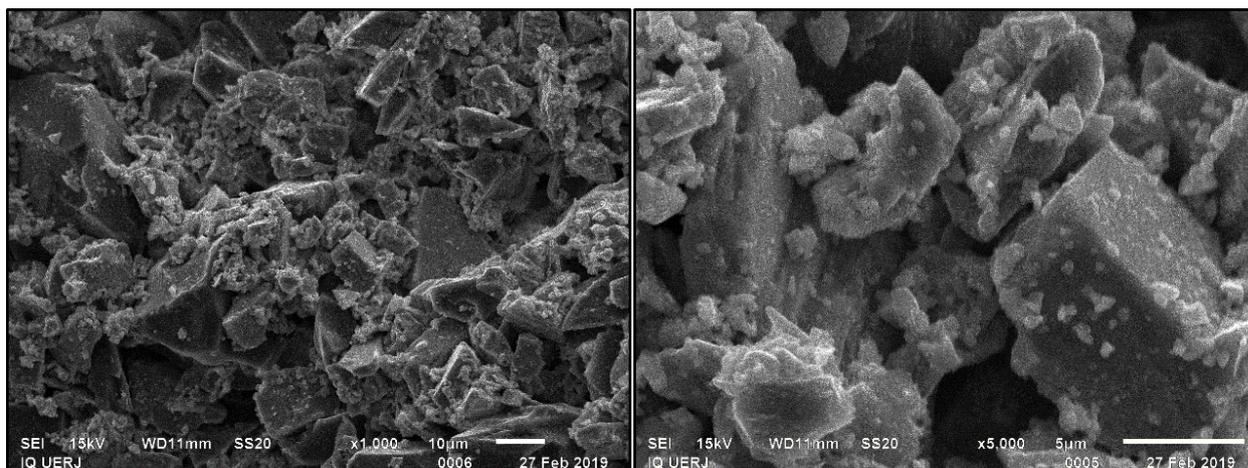


Figura 41. Seção da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 30% v/v, a 300 psi e 45°C.

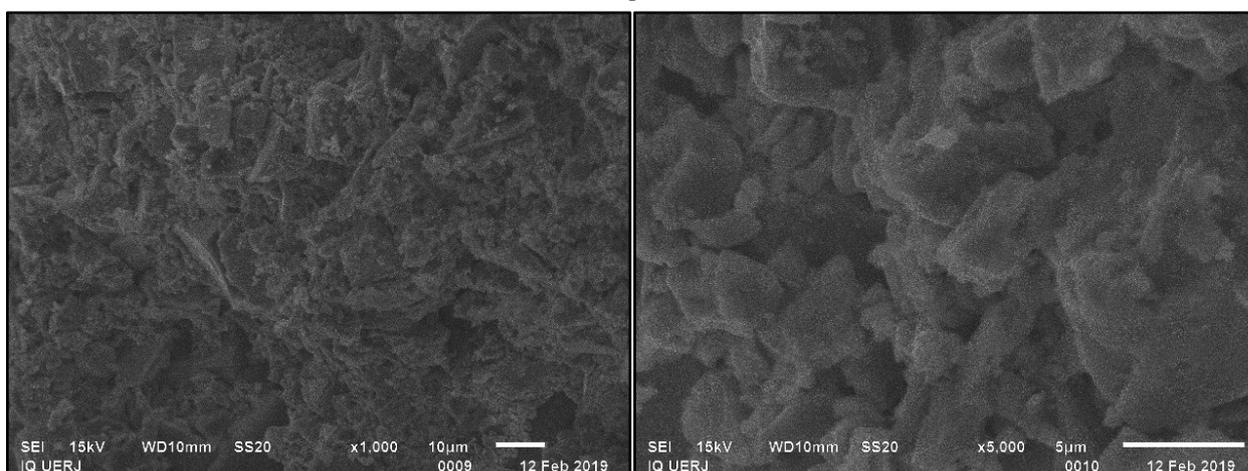


Figura 42. Seção da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 30% v/v, a 500 psi e 45°C.

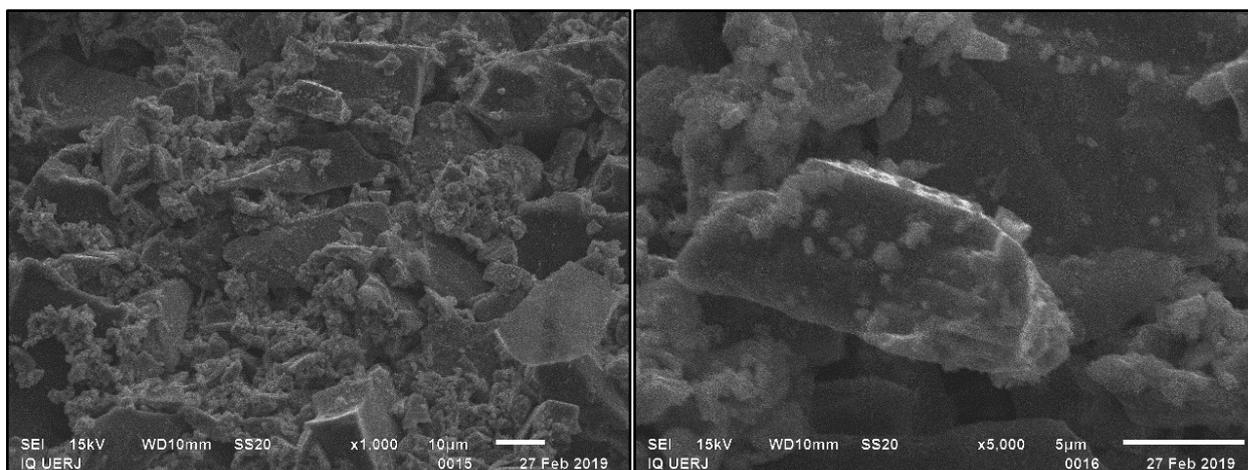
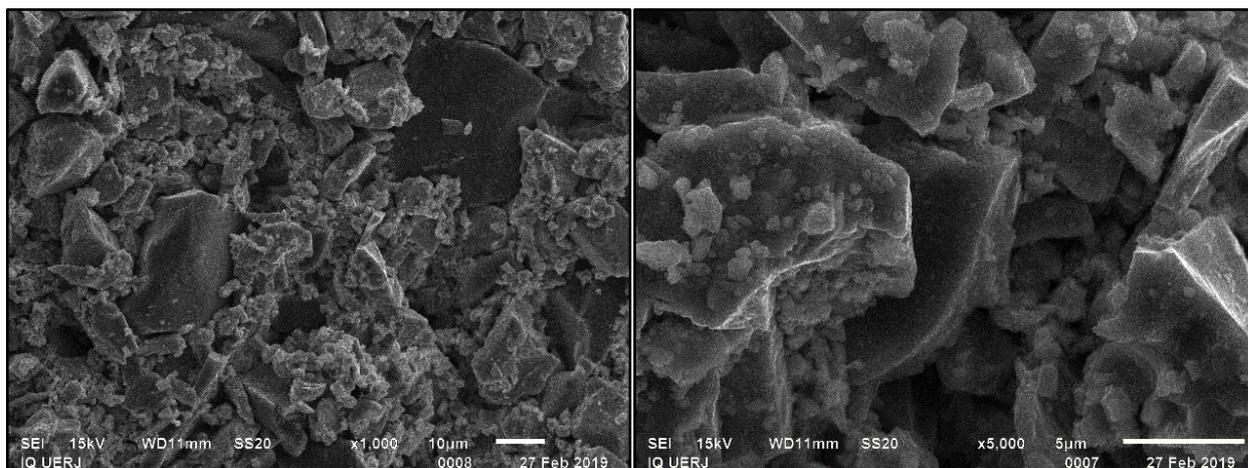


Figura 43. Seção da torta de filtração. Imagem obtida com MEV a partir do experimento com suspensão de 30% v/v, a 700 psi e 45°C.



Autores como Hartmann *et al.* (1988), Chenevert e Huycke (1991), Elkatatny *et al.* (2011) e Ezeakacha *et al.* (2016) mostraram que a técnica de microscopia eletrônica de varredura contribui de forma significativa para a caracterização morfológica das tortas de filtração. Os autores observaram que as tortas de filtração não são homogêneas e, portanto, apresentam regiões com diferentes distribuições de tamanhos de partículas e tamanho de poros. Elkatatny *et al.* (2011) observaram que em regiões próximas ao meio filtrante, a distribuição de partículas apresenta maior variância devido a um maior número de partículas de tamanhos médio e grandes (relativos à distribuição de tamanhos de partícula da suspensão). No caso de regiões próximas à superfície da torta, a distribuição de tamanhos apresenta maior quantidade de partículas médias e finas.

Nas imagens apresentadas pelas Figuras 38 a 43, observa-se o comportamento supracitado. Visto que os fragmentos de torta analisados no MEV foram retirados de regiões próximas à superfície da torta, como esperado, há uma maior presença de partículas finas e médias, em torno de 5,0 a 20,0 μm (correspondente a aproximadamente 46% da fração volumétrica das partículas presentes na suspensão).

Pode-se observar que, para temperatura e concentração constantes, o aumento da pressão leva ao aumento do tamanho dos poros ou canais, nas regiões próximas à superfície da torta. Nessas regiões, os poros formados são maiores que aqueles existentes em camadas da torta próximas ao meio filtrante (CHENEVERT e HUYCKE, 1991). Tal efeito é observado devido ao aumento da pressão nos sólidos ao longo da deposição contínua da fase sólida sobre o meio filtrante, onde as forças compressivas são maiores. O aumento da diferença de pressão promove a intensificação dos efeitos compressíveis nas camadas mais próximas do meio filtrante e, próximo à superfície, leva ao aumento do tamanho dos poros e da porosidade local nessa região.

6.3 ESTIMAÇÃO DE PARÂMETROS

6.3.1 Ajuste para o modelo de tensão e de viscosidade

Foi realizado o ajuste do modelo *Power-Law* aos dados experimentais de tensão cisalhante e de taxa de cisalhamento para o fluido base (água/CMC). Adicionalmente, o efeito da temperatura na viscosidade foi ajustado pelo modelo do tipo Arrhenius (Seção 4.3.4, Equação 4.36) e o modelo WLF (Seção 4.3.4, Equação 4.36). Experimentos adicionais foram realizados de forma a obter as curvas de escoamento em temperaturas intermediárias de 35°C e 55°C e proporcionar a melhoria da qualidade do ajuste do modelo de temperatura.

Os resultados obtidos para a predição das curvas de escoamento usando o modelo *Power-Law* (Equação 2.11) são apresentados na Figura 44. Os resultados para a função objetivo e respectivos parâmetros estimados são apresentados nas Tabela 18 e 19. Na Figura 44, as incertezas experimentais foram ocultadas de forma a possibilitar a plena visualização da figura.

Figura 44. Ajuste do modelo Power-Law (Mod.) com os intervalos de confiança (IC). Dados de curva de escoamento em diferentes temperaturas.

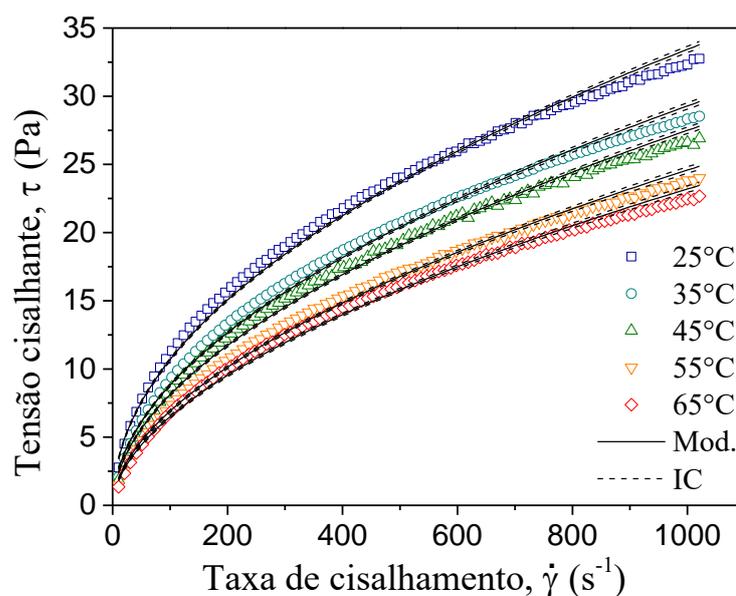


Tabela 18. Função objetivo para as estimações do modelo *Power-Law* em cada temperatura

Intervalo da função Chi-Quadrado de estimação:					
$\chi_{inf}^2 = 71,63 - \chi_{sup}^2 = 126,14$					
	25°C	35°C	45°C	55°C	65°C
F_{obj}	176,70	159,40	139,80	117,87	101,81

Tabela 19. Parâmetros do modelo Power-Law para diferentes temperaturas

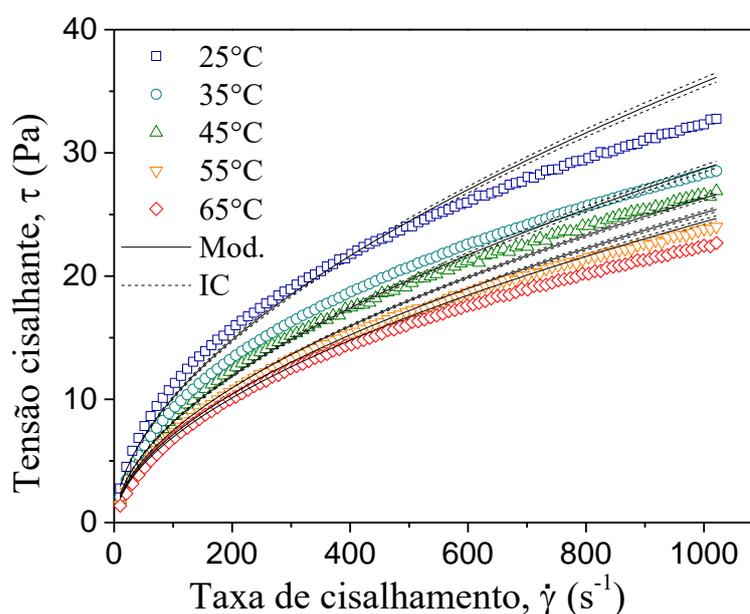
T	Parâmetros estimados			
	K (Pa.s ⁿ)	K _{IC}	n	n _{IC}
25°C	1,093	1,051 – 1,135	0,495	0,492 – 0,498
35°C	0,799	0,771 – 0,826	0,521	0,518 – 0,525
45°C	0,708	0,684 – 0,731	0,529	0,526 – 0,534
55°C	0,547	0,530 – 0,563	0,551	0,546 – 0,556
65°C	0,511	0,495 – 0,526	0,552	0,547 – 0,558

n_{IC}: Valores do intervalo de confiança de “n”; k_{IC}: Valores do intervalo de confiança de “k”

Observa-se que o modelo se ajusta bem aos dados experimentais e que os parâmetros estimados possuem significância estatística ao longo de toda a faixa de temperatura avaliada. Pode-se observar também que o aumento da temperatura leva ao aumento do índice de comportamento do fluido e a redução do índice de consistência do fluido (relativo à redução da viscosidade aparente do fluido). Observa-se que, na Tabela 19, os três primeiros resultados da função objetivo estão acima do intervalo da função Chi-quadrado. Este resultado é observado devido à possibilidade de subestimação do erro experimental, uma vez que as variâncias experimentais adotadas foram obtidas a partir de experimentos de triplicata no ponto central de temperatura.

Para a consideração do efeito da temperatura, os dados experimentais foram ajustados ao modelo WLF (Equação 5.42) e Arrhenius (Equação 5.41). Os resultados obtidos para o ajuste dos dados das curvas de escoamento são apresentados nas Figura 45 (modelo WLF) e 46 (modelo de Arrhenius). Os parâmetros estimados são apresentados nas Tabela 20 (modelo WLF) e 21 (modelo de Arrhenius). Os valores para a função objetivo minimizada são apresentados na Tabela 22.

Figura 45. Ajuste do modelo de tensão em função da taxa de cisalhamento e da temperatura. Utilização da equação WLF para consideração do efeito da temperatura.



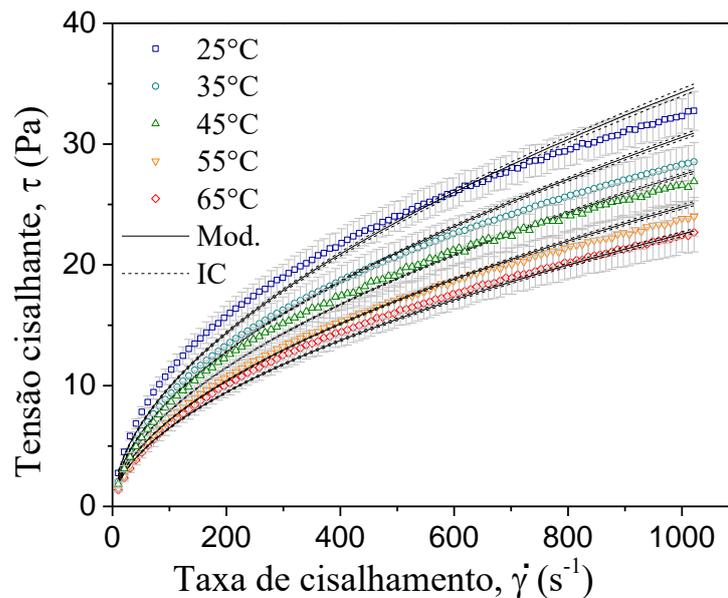
Modelo para a tensão cisalhante, considerando o modelo WLF para a dependência com a temperatura:

$$\tau(\dot{\gamma}, T) = \eta_{ref} \exp \left[\frac{-C_1(T - T_{ref})}{C_2 + (T - T_{ref})} \right] \dot{\gamma}^n \quad (5.42)$$

Tabela 20. Parâmetros estimados do modelo de tensão, considerando o modelo WLF para a dependência com a temperatura

Parâmetros		Intervalo de Confiança
η_0 (Pa.s ⁿ)	0,813	0,794 – 0,832
C_1	0,508	0,493 – 0,523
C_2	13,91	-17,81 – 45,62
n	0,547	0,544 – 0,549

Figura 46. Ajuste do modelo de tensão em função da taxa de cisalhamento e da temperatura. Utilização da equação do tipo Arrhenius para consideração do efeito da temperatura.



Modelo para a tensão cisalhante, considerando o modelo do tipo Arrhenius para a dependência com a temperatura:

$$\tau(\dot{\gamma}, T) = \eta_{ref} \exp \left[\frac{\Delta E}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \right] \dot{\gamma}^n \quad (5.41)$$

Tabela 21. Parâmetros estimados do modelo de tensão, considerando o modelo do tipo Arrhenius para a dependência com a temperatura

Parâmetros		Intervalo de Confiança
η_{ref} (Pa.s ⁿ)	0,639	0,636 – 0,642
ΔE (J/mol)	8760,12	7777,50 – 9866,88
n	0,540	0,539 – 0,541

Tabela 22. Função objetivo para as estimações com os modelos WLF e Arrhenius para a dependência da viscosidade com a temperatura

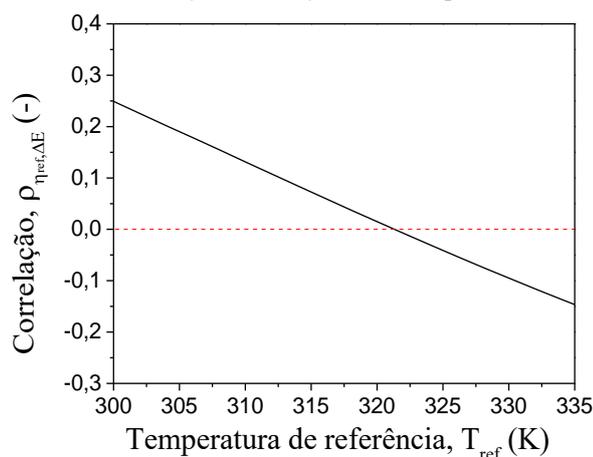
Intervalo da função Chi-Quadrado de estimação:		
WLF: $\chi_{\text{inf}}^2 = 431,49 - \chi_{\text{sup}}^2 = 554,29$		
Arrhenius: $\chi_{\text{inf}}^2 = 432,43 - \chi_{\text{sup}}^2 = 555,35$		
	WLF	Arrhenius
F _{obj}	920,54	591,58

Com base nos resultados obtidos, verifica-se que o modelo WLF não ajusta bem os dados experimentais (Figura 45) e, a partir da Tabela 20, observa-se que o parâmetro C_2 não possui significância estatística, uma vez que o respectivo intervalo de confiança inclui o valor zero. Nesse caso, o parâmetro deve ser retirado do modelo, o qual recai no modelo *Power-Law*, desconsiderando o efeito da temperatura. Dessa forma, conclui-se que o modelo WLF não é adequado ao ajuste dos dados experimentais deste trabalho.

Para o ajuste do modelo de Arrhenius, a condição de 35°C representa o caso em que os maiores desvios do modelo em relação ao dado experimental foram observados. Todas as demais condições apresentaram bons ajustes, conforme pode ser observado na Figura 46. Ainda que a curva apresentada seja a que apresentou o maior desvio, pode-se observar que o modelo foi ajustado de forma satisfatória aos dados experimentais. Na Tabela 21, pode-se observar que todos os parâmetros estimados apresentam significância estatística. A partir da Tabela 23 é possível constatar que, assim como observado para a estimação dos parâmetros do modelo *Power-Law* para cada temperatura individual (Tabela 19), as variâncias experimentais podem estar sendo subestimadas, o que explica o resultado para a função objetivo fora da faixa da função Chi-quadrado.

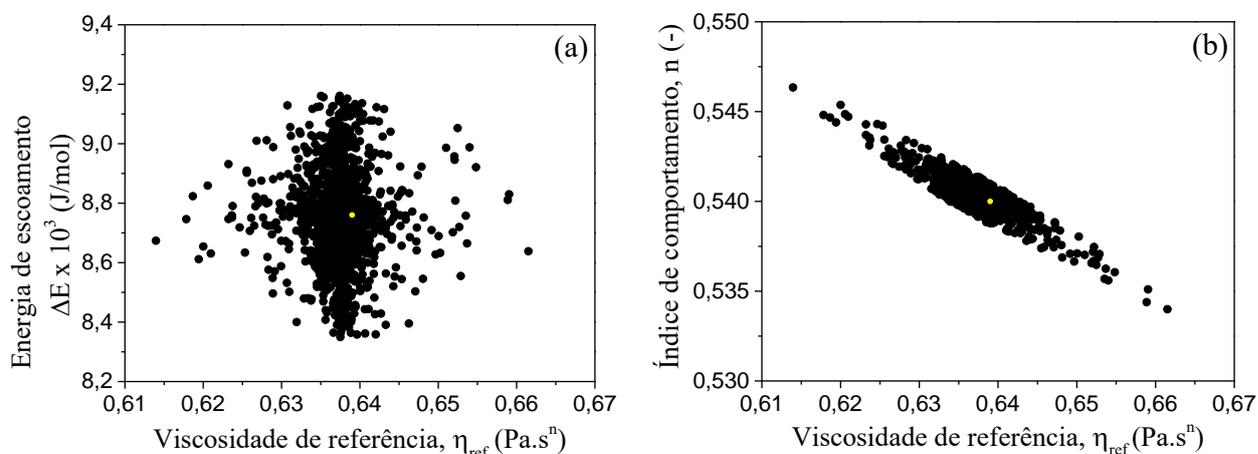
Vale lembrar que, para o ajuste do modelo considerando o efeito da temperatura, determinou-se a temperatura de referência ótima para a eliminação da correlação entre os parâmetros estimados ΔE e η_{ref} , conforme apresentado na Seção 5.3.4. A Figura 47 ilustra o resultado da avaliação do comportamento da correlação paramétrica em função da variável de referência T_{ref} . Pode-se observar que a correlação ótima é atingida quando $T_{\text{ref}} = 321,15$ K (48°C), valor utilizado para a estimação de parâmetros do modelo de Arrhenius

Figura 47. Comportamento da função correlação avaliada para diferentes valores de T_{ref} .



As regiões de confiança para a estimação dos parâmetros do modelo de tensão considerando a equação do tipo Arrhenius para descrição do efeito da temperatura são apresentadas na Figura 48. Os pontos negros dos gráficos representam os conjuntos de parâmetros estatisticamente viáveis que satisfazem a Equação 4.3.4 (Seção 4.3.2). Os parâmetros ótimos (Tabela 21) estão indicados com realce no interior da elipse.

Figura 48. Regiões de confiança para os parâmetros ΔE e η_{ref} (a) e n e η_{ref} (b).



A região de confiança elíptica ilustrada na Figura 48 (a) possui eixos ortogonais aos eixos do plano cartesiano, indicando a eliminação da correlação entre os parâmetros ΔE e η_{ref} com a utilização da temperatura ótima de referência (SCHWAAB e PINTO, 2007b). Nesse caso, pode-se afirmar que os parâmetros ΔE e η_{ref} podem ser estimados de forma independente.

Na Figura 48 (b), observa-se a região de confiança na forma hiper elíptica, obtida para modelos aplicados a dados cujos erros experimentais seguem a distribuição normal. Nesse caso, a região de confiança obtida indica que os parâmetros obtidos possuem elevada correlação, impedindo sua estimação de forma independente, como aquela em relação a ΔE e η_{ref} . A seguir é apresentada a matriz de correlação dos parâmetros ΔE , n e η_{ref} (rever Seção 4.3.2).

$$\Lambda_{\theta} = \begin{bmatrix} \rho_{\eta_{ref}, \eta_{ref}} & \rho_{\eta_{ref}, \Delta E} & \rho_{\eta_{ref}, n} \\ \rho_{\Delta E, \eta_{ref}} & \rho_{\Delta E, \Delta E} & \rho_{\Delta E, n} \\ \rho_{n, \eta_{ref}} & \rho_{n, \Delta E} & \rho_{n, n} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1,000 & 0,002 & -0,985 \\ 0,002 & 1,000 & -0,046 \\ -0,985 & -0,046 & 1,000 \end{bmatrix} \quad (6.1)$$

Observa-se que o processo de reparametrização da equação de Arrhenius com a utilização da temperatura de referência ótima levou à estimação dos parâmetros ΔE e η_{ref} com correlação aproximadamente nula. Ao passo que os parâmetros n e η_{ref} apresentam elevada correlação.

5.3.2 Ajuste do modelo de filtração para a estimação de parâmetros de forma implícita

Os ajustes do modelo de filtração para fluidos não-Newtonianos desenvolvido no Capítulo 4 (Equação 4.19) para as suspensões de 10% (v/v) (Figura 49) e 30% (v/v) (Figura 50) são apresentados a seguir.

Figura 49. Ajuste do modelo de filtração (Mod) aos pontos experimentais (PE) e intervalos de confiança do modelo (IC). Dados de filtração para a suspensão de 10% (v/v) a (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.

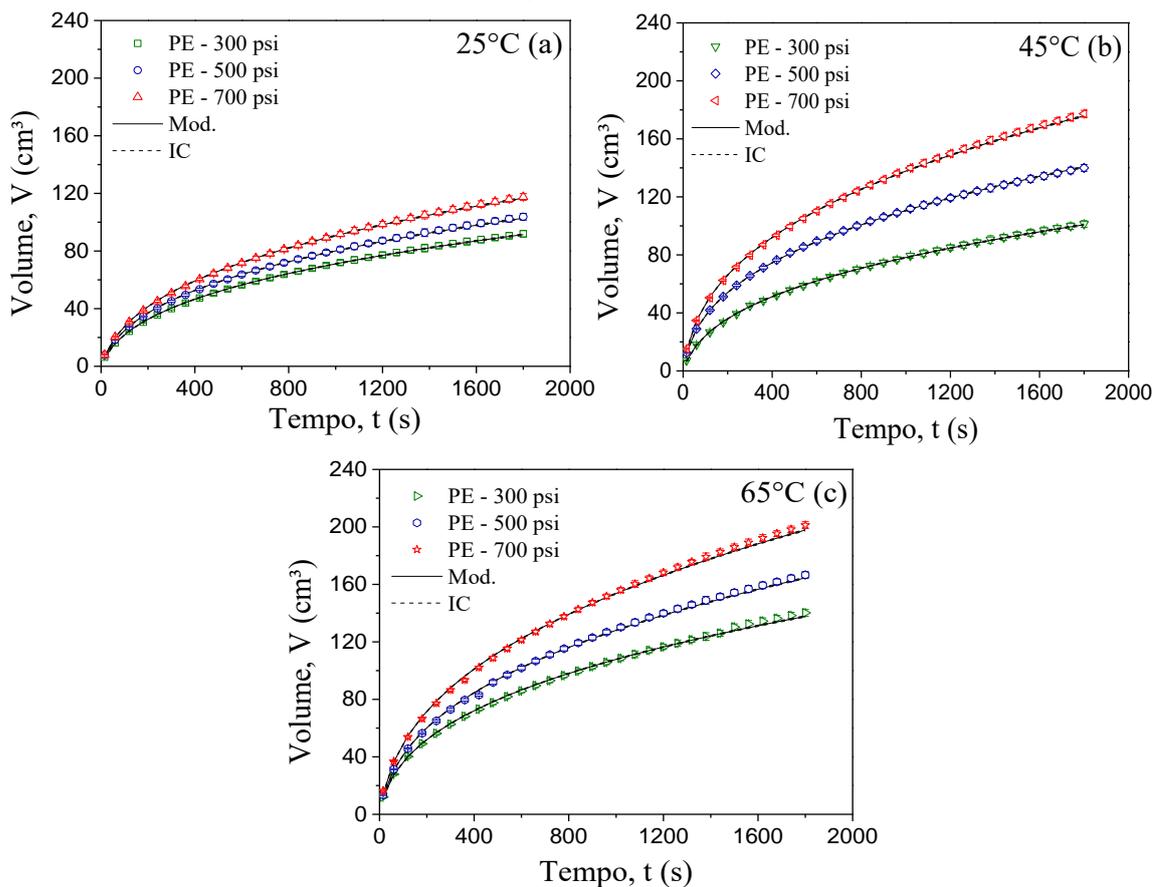
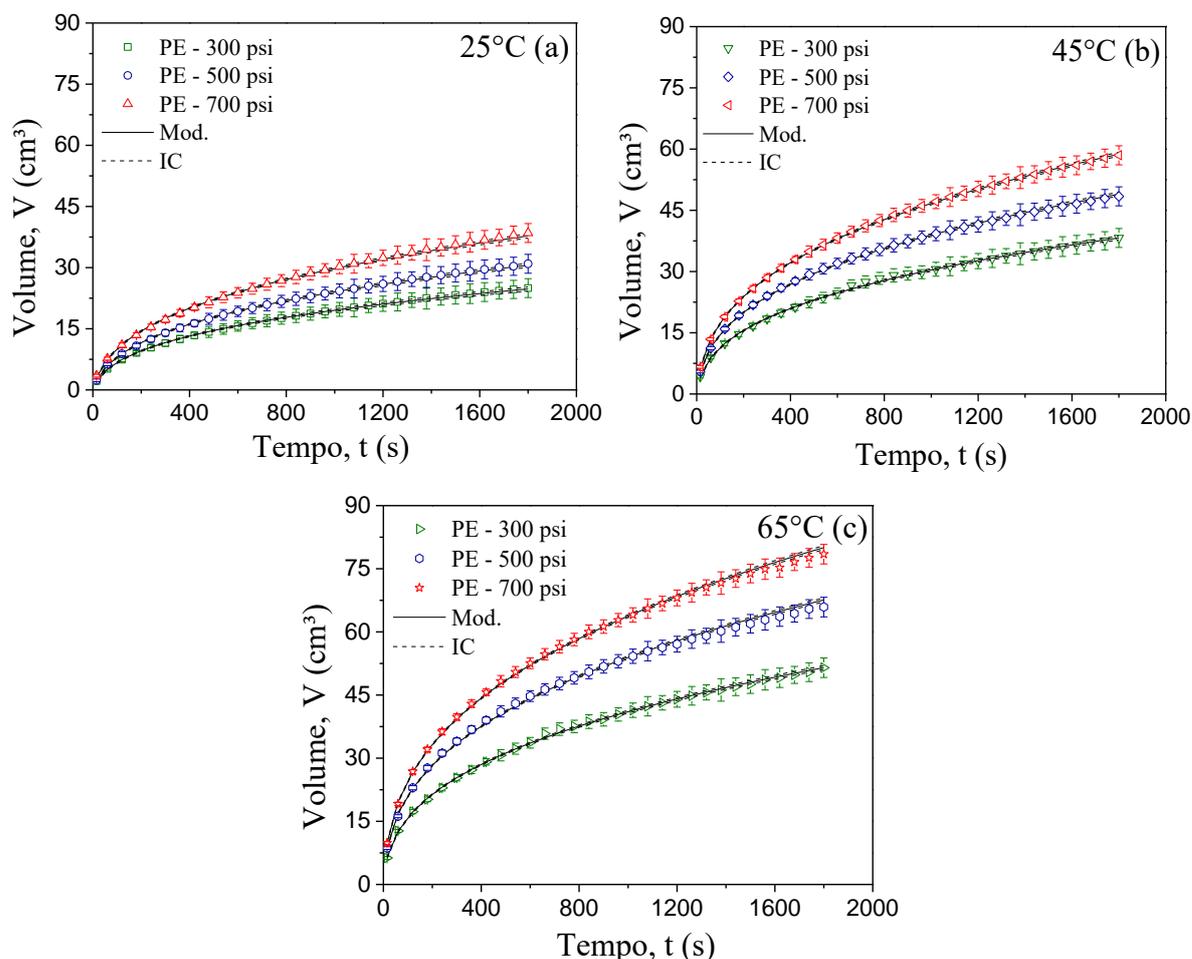


Figura 50. Ajuste do modelo de filtração (Mod) aos pontos experimentais (PE) e intervalos de confiança do modelo (IC). Dados de filtração para a suspensão de 30% (v/v) a (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.



Pode-se observar que o modelo ajusta bem os dados experimentais, considerando os respectivos erros experimentais. Os resultados para a função objetivo são apresentados nas Tabelas 23 e 24. Os parâmetros de permeabilidade média da torta e resistividade do meio filtrante são apresentados nas Figura 51 e 52, assim como nas Tabelas 25 e 26.

Tabela 23. Resultados para a função objetivo em cada condição de filtração a partir da estimação dos parâmetros de filtração pelo método implícito. Suspensões de 10% (v/v)

10% (v/v)	Intervalo da função Chi-Quadrado de estimação: $\chi_{inf}^2 = 16,05 - \chi_{sup}^2 = 45,72$			
	Temp. \ Δp	300 psi	500 psi	700 psi
25°C		19,45	61,85	46,03
45°C		27,76	10,75	101,73
65°C		60,83	236,35	415,15

Tabela 24. Resultados para a função objetivo em cada condição de filtração a partir da estimação dos parâmetros de filtração pelo método implícito. Suspensões de 30% (v/v)

30% (v/v)	Intervalo da função Chi-Quadrado de estimação: $\chi_{inf}^2 = 16,05 - \chi_{sup}^2 = 45,72$		
	Temp. \ \Delta p	300 psi	500 psi
25°C	1,32	4,01	14,06
45°C	7,03	5,15	5,93
65°C	6,21	44,93	25,88

Pode-se observar que, para a suspensão de 10% (v/v) os resultados para a função objetivo se enquadraram em apenas três condições de estimação enquanto para outras seis, ficou fora da faixa da função Chi-quadrado. Analogamente aos experimentos de obtenção das curvas de escoamento da solução base, a variância experimental adotada a partir da triplicata no ponto central mostra-se insuficiente para a caracterização adequada do erro associado e, portanto, a ser considerado no processo de estimação de parâmetros.

Figura 51. Permeabilidade média estimada para as tortas de filtração das suspensões de 10% (a) e 30% (b) v/v.

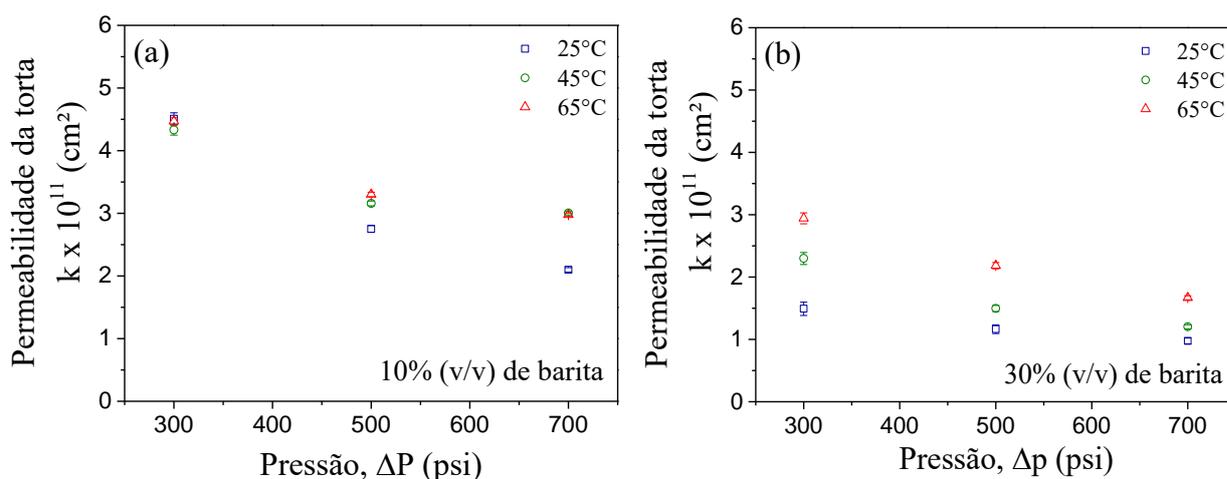
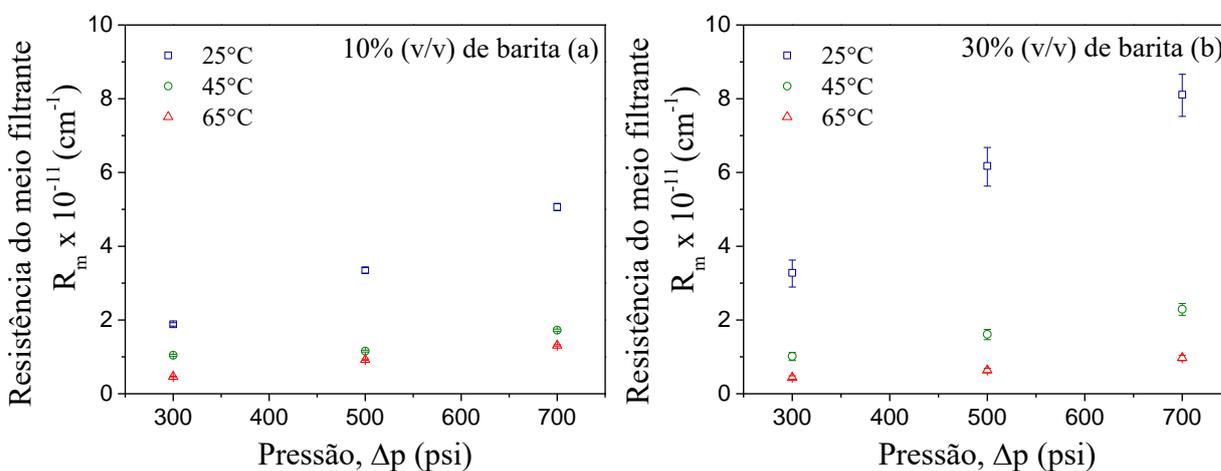


Figura 52. Resistência do meio filtrante para a filtração das suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v).



A partir das Figura 51 e 52, pode-se inferir que os parâmetros estimados apresentam significância estatística ao longo de todas as condições contempladas nas estimações. Os resultados das estimações apresentam uma redução da permeabilidade média da torta de filtração com o aumento da diferença de pressão aplicada, devido à ação das forças compressíveis na torta de filtração. Esse fenômeno está relacionado à variação da porosidade local, que assume baixos valores em regiões próximas ao meio filtrante, onde as partículas estão sujeitas a elevadas forças de compressão (McCABE *et al.*, 1993).

Tabela 25. Permeabilidade da torta de filtração, estimadas a partir do método implícito. Valores médios e intervalos de confiança. Suspensões de 10% (v/v) e 30% (v/v)

Concentração da suspensão		Permeabilidades x 10 ¹¹ (cm ²)					
		300 psi		500 psi		700 psi	
10% v/v	25°C	4,51	4,41 – 4,61	2,75	2,70 – 2,80	2,10	2,06 – 2,13
	45°C	4,33	4,25 – 4,41	3,16	3,12 – 3,20	3,01	2,97 – 3,03
	65°C	4,47	4,41 – 4,52	3,30	3,26 – 3,34	2,98	2,95 – 3,01
30% v/v	25°C	1,49	1,39 – 1,60	1,17	1,10 – 1,24	0,98	0,93 – 1,02
	45°C	2,30	2,20 – 2,40	1,50	1,45 – 1,55	1,20	1,17 – 1,24
	65°C	2,94	2,86 – 3,03	2,18	2,13 – 2,23	1,67	1,64 – 1,70

Tabela 26. Resistência do meio filtrante, estimadas a partir do método implícito. Valores médios e intervalos de confiança. Suspensões de 10% (v/v) e 30% (v/v)

Concentração da suspensão		Resistência do meio filtrante x 10 ⁻¹¹ (cm ⁻¹)					
		300 psi		500 psi		700 psi	
10% v/v	25°C	1,88	1,83 – 1,93	3,35	3,27 – 3,42	5,06	4,97 – 5,16
	45°C	1,04	1,02 – 1,07	1,16	1,13 – 1,18	1,72	1,70 – 1,75
	65°C	0,47	4,55 – 4,77	0,92	9,06 – 9,40	1,31	1,29 – 1,33
30% v/v	25°C	3,28	2,93 – 3,67	6,18	5,67 – 6,72	8,11	7,56 – 8,70
	45°C	1,01	0,91 – 1,13	1,61	1,78 – 1,76	2,29	2,13 – 2,46
	65°C	0,44	0,39 – 0,49	0,54	0,58 – 0,70	0,97	0,91 – 1,04

Em relação à resistência do meio filtrante, pode-se observar o seu aumento com o aumento da diferença de pressão aplicada. Segundo McCabe *et al.* (1993), o aumento da pressão do sistema leva ao aumento da taxa de carreamento das partículas (equivalente ao aumento da taxa de filtração) através da torta de filtração e do meio filtrante. Nesse caso, as partículas com diâmetros menores que o diâmetro de retenção do meio filtrante podem permear através dele proporcionando o aumento da resistência do meio poroso ao escoamento do filtrado.

O efeito da temperatura na permeabilidade da torta de filtração pode ser explicado a partir da variação conjunta de propriedades morfológicas e reológicas das tortas de filtração e dos fluidos utilizados. Com o aumento da temperatura, ocorre a redução da viscosidade aparente do fluido, aumentando a taxa de deposição de sólidos e ainda a redução da força resistiva associada ao escoamento do fluido através da torta. Efeitos hidrodinâmicos também se mostram presentes,

aumentando a taxa de cisalhamento imposta ao fluido pelo movimento descendente das partículas (JOSEPH *et al.*, 1994; DAUGAN *et al.*, 2002).

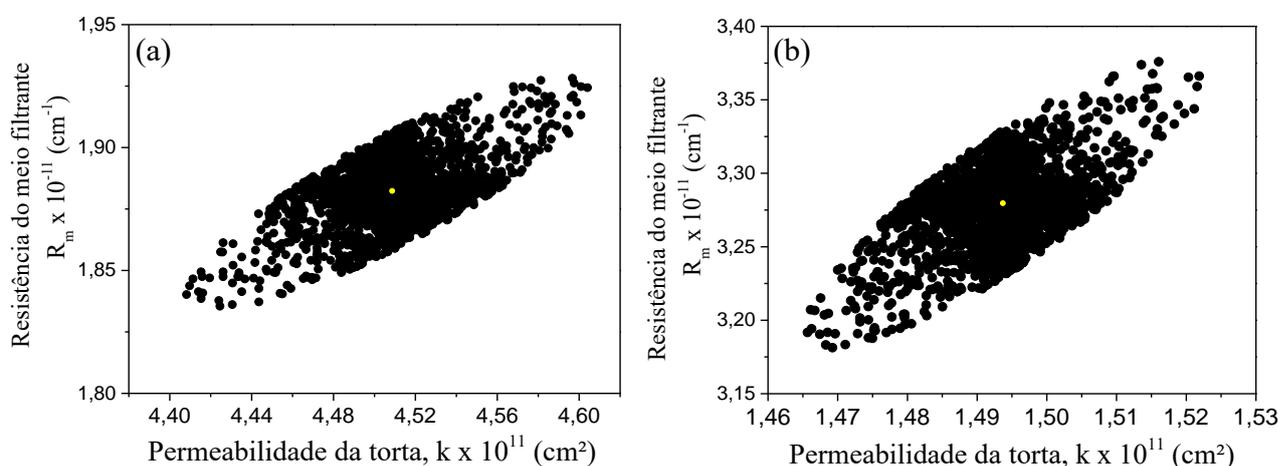
Adicionalmente, a morfologia e a dinâmica de crescimento da torta são diferentes devido ao aumento da velocidade de deposição das partículas e organização estrutural sobre a superfície do meio filtrante (CHENEVERT e HUYCKE, 1992).

Em relação à resistência do meio filtrante, o aumento da temperatura promove o aumento da taxa de filtração, derivado da redução da viscosidade aparente do fluido. Dessa forma, um maior número de partículas com diâmetro igual ou inferior ao diâmetro de retenção do filtro atravessa-o, alcançando o coletor de filtrado ou até mesmo contribuindo para a colmatação/obstrução dos poros do meio filtrante.

Observa-se que, para ambas as suspensões, a uma pressão fixa, a diferença quantitativa entre os dados de permeabilidade da torta não é uniforme e é reduzida com o aumento da pressão. Uma constatação semelhante pode ser realizada para a resistência do meio filtrante: para o aumento da pressão, a diferença quantitativa entre os parâmetros (quando avaliados no mesmo ponto de pressão) não é uniforme apresenta um comportamento crescente com o aumento da pressão. A suspensão de 30% (v/v) demonstra uma variação mais uniforme ao longo dos pontos experimentais de pressão.

A região de confiança para a permeabilidade média da torta e para a resistência do meio filtrante estimados é ilustrada na Figura 53. As regiões de confiança para as demais condições analisadas são apresentadas no Apêndice B.

Figura 53. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 25°C.



Pode-se observar que as regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m apresentam um formato de hiper-elipse, indicando que os parâmetros possuem elevada correlação paramétrica e não podem ser estimados de forma independente.

O índice de compressibilidade das tortas de filtração foi estimado inicialmente a partir dos dados de permeabilidade da torta em função da diferença de pressão aplicada, conforme apresentado na Seção 5.3.4 (Equação 5.44). Como já apresentado, a equação foi reparametrizada de forma a eliminar a elevada correlação entre os parâmetros k_{ref} e v . Os índices de compressibilidade estimados para as tortas formadas a partir da filtração das suspensões de

10% (v/v) (Tabela 27) e 30% (v/v) (Tabela 28), ao longo das três temperaturas analisadas, estão apresentados a seguir.

Tabela 27. Índices de compressibilidade estimados para as tortas de filtração formadas pelas suspensões de 10% (v/v). Intervalo da função Chi-quadrado: 0,001 – 5,023

T	v	IC	F _{obj}
25°C	0,91	0,86 – 0,96	0,1833
45°C	0,45	0,16 – 1,24	0,1648
65°C	0,49	0,22 – 1,11	0,5929

IC: Intervalo de confiança; F_{obj}: Função objetivo

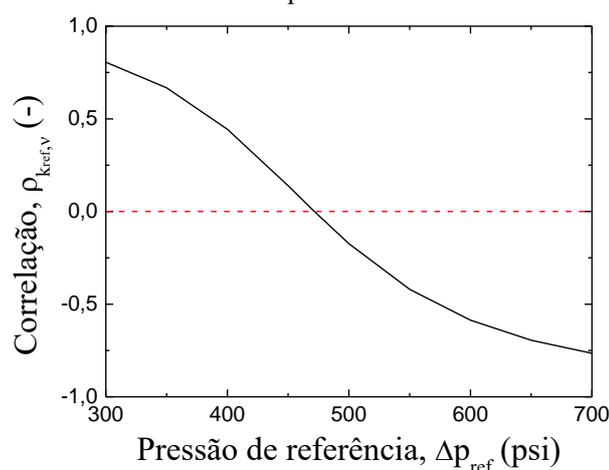
Tabela 28. Índices de compressibilidade estimados para as tortas de filtração formadas pelas suspensões de 30% (v/v). Intervalo da função Chi-quadrado: 0,001 – 5,023

T	v	IC	F _{obj}
25°C	0,50	0,23 – 1,07	0,0288
45°C	0,77	0,64 – 0,93	0,2265
65°C	0,66	0,47 – 0,93	1,3484

IC: Intervalo de confiança; F_{obj}: Função objetivo

A partir dos resultados apresentados nas Tabelas 27 e 28, observa-se que os dados de função objetivo estão dentro do intervalo da função Chi-quadrado. A Figura 54 apresenta o resultado da avaliação do comportamento da correlação paramétrica em função da variável de referência Δp_{ref} , conforme metodologia descrita na Seção 5.3.4. A partir da curva de correlação, obteve-se o valor ótimo do parâmetro de referência em 471,4 psi (3,25 MPa).

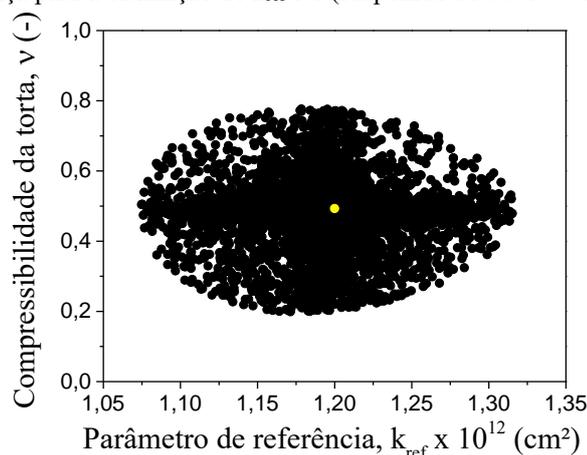
Figura 54. Comportamento da função correlação avaliada para diferentes valores de Δp_{ref} . Método de estimação implícito.



$$k(\Delta p) = k_{ref} \left(\frac{\Delta p}{\Delta p_{ref}} \right)^{-v} \quad (5.43)$$

Observa-se que a função objetivo obtida está dentro do intervalo calculado para a função Chi-quadrado, garantindo a qualidade da estimação realizada. A região de confiança dos parâmetros pode ser visualizada na Figura 55. Nesse caso, é exibida a região de confiança para os parâmetros estimados na condição de 25°C para a suspensão de 30% (v/v). Demais regiões de confiança apresentaram as mesmas características (conforme pode ser visto no Apêndice B).

Figura 55. Região de confiança para a estimação de k_{ref} e v (suspensão de 30% v/v a 25°C) a partir do método 1.



A região de confiança elíptica ilustrada na Figura 55 possui eixos ortogonais aos eixos do plano cartesiano, indicando a eliminação da correlação entre os parâmetros v e k_{ref} (Equação 5.2) com a utilização da pressão ótima de referência (SCHWAAB e PINTO, 2007b). Nesse caso, pode-se afirmar que os parâmetros v e k_{ref} podem ser estimados de forma independente. A seguir, é apresentada a matriz de correlação dos parâmetros v e k_{ref} (rever Seção 5.3.2). Todavia, deve-se ressaltar que esse procedimento, embora amplamente difundido na literatura, não é adequado. Conforme já enfatizado, o procedimento de estimação de parâmetros deve preservar o seu significado estatístico pelo método da Máxima Verossimilhança. As incertezas experimentais devem ser conhecidas e devem ser preservadas durante o procedimento de estimação dos parâmetros do modelo. Como os parâmetros não são medidos experimentalmente, suas incertezas não são conhecidas.

No caso particular dos experimentos de filtração, as incertezas experimentais são conhecidas para o volume de filtrado. Portanto, o modelo de compressibilidade das tortas de filtração deve ser inserido no modelo de filtração, permitindo a estimação dos índices de compressibilidade a partir de dados de volume de filtrado, conforme será apresentado nas próximas seções.

$$\Lambda_{\theta} = \begin{bmatrix} \rho_{k_{ref}, k_{ref}} & \rho_{k_{ref}, v} \\ \rho_{v, k_{ref}} & \rho_{v, v} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1,000 & 0,000 \\ 0,000 & 1,000 \end{bmatrix} \quad (6.2)$$

6.3.3 Estimação de parâmetros considerando efeito da pressão na permeabilidade

Conforme apresentado no capítulo anterior, foram realizados ajustes do modelo de filtração aos dados experimentais considerando a dependência da permeabilidade média da torta

com a diferença de pressão aplicada. Os resultados do ajuste do modelo são exibidos nas Figura 56 (suspensão 10% v/v) e 57 (suspensão 30% v/v).

Figura 56. Ajuste do modelo de filtração (Mod) e intervalos de confiança do modelo (IC), considerando a resistência do meio filtrante independente da pressão. Dados de filtração para a suspensão de 10% (v/v) a (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.

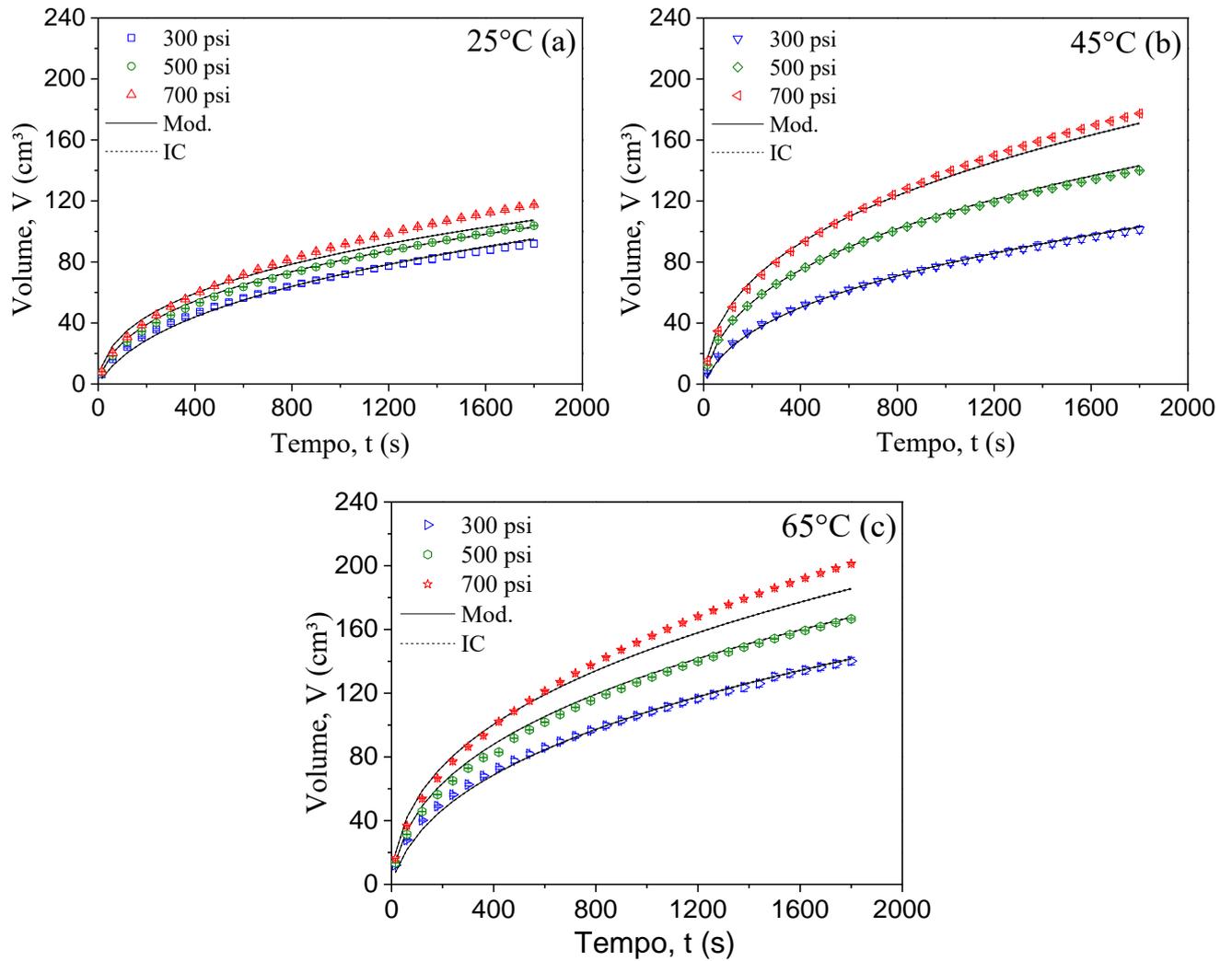
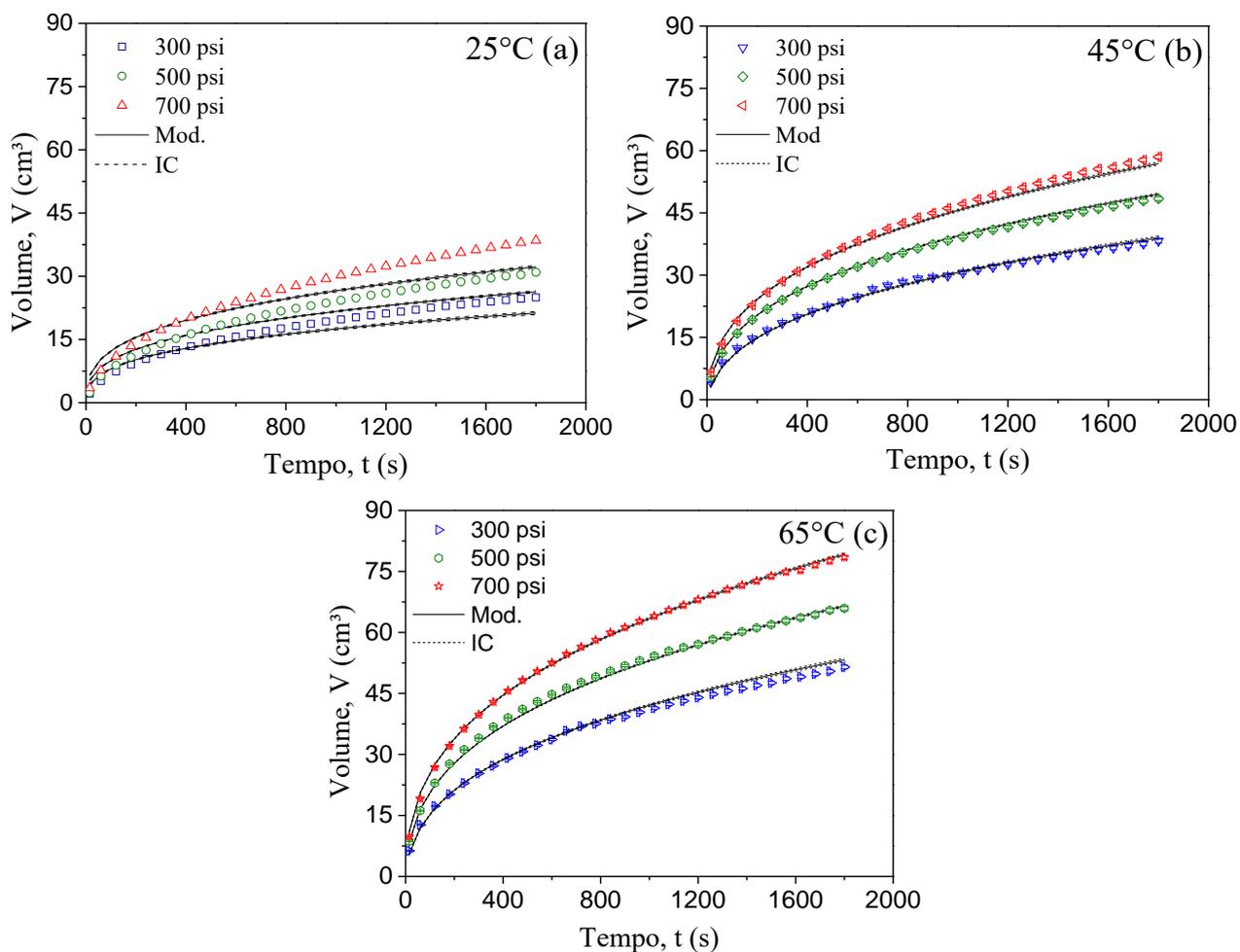


Figura 57. Ajuste do modelo de filtração (Mod) e intervalos de confiança do modelo (IC), considerando a resistência do meio filtrante independente da pressão. Dados de filtração para a suspensão de 30% (v/v) a (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.



Observa-se que o modelo não ajusta bem os dados experimentais nessas condições. Tal resultado pode ser explicado pela estimação de um valor único para a resistência do meio filtrante, sendo desconsiderada a sua dependência com a diferença de pressão aplicada. A Figura 58 ilustra a curva de correlação para o grupo de dados de filtração com a suspensão de 10% (v/v) a 25°C. As demais curvas obtidas seguiram o mesmo comportamento e podem ser visualizadas no Apêndice B deste trabalho. Os parâmetros de referência obtidos para cada grupo podem ser observados na Tabela 29.

Figura 58. Curva de correlação para a pressão de referência (ΔP_{ref}). Caso 1, considerando a variação de k com a diferença de pressão e R_m constante. Suspensão de 10% v/v a 25°C.

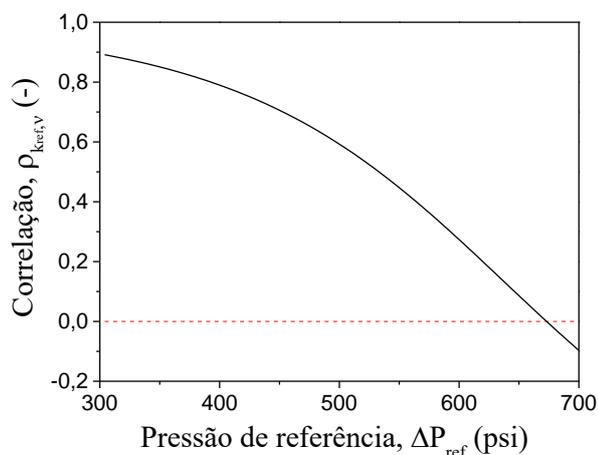


Tabela 29. Dados de pressão de referência ótimos (ΔP_{ref}) para cada conjunto de dados experimentais

Suspensão	ΔP_{ref}		
	25°C	45°C	65°C
10% v/v	673 psi	673 psi	673 psi
30% v/v	673 psi	657 psi	652 psi

Os parâmetros estimados k_{ref} , ν e R_m são exibidos nas Tabelas 30 e 31 a seguir.

Tabela 30. Parâmetros k_{ref} , ν e R_m estimados para o modelo de filtração com a suspensão de 10% (v/v)

Temp.	Suspensão 10% - Parâmetros estimados e Intervalo de confiança					
	$k_{ref} \times 10^{10} (cm^2)$		ν		$R_m \times 10^{-10} (cm^{-1})$	
25°C	8,05	7,46 – 8,68	1,7283	1,7234 – 1,7332	1,13	0,99 – 1,29
45°C	13,22	12,50 – 13,98	0,7628	0,7612 – 0,7644	1,00	0,89 – 1,13
65°C	11,18	10,68 – 11,71	1,0714	1,0711 – 1,0717	0,94	0,85 – 1,05

Tabela 31. Parâmetros k_{ref} , ν e R_m estimados para o modelo de filtração com a suspensão de 30% (v/v)

Temp.	Suspensão 10% - Parâmetros estimados e Intervalo de confiança					
	$k_{ref} \times 10^{10} (cm^2)$		ν		$R_m \times 10^{-10} (cm^{-1})$	
25°C	8,04	7,46 – 8,68	1,7281	1,7232 – 1,73330	1,13	0,99 – 1,29
45°C	5,39	4,64 – 6,26	1,0682	1,0672 – 1,0691	1,17	0,71 – 1,92
65°C	7,60	6,84 – 8,44	0,8993	0,8982 – 0,9003	0,79	0,48 – 1,29

6.3.4 Estimação de parâmetros considerando efeito da pressão na permeabilidade e resistência do meio filtrante

Considerando a dependência da resistência do meio filtrante com diferença de pressão, conforme proposto na Equação (5.2), o ajuste dos dados experimentais de filtração foi efetuado. Os resultados dos ajustes do modelo são apresentados nas Figura 59 e 60:

Figura 59. Ajuste do modelo de filtração considerando a dependência da permeabilidade e da resistência do meio filtrante com a diferença de pressão. Dados para a suspensão de 10% (v/v) nas temperaturas de (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.

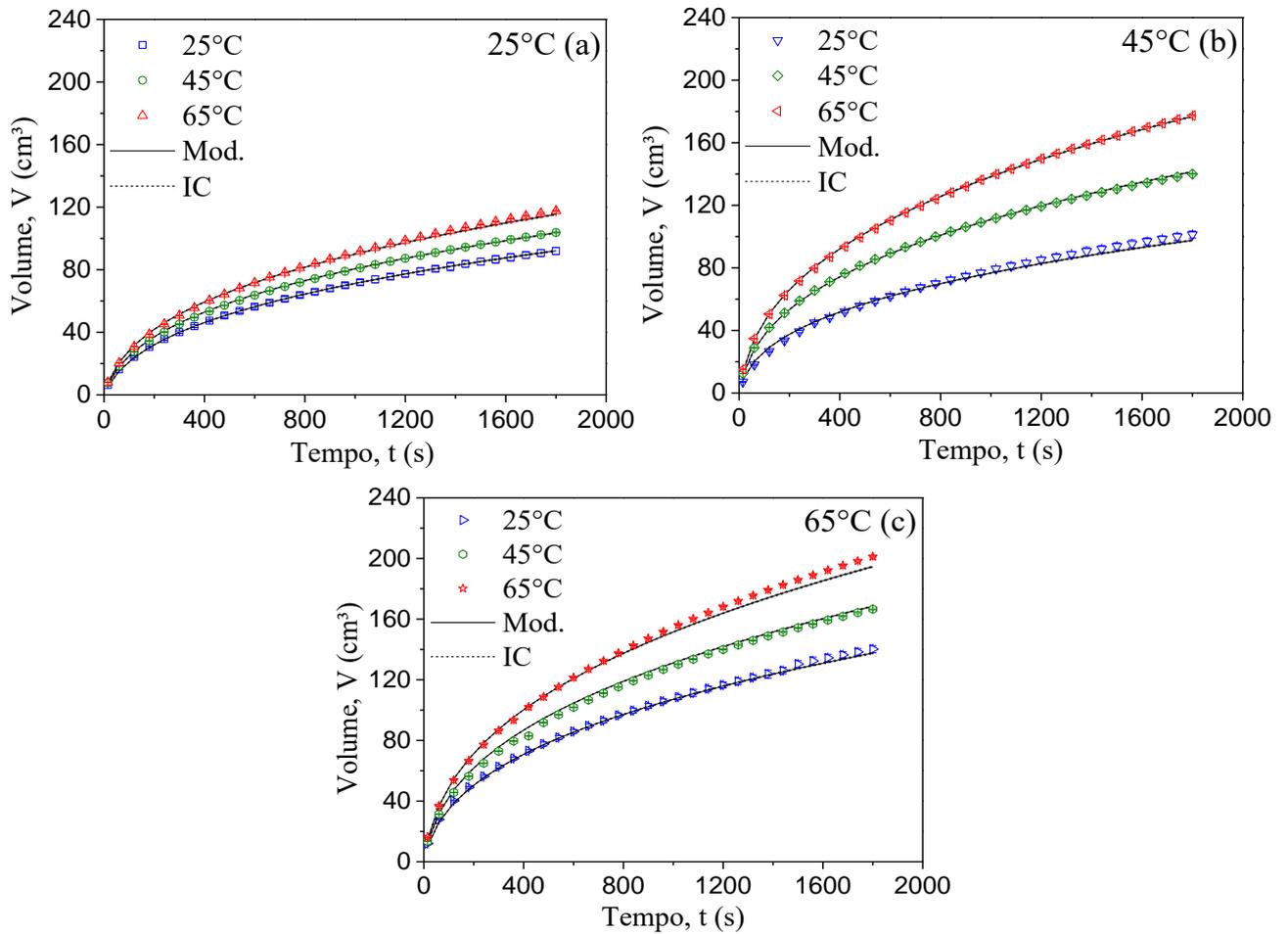
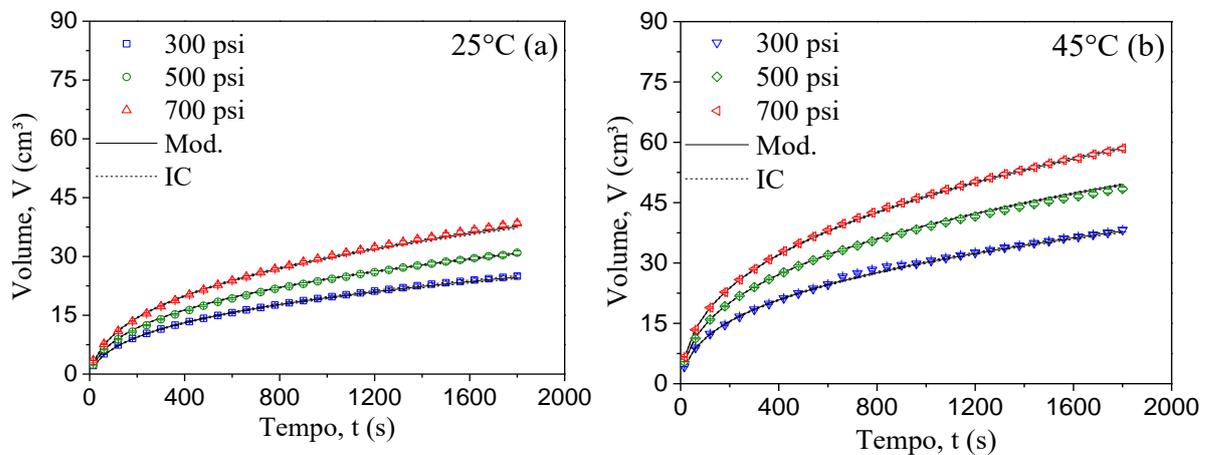
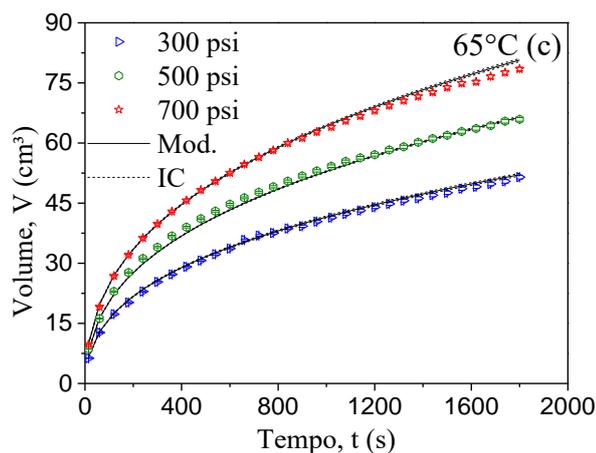


Figura 60. Ajuste do modelo de filtração considerando a dependência da permeabilidade e da resistência do meio filtrante com o diferencial de pressão. Dados para a suspensão de 30% (v/v) nas temperaturas de (a) 25°C, (b) 45°C e (c) 65°C.





Pode-se observar que os valores preditos pelo modelo de filtração são excelentes em relação aos dados experimentais, considerando os respectivos erros experimentais e intervalo de confiança do modelo. A Figura 61 ilustra a curva de correlação para a suspensão de 10% v/v a 25°C. As curvas para as outras condições experimentais seguem a mesma tendência e podem ser visualizadas no Apêndice C deste trabalho. A

Tabela 32 apresenta os valores ótimos de pressão de referência para cada condição de simulação.

Figura 61. Curva de correlação para a pressão de referência (ΔP_{ref}). Caso 2, considerando a variação de k e R_m com a diferença de pressão. Suspensão de 10% (v/v) a 25°C.

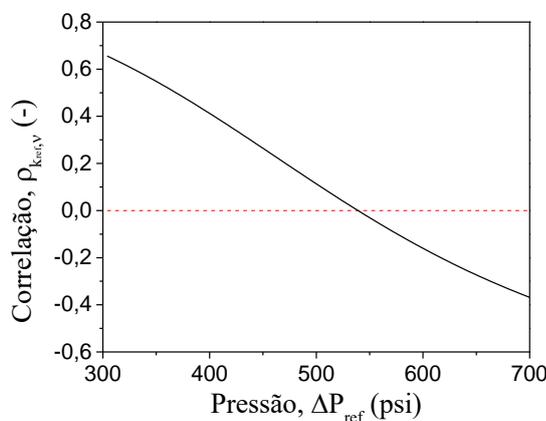


Tabela 32. Dados ótimos de pressão de referência (ΔP_{ref}) para a estimação de k_{ref} , ν e R_{m0}

Suspensão	ΔP_{ref} (psi)		
	25°C	45°C	65°C
10% v/v	539,1	521,4	517,6
30% v/v	529,5	522,3	518,7

Os parâmetros estimados, k_{ref} , ν e R_{m0} , são apresentados nas Tabela 34 (suspensão 10% v/v) e 35 (suspensão 30% v/v). Os resultados para a função objetivo são apresentados na Tabela 33.

Tabela 33. Resultados para a função objetivo em cada condição de filtração a partir da estimação dos parâmetros de filtração pelo método implícito. Suspensões de 10% (v/v)

Intervalo da função Chi-Quadrado de estimação:			
$\chi_{inf}^2 = 65,64 - \chi_{sup}^2 = 118,14$			
Conc. \ Temp.	25° C	45° C	65° C
10% (v/v)	226,59	732,29	1608,68
30% (v/v)	28,58	27,23	175,46

Tabela 34. Parâmetros k_{ref} , ν e R_{m0} estimados para o modelo de filtração com a suspensão de 10% (v/v)

Temp.	Suspensão 10% - Parâmetros estimados e Intervalo de confiança					
	$k_{ref} \times 10^9$ (cm²)		ν		R_{m0} (cm⁻¹)	
25°C	1,36	1,24 – 1,50	1,0315	1,0313 – 1,0317	400,74	388,23 – 416,65b
45°C	1,59	1,50 – 1,70	0,2079	0,2000 – 0,2161	285,69	277,69 – 293,91
65°C	1,58	1,50 – 1,67	0,5798	0,5776 – 0,5821	316,82	309,09 – 324,74

Tabela 35. Parâmetros k_{ref} , ν e R_{m0} estimados para o modelo de filtração com a suspensão de 30% (v/v)

Temp.	Suspensão 10% - Parâmetros estimados e Intervalo de confiança					
	$k_{ref} \times 10^{10}$ (cm²)		ν		R_{m0} (cm⁻¹)	
25°C	5,89	4,39 – 7,91	0,5333	0,5198 – 0,5473	690,26	603,46 – 789,53
45°C	7,27	6,16 – 8,59	0,7479	0,7442 – 0,7516	368,07	326,18 – 415,35
65°C	9,73	8,67 – 10,91	0,6677	0,6642 – 0,6713	242,45	215,89 – 272,28

Observa-se que os parâmetros estimados apresentaram significância estatística para todas as condições experimentais avaliadas. Ferraz (2014) obteve compressibilidades de tortas de filtração de suspensões de calcita na ordem de 0,36 e 0,42, quando utilizadas goma xantana e CMC como viscosificantes, respectivamente. Calçada *et al.* (2014) obteve compressibilidades de torta equivalentes (aproximadamente 0,32) para tortas de carbonato de cálcio com goma xantana (agente viscosificante). Ambos os autores utilizaram a metodologia proposta por Dewan e Chenevert.

Com base nos resultados apresentados nas Tabela 34 e 33, a permeabilidade média das tortas de filtração foi calculada para cada condição de temperatura e pressão, conforme apresentado nas Figura 62 e 63. Da mesma forma, a resistência do meio filtrante calculada é apresentada nas Figura 64 e 65.

Os resultados apresentados na Tabela 33 indicam que, de forma análoga às estimações anteriores para os dados de filtração, as variâncias experimentais associadas podem estar sendo subestimadas/superestimadas uma vez que foram obtidas com triplicatas somente no ponto central do planejamento. Dessa forma, os resultados para a função objetivo mantêm-se fora do intervalo da função Chi-quadrado.

Figura 62. Permeabilidade média da torta calculada em função da diferença de pressão (a) e da temperatura (b).
Suspensão de 10% (v/v).

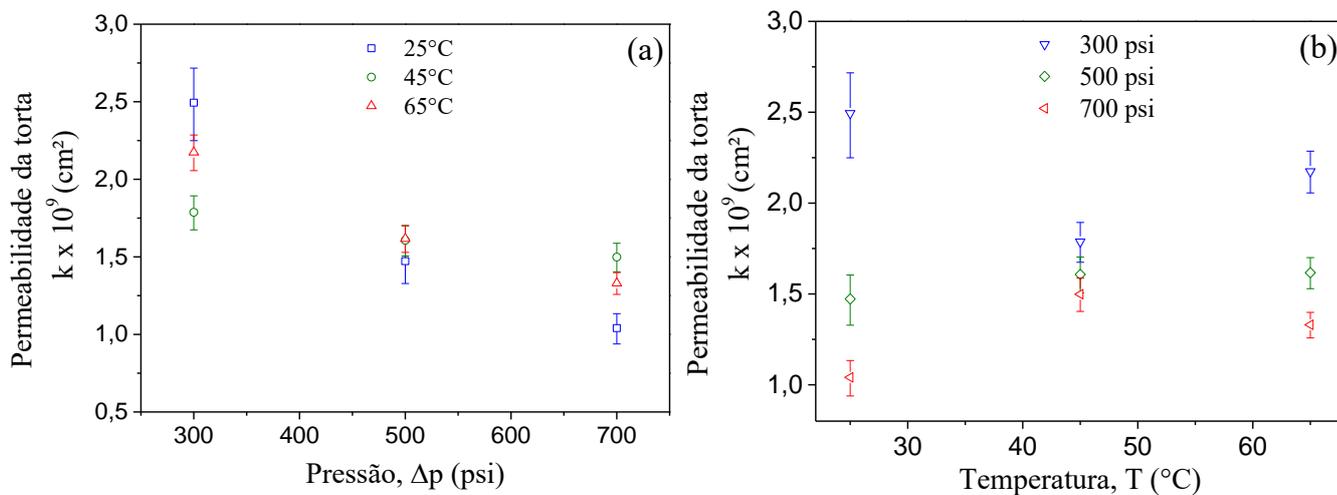


Figura 63. Permeabilidade média da torta calculada em função da diferença de pressão (a) e da temperatura (b).
Suspensão de 30% (v/v).

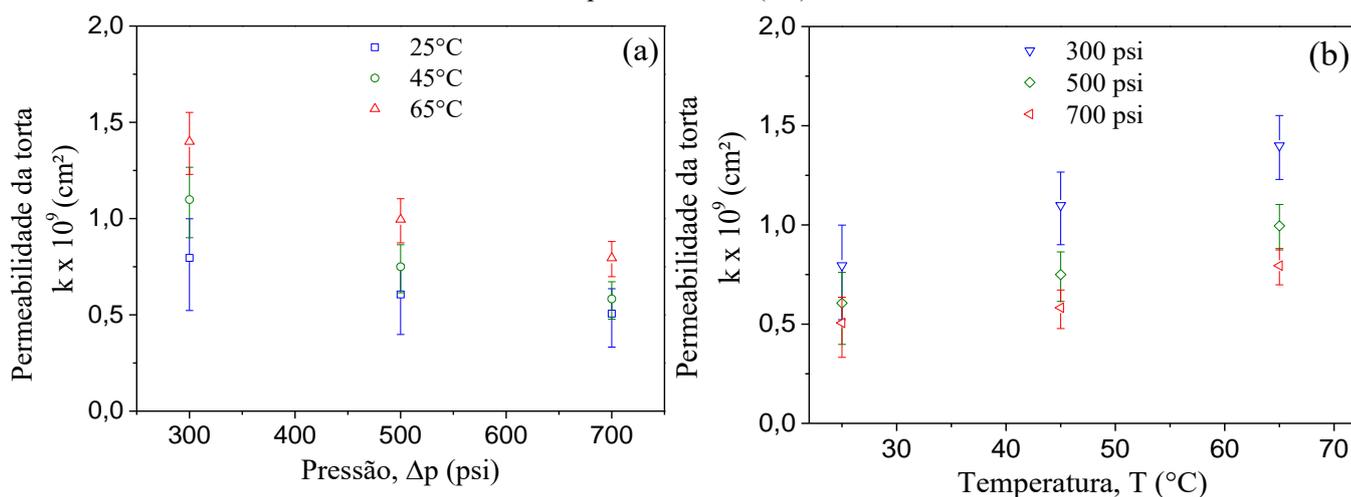


Figura 64. Resistência do meio filtrante calculado em função da diferença de pressão (a) e da temperatura (b).
Suspensão de 10% (v/v).

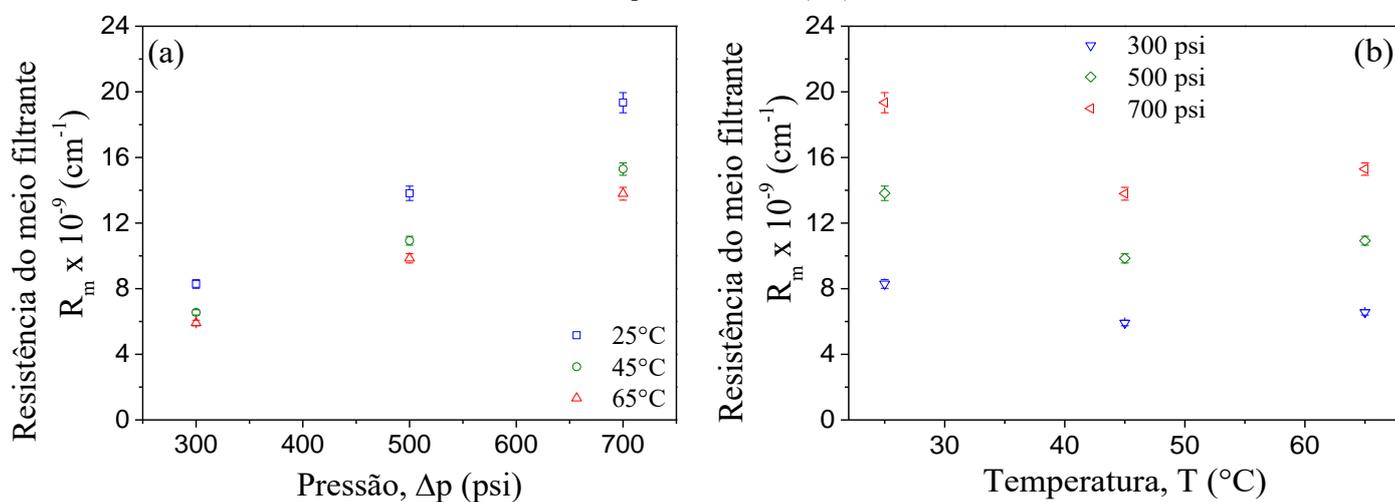
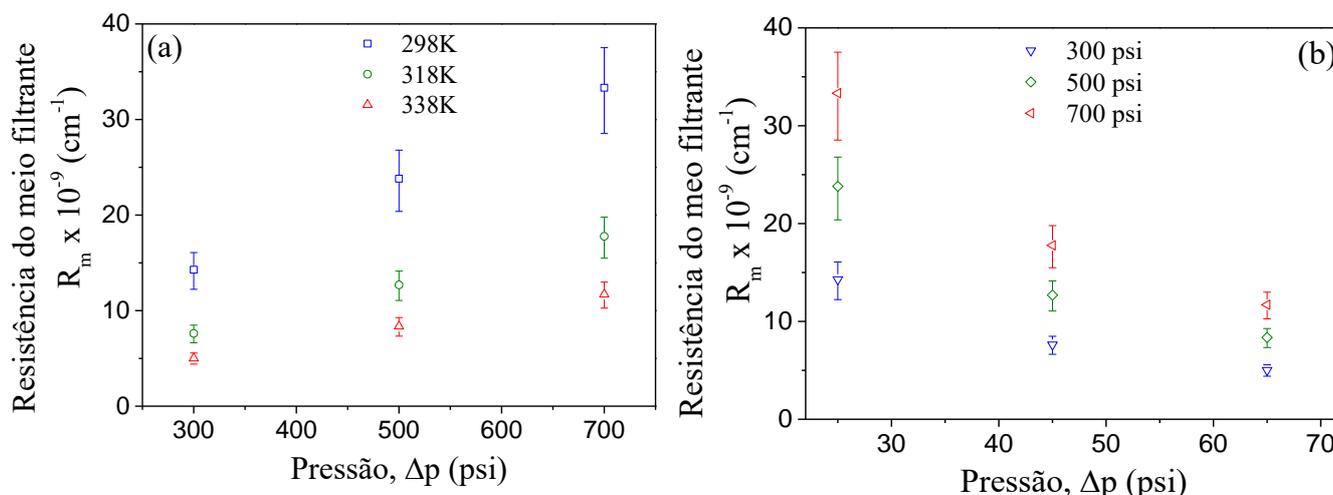


Figura 65. Resistência do meio filtrante calculado em função da diferença de pressão (a) e da temperatura (b).

Suspensão de 30% (v/v).



Deve-se ressaltar que quanto ao efeito da pressão, os parâmetros de permeabilidade média da torta e resistência do meio filtrante apresentaram o comportamento típico de tortas compressíveis para todas as temperaturas de filtração e concentrações iniciais de suspensão analisada. Nesse caso, os valores estimados da permeabilidade média de torta apresentaram diminuição, enquanto que a resistência média do meio filtrante aumentou, quando a diferença de pressão foi aumentada.

Em relação ao efeito da temperatura, é possível observar que as permeabilidades médias de torta aumentam com a temperatura. No caso das tortas de filtração das suspensões de 10% (v/v), o efeito de temperatura é significativo entre 25 e 45°C. Entre 45 e 65°C, o efeito não é significativo, indicando possivelmente efeitos de consolidação da torta de filtração. No caso das suspensões de 30% (v/v), as permeabilidades médias de torta aumentam em toda faixa experimental de temperatura analisada, indicando possivelmente a presença de torta não-consolidada. Esses resultados são corroborados pelos dados experimentais de porosidade média e de espessura de torta (Figura 35 e 37).

Comportamento peculiar é observado na pressão de 300 psi para as tortas de filtração das suspensões de 10% (v/v). É importante ressaltar que os erros experimentais associados à medição da porosidade média de torta podem afetar a qualidade dos parâmetros obtidos. A incerteza experimental da porosidade média de torta (variável não controlada) não é levada em consideração no procedimento de estimação de parâmetros, uma vez que o modelo de filtração baseado na teoria simplificada não é capaz de prever essa variável. Portanto, experimentos adicionais em temperaturas intermediárias devem ser realizados para confirmar o comportamento parabólico para a permeabilidade estimada.

Em relação à resistência do meio filtrante, pode-se constatar que o aumento da temperatura proporciona uma diminuição do valor estimado para essa variável. Esse comportamento pode ser explicado em virtude da diminuição da viscosidade do fluido base (filtrado) com a temperatura, proporcionando uma diminuição da força resistiva ao escoamento do filtrado.

As Figuras 66 e 67 apresentam a região de confiança para a estimação dos parâmetros k_{ref} , ν e R_{m0} para as suspensões de 10% (v/v) e 30% (v/v), respectivamente, na temperatura de

25°C. As demais regiões de confiança apresentam as mesmas geometrias (conforme apresentado no Apêndice D). Os pontos negros dos gráficos representam os conjuntos de parâmetros estatisticamente viáveis que satisfazem a Equação (4.34) (Seção 4.3.2). Os parâmetros ótimos (Tabelas 32 e 33) estão indicados com realce no interior da elipse.

Figura 66. Regiões de confiança para os parâmetros estimados k_{ref} , ν e R_{m0} para a suspensão de 10% (v/v) a 25°C

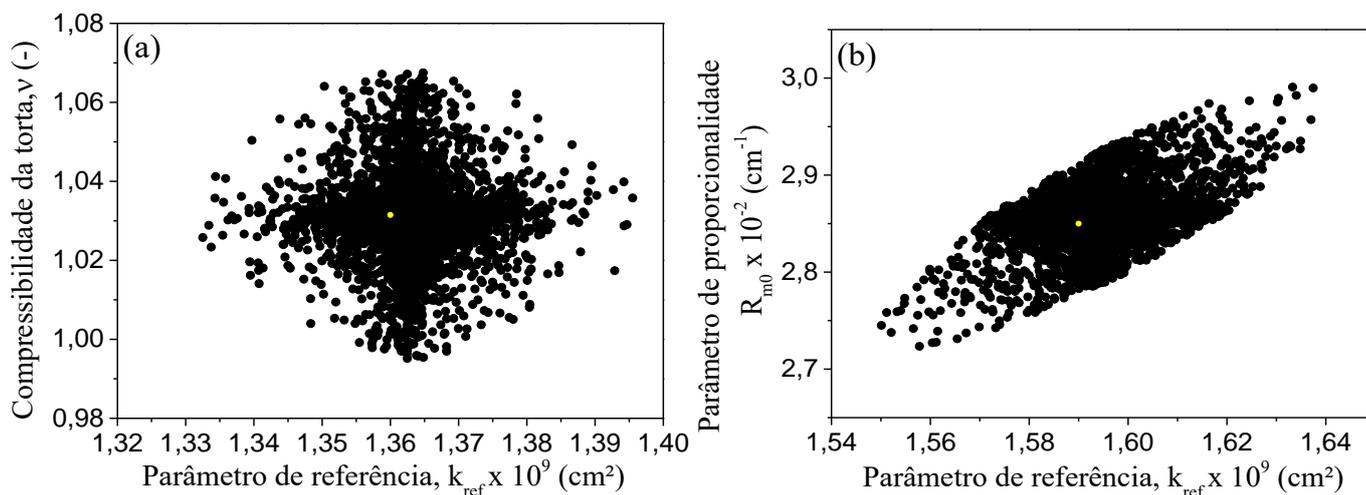
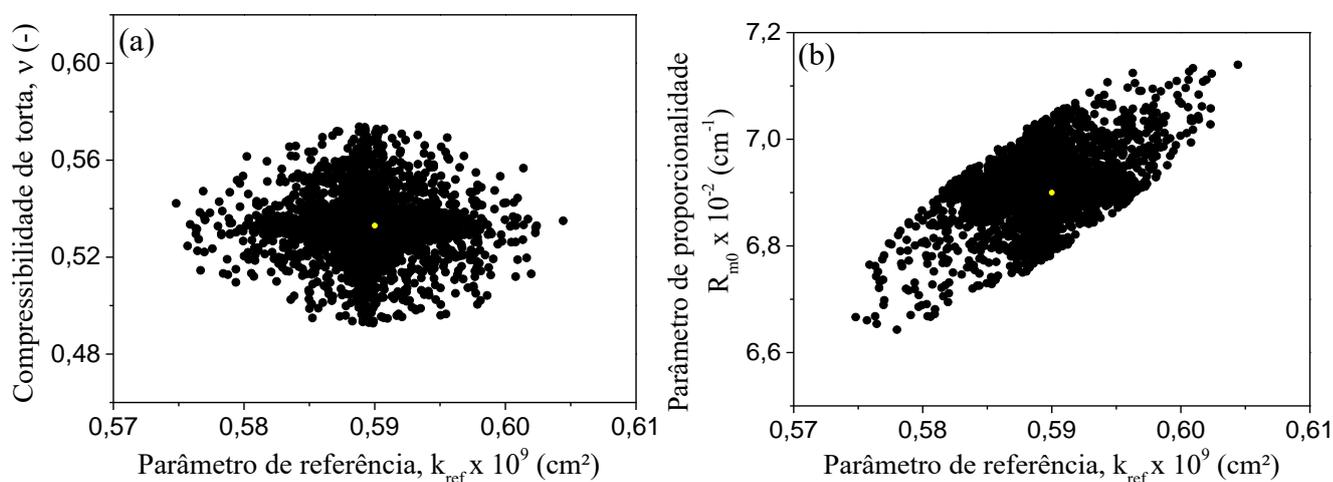


Figura 67. Regiões de confiança para os parâmetros estimados k_{ref} , ν e R_{m0} para a suspensão de 30% (v/v) a 25°C



As regiões de confiança elípticas ilustradas nas Figuras 66(a) e Figura 67(a) possuem eixos ortogonais aos eixos do plano cartesiano, indicando a eliminação da correlação entre os parâmetros ν e k_{ref} com a utilização da pressão ótima de referência (SCHWAAB e PINTO, 2007b). As Figuras 66(b) e Figura 67(b) apresentam uma hiper elipse para a região de confiança de estimação dos parâmetros R_{m0} e k_{ref} , indicando uma elevada correlação entre eles. A seguir, são apresentadas as matrizes de correlação paramétrica para estas condições de estimação.

Suspensão 10% v/v, 25°C:

$$\Lambda_{\theta} = \begin{vmatrix} \rho_{k_{ref},k_{ref}} & \rho_{k_{ref},v} & \rho_{k_{ref},R_{m0}} \\ \rho_{v,k_{ref}} & \rho_{v,v} & \rho_{v,R_{m0}} \\ \rho_{R_{m0},k_{ref}} & \rho_{R_{m0},v} & \rho_{R_{m0},R_{m0}} \end{vmatrix} = \begin{bmatrix} 1,000 & 0,000 & 0,859 \\ 0,000 & 1,000 & 0,100 \\ 0,859 & 0,100 & 1,000 \end{bmatrix} \quad (6.3)$$

Suspensão 30% v/v, 25°C

$$\Lambda_{\theta} = \begin{vmatrix} \rho_{k_{ref},k_{ref}} & \rho_{k_{ref},v} & \rho_{k_{ref},R_{m0}} \\ \rho_{v,k_{ref}} & \rho_{v,v} & \rho_{v,R_{m0}} \\ \rho_{R_{m0},k_{ref}} & \rho_{R_{m0},v} & \rho_{R_{m0},R_{m0}} \end{vmatrix} = \begin{bmatrix} 1,000 & 0,000 & 0,862 \\ 0,000 & 1,000 & 0,003 \\ 0,862 & 0,003 & 1,000 \end{bmatrix} \quad (6.4)$$

Observa-se que a correlação entre os parâmetros k_{ref} e v foi eliminada, permitindo que estes fossem estimados de forma independente. Por outro lado, a correlação entre os parâmetros k_{ref} e R_{m0} é elevada, complementando as conclusões obtidas a partir das regiões de confiança.

É importante ressaltar que essa metodologia de determinação da permeabilidade e compressibilidade das tortas de filtração e resistência do meio filtrante (assim como a permeabilidade do meio filtrante) é a que apresentou maior coerência com o método da Máxima Verossimilhança, uma vez que esses parâmetros são obtidos diretamente a partir de dados de volume de filtrado (variável mensurada experimentalmente) e sua respectiva incerteza experimental. Adicionalmente, a partir do processo de reparametrização da equação constitutiva para a compressibilidade da torta, permite-se a obtenção de parâmetros não correlacionados e de forma independente.

CAPÍTULO 7 CONCLUSÕES

Resumo: As principais conclusões a respeito do estudo experimental da filtração e da estimação de parâmetros são apresentadas neste capítulo. Adicionalmente, propostas para continuidade da pesquisa na área também são apresentadas.

Dados de volume de filtrado em função do tempo foram coletados a partir de experimentos de filtração onde foram avaliados os efeitos da diferença de pressão aplicada, da temperatura e da concentração de sólidos. As composições para as suspensões utilizadas foram escolhidas de tal forma que apresentassem semelhança com aquelas encontradas nos fluidos de perfuração utilizados no processo real. Observou-se que o volume de filtrado recolhido possui uma forte dependência com os três fatores avaliados. Dados de porosidade das tortas de filtração foram obtidos experimentalmente e indicam uma influência característica do diferencial de pressão na capacidade de compactação das mesmas, assim como da quantidade de sólidos presentes na suspensão a ser filtrada.

A formação da torta de filtração se apresenta como um processo complexo, na qual a técnica de microscopia eletrônica de varredura pode ser utilizada como forma qualitativa de caracterização. A partir dos resultados obtidos, concluiu-se que a estrutura tridimensional formada pelas partículas possui arranjos característicos em uma dada região de corte na torta de filtração.

Alguns modelos de filtração encontrados na literatura são comumente utilizados para fins de monitoramento e predição das propriedades da torta de filtração resultante, a fim de que sejam realizadas correções nas propriedades físico-químicas dos fluidos de perfuração. Entretanto, essas abordagens para a modelagem do processo de filtração e formação de torta não apresentam um procedimento estatístico inequívoco com confiabilidade para a estimação dos parâmetros importantes à avaliação do processo. Nesta pesquisa, foi adotado uma metodologia de análise estatística rigorosa para a estimação dos parâmetros de filtração (resistência do meio filtrante, permeabilidade e compressibilidade da torta) em que, a partir da técnica de reparametrização da equação para a compressibilidade, foram obtidos parâmetros não correlacionados, indicando a possibilidade da estimação independente dos mesmos. Foram obtidas regiões de confiança que apontam para a estimação adequada dos parâmetros e, com os parâmetros ótimos localizados no interior das regiões de confiança.

A estimação de parâmetros foi realizada considerando três distintos cenários: a estimação indireta da permeabilidade e compressibilidade da torta a partir da estimação da resistividade média da torta para três níveis de diferencial de pressão; estimação explícita dos parâmetros considerando a resistência do meio filtrante como um valor constante para um conjunto de dados experimentais nas três pressões avaliadas; e a estimação explícita dos parâmetros, considerando a resistência do meio filtrante como uma função da diferença de pressão aplicada para cada conjunto de pontos de pressão avaliados.

Observou-se que o modelo de filtração se ajusta bem aos dados experimentais quando considerados os casos de estimação implícita dos parâmetros ou aquele explícito onde a resistência do meio filtrante é considerada como uma função da diferença de pressão aplicada. Nesse caso, em acordo com os dados experimentais, a resistência do meio filtrante deve ser considerada função da diferença de pressão aplicada, corroborando a hipótese da colmatação parcial dos poros do meio filtrante devido à passagem de partículas com diâmetro inferior ao diâmetro médio de retenção do mesmo.

Como propostas para trabalhos futuros, no campo experimental, sugere-se a extensão da faixa de temperatura avaliada, para que condições térmicas mais próximas daquelas as quais são submetidos os fluidos de perfuração possam ser alcançadas. Adicionalmente, demonstra-se a necessidade de otimização e melhoria do sistema de controle e aquisição de dados de temperatura na célula de filtração.

Referente à abordagem de modelagem e estimação de parâmetros, sugere-se a proposição de uma correlação para a dependência dos parâmetros de filtração com a temperatura do processo. A partir dos dados experimentais, percebe-se que há uma correlação entre as variáveis, entretanto a elaboração da metodologia de estimação e testes computacionais adicionais de ajuste de dados não foram possíveis nesta pesquisa. Adicionalmente aos parâmetros de filtração, propõe-se a descrição do efeito da temperatura nos parâmetros reológicos do fluido inserida no modelo de filtração.

REFERÊNCIAS

- ABIMBOLA, M.; KHAN, F.; KHAKZAD, N. **Dynamic safety risk analysis of offshore drilling**, Journal of Loss Prevention in the Process Industries, v. 30, p.74–85, 2014.
- AHMAD, H. M., KAMAL, M. S., AL-HARTHI, M. A., **High molecular weight copolymers as rheology modifier and fluid loss additive for water-based drilling fluids**, Journal of Molecular Liquids, v.252, p.133-143, 2018.
- AKTAN, T., FAROUQ, S. M. ALI, **Effect of cyclic and in-situ heating on the absolute permeabilities, elastic constants, and electrical resistivities of rocks**, SPE 5633, USA, 1975.
- AL MAHBUB, A., HAQUE, A. **X-ray computed tomography imaging of the microstructure of sand particles subjected to high pressure one-dimensional compression**. Materials, v.9, I.11, p.890, 2016.
- 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**. Colloidal Polymers Science, v.270, p.40–46, 1992.
- ALMY, C., LEWIS, W. K., **Factor determining capacity of filter press**, Journal of Industrial and Chemical Engineering, v.4, p.528, 1912.
- AL-RIYAMY, K.; SHARMA, M., **Filtration Properties of Oil-in-Water Emulsions Containing Solids**, SPE 73769, 2004.
- APALEKE, A. S., AL-MAJED, A., HOSSAIN, M. E., **Drilling fluid: State of the art and future trend**, Society of Petroleum Engineers, Cairo, Egito, 2012
- API RP 13B-1, **Recomended practice for field testing water-based drilling fluids**. API recommended practice 13B-1, ANSI/API 13B-1/ISO 10414-1, Third Edition, Dezembro, 2003.
- ARAÚJO, C. A. O., **Estudo da filtração cruzada em geometria cilíndrica**, Dissertação de Mestrado. Instituto de tecnologia. Departamento de Engenharia química. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ). Seropédica, 2010.
- ARTHUR, K. G., PEDEN, J. M., **The evaluation of drilling fluid filter cake properties and theirs influence on fluid loss**, SPE 17617, China, 1988.
- BAI, R., TIEN, C., **Further work on cake filtration analysis**, Chemical Engineering Science, v.60, p.301-313, 2005.
- BAIRD, R. L., PERRY, M. G., **Filtration and separation**, 1967.
- BAKER, F. P., **A study of the fundamental laws of filtration using plant-scale equipment**, Journal of Industrial and Chemical Engineering, v.13 (7), p.610, 1921.
- BARBOSA, R. F., **Desnvolvimento de uma célula de filtração com operação automática para monitoramento de dados online**. Dissertação de Mestrado, Instituto de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, 2016.
- BARNES, H. A., **Thixotropy – A review**, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, v.70, p.1-33, 1997.
- BARNES, H. A., **A handbook of elementar rheology**, University of Wales Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics, Department of Mathematics, University of Wales Aberystwyth, 2000.
- BEAR, J., **Dynamics of fluid in porous media**, New York, Elsevier, 1972.
- BENCHABANE, A., BEKKOUR, K., **Rheological properties of carboxymethyl cellulose (CMC) solutions**, Colloid and Polymer Science, v.286 (10), p.1173, 2008.

- BIERCK, B. R., WELIS, S. A., DICK, R. I., **Compressible cake filtration: Monitoring cake formation and shrinkage using synchrotron X-rays**, Journal of the Water Pollution Control Federation, v.60, p.645, 1988.
- BIRD, R. B., STEWART, W. E., LIGHTFOOT, E. N., **Transport Phenomena**, Segunda Edição, John Wiley & Sons, Inc. 2002.
- BOURGOYNE, A. T., MILLHEIM, K. K., CHENEVERT, M. E., YOUNG, S. F., **Applied drilling engineering**, 2nd Ed. v.2, Textbook Series, SPE, 1991.
- BURANASRISAK, P., NARASINGHA, M., **Effects of particle size distribution and packing characteristic on the preparation of highly-loaded coal-water slurry**, International Journal of Chemical Engineering and Applications, v.3 (1), p.31-35, 2012.
- BÜRGER, R., CONCHA, F., KARLSEN, **Phenomenological model of filtration processes 1. Cake formation and expression.**, Chemical Engineering Science, v.56, p. 4537-4553, 2001.
- CAENN, R., CHILLINGAR, G. V., **Drilling fluids: State of the art**, Journal of Petroleum Science and Engineering, v.14, p.221-230, 1996.
- CALABREZ, N. D., **Filtração e invasão de fluidos de perfuração: Estudo comparativo, caracterização da torta e modelagem**, Dissertação de Mestrado, Instituto de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, 2013.
- CALCADA, L. A., SCHEID, C. M., DE ARAÚJO, C. A. O., WALDMANN, A. T. A., MARTINS, A. L., **Analysis of dynamic and static filtration and determination of mud cake parameters**, Brazilian Journal of Petroleum and Gas, v.l. 5, n.3, p.159-170, 2011.
- CALÇADA, L. A., SCHEID, C. M., CALABREZ, N. D., WALDMAN, A. T. A., MARTINS, A. L., **A simplified methodology for dynamic fluid filtration estimation considering mudcake compressibility**, SPE 168208, 26-28, 2014.
- CALÇADA, L. A., ELER, F. M., GODOI, F. A. P., SCHEID, C. M., **Modeling of barite sag and fluid flow in drilling fluids**, Engevista, v.19 (5), p.1401-1416, 2017.
- CARMAN, P.C., **Fluid flow through granular beds**. Trans. Inst. Chem. Eng., v.26, p.150-166, 1937.
- CARMAN, P. C. **The determination of the specific surface of powders**. Journal of Society of the Chemical Society, Transactions, v.57, p. 225, 1938.
- CARMAN, P. C., **Flow of gas through porous media**, Butterworths Scientific Publications, 1956.
- CARRIER, W. D., BECKMAN, J. F., **Correlations between index tests and the properties of remolded clays**, Geotechnique, v.34 (2), p.211-228, 1984.
- CARRIER, W. D., **Goodbye, Hazen; Hello, Kozeny-Carman**, Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, v.129 (11) p.1054-1056, 2003.
- CASSE, F. J., RAMEY, H. J., Jr, **The effect of temperature and confining pressure on single-phase flow in consolidated rocks**, Journal of Petroleum Technology, v.31 (8), p.1051-1059, 1979.
- CASTRO, L. M. N. C., **Filtração de suspensão sólido-fluido não-Newtoniano**, Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), COPPE/UFRJ, 2013.
- CHASE, G. G., WILLIS, M. S., **Flow resistance in filter cake due to air**, Separation Science and Technology, v.26, p.117, 1988.
- CHENEVERT, M. E., HUYCKE, J., **Filter cake structure analysis using the scanning electron microscope**, SPE 22208, USA, 1991.

- CHESSER, B. G., CLARK, D. E., WISE, W. V., **Dynamic and static filtrate-loss techniques for monitoring filter-cake quality improves drilling-fluid performance**, SPE 20439, SPE Drilling & Completion, v.9 (3), 1994.
- CHHABRA, R.P., SRINIVAS, B.K., **Non-newtonian (purely) fluid flow through packed beds: Effect of particle shape**. Powder Technology, v.67, I.9, p.15-1, 1991.
- CHILCOTT, M. D., RALLISON, J. M., **Creeping flow of dilute Polymer solutions past cylinders and spheres**. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, v.29, p.381-432., 1988.
- CHRISTOPHER, R. H., MIDDLEMAN, S., **Power-law flow through a packed bed**. Industrial & Chemical Engineering Fundamentals 4(4), 1965.
- CIVAN, F., **Scale effect on porosity and permeability: Kinetics, model and correaltion**, A.I.Ch.E. Journal, v.47, p.271-287, 2001.
- CONCEICAO, S. I., VELHO, J. L.; FERREIRA, J. M. F., **Influence of deagglomeration and carboxymethyl cellulose binders on rheological behaviour of kaolin suspensions**, Applied Clay Science, v.23 (5-6), p.257-264, 2003.
- COOP, M.R., ALTUHAFI, F.N., **Changes to particle characteristics associated with the compression of sands**. Géotechnique, v.61, p.459–71, 2011.
- COX, W. P., MERZ, E. H., **Correlation of dynamic and steady flow viscosities**. Journal of Polymer Science, v.28, I.118, p.619-622, 1958.
- CREMASCO, M. A., **Operações unitárias em sistemas particulados e fluidomecânicos**. Ed. Blucher, 2011.
- DA LUZ, R. C. S., FAGUNDES, F. P., BALABAN, R. C., **Water-based drilling fluids: the contribution of xanthan gum and carboxymethylcellulose on filtration control**,
- DA SILVA, K. C., **Estudo da filtração com e sem sedimentação previa de fluidos de perfuração com comportamentos Newtonianos e não-Newtonianos**. Dissertação de Mestrado. Instituto de tecnologia. Departamento de Engenharia química. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ), 2017.
- DANGOU, M. A., CHANDLER, H., **Potential increase of formation damage at horizontal wells as a result of changing dynamic filter cake parameters with the shear rate**, 8th European Formation Damage Conference, SPE 120867, 2009.
- DARLEY, H. C. H., GRAY, G. R., **Composition and properties of drilling and completion fluids**, 5th Ed. Gulf. Houston, Texas, 1988.
- DAUGAN, S., TALIN, L., HERZHAFT, B., ALLAIN, C., **Aggregation of particles settling in shear-thinning fluids**, The European Physical Journal E, v.9 (1), p.55-62, 2002.
- DAVIDSON, E., HALL, J., TEMPLE, C., **A new iron-based, environmentally friendly hydrogen sulfide scavenger for drilling fluids**, Society of Petroleum Engineers: Drilling & Completion, Dezembro, 2002.
- d'ÁVILA, J. S. **Um modelo matemático para a sedimentação**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), COPPE/UFRJ, 1978.
- DAVISON, J. M., CLARY, S., SAASEN, A., ALLOUCHE, M., BODIN, D., NGUYEN, V. A., **Rheology of Various Drilling Fluid Systems Under Deepwater Drilling Conditions and the Importance of Accurate Predictions of Downhole Fluid Hydraulics**, Society of Petroleum Engineers, SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Houston, Texas, 1999.

- DE BOER, G. B. J., WEERD, C., THOENES, D., GOOSSENS, H. W. J., **Laser diffraction spectrometry: Fraunhofer diffraction versus Mie scattering**, Particle Systems Characterization, v.4 (1), p.14-19, 1987.
- DE BONO, J.P., MCDOWELL, G.R., **Investigating the effects of particle shape on normal compression and overconsolidation using DEM**. Granular Matter, v.18, p.1–10, 2016a.
- DE BONO, J.P., MCDOWELL, G.R., **Particle breakage criteria in discrete-element modelling**. Géotechnique, v.66, p.1014–27, 2016b.
- DEALY, J.M., LARSON, R.G., **Structure and rheology of molten polymers**. Gardner, Cincinnati, 2006.
- DEWAN, J. T., CHENEVERT, M. E., **Mudcake buildup and invasion in low permeability formations**; Application to permeability determination by measurement while drilling, SPWLA 34th Annual Logging Symposium, Junho, 1993.
- DEWAN, J. T., CHENEVERT, M. E., **A model for filtration of water-base mud during drilling: Determination of mudcake parameters**, Petrophysics, v.42 (3), p.237-250, 2001.
- DI JIAO, SHARMA, M. M., **Formation damage due to static and dynamic filtration of water-based muds**, SPE23823, USA, 1992.
- DULLAERT, K., MEWIS, J., **A model system for thixotropy studies**. Rheologica Acta, v.45, p.23-32, 2005-b.
- DULLAERT, K., MEWIS, J., **Thixotropy: Build-up and breakdown curves during flow**. The Society of Rheology, Inc. v.49, I.6., p.1213-1230, 2005-a.
- EDALI, M.; ESMAIL, M. N.; VATISTAS, G. H., **Rheological properties of high concentrations of carboxymethyl cellulose solutions**, Journal of Applied Polymer Science, v.79 (10), p.1787-1801, 2001.
- ELKATATNY, S. M., MAHMOUD, M. A., NASR-EL-DIN, H. A., **Characterization of filter cake generated by water-based drilling fluids using CT scan**, SPE Drilling & Completion, v.27 (2), p.282-293, 2012.
- ENDO, Y., ALONSO, M., **Physical meaning of specific cake resistance and effects of cake properties in compressible cake filtration**, Filtration & Separation, p.43-46, 2001.
- ERSHAGHI, I., AZARI, M., **Modeling of filter cake buildup under dynamic-static conditions**, SPE8902, USA, 1980.
- ESPIE, D. M., MACCIETTO, S. **Nonlinear transformations for parameter estimation**. Industrial & Engineering Chemistry Research, v. 27, p. 2175-2179, 1988.
- EZEAKACHA, C., SALEHI, S., GHALAMBOR, A., KARIMI, M., **An integrated study of mud plastering effects for reducing filtrate's invasion**, SPE 179016, USA, 2016.
- FAGUNDES, K. R. S., FAGUNDES, F. P., CARVALHO, L. G. G., AMORIM, L. V., BALABAN, R. C., **Influence of CMC molecular weight and degree of substitution on clay swelling inhibition in water-based drilling fluids**, Macromolecules Symposium, v.367, p.151-162, 2016.
- FANCHI, J. R., **Integrated reservoir asses management: principles and best pratices**. Elsevier Inc., 2010.
- FATHI-NAJAFI, M., THELIANDER, H., **Determination of local filtration properties at constant pressure**, Separation Technology, v.5, p.165-178, 1995.

- FATTAH, K. A., LASHIN, A., **Investigation of mud density and weighting materials effect on drilling fluid filter cake properties and formation damage**, Journal of African Earth Sciences, v.117, p.345-357, 2016.
- FAVERO, J. L., SECCHI, A. R., CARDOZO, N. S. M., JASAK, H., **Voscielastic fluid analysis in internal and in free surface flows using the software OpenFOAM.**, Computers and Chemical Engineering, v.34, p.1984-1993, 2010.
- FERET, L. R., Assoc. Internat. Pour l'Essai des Mat., Zurique, 2, Grupo D, 1931.
- FERRAZ, A. S. F. S. **Efeito da distribuição granulométrica de partículas sólidas e de polímeros aniônicos na formação da torta de filtração e no volume de filtrado**, Dissertação de Mestrado, Instituto de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, 2014.
- FORCHHEIMER, P., **Wasserbewegung Durch Boden**J. ZVDI, v.45, p.1781-1788, 1901.
- FOUST, A. S., **Princípio das operações unitárias**, 2ª ed. Editora LTC, 1982
- FOX, R. W., MCDONALD, A. T., PRITCHARD, P. J., LEYLEGIAN, J. C., **Introdução à mecânica dos fluidos**. Editora LTC, 8ª edição, 2014.
- FREDRICKSON, A. G., **A model for the thixotropy of suspensions.**, AIChE Journal, v.16, n.3, p.436-440, 1970.
- GATES, G. L., BOWIE, C. P., **Correlation of certain properties of oil-well drilling fluids with particle size distribution**, U.S. Bureau of Mines Report of Investigations n.3645, 1942.
- GHANNAM, M. T., ESMAIL, M. N., **Rheological properties of carboxymethyl cellulose**, Journal of Applied Polymer Science, v.64 (2), p.289-301, 1997.
- GILSE, J. P. M. Van, GINNEKEN, P. J. H. Van, WATERMAN, H. I., Journal of the Society of Chemical Industry, v.49, 1930.
- GOBRAN, B. D., BRIGHAM, W. E., RAMEY Jr, H. J., **Absolute permeability as a function of confining pressure, pore pressure, and temperature**, SPRE Formation Evaluation, 1987.
- GREENSMITH, H. W., RIVLIN, R. S., **The hydrodynamics of non-Newtonian fluids III. The normal stress effect i high Polymer solutions**, Phylosophical Transactions of the Royal Society of London, Series A, Mathematical and Physical Sciences, v.245 (899), p.399-428, 1953.
- GUIMARAES, I. B., ROSSI, L. F. S., **Estudo dos constituintes dos fluidos de perfuração: Proposta de uma formulação otimizada e ambientalmente correta**, 4º PDPETRO, Campinas, São Paulo, Outubro, 2007.
- HALDORSEN, Jakob BU et al. **Borehole acoustic waves**, Oilfield Review, v. 18, n. 1, p. 34-43, 2006.
- HALLETT, F. R., **Particle size analysis by dynamic light scattering**. Food Research International 27, p. 195-198, 1994.
- HARTMANN, A., ÖZERLER, M., MARX, C., NEWMANN, H., **Analysis of mudcake structures formed under simulated borehole conditions**, SPE Drilling & Completion, v.3 (4), p.395-402, 1988.
- HAZEN, A., **Some physical properties of sands and graves, with special reference to their use in filtration**, 24th Annual Report, Massachusetts State Board of Health, Public Document, n.34, p.539-556, 1892.
- HINCHLEY, J. W., URE, S. G. M., CLARKE, B. W., **Studies in filtration**, Transactions of the Institution of Chemical Engineers, v.3, p.24-38, 1925.

- HORIBA, **Light scattering theory: Laser diffraction**. Apresentação, Horiba Ltd., 2007.
- HORSFIELD, M. A., FORDHAM, E. J., HALL, L. D., **H NMR Imaging studies of filtration in colloidal suspensions**, Journal of Magnetic Resonance, v.81, p.593, 1989.
- HUANG, C.G., GREEN, D.W., WILLHITE, P.G., **An Experimental Study of the In-Situ Gelation of Chromium(+3)/Polyacrylamide Polymer in Porous Media**. Society of Petroleum Engineers, Reservoir Engineering, SPE 12638, p.583-592, Novembro, 1986.
- HUGHES, T. L., JONES, T. G. J., HOUWEN, O. H., **Chemical characterization of CMC and its relationship to drilling-mud rheology and fluid loss**, SPE 20000-PA, v.8 (3), Setembro, 1993.
- JAN, B. M., RAE, G. R., NOOR, M. I., SUHADI, A. N., DEVADAAS, M., **Increasing production by maximizing underbalance during perforation using nontraditional lightweight completion fluid**, SPE 108423-PA, v.24 (2), Junho, 2009.
- JACHNIK, Richard. **Drilling Fluid Thixotropy & Relevance** Annual Transactions of the Nordic Rheology, v.13, 2005.
- JAFFAL, H. A., EL MOHTAR, C. S., GRAY, K. E., **Modeling of filtration and mudcake buildup: An experimental investigation**. Journal of Natural Gas Science and Engineering, v.38, p.1-11, 2017.
- JIA, X., GOLCHERT, D., WILLIAMS, R.A., **X-ray microtomography facilitated evaluation and simulation of filter performance**, Congress and Industrial Process Tomography, Japan, p.183-188, 2005.
- JOSEPH, D.D., LIU, Y.J., POLETTI, M., FENG, J., **Aggregation and dispersion of spheres falling in viscoelastic liquids**, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, v.54, p.45-86., 1994.
- KAPLAN, S.J., MORLAND, C.D., HSU, S.C., **Predict non-newtonian fluid pressure drop across random-fiber filters**. Chemical Engineering, p.93-98, 1979.
- KARATZA, Z., ANDÒ, E., PAPANICOLOPOULOS, S.-A., OOI, J.Y., VIGGIANI, G., **Evolution of deformation and breakage in sand studied using X-ray tomography**. Géotechnique, v.1, p.11, 2017.
- KAZEMI-BEYDOKHTI, A., HAJIABADI, S. H., **Rheological investigation of smart polymer/carbon nanotube complex on properties of water-based drilling fluids**. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, v.556, p.23-29, 2018.
- KELESSIDIS, V. C., MAGLIONE, R., TSAMANTAKI, C., ASPIRTAKIS, Y., **Optimal determination of rheological parameters or Herschel-Bulkley drilling fluids and impact on pressure drop, velocity profiles and penetration rates during drilling**. Journal of Petroleum Science and Engineering, v.53, I.3-4, p.203-224, 2006.
- KENNEDY, J., EBERHART, R., **Particle swarm optimization**, Proceedings of ICNN'95 – International Conference on Neural Networks, Novembro, 1995.
- KHAN, R., KURU, E., SAASEN, A., **An Investigation of the Extensional Viscosity of Polymer Based Fluids as a Possible Mechanism of Internal Cake Formation**. Society of Petroleum Engineers, International Symposium and Exhibition on Formation Damage Control, SPE 86499, Lafayette, EUA, p.17-20, Fevereiro, 2004.
- KHANDAL, R. K., TADROS, T. F., **Application of viscoelastic measurements to the investigation of the swelling of sodium montmorillonite suspensions**. Journal of Colloid Interface Science, v.125, p.122-128, 1988.

- KIM, A. S., HOEK, E. M. V., **Cake structure in dead-end membrane filtration: Monte Carlo simulations**, Environmental Engineering Science, v.19 (6), p.373-386, 2002.
- KOPONEN, A., KATAJA, M., TIMONEN, J., **Permeability and effective porosity of porous media**, Physics Rev. E, v.56, p.3319-3325, 1997.
- KOTTWITZ, F. A., BOYLAN, D. R., **Prediction of resistance in constant-pressure cake filtration**, A.I.Ch.E Journal, v.4 (2), p.175-180, 1958.
- KOZENY, J. **Ueber kapillare Leitung des Wassers im Boden**, Akademie der Wissenschaften Wien Math, v. 136 (2), p.271, 1927.
- KRUMBEIN, W. C., MONK, G. D., **Permeability as a function of the size parameters of unconsolidated sand**, Transactions of AIME v.151, p.153-163, 1943.
- KYAN, C. P., WASAN, D. T., KINTNER, R. C., **Flow of single-phase fluids through fibrous beds**, Industrial Chemical Engineering Fundation, v.9, p.596-603, 1970.
- LA HEIJ, E. J., KERKHOF, P. J. A. M., KOPINGA, K., PEL, L., **Determininf porosity profiles during filtration and expression. of sewage sludge by NMR imaging**, A.I.Ch.E. Journal, v.42 (4), p.953-959, 1996.
- LAGALY, G., **Principles of flow of kaolin and bentonite dispersion**, Applied Clay Science, v.4, p.105-123, 1989.
- LAUN, H. M., **Prediction of elastic strains of polymer melts in shear and elongation**. Journal of Rheology, v.30, p.459-501, 1986.
- LI, W., KISER, C., RICHARD, Q., **Development of a filter cake permeability test methodology**, American Filtration & Separations Society, USA, 2005.
- LIPSCOMB, G. G., DENN, M. M., **Flow of binham fluids in complex geometries**. Journal of non-Newtonian Fluid Mechanics, v.14, p.337-346, 1984.
- LONDE, L. R., **Eficiência da filtração lenta no tratamento de efluentes de leitões cultivados**. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Agrícola – Água e Solos, Campinas, Abril, 2002.
- LONGERON, D. G., **Drilling fluids filtration and permeability impairment: Performance evaluation of various mud formulation**, SPE 48988, 27-30, 1998.
- LU, W., HUANG, Y., HWANG, K., **Methods to determine the relationship between cake properties and solid compressive pressure**, Separation and Purification Technology, v. 13 (1), p.9-23, 1998b.
- LU, W., HUANG, Y., HWANG, K., **Stress distribution in a confined wet cake in the compression-permeability cell and its application**, Powder Technology, v. 97 (1), p.16-25, 1998a.
- LUCENA, D. V., LIRA, H. L., AMORIM, L. V., **Efeitos de aditivos poliméricos nas propriedades reológicas e de filtração de fluidos de perfuração**. Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, São Paulo, v.11, n.1, p.66-73, 2014.
- MA, G., CHEN, Y., YAO., ZHOU, W., WANG, Q., **Evolution of particle size and shape towards a steady state: Insights from FDEM simulations of crushable granular materials**. Computers and Geotechnics, v.112, p.147-158, 2019.
- MACHADO, J. C. V., **Reologia e escoamento de fluidos: Ênfase na indústria do petróleo**, Editora Interciência, Rio de Janeiro, 2002.
- MACOSKO, C. W., **Rheology: Principles, measurements and applications**, Wiley-VCH, Inc., USA, 1993.

- MAGALHAES, S. C. F., SCHEID, C. M., CALCADA, L. A., ALMEIDA, H. L. S., FOLSTA, M., **Real-time measurements of the physicochemical properties of drilling fluids**, V Encontro Nacional de Hidráulica de Poços de Petróleo e Gás, ENAHPE, Teresópolis, Rio de Janeiro, Agosto, 2013.
- MAHTO, V., SHARMA, V. P., **Rheological study of a water based oil well drilling fluid**, Journal of Petroleum Science and Engineering, v.45, p.123-128, 2002.
- MAIDLA, E. E., WOJTANOWICZ, A. K., **Laboratory study of borehole friction factor with a dynamic-filtration apparatus**, SPE 18558, SPE Drilling Engineering, v.5 (3), 1990.
- MALVERN Panalytical Ltd, 2017.
- MANUAL OFITE, **Complete HTHP Filter press. Instruction manual**, OFI Testing Equipment, Inc., Texas, USA, 2015.
- MARTINS, L. F., **Estudo da formação e estabilidade de tortas de filtração na perfuração de poços de petróleo**. Dissertação de Mestrado, Instituto de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, 2013.
- MASSARANI, G., **Aspectos da fluidodinâmica em meios porosos**. Revista Brasileira de Engenharia, número especial, v.96, 1989.
- MASSARANI, G., **Fluidodinâmica de sistemas particulados**. Programa de Engenharia Química, COPPE/ Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2ª Ed., 2001.
- MASSARANI, G., SILVA TELLES, A., **An extended capillary model for flows in porous media**. Journal of Porous Media, v.4, I.4, p.297-307, 2001.
- MAVKO, G. NUR, A., **The effect of a percolation threshold in the Kozeny-Carman relation**, Geophysics, v.62, p.1480-1482, 1997.
- MAXWELL, J. C., **On the dynamical theory of gases**. Philosophical Transactions of the Royal Society, v.A157, p.49-88, 1867.
- MCCABE, W.L., SMITH, J.C., HARRIOT, P., **Unit operations of Chemical Engineering**, fifth edition, McGraw-Hill, U.S., 1993.
- MELLOT, J., **Technical Improvements in Wells Drilled with a Pneumatic Fluid**, SPE paper 99162, SPE/IDAC Drilling Conference, Miami, Florida, USA, 21-23, 2008.
- MELO, K. C., **Avaliação e modelagem reológica de fluidos de perfuração base água**. Dissertação de Mestrado, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2008.
- MEWIS, J., **Thixotropy – A General review**. Journal of non-Newtonian Fluid OMLAND, T. H., DAHL, B., SAASEN, A., SVANES, K., AMUNDSEN, P. A., **The influence of particle type and size distribution on viscosity in a non-Newtonian drilling fluid**, Annual Transactions of the Nordic Rheology Society, v.13, 2005.
- Mechanics, v.6, p.1-20, 1979.
- MIE, G., **Beigrade zur optic truber medien, speziell kolloidaler metallosungen**, Annual of Physics, v.25, p.377-455, 1908.
- MØLLER, P. C. F., MEWIS, J., BONN, D., **Yield stress and thixotropy: on the difficulty of measuring yield stresses in practice**. The Royal Society of Chemistry, Soft Matter, v.2, p.274-283, 2006.
- MOURA, M. J., FIGUEIREDO, M. M., **Aplicação das técnicas de picnometria de gás e de porosimetria de mercúrio à caracterização da madeira de *E. globulus***. Lisboa, Portugal, Silva Lusitana 10(2), p. 207-216, 2002.

- MURASE, T., IRITANI, E., CHO, J. H., SHIRATO, M., **Determination of filtration characteristics based upon filtration tests under step-up pressure conditions**, Journal of Chemical Engineering of Japan, v.22 (4), p.373-377, 1989.
- MYUNG, I. J. **Tutorial on maximum likelihood estimation**, Journal of Mathematical Psychology, v. 47, p.90-100, 2003.
- NADIMI, S., FONSECA, J., **A micro finite-element model for soil behaviour: numerical validation**. Géotechnique, v.1, p.6, 2016.
- NICORA, L. F., BURRAFATO, G., **Zirconium citrate: A new generation dispersant for environmentally friendly drilling fluids**. Society of Petroleum Engineers, Indonesia, 1998.
- NOTEBAERT, F. F., WILMS, D. A., VAN HAUTE, A. A., **A new deduction with a larger application of the specific resistance to filtration of sludges**, Water Research, v.9, p.667-673, 1975.
- NYGAARD, G., NÆVDAL, G., **Nonlinear model predictive control scheme for stabilizing annulus pressure during oil well drilling**, Journal of Process Control, v.16, p.719-732, 2006.
- OLIVEIRA, B. R., OLIVEIRA, R. N., SCHEID, C. M., FERRAZ, A. S. F. S., MARQUES, M. R. C., CALÇADA, L. A., **Effects of pH and solid concentration on the rheology of drilling fluids composed by natural clay, water and NaCMC**. Brazilian Journal of Petroleum and Gas, v.12, n.2, p.99-106, 2018.
- OLIVIER, J., VAXELAIRE, J., VOROBIEV, R., **Modelling cake filtration: An overview**, Separation Science and Technology, p.1667-1700, 2007.
- OMLAND, T. H. **Particle Settling in non-Newtonian Drilling Fluids**. Tese de Doutorado. Faculty of Science and Technology Department of Petroleum Engineering, 2009.
- OUTMANS, H. D., **Mechanics of static and dynamic filtration in the borehole**, SPE 491, p.236-244, Setembro, 1963.
- PANDA M. N., LAKE, L. W., **Estimation of silge-phase permeability from parameters of particle-size distribution**, AAPG Bull, v.78, p.1078-1039, 1994.
- PAPE, H., CLAUSER, C., IFFLAND, J., **Variation of permeability with porosity in sandstone diagenesis interpreted with a fractal pore space model**, Pure and Applied Geophysics, v.157, p.603-619, 2000.
- PAPO, A., **The thixotropic behavior of white Portland cement paste**, Cement and Concrete Research, v.18, p.595-603, 1988.
- PARTINGTON, J. E., **An advanced treatise on physical chemistry. V.2: The properties of liquids**. Longmans, Green & Co., London, 1951.
- PEDEN, J.M., ARTHUR, K.G., MARGARITA AVALOS., **The analysis of filtration under dynamic and static conditions**, SPE 12503, USA, 1984.
- RAHEEM, A. R., VIPULANANDAN, C., **Testing and modeling of filter cake formation using new seepage-consolidation concept**, Engineering Science and Technology, an International Journal, v.22(3), p.979-989, 2019.
- ROBERTSON, R. E., STIFF JR, H. A., **An Improved Mathematical Model for Relating Shear Stress to Shear Rate in Drilling Fluids and Cement Slurries**. Society of Petroleum Engineers, v.16, 1976.
- ROCHA, L.A.S., AZEVEDO, C.T., **Projetos de Poços de Petróleo – Geopressões e Assentamento de Colunas de Revestimentos**. 2ª Ed. Editora, 2009.

- ROCHA, R. R., **Estudo teórico-experimental da sedimentação em batelada: monitoramento e modelagem de perfis de concentração de sólidos e análise de equações constitutivas**. Dissertação de mestrado, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, 2018.
- RODRIGUEZ, E. F., GIACOMELLI, VAZQUEZ, A., **Permeability-porosity relationship in RTM for diferente fiberglass and natural reinforcements**, Journal of Composite Materials, v.38, p.259-268, 2004.
- ROUSSEL, N., **A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and applications**. Cement and Concrete Research, v.36, p.1797-1806, 2006.
- ROY, J., LUBCZYNSKI, M. **The magnetic resonance sounding technique and its use for groundwater investigations**, Hydrogeology Journal, v. 11, n. 4, p. 455-465, 2003.
- RUGANG, Y., GUANCHENG, J., WEI, L., TIANQING, D., HONGXIA, Z., **Effect of water-based drilling fluid components on filter cake structure**. Powder technology, v. 262, p. 51-61, 2014.
- RUTH, B. F., MONTILLON, G. H., MONTONNA, R. E., **Studies in filtration I. Critical analysis of filtration theory**, Journal of Industrial and Chemical Engineering, v.25 (1), p.76-82, 1933.
- RUTH, B. F., **Studies in filtration III. Derivation of general filtration equations**, Industrial and Engineering Chemistry, v.27 (6), p.708-723, 1935.
- RUTH, B. F., **Correlating filtration theory with industrial practice**, Journal of Industrial and Chemical Engineering, v.38 (6), p.564-571, 1946.
- SAASEN, A., OMLAND, T. H., EKRENE, S., BRÉVIÈRE, J., VILLARD, E., KAAGSON-LOE, N., TEHRANI, A., CAMERON, J., FREEMAN, M. A., GROWCOK, F., PATRICK, A., STOCK, T., JØRGENSEN, T., REINHOLT, F., AMUNDSEN, H. E. F., STEELE, A., MEETEN, G., **Automatic measurement of drilling fluid and drill-cuttings properties**. Society of Petroleum Engineers, SPE Drilling & Completion, v.24, I.04, 2009.
- SABIRI, N., COMITI, J., **Pressure drop in non-newtonian purely viscous fluid flow through porous media**. Chemical Engineering Science, v.50, n.7, p.1193-1201, 1995.
- SAFI, B., ZAROURI, S. CHABANE-CHAOUACHE, R., SAIDI, M., BENMOUNAH, A., **Physico-chemical and rheological characterization of water-based mud in the presence of polymers**. Journal of Petroleum Exploration and Production Technology, v.6, I.2, p.185-190, 2016.
- SANTOS, O. L. A., **Segurança de poço na perfuração**. 1ª Reimpressão, Blucher, São Paulo, 2013.
- SCHRAMM, G., **A practical approach to rheology and rheometry**. 2ª Edição, Gebrueder HAAKE GmbH, Karlsruhe, Alemanha, 2000.
- SCHWAAB, M., LEMOS, L. P., PINTO, J. C. **Optimum reference temperature for reparameterization of the Arrhenius equation. Part 1: Problems involving one kinetic constant**. Chemical Engineering Science, v. 62, p.2750-2764, 2007a.
- SCHWAAB, M., PINTO, J. C. **Análise de dados experimentais, I: fundamentos de estatística e estimação de parâmetros**. Volume 1, Rio de Janeiro, E-papers, 2007b.

- SCHWAAB, M., BISCAIA, E. C., MONTEIRO Jr, J. L., PINTO, J. C. **Nonlinear parameter estimation through particle swarm optimization**, Chemical Engineering Science, v. 63 (6), p. 1542-1552, 2008a.
- SCHWAAB, M., PINTO, J. C. **Optimum reparameterization of power function models**. Chemical Engineering Science, v. 63, p.4631-4635, 2008b.
- SCHWAAB, M., LEMOS, L. P., PINTO, J. C. **Optimum reference temperature for reparameterization of the Arrhenius equation. Part 1: Problems involving multiple reparameterizations**. Chemical Engineering Science, v. 63, p.2895-2906, 2008c.
- SCHWALBERT, M. P., **Simulação de escoamentos não newtonianos não isotérmicos e sua aplicação à engenharia de poços de petróleo**. Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE/UFRJ, Programa de Engenharia Química, 2013.
- SHARMA, V., MCKINLEY, G. H., **An intriguing empirical rule for computing the first normal stress difference from steady shear viscosity data for concentrated polymer solutions and melts**. Rheologica Acta, v.51, p.487-495, 2012.
- SHIH, C. H., LEE, J., **Effect of fiber architecture on permeability in liquid composite molding**, Polymer Composition, v.19, p. 629-639, 1998.
- SHIRATO, M., OKAMURA, S., **Behaviour of various kaolin slurries in constant pressure filtration**, Journal of Chemical Engineering of Japan, v.23 (11), p.226, 1959.
- SHIRATO, M., SAMBUICHI, M., KATO, H., ARAGAKI, T., **Internal flow mechanism in filter cakes**, A.I.Ch.E. Journal, v.15 (3), p.405-409, 1969.
- SHIRATO, M., ARAGAKI, T., ICHIMURA, K., OOTSUJI, N., **Porosity variation in filter cake under constant-pressure filtration**, Journal of Chemical Engineering of Japan, v.4 (2), p.172-177, 1971.
- SHIRATO, M., ARAGAKI, T., **Verification of internal flow mechanism theory of cake filtration**, Filtration and Separation, v.9, p.294, 1972.
- SHIRATO, M., ARAGAKI, T., IRITANI, E., **Blocking filtration laws for filtration of power-law non-Newtonian fluids**, Journal of Chemical Engineering of Japan, v.12 (2), p.162-164, 1979.
- SHIRATO, M., ARAGAKI, T., IRITANI, E., **Analysis of constant pressure filtration of power-law non-Newtonian fluids**, Journal of Chemical Engineering of Japan, v.13 (1), p.61-66, 1980.
- SHIROMA, P. H., **Estudo do comportamento reológico de suspensões aquosas de bentonita e CMC: Influência da concentração de NaCl**. Dissertação de mestrado em Engenharia Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.
- SILVA TELLES, A., MASSARANI, G., **Escoamento de Fluidos Não-Newtonianos em Sistemas Particulados**. Revista Brasileira de Física 9(2), 1979.
- SIMPSON, M. A., ABDREBALREDA, S. H., AL-KHAMEES, S. A., ZHOU, S., ANSARI, A. A., **Overbalanced pre-khuff drilling of horizontal reservoir sections with potassium formate brines**, SPE 92407, Março, 2005.

SKOOG, WEST, HOLLER, CROUCH, **Fundamentos de química analítica**. Tradução da 8ª edição norte-americana, Editora Thomson, São Paulo-SP, 2006.

SMILES, D. E., **A theory of constant pressure filtration**, Chemical Engineering Science, v.25, p.985-996, 1970.

SOMERTON, W. H. GUPTA, V. S., **Role of fluxing agents in thermal alteration of sandstones**, Journal of Petroleum Technology, v.17 (5), p.585-88, 1965.

SPERRY, D. R., **The principles of filtration**, Metallurgical and Chemical Engineering, v.15 (4), p.198-203, 1916.

SPERRY, D. R., **Metallurgical Chemistry**, v.161, 1917.

SPERRY, D. R., **Effect of pressure on fundamental filtration equation when solids are non-rigid or deformable**, Journal of Industrial and Chemical Engineering, v.20 (9), p.892-895, 1928.

STREEKSTRA, G. J., HOEKSTRA, A. G., NIJHOF, E., HEETHAAR, R. M., **Ligh scattering by red blood cells in ektacytometry: Fraunhofer versus anomalous diffraction**, Applied Optics, v.32 (13), p.2266-2272, 1993.

TATTERSAL, G.H., **The rheology of Portland cement pastes**, British Journal of Applied Physics, v.6, p.165-167, 1955.

TERZAGHI, K., PECK, R. B., **Soil Mechanics in Engineering Practice**, Ed. John Wiley, New York, 1948.

THERMOFISHER SCIENTIFIC, **HAAKE™ RheoStress™ 1 Rheometer**. Disponível em: <https://www.thermofisher.com/order/catalog/product/379-0001?SID=srch-srp-379-0001>.

Acesso em Abril de 2019.

THOMAS, J. E. **Fundamentos da Engenharia de Petróleo**. Rio de Janeiro: Editora Interciência, 2001.

TIEN, C., BAI, R., RAMARAO, B. V., **Analysis of cake growth in cake filtration: Effect of fine particle retention**, A.I.Ch.E. Journal, v.43 (1), p.33-44, 1997.

TIEN, C., TEOH, S. K., TAM, B. H. R., **Cake filtration analysis – the effect of the relationship between pore liquid pressure and cake compressive stress**, Chemical Engineering Science, v.56, p.5361-5369, 2001.

TILLER, F. M., **The role of porosity in filtration I. Numerical methods for constant rate and constant pressure filtration based on Kozeny's Law**, Chemical Engineering Progress, v.49 (9), p.467-479, 1953.

TILLER, F. M., **The role of porosity in filtration II. Analytical equations for constant rate filtration**, Chemical Engineering Progress, v.51 (6), p.282-290, 1955.

TILLER, F. M., **The role of porosity in filtration III. Variable-pressure – variable-rate filtration**, A.I.Ch.E. Journal, v.4 (2), p.170-174, 1958.

TILLER, F. M., COOPER, H. R., **The role of porosity in filtration IV. Constant pressure filtration**, A.I.Ch.E. Journal, v.6 (4), p.595-601, 1960.

TILLER, F. M., COOPER, H. R., **The role of porosity in filtration V. Porosity variation in filter cakes**, A.I.Ch.E. Journal, v.8 (4), p.445-449, 1962.

TILLER, F. M., SHIRATO, M., **The role of porosity in filtration VI. New definition of filtration resistance**, A.I.Ch.E. Journal, v.10 (1), p.61-67, 1964.

- TILLER, F. M., HAYNES JR, S., LU, W., **The role of porosity in filtration VII. Effect of side-wall friction in compression-permeability cells**, A.I.Ch.E. Journal, v.18 (1), p.13-19, 1972.
- TILLER, F. M., LU, W., **The role of porosity in filtration VIII. Cake nonuniformity in compression-permeability cells**, A.I.Ch.E. Journal, v.18 (3), p.569-572, 1972.
- TILLER, F. M., CRUMP, J. R., **Solid-liquid separation: An overview**, 1977.
- TILLER, F. M., LEU, W. F., **Basic data fitting in filtration**, Journal of the Chinese Institution of Chemical Engineering, v.11, p.61-70, 1980.
- TILLER, F. M., LEU, W., **Experimental study of the mechanism of constant pressure cake filtration: Clogging of filter media**, Separation Science and Technology, v.18 (12), p.1351-1369, 1983.
- TILLER, F. M., TSAI, C., **The role of porosity in solid-liquid separation XII. Correlation of parameters in constitutive equations for permeability, Specific flow resistance, and solidosity with null-stress solidosity**, A.I.Ch.E. Journal, 1985.
- TILLER, F. M., YEH, C. S., LEU, F., **Compressibility of paniculate structures in relation to thickening, filtration, and expression. – A review**, Separation Science and Technology, v.22 (2), p.1037-1063, 1987.
- TILLER, F. M., YEH, C. S., **The role of porosity in solid-liquid separation XI. Filtration followed by expression at high pressure**, A.I.Ch.E. Journal, v.33 (8), p.1241-1256, 1987.
- TILLER, F. M., HSYUNG, N. B., SHEN, Y. L., CHEN, W., **Catscan analysis of sedimentation and constant pressure filtration**, Proc. World Filtration Congress, France, 1990.
- TILLER, F. M., KWON, J. H., **Role of porosity in filtration XIII. Behaviour of highly compactible cakes**, A.I.Ch.E. Journal, v.44 (10), p.2159-2167, 1998.
- UNDERWOOD, A. J. V., **The mathematical theory of filtration**, Proc. World Engineering Congress, Tokyo, p.245-264, 1929.
- VIEIRA, F.R.B, **Controle da pressão anular de fundo durante a perfuração de poços de petróleo**. Dissertação de mestrado, Instituto de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, 2009.
- WAKEMAN, R. J., **The formation and properties of apparently incompressible filter cakes under vacuum on downward facing surfaces**, Transactions of the Institute of Chemical Engineering, v.59, p. 260, 1981.
- WALDMANN, A. T. A., **Mecanismos que governam a efetividade de agentes obturantes no controle da invasão de fluidos de perfuração na rocha reservatório de petróleo**. Dissertação de Mestrado. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2005.
- WARD, S. G., WHITMORE, R. L., **Studies of the viscosity and sedimentation of suspensions Part 1. The viscosity of suspension of spherical particles**, British Journal of Applied Physics, v.1 (11), p.286, 1950.
- WARNER, H., **Kinetic Theory and Rheology of Dilute Suspensions of Finitely Extendible Dumbbells**. Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals, v.11, p.379-387., 1972.
- WEBER, H. C., HERSHEY, R. L., **Some practical application of the Lewis filtration equation**, Journal of Industrial and Chemical Engineering, v.18 (4), p.341, 1926.
- WEINBRANDT, R. M., RAMEY, H. J. Jr., CASSE, F. J., **The effect of temperature on relative and absolute permeability of sandstones**, SPEJ, v.21, p. 376-384, 1975.

WINTER, H. H., **Three views of viscoelasticity for Cox–Merz materials**. *Rheologica Acta*, v.48, p.241–243, 2009.

WREATH, D.G., Pope, G.A., SEPEHRNOORI, K., **Dependence of Polymer Apparent Viscosity on the Permeable Media and Flow Conditions**, *In Situ*, v.14, p.263-284, 1990

Xu, P., YU, B., **Developing a new forma of permeability and Kozeny-Carman constant for homogeneous porous media by means of fractal geometry**, *Advances in Water Resources*, v.31, p.74-81, 2008.

YAN W.M., SHI, Y., **Evolution of grain grading and characteristics in repeatedly reconstituted assemblages subject to one-dimensional compression**. *Geotech Lett* v.4, p.223–229, 2014.

ZHAO, J., WANG, C., LEE, D., TIEN, C., **Cake consolidation in a compression–permeability cell: effect of side-wall friction**, *Journal of Colloid and Interface Science*, v.262 (1), p.60-72, 2003.

APÊNDICE A – Combinações de condições experimentais relativas ao planejamento fatorial.

Tabela 36: Planejamento fatorial com triplicata no ponto central.

Exp. \ Fatores	P	T	Cs	P (psi)	T (°C)	Cs (% v/v)
1	-1	-1	-1	300	25	10
2	-1	-1	1	300	25	30
3	-1	0	-1	300	45	10
4	-1	0	1	300	45	30
5	-1	1	-1	300	65	10
6	-1	1	1	300	65	30
7	0	-1	-1	500	25	10
8	0	-1	1	500	25	30
9	0	0	-1	500	45	10
10	0	0	1	500	45	30
11	0	1	-1	500	65	10
12	0	1	1	500	65	30
13	1	-1	-1	700	25	10
14	1	-1	1	700	25	30
15	1	0	-1	700	45	10
16	1	0	1	700	45	30
17	1	1	-1	700	65	10
18	1	1	1	700	65	30
19	0	0	0	500	45	20
20	0	0	0	500	45	20
21	0	0	0	500	45	20

APÊNDICE B – Regiões de confiança para os parâmetros de filtração estimados a partir da metodologia implícita

Figura 68. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 300 psi e 45°C.

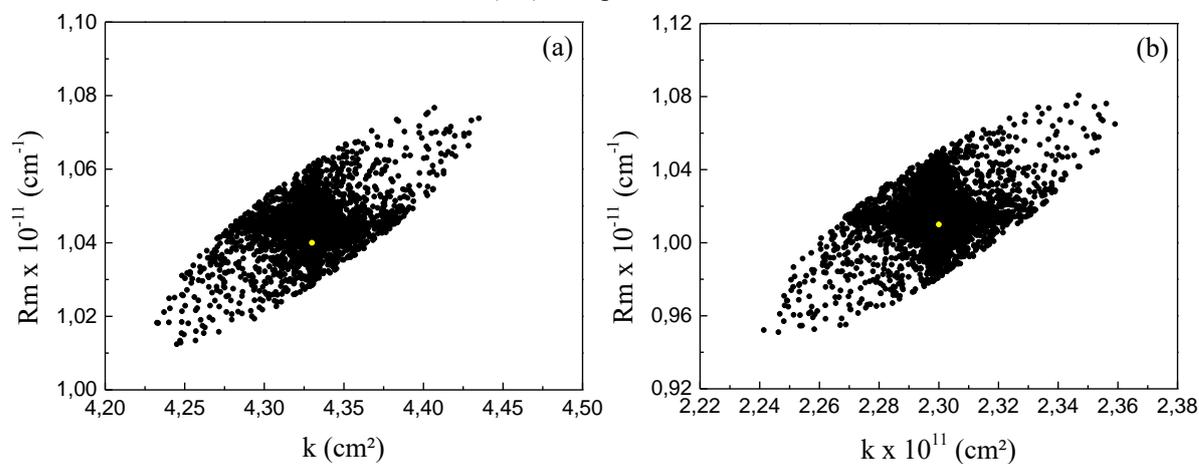


Figura 69. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 300 psi e 65°C.

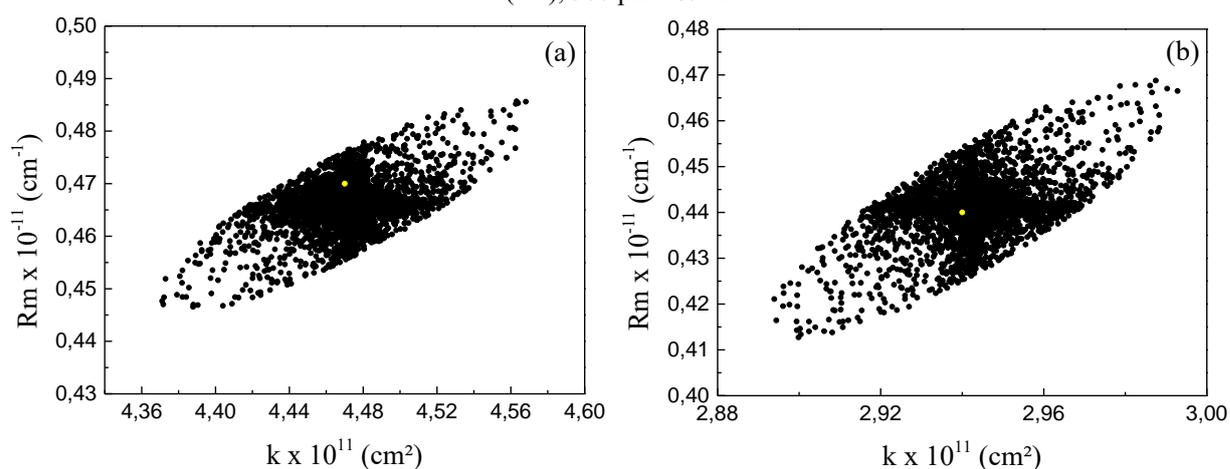


Figura 70. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 500 psi e 25°C.

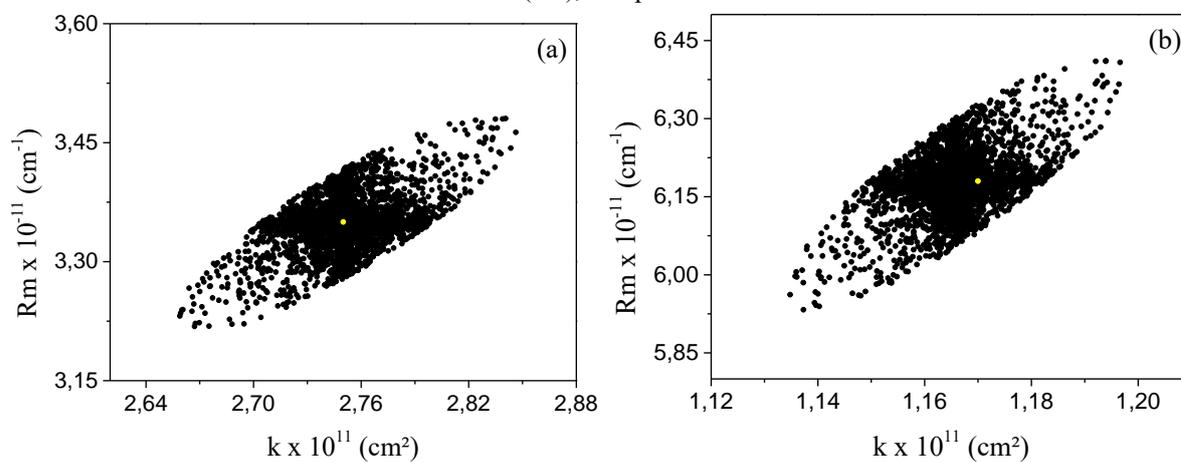


Figura 71. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 500 psi e 45°C.

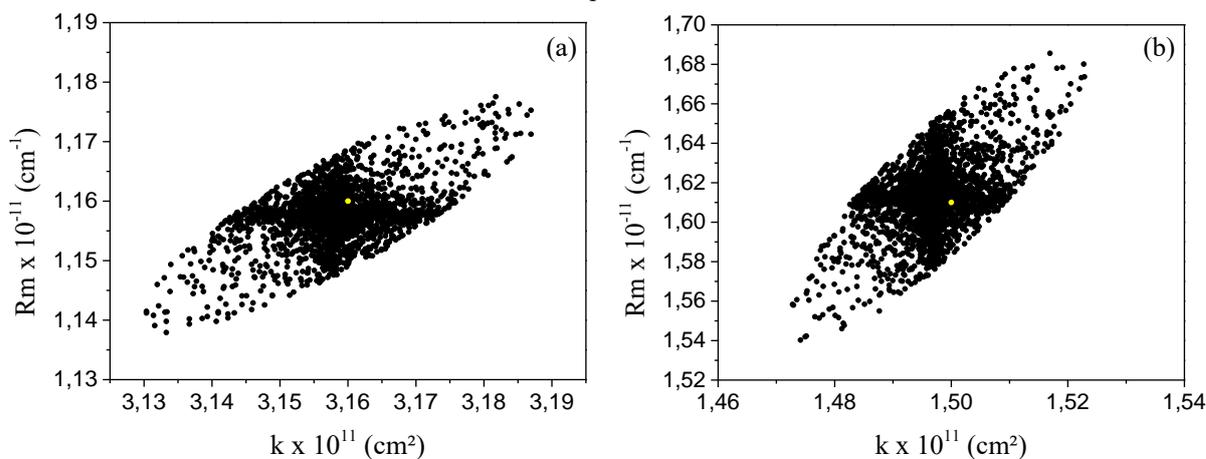


Figura 72. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 500 psi e 65°C.

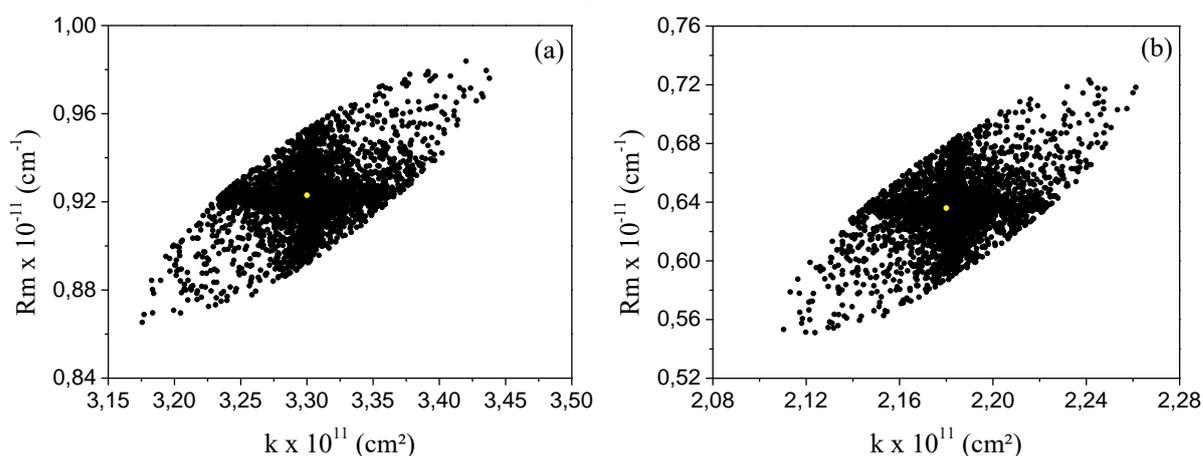


Figura 73. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 700 psi e 25°C.

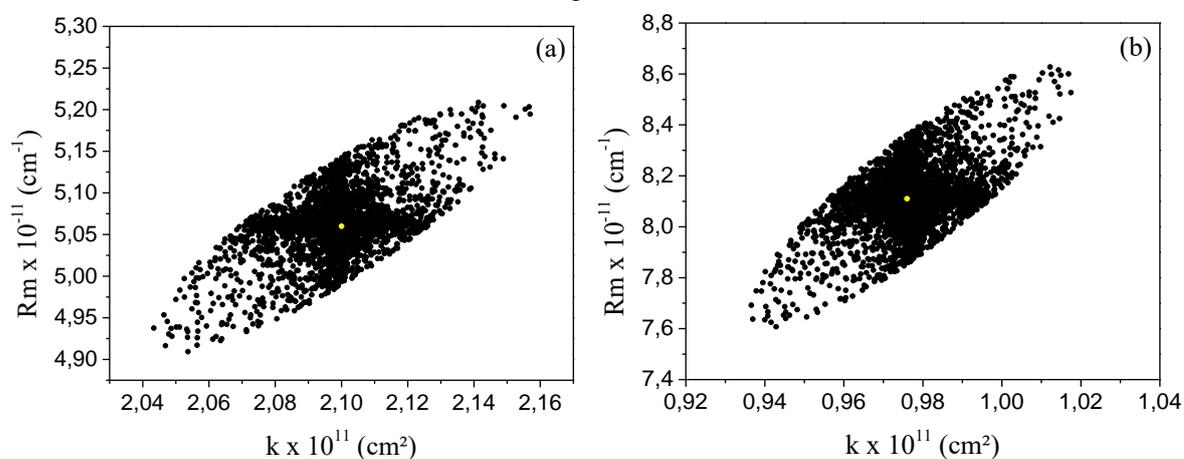


Figura 74. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 700 psi e 25°C.

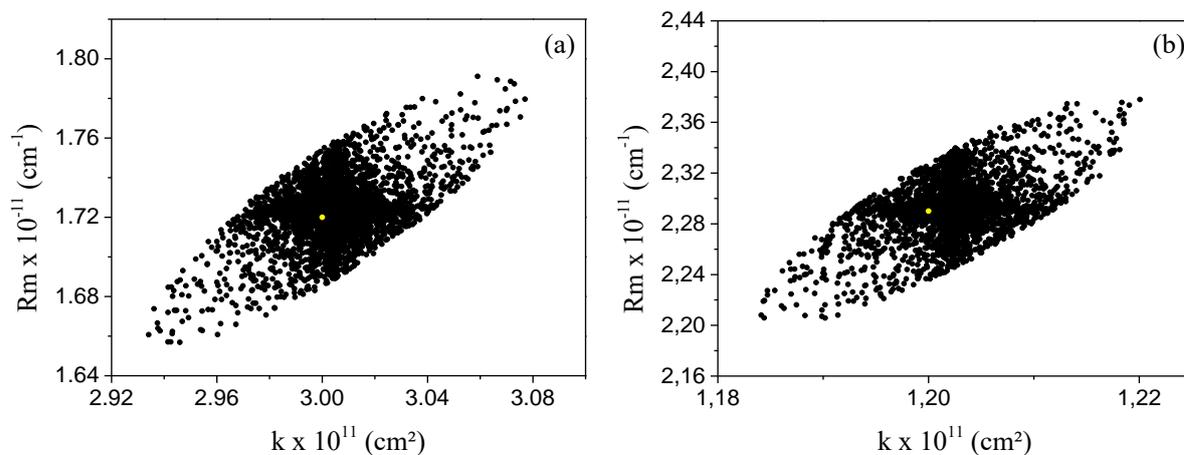
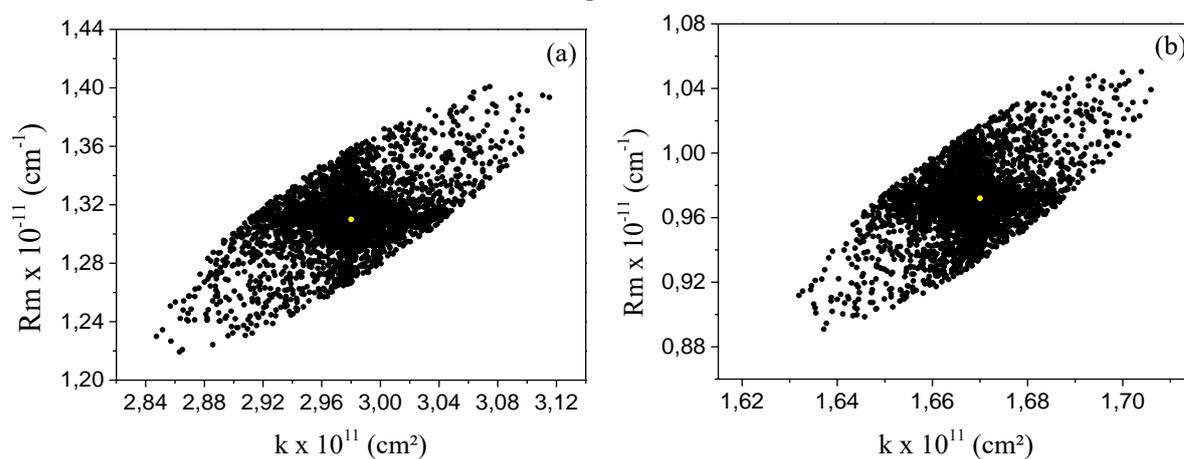


Figura 75. Regiões de confiança para a estimação dos parâmetros k e R_m . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v), 700 psi e 25°C.



APÊNDICE C – Curvas de correlação para determinação de Δp_{ref} , considerando a resistência do meio filtrante independente do diferencial de pressão aplicado

Figura 76. Curvas de correlação para Δp_{ref} . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 25°C.

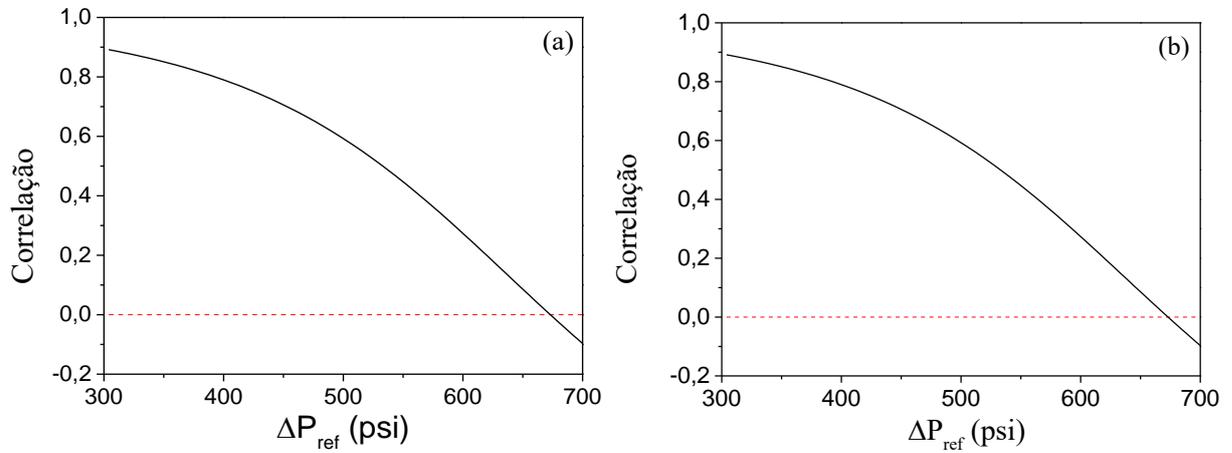


Figura 77. Curvas de correlação para Δp_{ref} . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 45°C.

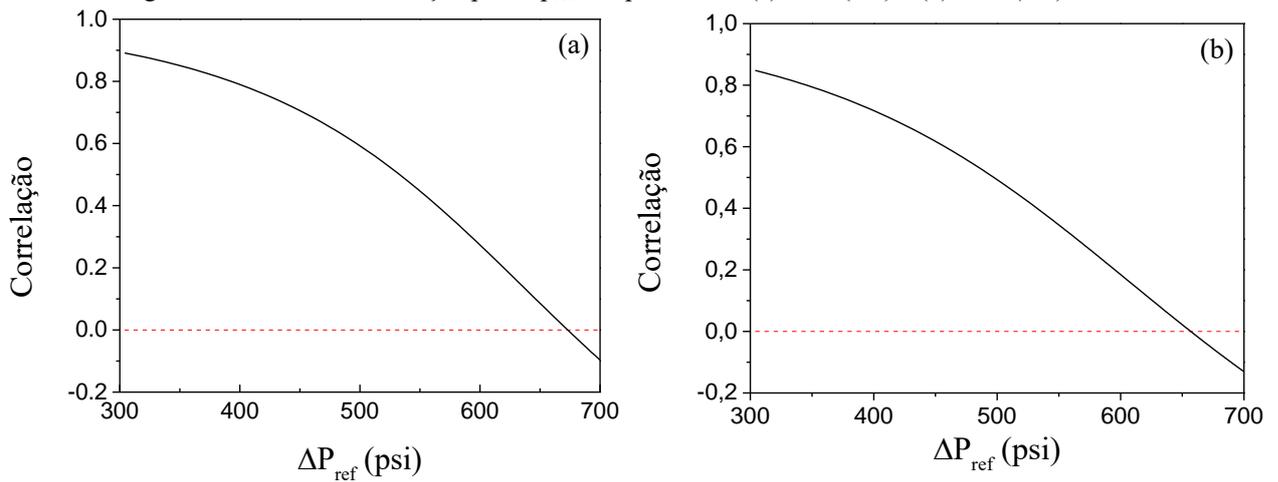
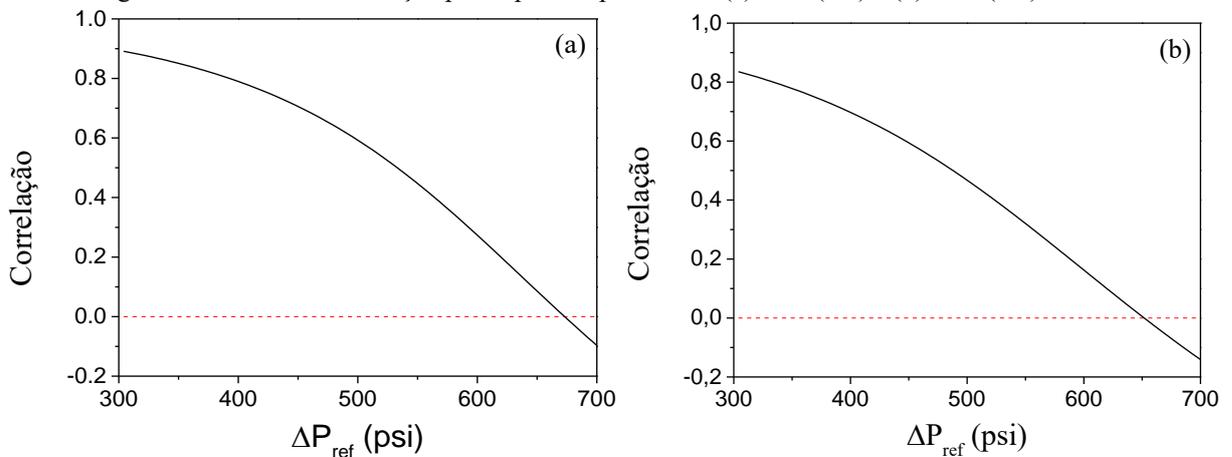
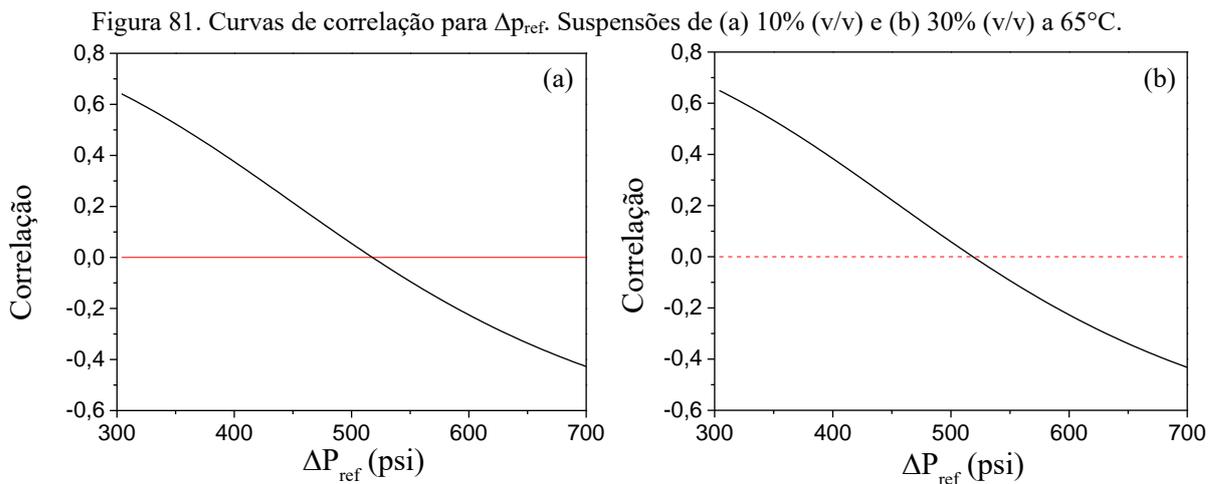
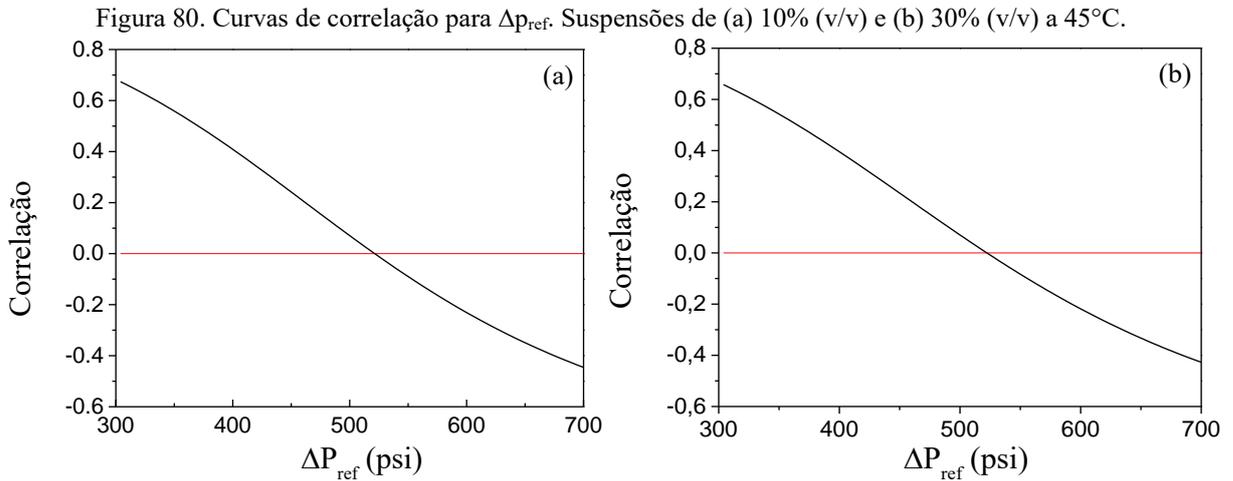
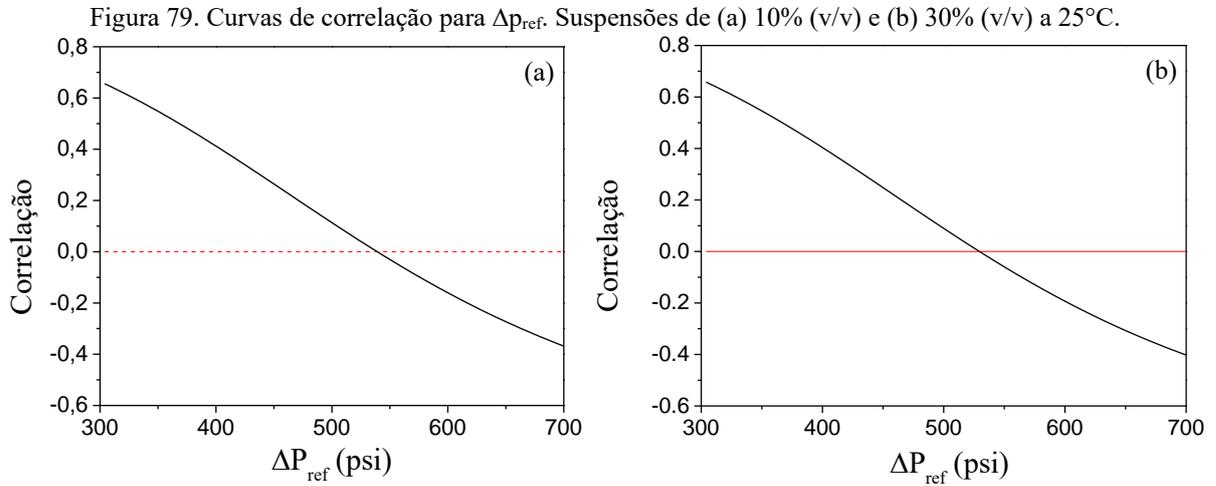


Figura 78. Curvas de correlação para Δp_{ref} . Suspensões de (a) 10% (v/v) e (b) 30% (v/v) a 65°C.



APÊNDICE D – Curvas de correlação para determinação de Δp_{ref} , considerando a permeabilidade da torta e resistência do meio filtrante como funções do diferencial de pressão aplicado



APÊNDICE E – Regiões de confiança para estimação de k_{ref} , ν e $R_{m,ref}$

Figura 82. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times \nu$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 10\%$ (v/v), 25°C.

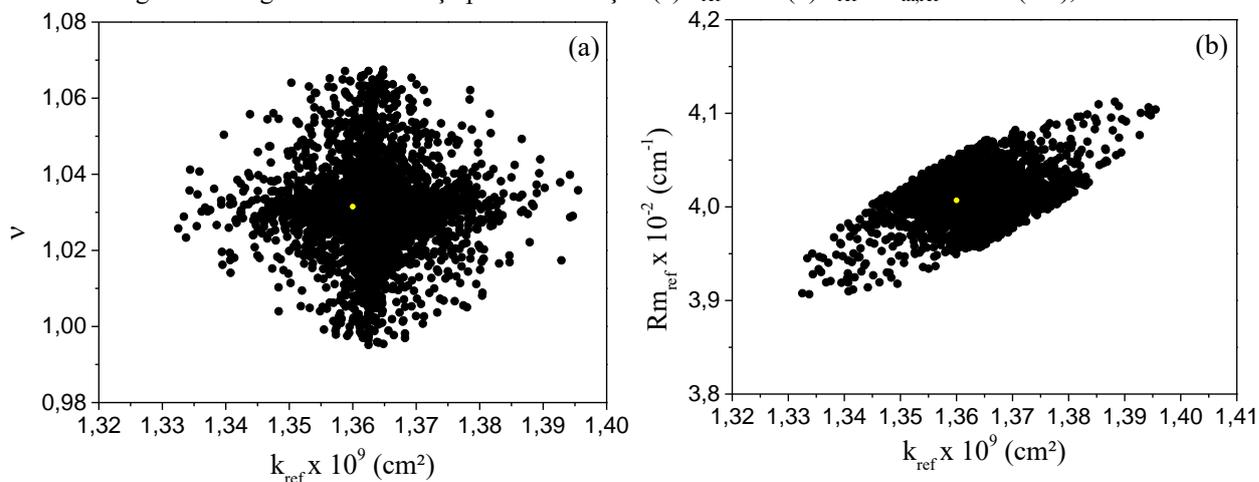


Figura 83. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times \nu$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 10\%$ (v/v), 45°C.

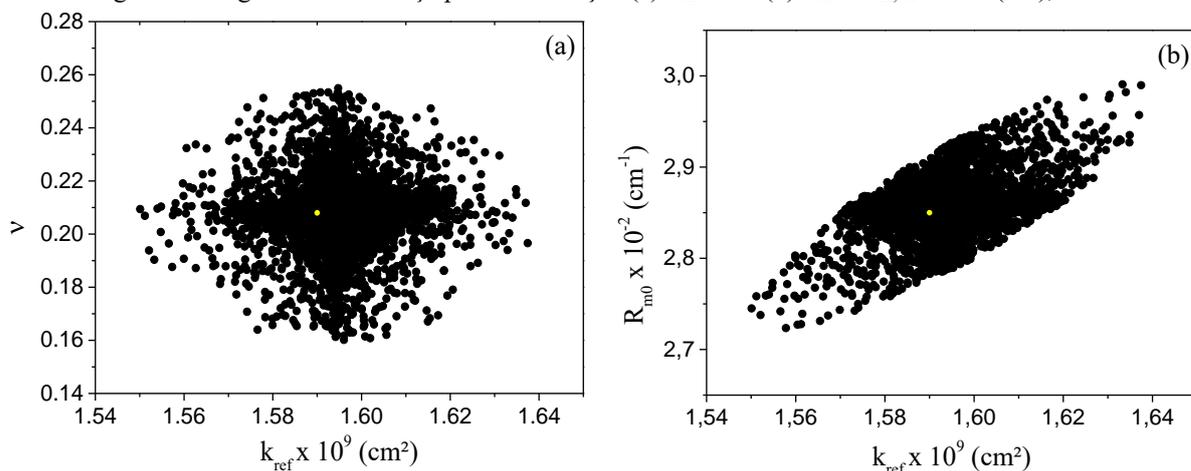


Figura 84. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times \nu$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 10\%$ (v/v), 65°C.

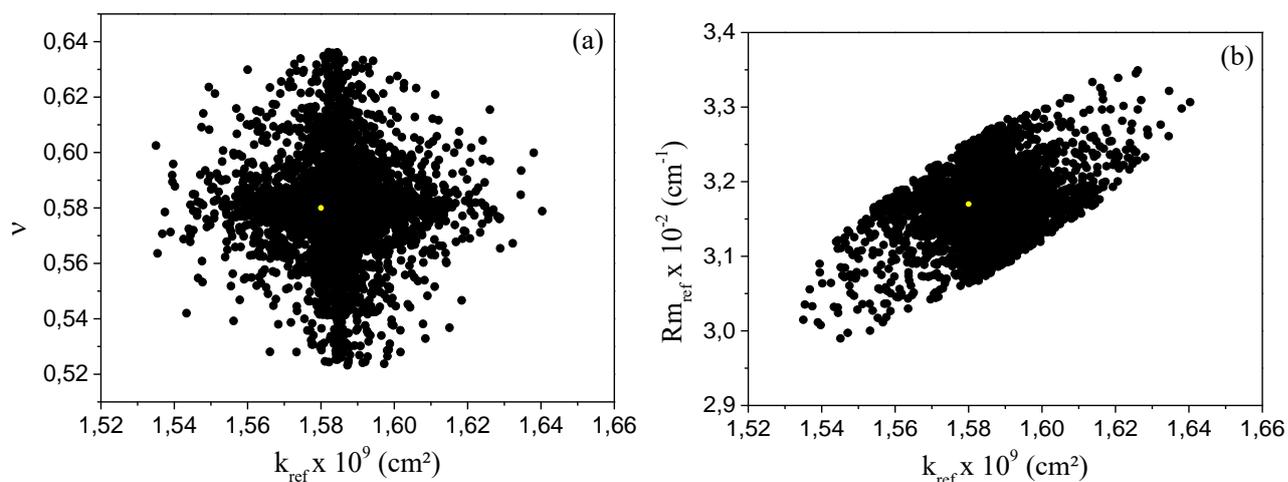


Figura 85. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times v$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 30\%$ (v/v), 25°C.

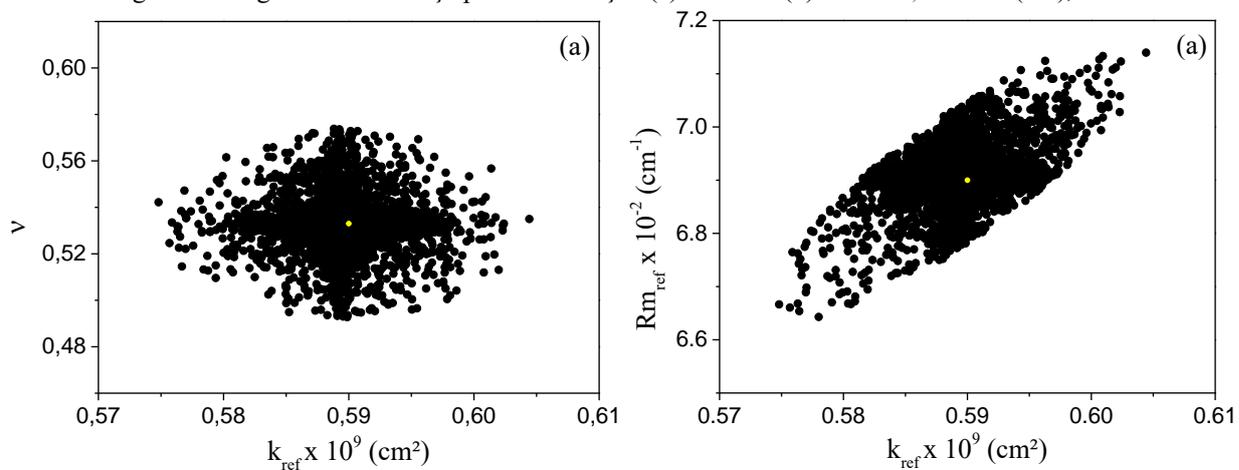


Figura 86. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times v$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 30\%$ (v/v), 45°C.

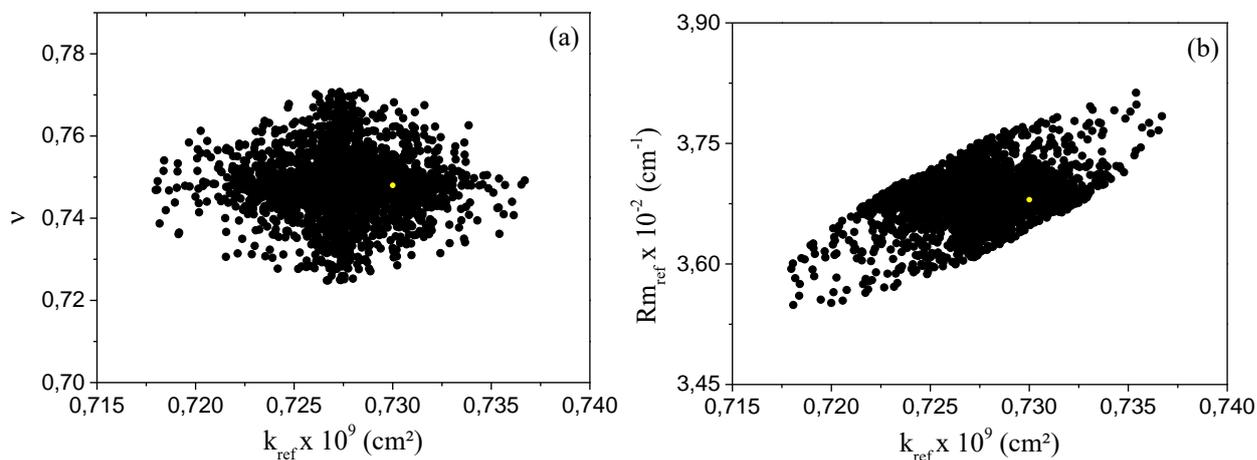


Figura 87. Regiões de confiança para a estimação (a) $k_{ref} \times v$ e (b) $k_{ref} \times R_{m,ref} - 30\%$ (v/v), 45°C.

