



**Universidade Federal do Rio de Janeiro**

**Escola de Química**

Programa de Pós-graduação em Tecnologia de Processos  
Químicos e Bioquímicos

Avaliação Experimental de um Novo Mecanismo para Controle de  
Perda de Circulação em Fraturas Combinando Reticulação de  
Polímeros e Aplicação de Campo Magnético

Alex Rodrigues de Andrade

Tese de Doutorado

**ORIENTADOR (es):** Prof. Márcio Nele

Prof. José Carlos Pinto

Junho de 2019

AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DE UM NOVO MECANISMO PARA CONTROLE DE  
PERDA DE CIRCULAÇÃO EM FRATURAS COMBINANDO RETICULAÇÃO DE  
POLÍMEROS E APLICAÇÃO DE CAMPO MAGNÉTICO

Tese de Doutorado apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia de Processos Químicos e  
Bioquímicos da Universidade Federal do Rio  
de Janeiro, como parte dos requisitos  
necessários à obtenção do título de Doutor  
em Ciências (D.Sc.).

Alex Rodrigues de Andrade

**Orientadores:**

Prof. Márcio Nele de Souza

Prof. José Carlos Pinto

RIO DE JANEIRO 2019

**Tese de Doutorado:**

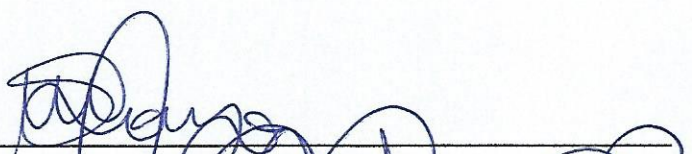
Avaliação Experimental de um Novo Mecanismo para Controle de Perda de Circulação em Fraturas Combinando Reticulação de Polímeros e Aplicação de Campo Magnético

**Autor:** Alex Rodrigues de Andrade

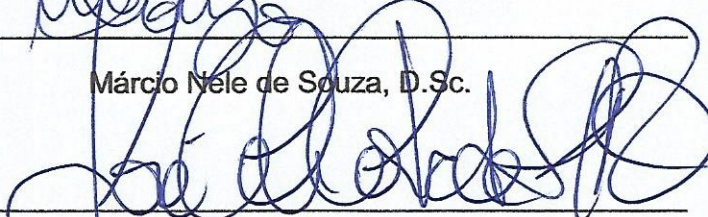
**Orientadores:** Márcio Nele e José Carlos Pinto

**Data da defesa:** 04 de Julho de 2019

**Aprovada por:**



Márcio Nele de Souza, D.Sc.



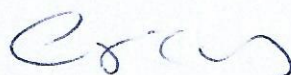
José Carlos Pinto, D.Sc.



Luis Américo Calçada, D.Sc.



Daniel Onofre de Almeida Cruz, D.Sc.



André Leibsohn Martins, D.Sc.



Verônica Calado, D.Sc.

## CIP - Catalogação na Publicação

R374a Rodrigues de Andrade, Alex  
Avaliação Experimental de um Novo Mecanismo para  
Controle de Perda de Circulação em Fraturas  
Combinando Reticulação de Polímeros e Aplicação de  
Campo Magnético / Alex Rodrigues de Andrade. -- Rio  
de Janeiro, 2019.  
202 f.

Orientador: Márcio Nele de Souza.

Coorientador: José Carlos Pinto.

Tese (doutorado) - Universidade Federal do Rio  
de Janeiro, Escola de Química, Programa de Pós  
Graduação em Engenharia de Processos Químicos e  
Bioquímicos, 2019.

1. Magneto-reologia. 2. Cinética de reticulação.  
3. Perda de circulação. 4. Escoamento em fratura. I.  
Nele de Souza, Márcio, orient. II. Carlos Pinto,  
José, coorient. III. Título.

*Dedico este trabalho aos meus pais Hilda e Ernandes, aos meus irmãos Jacqueline e Edilson, a minha esposa Janaina e filho João Vitor.*

## AGRADECIMENTOS

A minha família. Meus pais e irmãos, minha esposa e filho. Teria sido impossível sem vocês.

Um agradecimento especial ao Prof. Márcio Nele pelas discussões sobre o trabalho, pela confiança e encorajamento, pelo constante incentivo ao longo destes anos, pela sinceridade, paciência e ensinamentos.

Ao Prof. José Carlos pela confiança, ensinamentos e paciência.

A Rosana Lomba e ao André Leibsohn por serem os principais responsáveis pela minha formação como pesquisador, pela confiança que depositaram em mim e no meu trabalho ao longo destes anos.

Aos amigos da Rural, 1999 2º Engenharia Química, Idvard e Hellen pelo constante incentivo e pela amizade sincera.

Aos meus amigos, Alessandro, Geiza, Adão (NIDF), Raiane, Wellington, Letícia, Lidiane, Marcos, Elisângela, Laert, Thiago. Esse trabalho seria impossível sem a ajuda de vocês.

Ao pessoal do EngePol, Ladeq e I140, Natasha, Roberto, Nathalie, Larissa, Gizele, Fernando, Ângela, Gustavo, Rafael, e aos que eu infelizmente não lembro o nome, muito obrigado por me ajudar a resolver os problemas diversos que aparecem ao longo deste período.

Aos meus amigos do CENPES, Elessandre, Roni, João V., Marcos Vinícius, Thiago Judson, Rafinha, Walter, Alex, Fran, Ângelo, Elis.

Ao pessoal do NIDF, Luciano, Cecília, Alex, Alexssandro, Alexandre, Thiago, Prof. Daniel, Prof. Aibe, Profa. Juliana e Prof. Átila.

Ao Prof. Cajaíba e ao Fabrício pelo apoio nas análises com o MEV.

## **Avaliação Experimental de um Novo Mecanismo de Controle de Invasão de Fluidos em Reservatórios Fraturados Combinando Reticulação de Polímeros e Aplicação de Campo Magnético**

Alex Rodrigues de Andrade

Orientadores: Márcio Nele e José Carlos Pinto

A proposta desta tese foi avaliar um novo mecanismo para controle de perda de circulação em fraturas utilizando uma mistura de polímeros, com propriedades reticulantes, e partículas magnetizáveis. Esses tipos de fluidos são também conhecidos como fluidos magneto-reológicos (FMR). O mecanismo de controle tem como princípio minimizar a perda de circulação inicialmente por ação de um campo magnético e com subsequente reticulação da solução do polímero. A mistura enquanto é mantida magnetizada, mantém a perda de circulação controlada, permitindo assim a cura da massa polimérica. Os FMR utilizados como materiais de combate a perda foram fabricados com produtos comerciais e os testes de desempenho foram realizados utilizando equipamentos construídos especificamente para simular o efeito de perda de circulação em situação de escoamento dos FMR em canais sob ação de campo magnético. Foram conduzidos ensaios de magneto-reologia utilizando uma célula magnética produzida no próprio laboratório e adaptado a um reômetro modelo AR-G2 da empresa *TA Instruments*. Ensaios de deslocamento foram projetados para avaliar a perda de carga localizada durante o escoamento dos MRF em diferentes vazões em função do campo magnético aplicado. Os resultados demonstraram que os FMR quando sob ação de um campo magnético apresentam um aumento significativo da tensão de escoamento. Como consequência dos resultados obtidos nos ensaios de magneto-reologia foi obtido um modelo empírico de dois parâmetros que pode auxiliar na produção dos FMR capazes de gerar um limite de escoamento suficiente para interromper a invasão de fluidos em fraturas no reservatório. A evolução do estudo proposto será importante para gerar um novo conceito em controle de perda de circulação.

Rio de Janeiro

2019

# **Experimental Evaluation of New Control Mechanism for Fluid Invasion into Fractured Reservoir Combining Polymers Crosslinking and Magnetic Field Application**

Alex Rodrigues de Andrade

Supervisors: Márcio Nele and José Carlos Pinto

This thesis proposal aims evaluating a new control mechanism for fluids invasion into reservoirs combining polymer solution with crosslink properties and magnetic particles. This type of fluid is also known as magnetoreological fluids (MRF). The principle of the loss of circulation control mechanism starts with the magnetic field actuation and ends after the polymers crosslinking process. While the mixture is kept under a magnetic field the loss of circulation is remaining controlled what it allows the polymer cure end. The MRF used as lost circulation materials (LCM) were prepared using commercial products and the performance tests were carried out by experimental apparatus building specifically to simulate the loss of circulation process through fractures (tubing) under magnetic field application. Magneto rheology tests were performed with a magnetic cell homemade, which was adapted on AR-G2 rheometer from TA Instruments. Fluid displacement tests were designed to evaluate the pressure drop while the MRF is flowing under different flow rates and magnetic fields. The results showed that the MRF under magnetic field action showed a significant rise in the values of yield stress. The test results of magneto rheology evaluation have generated a two parameter empirical model, which can be applied to produce MRF able to control fluid loss through reservoir fractures. The extension of the proposed study will be important to generate a new concept and strategy for loss of circulation control.

Rio de Janeiro

2019



## SUMÁRIO

<b>1. Introdução</b> .....	20
<b>2. Justificativa</b> .....	22
<b>3. Objetivos</b> .....	23
<b>4. Revisão Bibliográfica</b> .....	24
<b>4.1. Definição e Classificação de Perda de Circulação</b> .....	24
<b>4.1.1. Principais Causas</b> .....	25
<b>4.1.1.1. Fraturas Naturais</b> .....	26
<b>4.1.1.2. Vugs e Formações Cavernosas</b> .....	27
<b>4.1.1.3. Fraturas Induzidas e Estabilidade de Poço</b> .....	29
<b>4.1.1.4. Formações Inconsolidadas</b> .....	33
<b>4.1.2. Métodos Experimentais para Avaliação de Perda de Circulação</b> .....	34
<b>4.1.3. Métodos de Controle e Prevenção de Perda de Circulação</b> .....	38
<b>4.2. Controle de perda de circulação</b> .....	39
<b>4.2.1. Controle dos parâmetros reológicos</b> .....	39
<b>4.2.2. Materiais de Combate a Perda de Circulação</b> .....	40
<b>4.3. Fluidos Magnéticos e Polímeros Magnéticos Aplicados a Indústria de Petróleo</b> .....	44
<b>4.4. Metodologia para Modificação da Superfície das Partículas de Ferro</b> .....	54
<b>5. Materiais e Métodos</b> .....	60
<b>5.1. Lista de Polímeros, Surfactantes e Demais Reagentes</b> .....	60
<b>5.2. Lista de Equipamentos</b> .....	61
<b>5.3. Metodologia</b> .....	62
<b>5.4. Caracterização das Partículas Magnéticas</b> .....	63
<b>5.4.1. Separação das Partículas da Tinta Magnética</b> .....	63
<b>5.4.2. Caracterização das Partículas Magnéticas Utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</b> .....	64
<b>5.4.3. Caracterização das Partículas Magnéticas Utilizando Difração de Raios X (DRX)</b> 65	
<b>5.4.4. Caracterização da Distribuição de Tamanhos de Partículas via Zetasizer (espalhamento dinâmico de luz)</b> .....	65
<b>5.4.5. Caracterização do Tamanho Médio de Partículas via Turbiscan (espalhamento de luz)</b> .....	65
<b>5.5. Produção dos Fluidos Magneto-Reológicos (FMR's)</b> .....	66
<b>5.5.1. Fluidos Produzidos na Etapa Exploratória de Desenvolvimento dos Aparatos Experimentais</b> .....	66

5.5.1.1.	Ensaio com Tinta Magnética.....	66
5.5.1.2.	Fluidos à Base de Óleo de Silicone.....	67
5.5.1.3.	Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos (FMR's aquosos) Produzidos com a Adição de Surfactantes e Glicerina na Composição.....	68
5.5.1.4.	Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos Produzidos com Diferentes Tipos de Polímeros e Tamanhos de Partículas.....	69
5.5.2.	Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos Produzidos para o Desenvolvimento do Modelo Empírico Proposto .....	70
5.6.	Ensaio Experimental Produzido para Avaliar o Controle de Perda de Circulação sob Ação de Campo Magnético .....	72
5.6.1.	Ensaio Estático de Força de Atração Magnética.....	73
5.6.2.	Ensaio Dinâmico de Força de Atração Magnética.....	76
5.6.2.1.	Ensaio para Medição de Força de Atração Magnética em Condições Dinâmicas e Ensaio de Estabilidade.....	76
5.6.2.2.	Metodologia Utilizada na Avaliação da Força de Atração Magnética em Relação à Força de Deslocamento dos Fluidos Magnéticos.....	77
5.6.3.	Ensaio Magneto-Reológico .....	80
5.6.3.1.	Célula Magneto-Reológica.....	80
5.6.3.2.	Metodologia Utilizada nos Ensaio Magneto-Reológico .....	81
5.7.	Avaliação Reocinética dos Fluidos Magneto-Reológicos Produzidos .....	82
5.7.1.	Avaliação Estática.....	82
5.7.2.	Avaliação Dinâmica .....	83
5.8.	Ensaio mecânicos utilizando os fluidos magneto-reológicos (FMR) após o processo de reticulação.....	84
6.	Resultados .....	87
6.1.	Caracterização das Partículas Magnéticas .....	88
6.2.	Etapa Exploratória de Ensaio para a Construção dos Aparatos Experimentais e Testes Utilizados. ....	99
6.2.1.	Construção, Desenvolvimento e Testes Utilizando os Ensaio de Deslocamento – Ensaio Dinâmico de Medição de Força de Atração Magnética.....	99
6.2.2.	Etapas de Construção e Resultados de Avaliação da Célula Magneto-Reológica.....	124
6.2.2.1.	Etapas de Construção da Célula Magneto-Reológica.....	125
6.2.2.2.	Resultados dos Ensaio de Magneto-Reologia. ....	132
6.2.2.3.	Resultados dos ensaio utilizando uma balança magnética – Ensaio estático de atração magnética. ....	142
6.3.	Resultados dos Ensaio com os Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos Produzidos para Desenvolvimento do Modelo Empírico Proposto Nesta Tese. ....	150

<b>6.3.1. Ensaios Estáticos de Atração Magnética com Diferentes Concentrações de Partículas Suspensas em uma Solução de PVA 8,5% (m/m) – Balança Magnética.....</b>	<b>150</b>
<b>6.3.2. Ensaios Dinâmico de Atração Magnética com Diferentes Concentrações de Partículas Suspensas em uma Solução de PVA 8,5% (m/m) – Ensaio de Deslocamento. ....</b>	<b>159</b>
<b>6.3.3. Avaliação dos Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos (FMR aquosos) que Foram Desenvolvidos para Obtenção de um Modelo Empírico.....</b>	<b>165</b>
<b>6.4. Resultados dos Ensaios Reocinéticos.....</b>	<b>175</b>
<b>6.4.1. Resultados dos Testes Estáticos .....</b>	<b>176</b>
<b>6.4.2. Resultados dos Testes Reocinéticos .....</b>	<b>178</b>
<b>6.5. Resultados dos Ensaios de Resistência Mecânicos .....</b>	<b>179</b>
<b>7. Conclusões .....</b>	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
<b>8. Sugestões Para Trabalhos Futuros.....</b>	<b>184</b>
<b>9. Referências Bibliográficas.....</b>	<b>185</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1:</b> Ilustração de uma fratura natural <sup>3</sup> .....	26
<b>Figura 2:</b> Apresentação de fraturas naturais presentes em rochas carbonáticas <sup>16</sup> .....	27
<b>Figura 3:</b> Ilustração de cavernas interconectadas e não conectadas <sup>3</sup> .....	27
<b>Figura 4:</b> Ilustração da coluna estratigráfica presente nos poços da Bacia de Santos.	28
<b>Figura 5:</b> Fotos de <i>vugs</i> presentes em afloramentos rochosos <sup>19</sup> .....	29
<b>Figura 6:</b> Avaliação da aparência do corpo de prova antes e depois de um teste de carga de pressão, <b>A</b> – antes do teste de com fluido, <b>B</b> – após o teste de com fluido (as setas em cor preta indicam microfaturas provocadas por interações rocha-fluido) <sup>25</sup> ..	31
<b>Figura 7:</b> Imagens da mudança da estrutura do folhelho ao longo de 12 dias quando imerso em água <sup>27</sup> .....	32
<b>Figura 8:</b> Formação não consolidada com torta de filtração externa e interna. ....	33
<b>Figura 9:</b> Teste de perda de circulação com fraturamento da rocha <sup>28</sup> .....	34
<b>Figura 10:</b> Esquema proposto por <i>Lund</i> para avaliar produtos para controle de perda de circulação <sup>15,25</sup> .....	35
<b>Figura 11:</b> Esquema adaptado do simulador utilizado por <i>Calçada e colaboradores</i> <sup>29</sup> .....	36
<b>Figura 12:</b> Foto de um sistema de filtração utilizado em testes de perda de circulação. ....	37
<b>Figura 13:</b> Ilustração do equipamento PST e dos cupons utilizados nos testes.....	37
<b>Figura 14:</b> Topologias poliméricas mais comuns. A – Estrutura linear; B – Estrutura Ramificada, as setas vermelhas indicam as ramificações; C- Estrutura Reticulada, as setas vermelhas indicam as reticulações. ....	42
<b>Figura 15:</b> Comportamento do fluido magneto-reológico quando sob ação do campo magnético. ....	45
<b>Figura 16:</b> Comportamento da mistura de micro e nanopartículas magnéticas sob ação do campo magnético <sup>62</sup> .....	50
<b>Figura 17:</b> Esquema representativo das diferentes estruturas de polímeros magnéticos <sup>56</sup> .....	55
<b>Figura 18:</b> Esquema do processo de polimerização MMA. ....	56
<b>Figura 19:</b> Esquema do recobrimento da partícula de ferro com sílica. ....	57
<b>Figura 20:</b> Esquema da reação de funcionalização da superfície da partícula <sup>86</sup> .....	57
<b>Figura 21:</b> Esquema do processo de polimerização por suspensão baseado em <i>pickering</i> .....	58
<b>Figura 22:</b> Esquema de formação de hidrogéis.....	58
<b>Figura 23:</b> Organograma representando a metodologia proposta para desenvolvimento desta tese. ....	62
<b>Figura 24:</b> Porta amostra, sistema de destilação, aquecimento e condensação do Kit Retorta utilizados para separação dos sólidos da tinta magnética. ....	64
<b>Figura 25:</b> Ensaios experimentais para avaliar o controle de perda de circulação com aplicação de campo magnético.....	72
<b>Figura 26:</b> Aparato experimental para medição de força de atração magnética – interação entre a partícula e o meio de dispersão.....	74
<b>Figura 27:</b> Gancho utilizado para regular a distância do porta-amostra até a fonte magnética. ....	75
<b>Figura 28:</b> Esquema da unidade experimental do ensaio de deslocamento.....	76
<b>Figura 29:</b> Ímãs de neodímio utilizados para os ensaios de deslocamento. ....	78

<b>Figura 30:</b> Posições onde o campo magnético foi verificado dentro do tubo de silicone.	79
<b>Figura 31:</b> Acessórios principais que compõem a célula magneto-reológica	80
<b>Figura 32:</b> Sistema utilizado nos ensaios de reologia com campo magnético.	81
<b>Figura 33:</b> Banho termostático utilizado nos testes.	83
<b>Figura 34:</b> Imagem da geometria Vane e do copo ranhurado utilizados nos ensaios de reticulação.	84
<b>Figura 35:</b> Processo de fabricação dos corpos de prova para ensaio mecânico: a) Mistura do fluido com o agente de reticulação; b) acondicionamento do fluido no molde; c) prensagem do molde.	85
<b>Figura 36:</b> Equipamento utilizado nos testes de tensão (EMIC DL-2000).	86
<b>Figura 37:</b> Difratoograma das partículas magnéticas. a) partícula CIP OM; b) Partículas CIP HQ; c) Partículas da tinta magnética.	90
<b>Figura 38:</b> Micrografias das partículas de CIP HQ com identificação de tamanho, aumento de 4300 vezes.	91
<b>Figura 39:</b> Micrografias das partículas de CIP OM com identificação de tamanho, aumento de 4300 vezes.	91
<b>Figura 40:</b> Micrografias das partículas de TM com identificação de tamanho, aumento de 4300 vezes.	92
<b>Figura 41:</b> Análise elementar via MEV-EDS: a) partícula CIP HQ; b) partícula CIP OM e c) partículas de TM.	93
<b>Figura 42:</b> Distribuição de diâmetros de partículas das amostras CIP OM e HQ estimadas com as imagens obtidas via MEV e tratadas com o software imageJ: a) Distribuição de diâmetros, b) Estimativa da distribuição acumulada de diâmetros de partículas.	95
<b>Figura 43:</b> Distribuição de diâmetros de partículas das amostras CIP OM e HQ estimadas com as imagens obtidas via MEV e tratadas com o software imageJ: a) Distribuição de diâmetros, b) Estimativa da distribuição acumulada de diâmetros de partículas.	96
<b>Figura 44:</b> Teste da seringa preliminar.	100
<b>Figura 45:</b> Teste de alcance do campo magnético.	100
<b>Figura 46:</b> Adaptação do experimento com a inserção de um manômetro.	101
<b>Figura 47:</b> Ilustração das dimensões avaliadas no problema de escoamento do FMR utilizado no combate a perda de circulação.	102
<b>Figura 48:</b> Teste da seringa com diâmetro de capilar diferente.	105
<b>Figura 49:</b> Testes de deslocamento com diferentes ímãs.	106
<b>Figura 50:</b> Diferencial de pressão em função da vazão para diferentes áreas de contato fluido/campo magnético (0,450T).	107
<b>Figura 51:</b> Mudança de pressão em função da variação de vazão e módulo do campo magnético aplicado ao escoamento.	108
<b>Figura 52:</b> Valores de viscosidade da tinta magnética sob ação do campo magnético calculados através da equação de Poiseuille.	109
<b>Figura 53:</b> Curvas de viscosidade em função da vazão para a tinta magnética sob efeito de diferentes campos magnéticos. a) Curvas de viscosidade obtidas com contato tubo/ímã de 10mm; b) Curvas de viscosidade obtidas com contato tubo/ímã de 20mm.	110
<b>Figura 54:</b> Esquema do perfil de velocidades dos fluidos com e sem efeito do campo magnético.	112

<b>Figura 55:</b> Comparação entre os valores de tensão limite de escoamento em função da extensão do contato fluido/campo magnético com ajuste dos dados experimentais utilizando os modelos de <i>Bingham</i> , <i>Herschel-Bulkley</i> e <i>Casson</i> .....	114
<b>Figura 56:</b> Comparação de $\pi_3$ sob três intensidades de campo magnético para as diferentes vazões. ....	115
<b>Figura 57:</b> Comparação do comportamento dos fluidos sob ação de um campo magnético utilizando os números adimensionais.....	116
<b>Figura 58:</b> Variação do percentual de sedimentação das partículas OM e HS dispersas nos fluidos produzidos com e sem ácido esteárico. a) percentual de sedimentação para as partículas OM; b) percentual de sedimentação para as partículas HS.....	118
<b>Figura 59:</b> Velocidade de sedimentação das partículas OM e HS nos fluidos produzidos com e sem ácido esteárico.....	119
<b>Figura 60:</b> Resultados de viscosidade em função da vazão para os fluidos OMAE e OM sob efeito de campo magnético de 0,450T comparados com os valores obtidos sem a ação do campo magnético.....	120
<b>Figura 61:</b> Resultados de tensão limite de escoamento obtidos para os fluidos produzidos com e sem ácido esteárico sob campo magnético de 0,450T e influência de uma superfície de contato de 20mm. ....	122
<b>Figura 62:</b> Valores de $\pi_3$ em função da vazão para os fluidos avaliados com contato fluido/campo magnético de 20mm e diferentes intensidades de campo magnético. ...	123
<b>Figura 63:</b> Resultados de viscosidade em função da vazão para os fluidos produzidos com e sem ácido esteárico sob efeito de campo magnético de 0,450T.....	124
<b>Figura 64:</b> a) Célula magnética de menor escala, construída para os ensaios preliminares; b) placa de Celeron utilizada para isolamento elétrico entre a bobina e o tampão de superfície; c) tampão utilizado para fixar a placa de Celeron e colocar as amostras de MRF para os ensaios reológicos. ....	125
<b>Figura 65:</b> Esquema de controle de corrente que passa através da bobina responsável por gerar o campo magnético.....	126
<b>Figura 66:</b> Teste de avaliação da bobina .....	126
<b>Figura 67:</b> Fonte elétrica (a); núcleo (b); fonte magnética (c). ....	128
<b>Figura 68:</b> Monitoramento da temperatura de superfície da célula magnética.....	129
<b>Figura 69:</b> Comparação dos valores de campo magnético medidos com e sem núcleo de ferro.....	130
<b>Figura 70:</b> Comparação dos valores de campo magnético medidos aumentando a corrente elétrica e diminuindo. ....	131
<b>Figura 71:</b> Curva de tensão em função da taxa de cisalhamento para os fluidos avaliados sob diferentes intensidades de campo magnético. ....	133
<b>Figura 72:</b> Comparação dos resultados de tensão limite de escoamento obtidos nos ensaios de deslocamento (TD) e ensaios de magneto-reologia (MR) para a tinta magnética. ....	134
<b>Figura 73:</b> Estimativa de tensão limite de escoamento (TLE) para os fluidos MRF 1 e MRF 2.....	136
<b>Figura 74:</b> Comparação entre os valores de tensão limite de escoamento obtidos nos ensaios de deslocamento e magneto-reologia com aplicação de campo magnético na faixa de 800 a 1000Gauss. ....	137
<b>Figura 75:</b> Valores de tensão limite de escoamento estimados para os fluidos produzidos com diferentes cargas de glicerina e tipos de surfactantes testados sob efeito de campo magnético de 1165Gauss.....	139

<b>Figura 76:</b> Relação entre os valores de tensão limite de escoamento obtidas com aplicação de campo e sem a aplicação de campo para fluidos com diferentes cargas de glicerina e surfactantes. ....	140
<b>Figura 77:</b> Valores de tensão limite de escoamento obtidas para os ensaios sem aplicação de campo magnético.....	141
<b>Figura 78:</b> Força de atração magnética das amostras de partículas CIP OM e CIP HQ. ....	144
<b>Figura 79:</b> Avaliação da força de atração magnética das partículas CIP OM e CIP HQ puras e em diferentes meios de dispersão em função da variação do campo magnético. a) Resultados dos ensaios realizados com as partículas CIP HQ; b) Resultados dos ensaios realizados com as partículas CIP OM. ....	146
<b>Figura 80:</b> Diminuição percentual entre a força de atração das partículas puras (branco) comparados com as partículas em diferentes fases contínuas. ....	147
<b>Figura 81:</b> Avaliação da força de atração magnética das partículas CIP OM e CIP HQ puras e em diferentes meios de dispersão em função da distância da fonte magnética. a) Resultados dos ensaios realizados com as partículas CIP HQ; b) Resultados dos ensaios realizados com as partículas CIP OM. ....	149
<b>Figura 82:</b> Representação da variação da força de atração magnética em função da corrente e fração volumétrica de partículas magnéticas. a) Ensaios com as partículas CIP OM; b) Ensaios com as partículas CIP HQ. ....	151
<b>Figura 83:</b> Comparação entre a diferença de forças de atração magnética nos pontos de maior campo magnético para as dispersões de partículas OM e HQ. ....	152
<b>Figura 84:</b> Resultados de mudança da força magnética em função da variação da corrente elétrica. a) fluidos com 2,5% de partículas CIP OM; b) fluidos com 5,0% de partículas CIP OM; c) fluidos com 7,5% de partículas CIP OM. ....	154
<b>Figura 85:</b> Resultados de mudança da força magnética em função da variação da corrente elétrica. a) 2,5% de partículas CIP HQ; b) 5,0% de partículas CIP HQ; c) 7,5% de partículas CIP HQ. ....	155
<b>Figura 86:</b> Mudança de atração magnética em função do tempo para as diferentes partículas frações volumétricas avaliadas. ....	156
<b>Figura 87:</b> Estimativa da velocidade de sedimentação para as partículas CIP OM e HQ com diferentes frações volumétricas. ....	157
<b>Figura 88:</b> Curvas de viscosidade em função da vazão para os fluidos produzidos com 2,5% v/v de partículas CIP HQ e CIP OM comparando os valores obtidos sem campo magnético e sob efeito de campo magnético. ....	159
<b>Figura 89:</b> Curvas de viscosidade em função da vazão para os fluidos produzidos com 5,0% v/v de partículas CIP HQ e CIP OM comparando os valores obtidos sem campo magnético e sob efeito de campo magnético. ....	160
<b>Figura 90:</b> Curvas de viscosidade em função da vazão para os fluidos produzidos com 7,5% v/v de partículas CIP HQ e CIP OM comparando os valores obtidos sem campo magnético e sob efeito de campo magnético. ....	160
<b>Figura 91:</b> Viscosidade relativa para as diferentes frações volumétricas de partículas avaliadas. (ED=Ensaio de Deslocamento; EMR=Ensaio de Magneto-reologia). ....	161
<b>Figura 92:</b> Relação entre força magnética e viscosa para os fluidos produzidos com diferentes frações volumétricas de partículas sob efeito de campo magnético de 0,455T. a) fluidos com as partículas CIP OM; b) fluidos com as partículas CIP HQ...	162
<b>Figura 93:</b> Tensão limite de escoamento estimado com os dados experimentais. a) curvas de limite de escoamento em função do campo magnético para os fluidos	

produzidos com as partículas CIP HQ; b) curvas de limite de escoamento em função do campo magnético para os fluidos produzidos com as partículas CIP OM. ....	164
<b>Figura 94:</b> Curva de fluxo obtidas para os FMR produzidos com diferentes tamanhos médios de partícula e fração volumétrica sob 1165Gauss.....	166
<b>Figura 95:</b> Limite de escoamento estimado com o modelo de Bingham ajustados com os resultados experimentais de magneto-reologia obtidos com os FMR aquosos. a) FMR produzido com partículas com diâmetro médio de 2,65 $\mu$ m (CIP HQ); b) FMR produzido com partículas com diâmetro médio de 5,3 $\mu$ m (CIP OM). ....	167
<b>Figura 96:</b> Média percentual da diferença de valores de tensão limite de escoamento considerando as mudanças de campo magnético aplicado aos testes (Efeito do B) e diâmetro de partículas utilizados na produção dos fluidos (Efeito do D50). ....	168
<b>Figura 97:</b> Valores de limite de escoamento preditos versus observados – Valores observados gerados com o modelo reológico de <i>Bingham</i> .....	170
<b>Figura 98:</b> Valores de limite de escoamento preditos versus observados – Valores observados gerados com o modelo reológico de <i>Herschel-Bulkley</i> . ....	171
<b>Figura 99:</b> Valores de limite de escoamento preditos versus observados – Valores observados gerados com o modelo reológico de <i>Casson</i> .....	171
<b>Figura 100:</b> Perfil de invasão de fluido de perfuração em função do tamanho da abertura da fratura e limite de escoamento. ....	173
<b>Figura 101:</b> Efeito do limite de escoamento no volume total de fluido de perfuração invadido.....	174
<b>Figura 102:</b> Reação descontrolada do FMR com o persulfato de potássio. ....	176
<b>Figura 103:</b> Teste de escoamento e reticulação. a) FMR escoando dentro do béquer sem a ação do campo magnético; b) Interrupção do escoamento do FMR após a aplicação do campo magnético; c) FMR reticulado após ser submetido a 80°C durante 30 minutos; d) Massa reticulada de FMR fora do béquer.....	177
<b>Figura 104:</b> Resultados de todos os ensaios reocinéticos utilizando o FMR com 15% de partículas magnéticas CIP OM suspensas em solução de 8,5% em massa de PVA. ....	179
<b>Figura 105:</b> Dados de tensão de ruptura sob tração para os fluidos a base PVA com diferentes frações volumétricas de partículas. ....	180



## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1:</b> Classificação de perdas de circulação de acordo com a severidade <sup>14</sup> .....	25
<b>Tabela 2:</b> Descrição dos tipos de fraturas e suas principais origens <sup>15</sup> .....	26
<b>Tabela 3:</b> Apresentação dos métodos de controle e prevenção utilizados para cada cenário de perda de circulação <sup>31,32, 33</sup> .....	39
<b>Tabela 4:</b> Diferença entre ferrofluido e fluido magneto-reológico <sup>56,53</sup> .....	46
<b>Tabela 5:</b> Modelos reológicos utilizados para avaliar os dados experimentais utilizando os FMR <sup>65, 66, 67, 68, 69</sup> .....	48
<b>Tabela 6:</b> Modelos reológicos utilizados na avaliação dos dados experimentais <sup>70, 71, 72</sup> .....	49
<b>Tabela 7:</b> Fluidos magneto-reológicos à base de óleo de silicone produzidos com e sem ácido esteárico .....	67
<b>Tabela 8:</b> Lista de FMR aquosos à base de PVA, produzidos com 10% v/v de partículas magnéticas, três concentrações diferentes de glicerol e dois tipos de surfactantes não iônicos diferentes. ....	68
<b>Tabela 9:</b> Formulações com diferentes polímeros.....	69
<b>Tabela 10:</b> <b>Matriz de testes realizada na célula magneto-reológica</b> .....	71
<b>Tabela 11:</b> Materiais utilizados nos ensaios estáticos de cinética de reticulação .....	82
<b>Tabela 12:</b> Informações de tamanho e composição química das partículas fornecidas pela BASF S.A. ....	89
<b>Tabela 13:</b> Informações sobre quantidade atômica dos elementos presentes em cada tipo de partícula .....	94
<b>Tabela 14:</b> Diâmetro médio de partículas encontrado por diferentes técnicas para as partículas CIP HQ, CIP OM e tinta magnética.....	97
<b>Tabela 15:</b> Valores de campo magnético lidas em função da posição do fluido no tubo em relação ao ímã, número de ímãs utilizados e intensidade de campo magnético gerada por cada ímã ou conjunto de ímãs.....	111
<b>Tabela 16:</b> Valores de tensão limite de escoamento obtidos com o ajuste dos dados experimentais do ensaio de deslocamento utilizando a tinta magnética.....	113
<b>Tabela 17:</b> Parâmetros reológicos e dados de correlação obtidos para o ajuste dos dados experimentais do ensaio reológico com o modelo da lei de potência.....	117
<b>Tabela 18:</b> Valores de tensão inicial de escoamento obtidas com o ajuste dos dados experimentais do ensaio de deslocamento utilizando os FMRs orgânicos.....	121
<b>Tabela 19:</b> Corrente elétrica versus campo magnético obtido com a célula magneto-reológica. ....	132
<b>Tabela 20:</b> Parâmetros reológicos estimados com os modelos de Bingham, Herschel Bulkley e Casson.....	133
<b>Tabela 21:</b> Valores de tensão limite de escoamento e índice de consistência estimados a partir dos resultados experimentais de magneto-reologia utilizando os FMRs orgânicos.....	136
<b>Tabela 22:</b> Parâmetros reológicos obtidos para as soluções poliméricas utilizadas como meios de dispersão para preparação dos fluidos magneto-reológicos.....	145
<b>Tabela 23:</b> Erro médio obtido nos experimentos de força de atração magnética. ....	147
<b>Tabela 24:</b> Valores dos dois parâmetros utilizados no modelo empírico proposto.....	170
<b>Tabela 25:</b> Dados utilizados para estimativa do volume total de fluido de perfuração invadido na fratura.....	172
<b>Tabela 26:</b> Composição possível de um FMR para obter a tensão limite de escoamento de 48Pa.....	175

<b>Tabela 27:</b> Avaliação da reação de reticulação do FMR com diferentes AR sob temperatura de 80°C.....	176
--	-----

## NOMENCLATURA

## LISTA DE VARIÁVEIS LATINAS

SÍMBOLO	DESCRIÇÃO	DIMENSÃO
$D_{50}$	Diâmetro médio de partículas	$L$
$D_i$	Diâmetro do ímã	$L$
$d_p$	Diâmetro de partícula	$L$
$D_t$	Diâmetro do tubo	$L$
$L_i$	Comprimento do ímã	$L$
$k_B$	Constante de Boltzmann	
$A$	Parâmetro de controle	$L^{1-m} \cdot (C \cdot T)^{-m}$
$B$	Campo magnético	$M \cdot (T \cdot C)^{-1}$
$C$	Fração volumétrica de partículas	
$d$	Diâmetro da partícula	$L$
$g$	Aceleração da gravidade	$L \cdot T^{-2}$
$H$	Campo magnético	$C \cdot (T \cdot L)^{-1}$
$i$	Corrente elétrica	
$L$	Comprimento do tubo	$L$
$m$	Índice de comportamento do campo magnético	
$P_{\text{fluido}}$	Pressão do fluido no poço	$M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}$
$P_{\text{fratura}}$	Pressão de fratura	$M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}$
$P_{\text{poro}}$	Pressão de poros	$M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}$
$Q$	Vazão	
$R$	Raio do tubo	$L$
$r_{\text{max}}$	Raio de invasão	$L$
$r_w$	Raio do poço	$L$
$T$	Temperatura	$T$
$U$	Velocidade da partícula	$L \cdot T^{-1}$
$U_0$	Velocidade inicial da partícula	$L \cdot T^{-1}$
$V$	Velocidade	$L \cdot T^{-1}$
$V_m$	Velocidade Média	$L \cdot T^{-1}$
$a$	Raio da partícula	$L$
$dP$	Varição de pressão	$M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}$
$dr$	Varição de raio de invasão	$L$
$k$	Índice de consistência	$M \cdot L^{-1} \cdot T^{-n}$

$n$	Índice de comportamento	
$w$	Abertura da fratura	$L$

## LISTA DE VARIÁVEIS GREGAS

SÍMBOLO	DESCRIÇÃO	DIMENSÃO
$\pi_3$	Relação adimensional	
$\eta_p$	Viscosidade Plástica	$M.L^{-1}.T^{-1}$
$\dot{\gamma}$	Taxa de cisalhamento	$T^{-1}$
$\eta_0$	Viscosidade aparente	$M.(L.T)^{-1}$
$\eta_L$	Viscosidade do líquido	$M.(L.T)^{-1}$
$\mu_0$	Permeabilidade magnética no vácuo	$C.L^2.T^{-1}$
$\mu_{cr}$	Permeabilidade magnética relativa da fase contínua	
$\mu_f$	Permeabilidade magnética relativa do fluido	
$\mu_p$	Permeabilidade magnética relativa da partícula	
$\mu_r$	Permeabilidade magnética relativa das suspensões	
$\pi_1$	Relação adimensional	
$\pi_2$	Relação adimensional	
$\pi_3$	Relação adimensional	
$\pi_R$	Relação adimensional	
$\rho_L$	Densidade do líquido	$M.L^{-3}$
$\rho_S$	Densidade do sólido	$M.L^{-3}$
$\tau_0(B)$	Tensão em função do campo magnético	$M.L^{-1}.T^{-2}$
$\tau_y$	Tensão limite de escoamento	$M.L^{-1}.T^{-2}$
$v$	Velocidade de escoamento	$L.T^{-1}$
$\beta$	Fator de acoplamento	
$\phi$	Fração volumétrica	

## LISTA DE ABREVIações, ÍNDICES E MODIFICADORES LATINOS

SÍMBOLO	DESCRIÇÃO	DIMENSÃO
CIP HQ	<i>Carbonyl Iron Powder HQ</i>	
CIP HS	<i>Carbonyl Iron Powder HS</i>	
CIP OM	<i>Carbonyl Iron Powder OM</i>	
Cr	Acetato de Cromo III	
DRX	Difração de Raios-X	
EDS	<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i>	
FBA	Fluido Base Água	
FLU	Fluido	
GLU	Glutaraldeído	
Kpr	Persulfato de Potássio	
LCM	<i>Lost Circulation Material</i>	
MEV	Microscopia de Varredura Eletrônica	
MPD	<i>Managed Pressure Drilling</i>	
MRF	<i>Magnetorheological Fluids</i>	
MRF	Fluidos Magneto-Reológicos	
OBM	<i>Oil Based Mud</i>	
PAM	Poliacrilamida	
PST	<i>Production Screen Tester</i>	
PVA	Poli vinil Alcól	
SP	Solução polimérica	
TLE	Tensão Limite de Escoamento	
TM	Tinta Magnética	
XG	Goma Xantana	

## 1. Introdução

A perda de circulação tem sido um problema na perfuração de poços de petróleo desde os primórdios desta atividade sendo este considerado um problema tão antigo quanto à própria arte de construção de poços<sup>1,2</sup>. A perda de circulação continua sendo atualmente um dos maiores problemas operacionais no mundo liderando o ranking entre os maiores colaboradores para a existência tempo não produtivo (*Non Productive Time – NPT*) em operações de construção de poços.

Em grande parte dos casos, o problema de perda de circulação advém de três causas principais: Natural; fraturas induzidas e interação rocha-fluido<sup>3,4, 5 e 6</sup>.

As perdas naturais ocorrem durante a perfuração de formações altamente permeáveis, regiões naturalmente fraturadas, vugulares e cavernas. Já as perdas em fraturas mecanicamente induzidas ocorrem quando há a falhas em manobras durante a perfuração e erros de projeto do poço. Já a perfuração de rochas reativas usando fluidos inadequados para a atividade provoca a desestabilização das rochas levando a problemas de perda de circulação.

Dependendo do motivo que leva a perda de circulação, os procedimentos de controle envolvem a redução da densidade dos fluidos utilizados na perfuração minimizando a pressão hidrostática<sup>3</sup>, que em alguns casos pode agir mitigando a perda. Em geral, este mecanismo de controle é realizado imediatamente após ser constatado que está ocorrendo perda. Outro mecanismo de controle de perda de circulação é feito por meio da adição de sistemas particulados e/ou polímeros reticulados (“cross-linked polymers”) que atuam selando a parede do poço diretamente ou formando um gel reticulado que atua controlando a invasão de fluido para dentro da formação<sup>7</sup>. Estes produtos utilizados no controle da perda de fluido são chamados de materiais de combate a perda (“*Lost Circulation Materials*” que deriva da sigla em inglês LCM)<sup>7</sup>. O controle de perdas de fluido por perda de circulação ou infiltração requer o projeto adequado dos LCM, que por sua vez depende diretamente do conhecimento de propriedades da rocha importantes tais como: tamanho da fratura, distribuição de tamanho de poros e garganta de poros<sup>8</sup>. A utilização de LCM é programada em função do nível de perda esperado e podem ser classificados como: Infiltração (10barris/hora); parcial (10-50barris/hora); severa (maior que 50barris/hora) e total (sem retorno)<sup>9</sup>.

O objetivo desta tese é apresentar uma avaliação experimental de um novo mecanismo para o controle de perda de circulação aplicável, principalmente, para os cenários de perda classificados como severa. O mecanismo baseia-se na utilização de

um LCM com propriedades magnéticas, que também pode ser descrito como um fluido magneto-reológico (FMR), formulado com uma mistura de partículas magnéticas e polímeros capazes de formar um aglomerado físico reticulado. A ação dos fluidos produzidos com as partículas magnéticas é selar a perda instantaneamente, logo após a aplicação de um campo magnético. Já os polímeros formadores de ligações cruzadas agirão como agentes de selamento secundário, pois necessitam de tempo para formar uma estrutura rígida e reticulada. Desta forma, a aplicação de um campo magnético se dá em tempo suficiente para que ocorra a reticulação dos polímeros e não ocorra perda de circulação durante a aplicação do novo sistema de controle. Testes para avaliar a ação do campo magnético nas propriedades reológicas dos fluidos produzidos foram realizados utilizando uma célula magneto-reológica fabricada em laboratório. As propriedades dos fluidos sob ação de diferentes níveis de campo magnético foram avaliadas. Mudanças na composição dos FMR foram avaliadas para entender como a fração volumétrica de partículas (C), tamanho médio de partícula ( $D_{50}$ ) e magnitude do campo magnético (H) aplicado afetam as propriedades reológicas do fluido, principalmente a tensão limite de escoamento (TLE). Os valores de TLE junto com os dados de C, H e  $D_{50}$  foram combinados para dar origem a um modelo empírico de dois parâmetros utilizado para otimizar a formulação de fluidos magneto-reológicos em função da TLE necessária a mitigar a perda de circulação em fraturas. Os resultados apresentaram-se promissores e uma avaliação detalhada pode ser encontrada nos capítulos subsequentes.

## 2. Justificativa

Os reservatórios de óleo do pré-sal da costa brasileira são, provavelmente, a mais importante descoberta no Brasil, com volume recuperável de aproximadamente 5 a 8 bilhões de barris de óleo<sup>10</sup>. Os custos envolvidos nas operações de construção de poços no cenário do pré-sal da Bacia de Santos são muito elevados, podendo atingir cifras de muitos milhões de dólares. Em geral, os poços são verticais e os reservatórios são compostos de rochas carbonáticas de origem microbiana com alto grau de dureza. Tendo como base o pré-sal, logo após a perfuração do trecho de sal, compacto e com quase permeabilidade zero, e no início da perfuração do trecho do carbonato, micro fraturado e acumulando óleo e gás, há uma diminuição da pressão de poros. Esse fenômeno é conhecido como regressão de geo-pressões e são uma das causas de perdas de circulação. Atualmente, um terço dos poços perfurados no cenário do pré-sal tem problemas de perda de circulação, de acordo com dados de poços exploratórios perfurados pela Petrobras nos últimos anos<sup>11</sup>.

Perda de circulação é um problema grave na indústria de óleo e gás, requerendo atualmente estudos focados na busca por soluções que possam ajudar a mitigar estes problemas.

As soluções empregadas para perfuração de poços com problemas de perda de circulação são demasiadamente caras e muitas vezes não são efetivas no primeiro tratamento do problema. O deslocamento de fluidos a base de polímeros que formam uma massa reticulada, muito utilizados como LCM, são efetivamente aplicáveis a cenários onde não há perda severa. Sistema de fluido magnético foram testados no controle da perda de circulação em zonas altamente permeáveis por Zitha e Wessel<sup>12</sup>, porém em escalas reduzidas.

A originalidade do tema proposto por este trabalho está relacionada com a demonstração de como o controle da perda de circulação pode ser possível usando uma solução que parte da utilização de fluidos que sofrem ação imediata sob a ação de um campo magnético, promovendo assim o controle da perda de circulação. Trata-se de um mecanismo duplo em que no primeiro momento o campo magnético é mantido atuante, mantendo a perda controlada, e em paralelo ocorre a ação do agente de reticulação do polímero, fazendo com que após atingir o tempo de cura ocorra o selamento permanente da fratura e a perda de circulação permaneça controlada.



### 3. Objetivos

O objetivo geral foi apresentar uma avaliação experimental de um novo mecanismo de controle de perda de circulação utilizando formulações de fluidos magneto-reológicos (FMR) para combate à perda (*Lost Circulation Material* - LCM) que atua instantaneamente sob a ação de um campo magnético. Enquanto os FMR, que também contêm polímeros, estão retidos na posição da perda de circulação por efeito do campo magnético, reações cruzadas entre os polímeros acontecem até a total reticulação do FMR, promovendo assim o selamento efetivo da perda de circulação.

Os objetivos específicos foram:

- Avaliar a interação entre partículas magnéticas de diferentes tamanhos com meios de dispersão utilizados na produção dos fluidos magneto-reológicos testados nesta tese: FMR aquoso à base de solução polimérica e não aquoso, produzidos à base óleo de silicone.
- Avaliar como a introdução das partículas magnéticas mudam as propriedades mecânicas da massa reticulada dos Fluidos Magneto-Reológicos produzidos (FMR).
- Propor um modelo empírico a partir da otimização de dados experimentais de tensão inicial de escoamento avaliadas para fluidos magneto-reológicos produzidos com diferentes frações volumétricas de partículas, diâmetro de partículas, campo magnético aplicado.
- Apresentar um mecanismo instantâneo de combate à perda de circulação combinando campo magnético e reticulação de polímeros.

## 4. Revisão Bibliográfica

A revisão bibliográfica para esta proposta de tese irá apresentar resumidamente o que é perda de circulação, quais são as causas e em quais cenários este tipo de problema é mais incidente, os métodos experimentais utilizados para medir perda de circulação e quais são os mecanismos de controle e prevenção deste problema. Uma revisão sobre a aplicação de misturas poliméricas com propriedades magnéticas também será apresentada, assim como procedimentos de caracterização de partículas e polímeros, tipos de partículas e polímeros utilizados para compor tais sistemas e suas aplicações industriais.

### 4.1. Definição e Classificação de Perda de Circulação

Problemas de perda de circulação são importantes não só pelo custo associado à perda de fluido e ao tempo não produtivo perdido pelas sondas de perfuração (plataformas), mas também porque o reservatório pode ser severamente danificado se a perda de circulação ocorrer na região produtora. Neste último cenário, as reservas recuperáveis estimadas podem sofrer grandes alterações por causa do bloqueio dos canais porosos que leva à queda no índice de produtividade<sup>13</sup>.

Fluidos com viscosidade muito alta induzem a elevadas pressões de bombeio e conseqüente geração de fraturas. Interação da fase contínua do fluido de perfuração com a rocha perfurada também é um dos muitos motivos de geração de fraturas e desestabilização da parede do poço<sup>3</sup>. Muitos outros problemas decorrentes de falhas durante a execução do projeto de construção do poço podem resultar em perdas de fluidos por influxo para as rochas perfuradas muito maiores que simples infiltrações e por isso recebem o nome de perda de circulação.

Perda de circulação pode ser descrita como a interrupção total ou parcial da circulação de fluido no interior do poço durante as etapas de perfuração, cimentação, completação ou intervenção e ocorre devido a um alto grau de infiltração de fluido para a formação<sup>3</sup>.

Existem duas classes principais de perda de circulação, uma que ocorre de forma natural, ou seja, durante as operações de construção de poços em zonas muito poro-permeáveis, vulgares ou em falhas litológicas. E outra classe que ocorre de forma induzida, sendo provocadas por falha no projeto de poço ou na execução do projeto. A identificação da zona de perda e o mecanismo que causou o problema é de extrema importância para a elaboração de uma estratégia.

As perdas de circulação são geralmente classificadas de acordo com o grau de severidade, ou seja, em função da quantidade de fluido que está sendo perdida. Uma classificação da perda em função da severidade foi descrita por Nelson & Guillot e está apresentada na **Tabela 1**<sup>14</sup>.

**Tabela 1:** Classificação de perdas de circulação de acordo com a severidade<sup>14</sup>

Classificação de Perda	Severidade (bbl/hora)
Infiltração	< 10
Parcial	10 à 100
Severa	100 à 500
Total	Sem retorno de fluido

As perdas por infiltração são lentas e de pouco impacto na operação. Já as perdas parciais e severas, em que os volumes perdidos são maiores, o impacto na operação é grande, tornando-se necessário o tratamento imediato do problema. Nos casos de perda total, a severidade é tratada inicialmente da mesma forma que são tratadas as perdas severas, utilizando-se materiais de combate à perda convencionais (*Lost Circulation Materials* – LCM), e na maior parte dos casos progredindo para utilização de tampões de cimento.

#### 4.1.1. Principais Causas

Perda de circulação pode ocorrer durante qualquer operação que envolve o bombeamento de fluido no poço. Para que ocorra a perda de fluido, devem existir na rocha canais interconectados que permitam a invasão de fluido para o interior da formação<sup>4</sup>. Também é necessário que a pressão no interior do poço, exercida pela coluna de fluido, seja superior à pressão da formação. Zonas de perda de circulação normalmente podem ser identificadas pela verificação da perda de volume de fluido monitorada através do *trip tank* (tanque de fluido de perfuração posicionado na torre de perfuração para monitoramento de variações repentinas de volume de fluido no poço). Existem quatro principais tipos básicos de formações rochosas que apresentam problemas de perda de circulação, como exposto na **Tabela 2**.

**Tabela 2:** Descrição dos tipos de fraturas e suas principais origens<sup>15</sup>

Natureza da Perda	Descrição
Fraturas Naturais	Fraturas pré-existentes na formação, que são responsáveis pela invasão de fluido para dentro da formação.
Cavernas e Vugs	A rocha apresenta espaços vazios com vários tamanhos. Muito presente em rochas carbonáticas este tipo de formação é responsável por perdas severas e totais.
Fraturas Induzidas	Ocorre quando a pressão do poço excede a pressão limite de fratura da formação ou quando o fluido interage quimicamente com a formação.
Zonas Permeáveis	Ocorre tipicamente em formações inconsolidadas, com alta permeabilidade.

A seguir, serão apresentados separadamente cada um dos tipos de formações que levam à perda de circulação.

#### 4.1.1.1. Fraturas Naturais

As fraturas que ocorrem de forma natural podem estar presentes em qualquer tipo de rocha. A incidência deste tipo de fratura é identificada através da diminuição lenta do nível de fluido e, com a continuidade da operação de perfuração, mais fraturas são encontradas, tornando a perda de fluido maior. Este tipo de cenário pode levar a uma perda de circulação completa<sup>3</sup>. Uma ilustração de fratura natural é apresentada na **Figura 1**



**Figura 1:** Ilustração de uma fratura natural<sup>3</sup>.

Um exemplo de fraturas naturais em rocha carbonática pode ser observado na imagem apresentada a seguir, **Figura 2**.

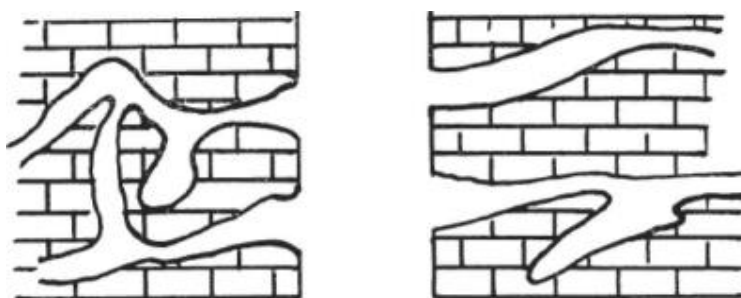


**Figura 2:** Apresentação de fraturas naturais presentes em rochas carbonáticas<sup>16</sup>.

Estes tipos de fraturas, presentes no reservatório, podem levar a danos severos à formação e à queda significativa do índice de produtividade de um poço.

#### 4.1.1.2. Vugs e Formações Cavernosas

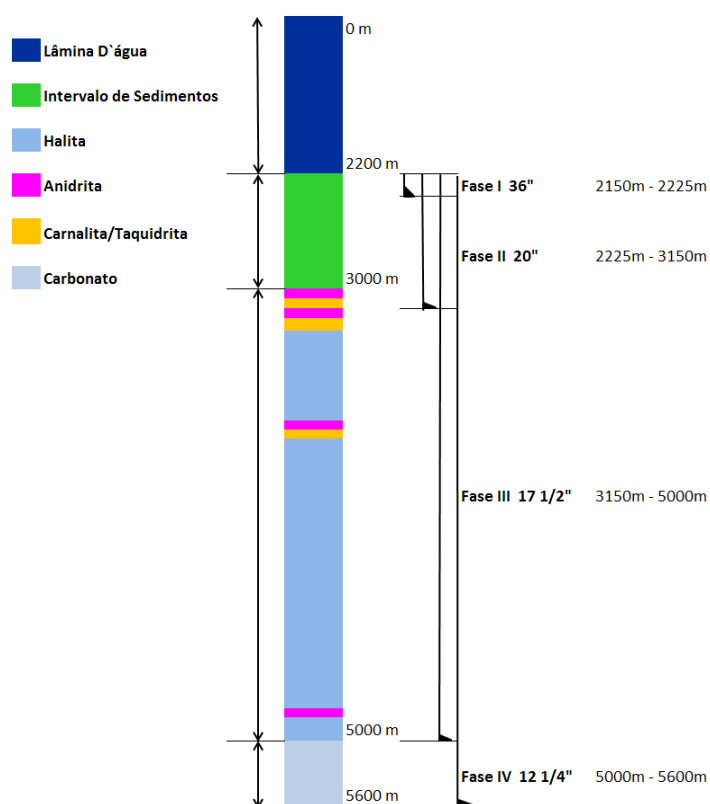
As formações cavernosas são geralmente encontradas em rochas calcárias. São identificadas quando durante a perfuração há uma súbita perda de fluido, geralmente de magnitude severa. Este tipo de zona de perda de circulação é facilmente identificado porque quando a rocha carbonática é encontrada, há uma diminuição da taxa de perfuração, devido à alta dureza e heterogeneidade, e logo em seguida a diminuição da taxa de perfuração iniciam-se os eventos perda de circulação. Uma ilustração deste tipo de formação encontra-se na **Figura 3**<sup>3</sup>.



**Figura 3:** Ilustração de cavernas interconectadas e não conectadas<sup>3</sup>.

Um dos motivos de ocorrência de grandes eventos de perda de circulação no pré-sal brasileiro é a existência deste tipo de formação na bacia. Previamente à zona do reservatório existe uma camada espessa de sal, praticamente impermeável, porém de fácil perfuração. Ao atingir a zona do reservatório, há instantaneamente uma queda na taxa de perfuração devido à diferença da natureza das rochas. Uma ilustração das

camadas litológicas típicas do pré-sal da bacia de Santos pode ser observada na **Figura 4**.



**Figura 4:** Ilustração da coluna estratigráfica presente nos poços da Bacia de Santos.

Os reservatórios do pré-sal da costa brasileira são compostos por um tipo específico de carbonatos denominados microbiólito, com alta heterogeneidade<sup>17</sup>, portador de óleo leve, com grau na faixa de 28-30° API, sob temperatura que varia de 60 a 70° C<sup>17</sup>. Em função da alta dureza das rochas carbonáticas, a média da taxa de perfuração praticada neste cenário está em torno de 1 a 2 m/h<sup>18</sup>. Além das cavernas, a rocha contém vugs (micro canais presentes em função da natureza da formação da rocha), que também são responsáveis por altas taxas de perda de fluido para o interior da formação. Fotos representativas de regiões vugulares obtidas de afloramentos rochosos podem ser observadas na **Figura 5**.



**Figura 5:** Fotos de *vugs* presentes em afloramentos rochosos<sup>19</sup>.

As fotos apresentadas na **Figura 5** foram retiradas de um afloramento e tem o objetivo de ilustrar como esse tipo de rocha é porosa e com potencial para perda de circulação.

#### 4.1.1.3. Fraturas Induzidas e Estabilidade de Poço

A manutenção correta da estabilidade do poço é um fator fundamental para melhorar a segurança e a eficiência da perfuração, minimizando o problema associado às operações de construção de poço e a produção. As avaliações de estabilidade do poço determinam em que condições irá ocorrer/iniciar uma falha na rocha em torno do poço. A chave no entendimento do problema é analisar que, quando um poço está sendo perfurado as tensões que deveriam ser absorvidas pela rocha removida são distribuídas pela parede do poço, ou seja, pelas rochas remanescentes. Como consequência, as rochas que formam as paredes do poço sofrem uma sobrecarga de tensões. Caso a rocha não tenha propriedades mecânicas adequadas para suportar as tensões, ocorre falha.

A pressão hidrostática exercida pelo fluido depende de sua massa específica. Os problemas de instabilidade de um poço de petróleo geralmente estão associados a<sup>20, 21</sup>:

- Desconhecimento das tensões *in situ* (diferentes camadas e tipos de rocha);
- Desconhecimento e variações das pressões de poros;
- Uso de massa específica do fluido de perfuração inadequada;
- Propriedades mecânicas das rochas;

- Direções e ângulo do poço;
- Efeitos térmicos;
- Anisotropia.

As pressões que levam a parede do poço à ruptura são pressão de colapso e pressão de fratura. Dentre os maiores problemas relacionados, podem ser citados dois<sup>22</sup>:

- (i) Colapso inferior: ocorre quando a parede do poço rompe por cisalhamento, ocasionado por uma tensão de compressão. A origem desta ruptura geralmente é o uso de uma massa específica do fluido de perfuração muito baixa, gerando uma pressão insuficiente para estabilizar as paredes do poço, provocando o estreitamento do poço com posterior desmoronamento das paredes. Neste caso pode ocorrer também influxo de petróleo/gás para dentro do poço (*kick*).
- (ii) Fraturamento superior: ruptura por tração, ocorre quando o valor da massa específica do fluido de perfuração é demasiadamente alto, gerando uma pressão tal que fratura a rocha e faz com que o fluido migre por entre estas fraturas, abrindo o poço. As situações descritas podem levar à perda do poço, que é uma consequência extremamente indesejável para as companhias de petróleo por gerar grandes prejuízos econômicos e em alguns casos sócio-ambientais<sup>20</sup>.

Além dos tipos de instabilidade geradas nas paredes do poço mencionadas anteriormente, Guenot (1987)<sup>23</sup> identificou dois novos tipos: alargamento do poço e estreitamento do poço. Entretanto, a forma mais comum de instabilidade do poço que é percebida na prática da engenharia de poço é o colapso inferior e o fraturamento superior<sup>22</sup>.

Do ponto de vista físico, a permeabilidade representa uma propriedade do meio poroso, muito dependente da sua geometria, que pode ser alterada de acordo com as mudanças no estado de tensões. A evolução da permeabilidade de uma rocha em função do estado de tensões pode ser dividida em três fases. Nas duas primeiras, a rocha permanece no regime elástico, e na terceira ocorrem também deformações plásticas (dano mecânico). A primeira fase é caracterizada pelo fechamento das fissuras preexistentes, provocando um pequeno decréscimo na permeabilidade.

Na segunda fase, as deformações elásticas dos poros e dos grãos são responsáveis pela diminuição da permeabilidade. Na terceira fase, o comportamento da permeabilidade pode ser de decréscimo ou acréscimo, dependendo do tipo de rocha.

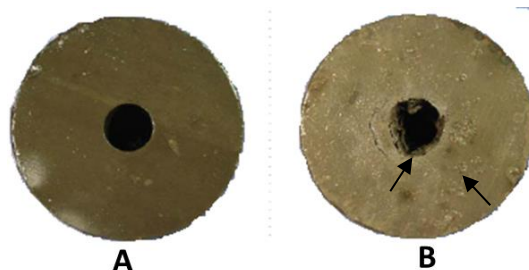


Em rochas granulares porosas, o dano mecânico provoca o movimento de grãos que se depositam nas gargantas dos poros, estreitando os canais de fluxo, o que diminui a permeabilidade<sup>24</sup>. Para rochas de baixa porosidade, ou mais precisamente baixa conectividade, qualquer fissura irá contribuir para o aumento da conectividade dos poros<sup>21</sup>. Os folhelhos são rochas que se enquadram na segunda categoria pois, mesmo apresentando porosidade, os poros são muito pequenos, resultando em permeabilidades muito baixas, variando de  $10^{-17} \text{ m}^2$  a  $10^{-22} \text{ m}^2$ , ordem de grandeza da permeabilidade de rochas ígneas.

Quando o poço é perfurado, as tensões de desvio crescem ao redor das suas paredes e, se for excedido o critério de ruptura da rocha, é desenvolvida uma região de formação plástica. Nesta região surgem microfissuras, alinhadas preferencialmente paralelas à tensão principal maior e perpendiculares à tensão principal menor<sup>21</sup>. As redes de microfissuras, juntamente com a expansão volumétrica do material, alteram significativamente a permeabilidade da rocha. Consequentemente, existirão regiões com permeabilidades distintas.

Na região plastificada, ao redor da parede do poço, a permeabilidade é elevada, enquanto que na região onde não ocorre dano mecânico, a permeabilidade permanece com o seu valor inicial<sup>24</sup>.

Islam e colaboradores<sup>25</sup> demonstraram, através de teste de laboratório utilizando corpos de prova compostos por rochas argilosas, os danos físicos provocados por imposição de pressões excessivas a formação.



**Figura 6:** Avaliação da aparência do corpo de prova antes e depois de um teste de carga de pressão, **A** – antes do teste de com fluido, **B** – após o teste de com fluido (as setas em cor preta indicam microfissuras provocadas por interações rocha-fluido)<sup>25</sup>.

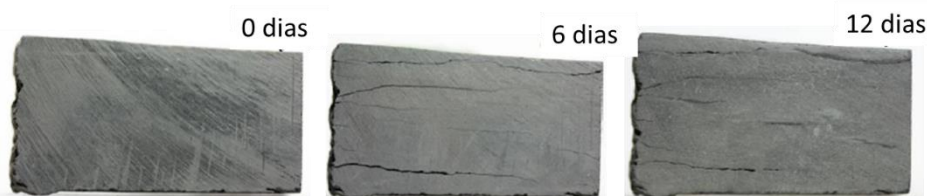
A imagem **A** da **Figura 6** foi obtida antes da amostra de rocha ser submetida às pressões de teste. Já a imagem **B** foi obtido posterior ao teste de pressão. Na imagem **B** as setas apontam as deformações que o corpo de prova sofre após contato com o

fluido. As microfissuras demonstradas também podem ser fruto de interações físico-química entre a rocha e os fluidos utilizados nas operações<sup>26</sup>.

A instabilidade mecânica ocorre logo nos primeiros metros em que a formação é perfurada, mas a instabilidade química é dependente do tempo. Isto ocorre porque as argilas estão sujeitas a sofrer alterações de resistência quando expostas a diferentes tipos de fluidos de perfuração. Em geral, os problemas de instabilidade provocados por interações químicas entre a argila e o fluido vêm acompanhados de problemas de instabilidade mecânica, o que pode elevar o nível de instabilidade a patamares de maior complexidade<sup>26</sup>. Um dos maiores obstáculos para manter a estabilidade de poço em formações de folhelho é minimizar a interação da água com a rocha. A água entra nos poros do folhelho, que tem dimensões variando entre 5 e 50 nanômetros<sup>26</sup>, induzindo assim fraturas e reduzindo a estabilidade do poço. Uma vez selados os poros e impedida a interação da água com o folhelho, a estabilidade é mantida.

Quando os fluidos base água são utilizados, os altos teores de sal presentes na formulação do fluido contribuem para diminuir a interação entre a fase contínua dos fluidos e a formação argilosas<sup>26</sup>. Produtos à base de amina também são usados para manter a estabilidade de formações sensíveis à presença de água. Levando em consideração formações não convencionais, onde existe um baixo grau de troca de cátions e os argilominerais que compõem a formação não sofrem alto grau de inchamento, uma nova abordagem geralmente é aplicada. Para este tipo de cenário, produtos contendo nano partículas são utilizados para manter a estabilidade da formação<sup>26</sup>.

Hoelscher e colaboradores<sup>27</sup> apresentaram alguns resultados experimentais utilizando folhelhos (formação Marcellus) preservados em parafina. As rochas foram submersas em água e solução de cloreto de sódio (109lb/bbl) sob temperatura de 150°F durante doze dias. Foram capturadas imagens do comportamento da rocha antes da imersão, após 6 dias e ao final de 12 dias. As imagens podem ser observadas na **Figura 7**

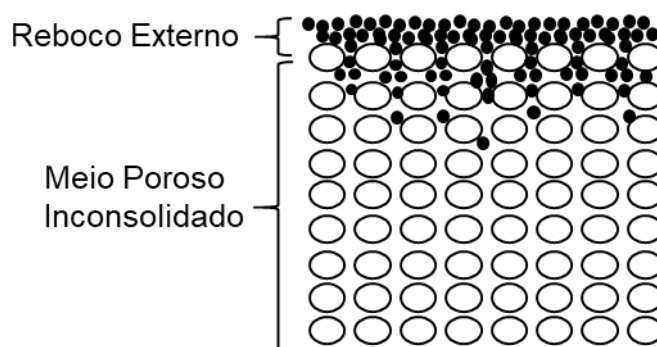


**Figura 7:** Imagens da mudança da estrutura do folhelho ao longo de 12 dias quando imerso em água<sup>27</sup>.

Segundo os autores o comportamento das rochas quando imersas em água e solução salina foi similar, após avaliar a dimensão das fraturas formadas ao longo de 12 dias. Além disso, as espessuras de fratura encontradas ficaram dentro do mesmo patamar na faixa de 5-45 $\mu\text{m}$ <sup>27</sup>. Os autores identificaram que as fraturas permaneceram sempre paralelas ao plano da base.

#### 4.1.1.4. Formações Inconsolidadas

As formações não consolidadas são formadas por rochas com baixo grau de cimentação entre os grãos e por isso são altamente permeáveis. A perfuração deste tipo de formação resulta em altos níveis de invasão de fluido de perfuração para a formação, com diminuição do nível de fluido no poço. Se a perfuração é continuada, pode haver uma perda completa de fluido de perfuração. Essas formações possuem permeabilidade na faixa de 10-100 Darcy. Muitas vezes, são compostas por areias e cascalhos e, portanto, devido à alta permeabilidade, são propensas a perdas de fluidos de magnitude severa. Uma ilustração de como podem ser estas formações está apresentada na **Figura 8**.



**Figura 8:** Formação não consolidada com torta de filtração externa e interna.

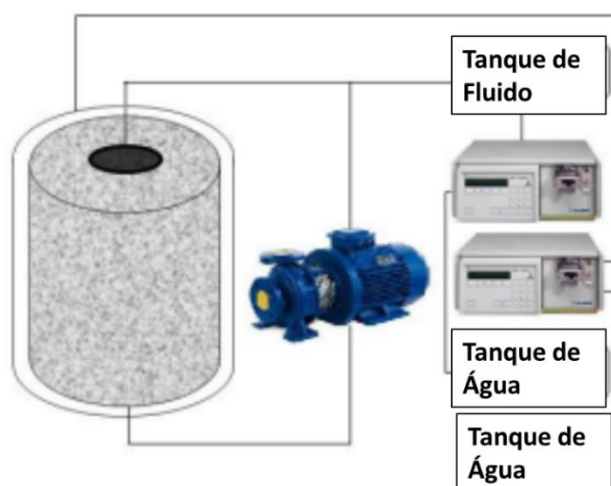
Os reservatórios inconsolidados são geralmente portadores de óleos pesados, que consistem de hidrocarbonetos que foram gerados em formações profundas, mas migraram para regiões mais rasas em que sofreram degradação por bactérias e intemperismo. O fato de estarem localizados em profundidades rasas resulta em uma série de dificuldades para a avaliação e produção neste tipo de reservatório. Geralmente, os aditivos para controle de perda de circulação são fabricados em formulações de fluidos à parte e reservados em tanques pequenos nas plataformas (*slug pits*) para serem utilizados quando há a incidência do problema<sup>4</sup>.

Os produtos de perda de circulação são utilizados como materiais de contingência neste âmbito. Na perfuração deste tipo de reservatório, os fluidos já devem ter em sua composição produtos de combate à perda. Este tipo de prática, além de levar ao controle de perda de circulação, minimiza as taxas de filtração e os riscos de prisão da coluna por diferencial de pressão.

#### 4.1.2. Métodos Experimentais para Avaliação de Perda de Circulação

Existem muitos experimentos e técnicas experimentais para avaliar aditivos usados no controle de perda de circulação<sup>15,28</sup>. Como não existem, até o momento, métodos aplicados à avaliação experimental de perda de circulação com controle de campo magnético, os experimentos apresentados nesta revisão não serão utilizados no processo de avaliação dos fluidos propostos, mas servirão de base para a construção dos aparatos experimentais desenhados especificamente para medir as características desses fluidos.

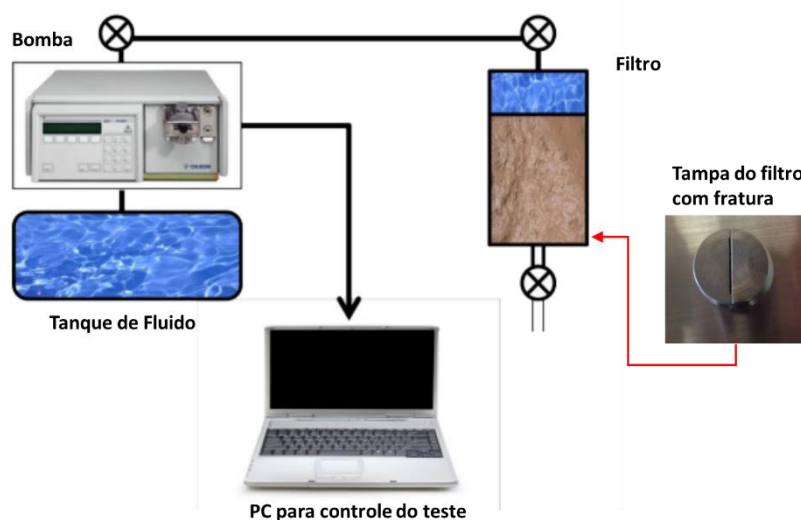
Toroqi<sup>28</sup> apresentou, em sua tese de doutorado, uma série de experimentos utilizados para modelar o comportamento mecânico de fraturas e avaliar produtos com capacidade de reforçar as paredes do poço. Em um destes experimentos, ele avalia o comportamento mecânico de cilindros de cimento saturados sob confinamento quando submetidos a estresse com fluidos compostos por materiais de reforço da formação. Uma ilustração do experimento realizado por Taroqi pode ser observado na **Figura 9**.



**Figura 9:** Teste de perda de circulação com fraturamento da rocha<sup>28</sup>.

O experimento de fraturamento inclui, basicamente, a circulação de um fluido de perfuração em um núcleo de concreto oco, seguido pelo isolamento do concreto pela injeção de água pela parte externa a parede do corpo de prova, mantendo um confinamento e sucessiva injeção de mais fluido de perfuração até que seja iniciada a fratura e que a mesma seja propagada. O experimento é monitorado por transdutores de pressão e as propriedades e aditivos adicionados ao fluido são conhecidos.

Lund<sup>15</sup> realizou experimentos de perda de circulação aproveitando um sistema de filtração na Univerisdade Stavanger, mesmo sistema utilizado em um dos experimentos de Toroqi, para avaliar fraturas em poços horizontais. Um esquema do experimento pode ser observado na **Figura 10**.



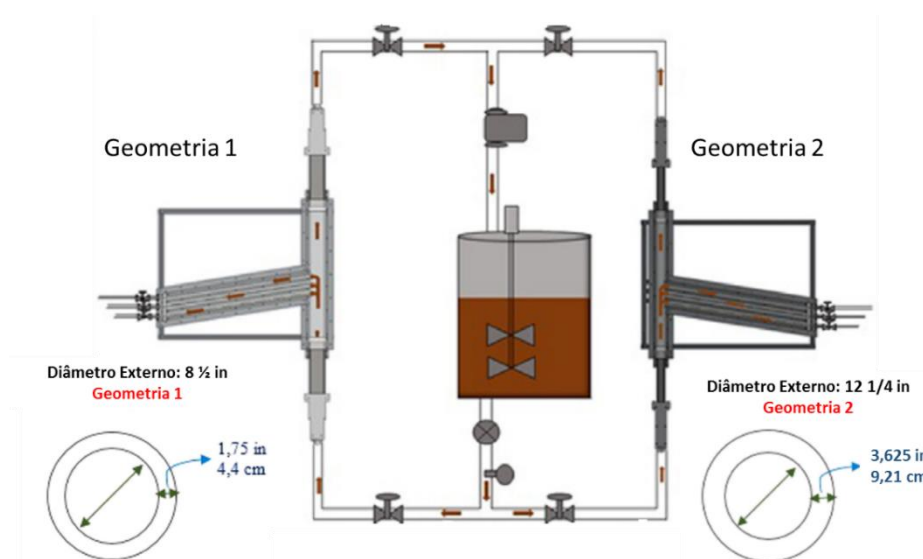
**Figura 10:** Esquema proposto por *Lund* para avaliar produtos para controle de perda de circulação<sup>15,25</sup>.

O sistema proposto por Lund é composto por um cilindro de aço (filtro). Na parte inferior deste cilindro é posicionada uma tampa com ranhuras de aço para simular fraturas. Os entalhes podem ser configurados para diferentes aberturas de fratura. As aberturas de fratura testadas pelo autor foram de 100, 250, 300, 400, 500 e 600 micrometros<sup>13</sup>. Ele testou quatro tipos de aditivos dispersos em fluidos não-aquosos: quartzo, feldspato, carbonato de cálcio e grafite. Este tipo de experimento avalia a capacidade de selamento da fratura e a resistência dos materiais utilizados no processo de vedação à absorção de pressão.

Calçada e colaboradores<sup>29</sup> realizaram teste em um simulador de perda de circulação que simula abertura de fraturas de 2, 5 e 10 mm de abertura. Um esquema

do formato do simulador pode ser observado na **Figura 11** adaptada do artigo publicado pelos autores.

O aparato permite o escoamento em linhas que simulam anular com 1,75 in (tubo de perfuração de 5 in e poço de 8,5 in) e anular com 3,625 in (tubo de perfuração de 5 in e poço com 12,25 in). Estes anulares consideram a possível geometria de um reservatório, praticadas nos projetos de poços dos reservatórios carbonáticos do pré-sal. Os autores testaram diferentes materiais de combate à perda e os resultados obtidos no circuito de teste foram promissores.



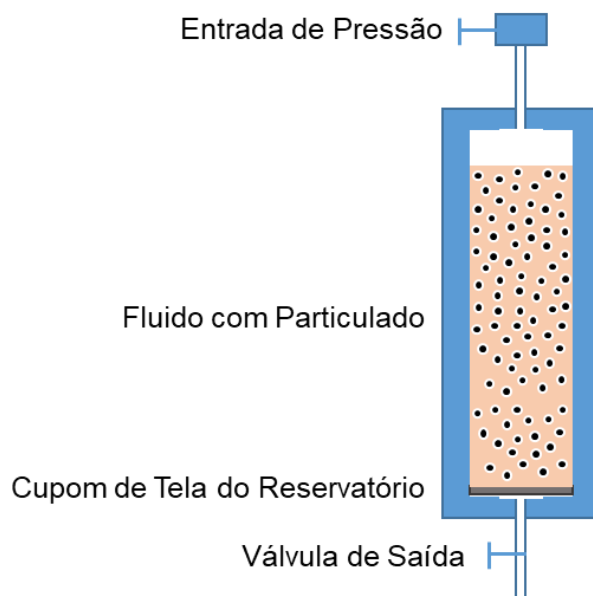
**Figura 11:** Esquema adaptado do simulador utilizado por Calçada e colaboradores<sup>29</sup>.

Células de filtração, projetadas para os testes com fluidos de perfuração sob condição de alta pressão e temperatura, também são utilizadas para realizar alguns testes de filtração com meios porosos sintéticos. Conforme ilustrado na **Figura 12**



**Figura 12:** Foto de um sistema de filtração utilizado em testes de perda de circulação.

Outro tipo de equipamento que permite a avaliação de materiais de combate à perda são os filtros para testes com cupons de telas usadas na completação de poços. As telas são responsáveis por conter fluxo de areia e materiais particulados que se desprendem da formação em direção ao poço. O teste utilizando esse filtro chama-se teste de produção através de telas (derivado do inglês - *Production Screen Tester* – PST). O filtro além de comportar um volume grande de fluido, aproximadamente 1200mL, permite a utilização de telas com aberturas que variam de 100 a 10000 micrometros. Uma ilustração do PST pode ser observada na **Figura 13**.



**Figura 13:** Ilustração do equipamento PST e dos cupons utilizados nos testes.

O objetivo do teste é avaliar se a tela pode ser descida no poço, quando o mesmo está totalmente preenchido com fluido de perfuração, sem que haja o bloqueio das ranhuras da tela. O fluido é condicionado e circulado no poço com retorno para a plataforma onde passa pelos equipamentos extratores de sólidos para minimizar o conteúdo de sólidos grosseiros dispersos. Dessa forma, o fluido é limpo o suficiente para não gerar bloqueio nas telas e impedimento do fluxo de produção. O teste consiste em preencher a célula do equipamento com 1000mL de fluido de perfuração, submeter o fluido no interior da célula a 30psi de pressão e, posteriormente, cronometrar o tempo de fluxo de cada fração de 500mL de fluido através da tela.

A seguir serão apresentados os mecanismos de controle e prevenção de perda de circulação.

#### **4.1.3. Métodos de Controle e Prevenção de Perda de Circulação**

Segundo Cook e colaboradores<sup>21</sup>, boas práticas de perfuração, seleção adequada do fluido de perfuração e utilização de materiais para reforço da formação são métodos preventivos à utilização de remediação com combate a perda de circulação.

Atualmente, existem muitos métodos de controle de perda de circulação. No entanto, para a utilização adequada de cada método, existem algumas preocupações que a serem consideradas. Especialmente, quando se executa a construção de um poço em uma região com possibilidade de perda de circulação, sobretudo em ambientes de águas profundas. São elas<sup>30</sup>.

- Zonas de baixa pressão de poros abaixo do zona de sal;
- Regiões de perda localizadas;
- Descida do revestimento, cimentação e perfuração com fluido sintético;
- Práticas de perfuração ruins, taxa de penetração excessivas, *surge* e *swab*;
- Baixo nível de limpeza de poço;
- *Ballooning*;
- Temperaturas baixas devido a altas lâminas d`água;
- Testes de sapata inadequados;
- Compressibilidade do fluido sintético;
- Controle de poço;
- Regiões vulgares.



Atualmente, existem métodos bastante promissores de construção de poços em cenários de perda de circulação. No entanto, estes métodos são muito caros, o que remete as operadoras a optar pelos métodos convencionais. Dependendo da causa de perda de circulação, os procedimentos de controle do problema envolvem a redução da pressão excessiva imposta pela hidrostática do fluido. Também podem ser utilizados tampões de fluido polimérico ou cimento, dependendo da severidade da perda. Uma lista abrangendo alguns métodos de prevenção de perda de circulação pode ser observada na **Tabela 3**.

**Tabela 3:** Apresentação dos métodos de controle e prevenção utilizados para cada cenário de perda de circulação<sup>31,32, 33</sup>

Classificação de Perda	Taxa de Perda Recorrente	Características Típicas da Formação	Métodos de Prevenção	Tipos de Materiais de Combate a Perda
Infiltração	< 10bb/hora	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Areia grossa;</li> <li>• Areia fina;</li> <li>• Arenitos (consolidados).</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Materiais de combate a perda (LCM) particulado;</li> <li>• Gerenciamento de pressões durante a perfuração (MPD);</li> <li>• Perfuração Revestida.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Material particulado.</li> </ul>
Parcial	10-50 bb/hora	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Areia não consolidada ou cascalho;</li> <li>• Pequenas fraturas naturais;</li> <li>• Pequenas fraturas induzidas.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Materiais de combate a perda (LCM) particulado;</li> <li>• Gerenciamento de pressões durante a perfuração (MPD);</li> <li>• Perfuração Revestida;</li> <li>• Sistema sólido expansível.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Material particulado;</li> <li>• Material fibroso.</li> </ul>
Severa	> 50 bb/hora	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Areia não consolidada ou cascalho;</li> <li>• Largas fraturas naturais;</li> <li>• Largas fraturas induzidas.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Gerenciamento de pressões durante a perfuração (MPD);</li> <li>• Perfuração Revestida;</li> <li>• Sistema sólido expansível.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Material particulado;</li> <li>• Material fibroso;</li> <li>• Géis poliméricos.</li> </ul>
Total	Sem retorno	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Formações cavernosas;</li> <li>• Largas e numerosas fraturas naturais e induzidas.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Gerenciamento de pressões durante a perfuração (MPD);</li> <li>• Perfuração Revestida;</li> <li>• Sistema sólido expansível.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Material particulado;</li> <li>• Material fibroso;</li> <li>• Géis poliméricos.</li> </ul>

Existem atualmente diversos produtos e técnicas de controle de perda de circulação e praticamente as principais delas baseiam-se nas técnicas listadas pela **Tabela 3**.

## 4.2. Controle de perda de circulação

### 4.2.1. Controle dos parâmetros reológicos

Pesquisadores vêm estudando como os parâmetros reológicos de fluidos de perfuração impactam a perda de circulação em fraturas<sup>34, 35, 36,37</sup>. A invasão de fluido de perfuração para o reservatório pode ser minimizada quando a tensão limite de escoamento (TLE) e a viscosidade plástica têm seus valores aumentados<sup>35</sup>. Os esforços

no sentido de monitorar e controlar a perda de circulação durante a perfuração de poços naturalmente fraturados vem sendo realizado pela indústria e diversos pesquisadores<sup>34,36</sup>. Atualmente, existem muitos modelos analíticos e numéricos desenvolvidos para avaliar invasão através de fraturas com diferentes dimensões de abertura, tais como o representado pela Equação 1<sup>34</sup>. Estes modelos matemáticos podem prover uma metodologia de projeto para definição de melhores sistemas de controle de perda e tampões de cimento capazes de minimizar a invasão de fluido e, de forma subsequente, os danos causados aos reservatórios<sup>36</sup>.

$$\frac{dP}{dr} = \frac{12\eta_p v}{w^2} + \frac{3\tau_y}{w} \quad \text{Eq.1}$$

Em que  $\tau_y$  e  $\eta_p$  são referentes à tensão limite de escoamento (TLE) e a viscosidade plástica, respectivamente<sup>34, 36</sup>. Para desenvolvimento deste modelo, foi assumida uma pressão positiva na direção do reservatório durante a perda de fluido. Por meio desse modelo, os autores apresentaram algumas diretrizes para a seleção de materiais de combate a perda de circulação na perfuração de reservatórios naturalmente fraturados.

#### 4.2.2. Fluidos e Materiais de Combate à Perda de Circulação

Muitos pesquisadores vêm estudando o problema de perda de circulação em centros de pesquisa ao redor do mundo com o objetivo de conseguir controlar de forma mais efetiva o referido problema<sup>38-44</sup>. Porém, existem muitos cenários desafiadores como, por exemplo, o pré-sal brasileiro, em que o problema persiste com grandes impactos financeiros. Segundo Abrams (1976)<sup>45</sup>, os materiais utilizados para combate à perda podem ser classificados como<sup>45</sup>:

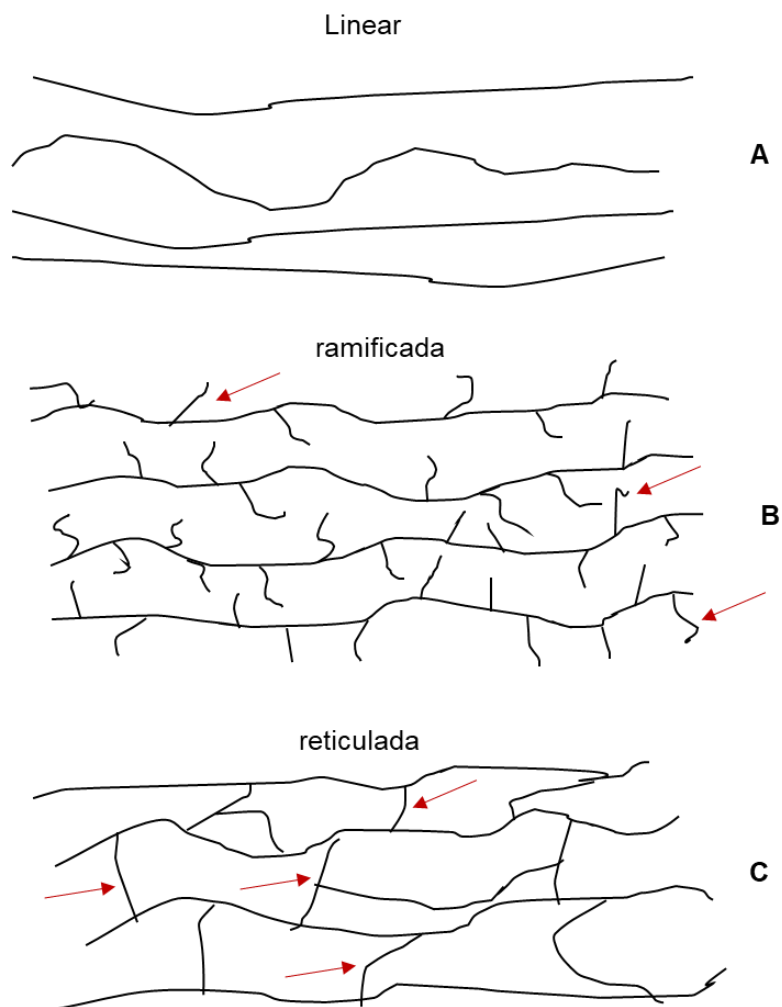
- Granular – Casca de nozes, partículas de argila expandidas, carbonato de cálcio. Estes materiais têm formato esférico característico e um grau de rigidez moderado. A eficiência destes produtos depende da distribuição de tamanho de poros da rocha assim como da distribuição de tamanhos de partículas do produto. Atualmente existem softwares que avaliam a melhor distribuição do tamanho de partículas necessárias ao selamento dos poros da formação. A maioria destes softwares baseiam-se na teoria de Abrams (1976)<sup>51</sup>.

- Laminar – Celofane desfiado, flocos de mica, laminados plásticos, aparas de madeira, carbonato de cálcio. Teoricamente estes materiais tem maior área de contato e são mais efetivos para selamento das fraturas/micro-fraturas.
- Fibroso – fibras de algodão, bagaço, pelo de porco, pneus de automóveis desfiados, fibras de madeira, serragem, papel. Estes materiais são pouco rígidos, porém bem eficientes no combate a perdas de circulação pequenas.

Outro tipo de aditivo comumente usados são pastas de cimento de diferentes densidades e natureza química.

Atualmente, existe uma grande variedade de fluidos compostos por materiais poliméricos aplicados à perda de circulação. A maioria desses materiais é formada por polímeros com capacidade de reticulação.

Falando especificamente sobre a estrutura final do polímero, podem ser lineares, ramificados ou reticulados. A **Figura 14** apresenta como, em geral, pode ser a disposição espacial das cadeias poliméricas e cada uma das estruturas mencionadas.



**Figura 14:** Topologias poliméricas mais comuns. A – Estrutura linear; B – Estrutura Ramificada, as setas vermelhas indicam as ramificações; C- Estrutura Reticulada, as setas vermelhas indicam as reticulações.

Nos polímeros reticulados (nome derivado da sigla em inglês *cross-linked polymers*) existem ligações químicas entre as cadeias dos polímeros, formando-se normalmente um polímero de alto peso molecular. Um dos parâmetros de controle de qualidade de um material polimérico é a sua massa molar. A massa molar relativa é função do número de unidades repetitivas que constituem o polímero. Assim, a massa molecular relativa de um polímero dependerá do seu grau de polimerização e da massa molecular relativa da unidade repetitiva.

Existe uma grande quantidade de polímeros que formam uma rede reticulada. Quando tais polímeros são capazes de absorver grandes quantidades de água sem se dissolver, eles são chamados de hidrogéis<sup>46, 47</sup>. Estruturalmente, são descritos como redes poliméricas ligadas covalentemente através de processos iniciados por fatores físicos, como radiação ionizante, ou químicos, como reações entre uma molécula

bifuncional e grupos pendentes e/ou insaturações no polímero. Diversos polímeros são capazes para formar hidrogéis, como os polissacarídeos, poliamidas e poliácidos<sup>48</sup>.

Um exemplo clássico de hidrogel é o poli(álcool vinílico). Este polímero forma redes interpenetrantes de cadeias hidrofílicas e hidrofóbicas que se conectam por ligações químicas e físicas. Essas ligações conferem estabilidade física às redes. Esses materiais apresentam a capacidade de inchar quando em meio aquoso, mantendo sua forma tridimensional, sem se dissolver<sup>48</sup>.

Uma vasta variedade de polímeros com capacidade de reticulação tem sido utilizada na indústria petrolífera para diferentes fins, incluindo isolamento de zonas produtoras de água e gás<sup>49, 50, 51</sup>, controle de perda de circulação, reparos de revestimento, modificação de permeabilidade relativa / redução da permeabilidade.

Kabir<sup>52</sup> listou os cinco sistemas de vedação química mais comuns utilizados hoje na indústria de petróleo, tais como: (1) resina, (2) sistemas de monômeros, (3) géis poliméricos, (4) biopolímeros e (5) géis inorgânicos.

Os polímeros reticulados têm sido utilizados para controle de perdas de circulação severas, uma vez que não são facilmente reversíveis<sup>41, 42, 43</sup>. Tal como referido por Nie e colaboradores.<sup>41</sup>, os polímeros reticuláveis usados não são facilmente diluídos por fluidos da formação por causa de suas elevadas viscosidade aparente e força de coesão. Lai e colaboradores.<sup>42</sup> melhorou o desempenho de polímero reticulado aplicados ao combate a perda de circulação usando uma combinação com materiais sólidos inorgânicos, portadores de boa estabilidade térmica e bom grau de rigidez, com uma distribuição de tamanho de sólidos bem definida e otimizada.

A reticulação pode ser efetuada através da aplicação de: calor, mecanicamente, através da exposição à radiação ionizante e não ionizante (tal como micro-ondas), através da exposição a agentes químicos ativos, ou qualquer combinação dos mesmos. À medida que a extensão da reticulação aumenta, há um rápido aumento da viscosidade e o material torna-se viscoelástico. Neste ponto, o sistema está "gelificado" <sup>44</sup>.

A lista de polímeros reticulados industrialmente importantes é constituída de: resina fenólica e amino fenólica, resina alquílica, poliésteres insaturados, resinas epóxi, dióxido de silício, siloxanos, isocianatos, copolímeros acrílicos, hidrocarbonetos insaturados e saturados, hidrocarbonetos contendo halogênio e isômeros<sup>50</sup>. A modificação na estrutura destes polímeros através da exposição a campos magnéticos (ou outros estímulos externos) continua na mesma vanguarda de muitas áreas de modificação de polímeros.

Geralmente, os fluidos de perfuração utilizados na construção do trecho do reservatório são constituídos basicamente por polímeros biodegradáveis

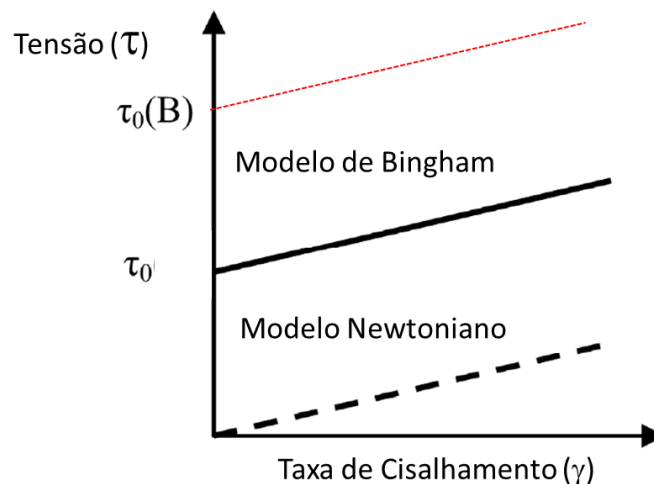
(viscosificantes e agente selante), carbonato de cálcio e alguns outros aditivos. Os aditivos são projetados de forma a evitar o bloqueio do fluxo de produção de forma irreversível e manter a integridade do poço durante a etapa de construção. Tendo em vista que o alvo deste trabalho é avaliar um novo aditivo para controle de perda de circulação, ensaios de avaliação de dano à formação deverão ser executados.

### **4.3. Fluidos Magnéticos e Polímeros Magnéticos Aplicados à Indústria de Petróleo**

Um ferrofluido é uma dispersão coloidal de partículas magnéticas de domínio único dispersa em um meio contínuo fluido. Essas partículas têm comumente diâmetros compreendidos entre 5 e 20nm e são compostas de um material magnético, magnetita ( $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ ) ou Cobalto-Ferrita ( $\text{CoO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ )<sup>53</sup>. As nanopartículas são mantidas dispersas em meio fluido com a ajuda de surfactantes/polímeros que mantêm as nanopartículas em suspensão.

Já os fluidos magneto-reológico (*MRFs*) são uma classe de materiais inteligentes, cujas propriedades reológicas variam consideravelmente na presença de um campo magnético externo. A viscosidade destes materiais pode aumentar significativamente, quando eles são expostos a um campo magnético.

Os FMRs são basicamente compostos por três partes principais: uma fase contínua, as partículas micrométricas magnetizáveis, aditivos e estabilizadores<sup>54</sup>. Quando um campo magnético externo é aplicado a um MRF, partículas magnetizáveis constroem uma estrutura em cadeia, na direção das linhas de campo magnético, e restringem o fluxo de fluido. Esse comportamento é reconhecido por um aumento repentino na viscosidade do fluido e da tensão limite de escoamento<sup>55</sup>. Um exemplo do processo pode ser observado na **Figura 15**.



**Figura 15:** Comportamento do fluido magneto-reológico quando sob ação do campo magnético.

Na **Figura 15**, a linha de cor preta (tracejada) representa um fluido que segue um padrão de comportamento de um fluido Newtoniano, já a linha de cor preta (contínua) representa o comportamento segundo o modelo de *Bingham*. A linha vermelha (pontilhada) representa um fluido que segue um padrão de comportamento específico sob a ação de um campo magnético. O termo  $\tau_0$  representa a tensão limite de escoamento, segundo o modelo de *Bingham*. Já o termo  $\tau_0(B)$  representa o valor de tensão limite de escoamento para um fluido sob influência de um campo magnético.

Philippova e colaboradores<sup>56</sup> apontam que o tamanho das partículas de óxido de ferro tem um papel essencial no comportamento das mesmas quando sob efeito de um campo magnético. As partículas de tamanho nanométrico apresentam estruturas de mono domínio, que incluem grupos de spins que apontam na mesma direção e agem cooperativamente. Por outro lado, as micropartículas exibem estrutura multidomínio, que geram encerramentos de fluxo magnético, tornando assim o comportamento de material não-magnético. Estas características distinguem as partículas magnéticas em dois tipos diferentes: superparamagnéticas e ferromagnéticas, e as dispersões formadas a partir deles são chamadas de ferrofluidos e fluidos magnetoreológicos (MRF), respectivamente, como resumido na **Tabela 4**.

**Tabela 4:** Diferença entre ferrofluido e fluido magneto-reológico<sup>56,53</sup>

<b>Propriedades/Tipo de Fluido</b>	<b>Ferro-Fluido</b>	<b>Fluido Magneto-reológico</b>
<b>Faixa de Tamanho de Partículas</b>	5-20 nm	0.1-25mm
<b>Área/Volume</b>	Amplo	Pequeno
<b>Resistência à sedimentação</b>	Alta	Baixa
<b>Comportamento magnético da partícula</b>	Superparamagnetica	Ferromagnetica
<b>Domínios das estruturas</b>	Domínio único	Multiplos domínios
<b>Magnetização remanescente (MR)</b>	Não possui	Possui
<b>Coercividade</b>	Muito pequena	Forte
<b>Resposta à magnetização</b>	Pequena	Forte

A alteração do tamanho de partícula determina as mudanças no número de domínios magnéticos e área específica das partículas (volume superficial). Já as mudanças das referidas propriedades impactam nas alterações de comportamento da partícula. As partículas menores, com tamanho de 5-20nm, são consideradas superparamagnéticas. Um entendimento melhor do fenômeno pode ser alcançado descrevendo primeiramente o comportamento dos materiais paramagnéticos. Materiais paramagnéticos são aqueles que, quando seus átomos possuem elétrons desemparelhados e, na presença de um campo magnético externos, produz seu próprio campo magnético, resultante do alinhamento dos dipolos elementares atômicos<sup>62</sup>. Após a remoção do campo magnético que está sendo aplicado estes materiais permanecem, por um determinado tempo, magnetizados. Ao contrário do que acontece com os materiais superparamagnéticos que, após a retirada da fonte magnética eles não permanecem magnetizados. Outra propriedade importante é a permeabilidade magnética, que é a relação entre o campo magnético do material, medido no interior do material, e o campo magnético do meio em que o material está inserido<sup>57, 58</sup>. Com a ideia de permeabilidade magnética definida fica mais fácil de entender o que são suscetibilidade e coercividade magnética.

A suscetibilidade magnética está intimamente associada à permeabilidade magnética, ou seja, quando o material está na presença de um campo magnético externo uma destas propriedades diz o quanto o material é permeável enquanto a outra diz o quanto ele é susceptível.<sup>58</sup> A coercividade está relacionada ao quanto um material resiste em manter seu campo magnético sob efeito de um campo desmagnetizante<sup>58</sup>. Quanto maior for a coercividade mais difícil será desmagnetizar o material. A



magnetização remanescente (MR) é magnetização deixado residual em um material ferromagnético magnetizado após a remoção do estímulo magnético. Assim, as aplicações de polímeros magnéticos mudam em relação às propriedades magnéticas, tamanho das partículas e matriz polimérica utilizada no encapsulamento ou preparo do meio de dispersão. Ferrofluidos (domínios individuais) são preferíveis para aplicações em que se faz necessário a propriedade de ligar e desligar o estado magnético após o uso, ou quando é desejável a perturbação mínima de tais partículas sobre o processo, ou quando a razão de superfície para volume tem que ser suficientemente grande. Por outro lado, fluidos magneto reológicos apresentam aplicabilidade maior quando a tensão limite de escoamento deve ser controlada com precisão, alterando a magnetização, ou quando é necessário que a resposta à magnetização seja forte <sup>57</sup>.

As respostas das propriedades reológicas de um FMR podem ser controladas com a aplicação de um campo magnético e com mudanças em sua formulação. Sob efeito de um campo magnético, a viscosidade e a tensão de escoamento aumentam instantaneamente devido ao alinhamento das partículas magnéticas na direção do campo<sup>56, 59</sup>. O efeito magneto reológico (EMR) sofrido pelos FMR é caracterizado pelo efeito reversível do aumento de viscosidade e tensão de escoamento sob a ação de um campo magnético, responsável pela formação de um alinhamento de partículas. Na presença do campo magnético, cada partícula metálica usada na preparação do FMR possui um dipolo que interage com o dipolo da partícula adjacente formado assim uma cadeia de partículas que forma uma estrutura resistente a uma tensão de cisalhamento e, conseqüentemente, com determinado grau de viscoelasticidade.

A estrutura de partículas formada cria uma resistência ao movimento do fluido e com isso um aumento da viscosidade/elasticidade da suspensão. A energia mecânica necessária para a ruptura dessa cadeia estruturada aumenta proporcionalmente ao aumento do campo magnético<sup>59</sup>. Quando a tensão de escoamento excede um determinado valor (tensão inicial de escoamento), as cadeias da estrutura se rompem e o fluido passa a escoar.

Nos estudos sobre magneto reologia, os valores de tensão inicial de escoamento em função do campo magnético aplicado variam entre 10 e 100kPa<sup>60</sup>. O conhecimento destes valores é crucial para aplicações industriais. Esses valores dependem da forma da partícula, da distribuição de tamanho de partículas<sup>59, 60, 61</sup>, da fração volumétrica e da intensidade do campo magnético aplicado<sup>59,62</sup>. Um dos maiores problemas associados às formulações de FMR está relacionado com a sedimentação das partículas de ferro.

No entanto, para obter maiores valores de tensão de escoamento é necessário utilizar partículas com maiores de diâmetro <sup>62,63,64,65</sup>.

López-López e colaboradores<sup>61</sup> investigaram o efeito da dispersão de partículas no comportamento dos fluidos magneto reológicos. Os autores utilizaram diferentes tipos de surfactantes e observaram que quanto melhor a dispersão de partículas na suspensão maiores as mudanças de viscosidade em função do campo magnético aplicado. Por outro lado, os autores verificaram que a qualidade da dispersão não tem muita influência nos valores de tensão inicial de escoamento medidos. Porém, também observaram que, na presença de um campo magnético, as mudanças de comportamento dos FMR de um estado líquido para um estado semisólido são mais rápidas quanto pior for o efeito da dispersão de partículas no FMR<sup>60</sup>.

Geralmente, os dados experimentais obtidos nos resultados de magneto reologia são ajustados utilizando modelos reológicos constitutivos, tais como os apresentados na **Tabela 5** <sup>65, 66, 67, 68, 69</sup>. Os modelos reológicos são utilizados para obter os valores de tensão inicial de escoamento, ajustando os resultados dos testes utilizando os FMR's, avaliando dados de tensão de escoamento em função da taxa de cisalhamento sob ação do campo magnético.

**Tabela 5:** Modelos reológicos utilizados para avaliar os dados experimentais utilizando os FMR <sup>65, 66, 67, 68, 69</sup>

Modelo Reológico	Equação
Bingham	$\tau = \tau_y + \eta_0 \dot{\gamma}$
Herschel–Bulkley	$\tau = \tau_y + \eta_0 \dot{\gamma}^n$
Casson	$\tau^{0,5} = \tau_y^{0,5} + (k\dot{\gamma})^{0,5}$

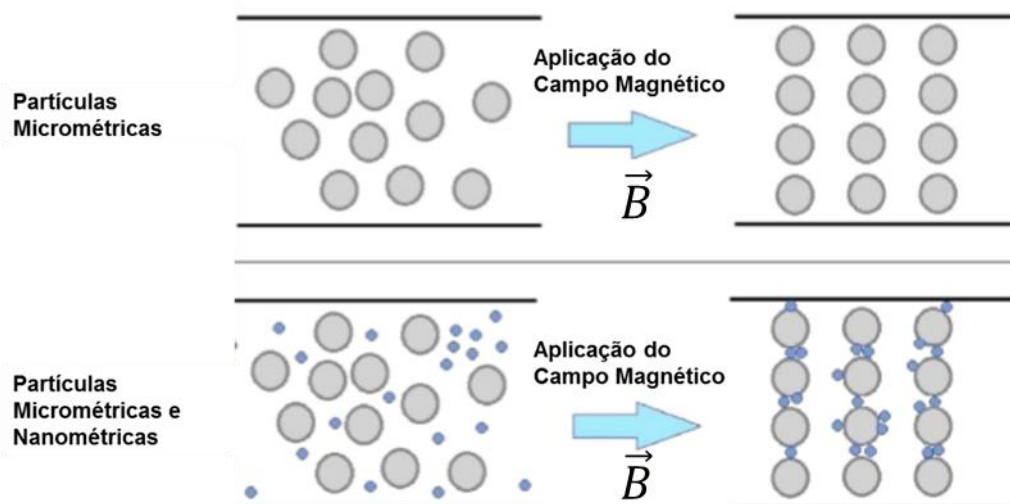
Em alguns casos, números adimensionais são utilizados para descrever o comportamento dos FMRs. Berli e Vicente<sup>70</sup>, por exemplo, propõem um modelo estrutural de estimativa de viscosidade baseado nos modelos de Bingham e Casson<sup>70, 71, 72</sup>. Os autores relatam que os adimensionais representados pelos números de Mason e Peclet podem ser utilizados para obter um modelo estrutural de viscosidade. Os números adimensionais mencionados estão apresentados na **Tabela 6**, a seguir.

**Tabela 6:** Modelos reológicos utilizados na avaliação dos dados experimentais<sup>70, 71, 72</sup>

Adimensionais	Equação
$\lambda$ Parâmetro	$\lambda = \frac{\pi\mu_0\mu_{cr}\beta^2 a^3 H^2}{2k_B T}$
Número de Mason	$Mn = \frac{8 \eta_c \dot{\gamma}}{\mu_0\mu_{cr}\beta^2 H^2}$
Número de Peclet	$Pe = \frac{6\pi\eta_c \dot{\gamma} a^3}{k_B T}$

A utilização de ferrofluidos de FMR vem sendo estudada para aplicações em poços de petróleo já há algum tempo. Estudos para melhorar a produção de óleo, facilitar o deslocamento de pasta de cimento e controle de produção de água e gás são destaques dos estudos utilizando estas tecnologias para poços de petróleo.

Alguns estudos indicam que quando nanopartículas são acrescentadas a uma formulação de FMR, elas preenchem os espaços vazios entre as micropartículas, formam cadeias mais regulares de partículas suspensas no fluido e aumentam consideravelmente a tensão de escoamento. Uma ilustração de como a mistura de micropartículas e nanopartículas magnéticas se organizam sob a ação de um campo magnético pode ser observada na **Figura 16**<sup>62</sup>.



**Figura 16:** Comportamento da mistura de micro e nanopartículas magnéticas sob ação do campo magnético<sup>62</sup>.

As partículas nanométricas formam uma ponte entre as partículas micrométricas. Park e colaboradores<sup>73</sup> estudaram o efeito da dispersão de nanopartículas em um MRF fabricado com micropartículas de magnetita (*Carbonyl Iron Powder* – CIP) em óleo lubrificante. Os resultados obtidos pelos autores demonstram que a adição de nanopartículas ao FMR promoveu um aumento pequeno na tensão de escoamento. Já Song e colaboradores<sup>74</sup>, após avaliarem o mesmo fluido, observaram que a adição de 1% em massa de nanopartículas ao FMR aumenta a estabilidade do fluido e as propriedades magneto reológicas.

No entanto, nem sempre a adição de nano partículas às formulações de *MRF's* aumentam as tensões de escoamento; em alguns casos, a tensão diminui.

Shimada e colaboradores<sup>75, 76</sup> investigaram o efeito da adição de nanopartículas de magnetita a um FMR. Eles notaram que quando utilizavam uma fração com volume constante de micropartículas (30% vol), a adição de nanopartículas (18-26% vol) a uma dada intensidade de campo (400 Gauss) e velocidade de cisalhamento ( $20s^{-1}$ ) reduzia consideravelmente a tensão de cisalhamento (25% aprox.). Eles observaram, ainda, que a adição de nanopartículas a um fluido magneto reológico até 40% em volume, sob intensidade de campo e velocidade constantes, aumenta a tensão de escoamento de forma significativa.

Existe uma equação que relacionada a mudança da permeabilidade magnética relativa das suspensões ( $\mu_r$ ) produzidas em função da fração volumétrica ( $\phi$ ) de partículas em suspensão chamada de equação de Maxwell-Garnett para partículas esféricas<sup>77</sup>.

$$\mu_r = \mu_f \frac{1+2\beta\phi}{1-\beta\phi} \quad \text{Eq. 2}$$

De acordo com Ghaffari e colaboradores (2015)<sup>72</sup>,  $\beta$  é uma relação entre a permeabilidade magnética relativa do meio de dispersão e da partícula, chamada de fator de contraste ou fator de acoplamento, e pode ser calculada pela equação 3.

$$\beta = \frac{\mu_p - \mu_f}{\mu_p + 2\mu_f} \quad \text{Eq. 3}$$

A permeabilidade magnética relativa da partícula é descrita por  $\mu_p$ , já a permeabilidade magnética relativa do meio de dispersão é descrita por  $\mu_f$ . Para partículas esféricas relativamente grandes, maiores que  $1\mu\text{m}$ , a permeabilidade magnética relativa da partícula é considerada muito maior que a do meio de dispersão. Por isso  $\beta$  é considerado igual a aproximadamente 1. Neste caso a permeabilidade magnética da suspensão também é considerada muito maior que a permeabilidade magnética do meio de dispersão. Desta forma a **Equação 2** fica com a seguinte descrição:

$$\mu_r = \frac{1+2\phi}{1-\phi} \quad \text{Eq. 4}$$

A maioria dos materiais inteligentes (*smart materials*) são de natureza polimérica ou tem polímeros como parte integrante de seus sistemas. Eles são materiais que respondem a estímulos aplicados externamente, como: elétrico, de

tensão/ deformação (incluindo pressão), magnético, térmico, luz, composição do solvente, etc. Um material inteligente não é inteligente só porque reage a estímulos externos, mas torna-se inteligente quando essa interação resulta em uma engenharia definida ou meta científica<sup>59</sup>. Entre os estímulos mencionados, o campo magnético tem a vantagem de controle sem contato<sup>62</sup>.

A indústria petrolífera vem aproveitando o desenvolvimento de polímeros com propriedades magnéticas para aplicações médicas e melhorando os materiais de engenharia e produtos para aplicação em diversos cenários na engenharia de petróleo, entre eles:

- Recuperação avançada de petróleo<sup>78</sup>;
- Melhoramento das propriedades do cimento<sup>78</sup>;
- Controle de produção de água<sup>51, 52</sup>;
- Controle da perda de circulação<sup>79, 80</sup>.

Essas aplicações vêm sendo desenvolvidas e uma das bases científicas para o desenvolvimento de novos materiais é a síntese de compósitos à base de nano e micropartículas magnéticas recobertas com materiais poliméricos, também chamados de polímeros magnéticos.

Polímeros magnéticos geralmente consistem em micropartículas ou nanopartículas magnéticas de metal, tais como: ferro, níquel, cobalto, ou óxidos de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), embebidas numa matriz polimérica. Entre essas partículas, óxidos de metal são as preferidas, porque eles são mais resistentes à oxidação. O encapsulamento de óxidos de ferro na matriz polimérica melhora suas propriedades. Também ajuda no aumento da capacidade de dispersão e da estabilidade química. Outra melhoria é a diminuição da toxicidade, além de prevenir a agregação das partículas, típico de micropartículas inorgânicas (ou nanopartículas).

Por vezes, estes materiais são designados como materiais compósitos poliméricos, dependendo do tamanho de partícula e dos métodos de síntese adotados para a produção. A motivação para utilizar estes polímeros magnéticos em diversas áreas da medicina e engenharia é que eles podem oferecer propriedades novas ou

melhorar inigualavelmente as propriedades dos materiais tradicionais. Desta forma, os polímeros magnéticos podem ser rotulados como materiais inteligentes, uma vez que combinam as características inerentes de ambos os componentes: partículas magnéticas e polímeros.

Philippova e Khokhlov<sup>59</sup> estudaram dois polímeros inteligentes projetados para dois problemas importantes na indústria de produção de óleo: o bloqueio do fluxo de água e o desenvolvimento de novos fluidos utilizados em fraturamento. Existem duas abordagens para o controle de produção de água - a mecânica e a química. A mecânica sugere o bloqueio de um aquífero com um plugue mecânico ou um acoplamento dresser (liner). No caso de produtos químicos, os materiais mais promissores para controlar o influxo de água são os chamados fluidos seletivos, que não têm necessidade de injeção, pois possuem a capacidade de formar uma camada de gel assim que entram em contato com o aquífero, evitando o deslocamento de água<sup>41</sup>.

Esses materiais inteligentes representam um avanço tecnológico em termos de operações em *upstream*, e evoluem em direção a uma era de grandes soluções e desafios. Sem dúvida, esta tecnologia inovadora é capaz de trazer soluções avançadas para a indústria de petróleo e gás, bem como trouxe avanços para a área médica.

Apesar de ser uma área em expansão, o objetivo deste trabalho não é sintetizar polímeros com propriedades magnéticas e sim avaliar o comportamento de uma mistura física de polímeros com capacidade de reticulação e partículas magnéticas no combate à perda de circulação. A seguir, será apresentada a metodologia empregada para alcançar os objetivos propostos. A seguir, será apresentada a metodologia empregada para alcançar os objetivos propostos.

#### 4.4. Metodologia para Modificação da Superfície das Partículas de Ferro

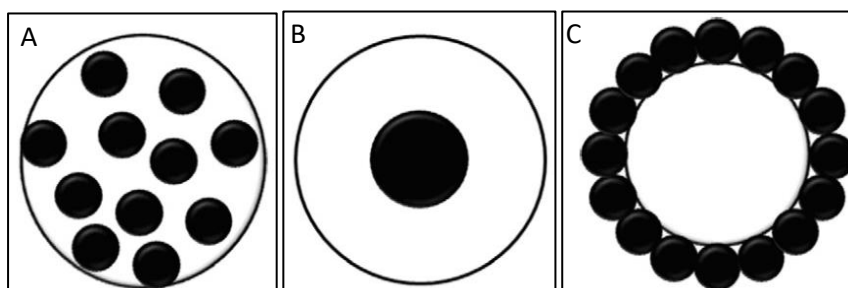
Recentemente, observa-se grande interesse no campo da magnetoreologia (MR) devido ao seu potencial em aplicações comerciais como amortecedores, componentes do motor e absorvedores de choque. Fluidos magneto reológicos, juntamente com seus análogos fluidos eletro reológicos são considerados materiais inteligentes pois, sob determinado campo, podem ser transformados do estado fluido para o estado sólido e vice-versa em milésimos de segundo, mostrando assim mudanças drásticas na propriedade reológica sob influência da aplicação de campo externo.<sup>81, 82</sup>

Os fluidos MRs são geralmente compostos por partículas magnetizáveis macias, baixa dureza, dispersos em uma solução. Na ausência de um campo magnético, as partículas magnetizáveis estão aleatoriamente distribuídas e o fluido MR se comporta de forma semelhante a um fluido newtoniano. Quando um campo magnético é imposto, a dispersão das partículas forma estruturas de cadeia que estão alinhadas com o campo em sua direção devido à interação dipolo-dipolo induzida. Quando a força de cisalhamento é aplicada na direção perpendicular ao campo magnético, a estrutura da cadeia é quebrada pela força de arraste hidrodinâmica.<sup>83, 84</sup>

Existem vários materiais magneto reológicos utilizados devido a sua rápida ação sob efeito de um campo magnético, dentre os quais se destacam o ferro carbonila (CI) e a magnetita.<sup>84</sup> O ferro carbonílico tem sido amplamente utilizado como uma partícula magnetizável para os fluidos magneto reológicos devido à sua propriedade magnética e disponibilidade. Entretanto, sua alta densidade causa problemas de agregação e sedimentação. Portanto, a fim de melhorar a estabilidade da dispersão e redispersão (após sedimentação devido à agregação), vários métodos são empregados, incluindo o processo de revestimento de partículas magnéticas com polímero e adição de surfactante para mudança de molhabilidade, relatados na literatura.

A síntese de esferas de polímero magnético pode ser realizada por três métodos. No primeiro, as partículas magnéticas são homoganeamente distribuídas na matriz polimérica (**Figura 17A**). O segundo método é baseado na formação de estrutura *core-shell* ou seja, casca núcleo (**Figura 17B**). Por fim, as partículas podem ser modificadas por emulsão por *pickering* (**Figura 17C**).<sup>56</sup>



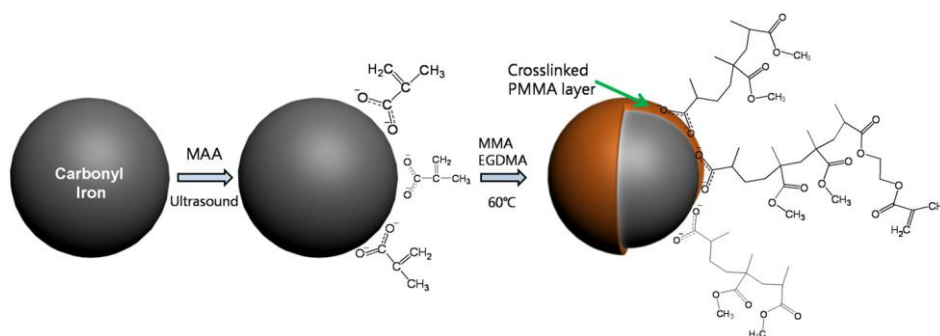


**Figura 17:** Esquema representativo das diferentes estruturas de polímeros magnéticos<sup>56</sup>.

Jiang (2008)<sup>82</sup> obteve elastômeros com propriedades magnéticas, pela adição de ferro carbonílico. Para que a mistura fosse estável, o autor estudou diferentes tipos de surfactantes para modificar a superfície da partícula de ferro, possibilitando assim uma melhor dispersão no elastômero.<sup>82</sup>

Outros problemas que podem ser solucionados pela modificação da superfície da partícula magnética são a lixiviação e oxidação. A solução encontrada nestes casos é o encapsulamento, pois este protege a partícula além de reduzir a densidade e melhorar a resistência química.

Park, em 2009<sup>85</sup>, estudou partículas híbridas de ferro carbonílico encapsuladas com o polimetil metacrilato (PMMA) na forma núcleo/casca, preparadas pelo método de polimerização por dispersão, no qual o PMMA foi reticulado usando etilenoglicol dimetacrilato (EGDMA) como agente reticulante durante a polimerização para aumentar a resistência química e dureza superficial. A superfície da microesfera foi tratada com ácido metacrílico utilizando o ultrassom, para facilitar a dispersão e melhorar a compatibilidade com monômero metil metacrilato, melhorando assim a reação de polimerização na superfície da partícula que ocorre via radicalar. O procedimento esquemático detalhado é ilustrado na **Figura 18**<sup>85</sup>.

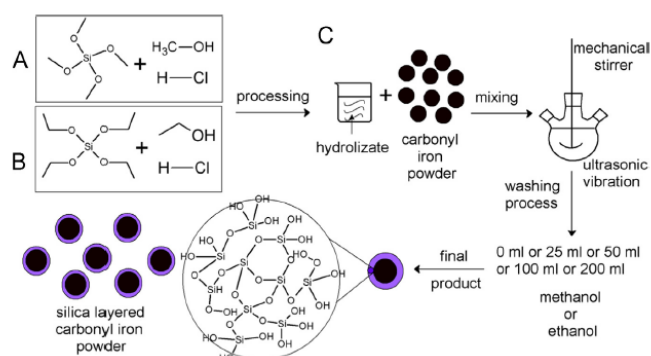


**Figura 18:** Esquema do processo de polimerização MMA.

O efeito magnético da partícula pode ser combinado com polímeros inteligentes que respondem a estímulos que alteram suas propriedades em diferentes ambientes, como pH, temperatura, força iônica, campo elétrico, etc. Rahman, em 2011<sup>86</sup>, recobriu a partícula magnética com polímero termossensível devido à possibilidade deste novo material ser usado na separação na área de biotecnologia. A partícula de ferro foi modificada por polimerização do estireno/divinilbenzeno via emulsão água em óleo. Após o processo de encapsulamento da partícula, a casca da mesma foi modificada com N-isopropilacrilamida para conferir ao material propriedades termossensíveis.<sup>86</sup>

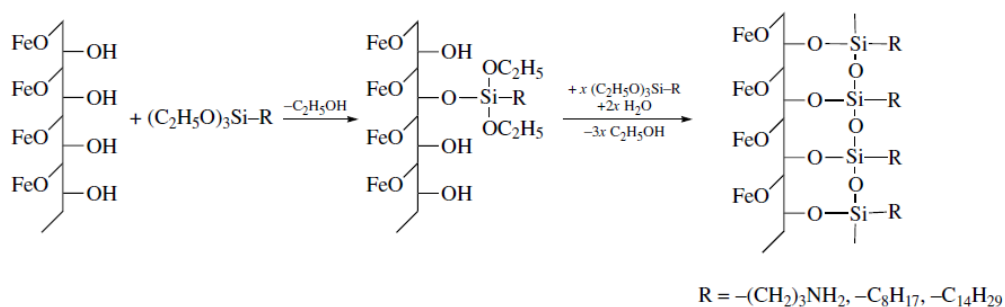
Partículas de ferro cobertas por sílica tem sido amplamente explorada para criar estruturas de casca com partículas magnéticas internas devido à superfície de ferro ter uma forte afinidade com a sílica. A literatura relata que o revestimento de sílica ajuda a evitar a aglomeração eletrostática, porque o ponto isoelétrico da sílica é atingido em pH 2–3. Além disso, as camadas de sílica amorfa têm muitas vantagens, fornecendo estabilidade térmica e mecânica às partículas de ferro, impedindo sua oxidação e por fim melhorando também sua adesão ao polímero.

Partícula de ferro carbonílico têm sido recobertas por sílica através da técnica sol-gel. Duas modificações diferentes foram estudadas por Malecki em 2015<sup>84</sup>: a primeira com tetraetoxissilano (TEOS) e a segunda com o precursor tetrametoxissilano (TMOS). A Figura 19 apresenta o esquema utilizado para recobrimento da partícula com sílica.<sup>84</sup>



**Figura 19:** Esquema do recobrimento da partícula de ferro com sílica.

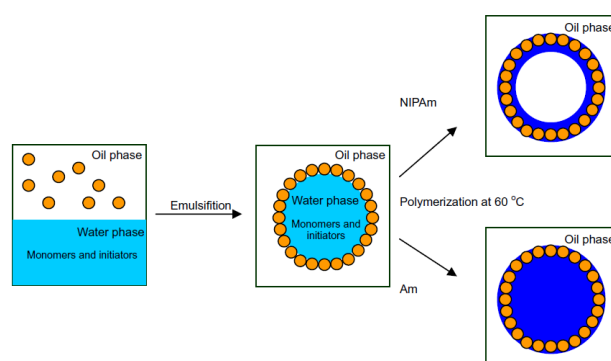
Ao invés de recobrir a superfície, como exposto anteriormente, ou adsorver um surfactante na superfície da partícula de ferro, Belyavskii e colaboradores<sup>87</sup> estudaram a modificação química da mesma. Em condições normais, a superfície da partícula de ferro é oxidada e uma fina camada de óxido é formada. A funcionalização da partícula ocorre pela reação do filme de óxido com organossilanos, fosfonato de alquila, entre outros. Com estas modificações, a partícula pode ter características hidrofílicas ou hidrofóbicas dependendo do modificador.<sup>86</sup>



**Figura 20:** Esquema da reação de funcionalização da superfície da partícula<sup>86</sup>.

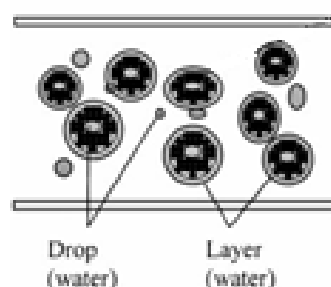
Recentemente, uma emulsão por *pickering* foi preparada via polimerização para fabricar partículas de polímero híbrido. Polimerização baseada em *pickering* de emulsão inclui polimerização em emulsão, polimerização em miniemulsão, polimerização em suspensão e polimerização por dispersão. Inicialmente, as partículas sólidas se auto organizam na interface líquido-líquido e atuam como estabilizadores eficazes durante o processo de polimerização. Após a conclusão da polimerização, as partículas são capturadas na superfície das esferas de polímero resultantes, onde eles podem ser mais

eficazes para aplicações subsequentes. Liu (2010)<sup>88</sup> utilizou N-isopropilamida para transformar partículas magnéticas, neste caso  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , em um material que, por estímulos externos, tem seu volume alterado. A metodologia empregada neste processo foi a emulsão por *pickering* que está representada na **Figura 21**. As partículas de ferro são dispersas, inicialmente, na fase óleo. Posteriormente, é preparada a emulsão inversa contendo a fase óleo com as partículas e a fase aquosa com o monômero. A polimerização na fase aquosa ocorre pelo aumento de temperatura.<sup>88</sup>



**Figura 21:** Esquema do processo de polimerização por suspensão baseado em *pickering*.

Park, em 2001<sup>89</sup>, preparou fluidos magnetoreológicos através de emulsão água em óleo. Neste caso, as partículas de ferro foram dispersas na fase aquosa contendo polímero e, posteriormente, adicionada à fase oleosa com surfactante de baixo HLB (balanço hidrofílico e lipofílico), formando assim uma emulsão inversa. O aumento de temperatura faz com que as gotas de água se transformem em hidrogéis, recobrando assim as partículas.<sup>89</sup>



**Figura 22:** Esquema de formação de hidrogéis.

A literatura reporta diferentes metodologias, como descrito anteriormente, para modificação da superfície da partícula. A escolha do procedimento empregado irá depender dos objetivos de cada projeto. Caso se deseje proteger a partícula contra oxidação, um simples recobrimento basta. No caso de uma posterior funcionalização da partícula, o recobrimento da superfície com polímero ou sílica é uma alternativa.

## 5. Materiais e Métodos

Neste capítulo, serão apresentados os materiais e metodologias utilizados para provar os conceitos e soluções propostos por esta tese. A seguir, será apresentada uma lista de polímeros, surfactantes e demais reagentes utilizados no desenvolvimento desta tese. As técnicas utilizadas para caracterização das partículas magnéticas também serão apresentadas, assim como as formulações de fluidos magneto-reológicos que foram produzidos e utilizados nos ensaios propostos neste trabalho. A metodologia de execução dos experimentos com a célula magnética, testes de perda de carga com campo magnético, ensaios para seleção dos agentes de reticulação, testes reocinéticos e mecânicos com o material reticulado também serão apresentados neste capítulo.

### 5.1. Lista de Polímeros, Surfactantes e Demais Reagentes

A seguir, é apresentada a lista de polímeros, surfactantes e outros reagentes utilizados no desenvolvimento desta tese.

- Ácido esteárico puro (origem vegetal) ( $C_{12}H_{24}O_2$ ): proveniente da VETEC Química Fina Ltda. com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- *Alcoflood*® 955: proveniente da BASF S.A. com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Antiespumante: proveniente da PRODUQUÍMICA Ind. e Com. S.A. com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Fluido de Silicone 200/350 Cst: proveniente da NEON Comercial Ltda. com grau de pureza P.A., usado como recebido.
- Glutaraldeído 40%: proveniente da PRODUQUÍMICA Ind. e Com. S.A. com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Glicerol ( $HOCH_2CH(OH)CH_2OH$ ): proveniente da TEDIA *Company*, com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Hidróxido de Acetato de Cromo ( $C_{14}H_{23}Cr_3O_{16}$ ): proveniente da SIGMA ALDRICH *Corporation* com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Inibidor de Corrosão: proveniente da AGENA Resina e Colas Ltda. com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Partícula de Ferro HQ: proveniente da BASF S.A. com grau de pureza comercial, usado como recebido.

- Partícula de Ferro HS: proveniente da BASF S.A. com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Partícula de Ferro OM: proveniente da BASF S.A. com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Poli (Álcool Vinílico) (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>n</sub>: proveniente da ISOFAR Indústria e Comércio de Produtos Químicos Ltda. com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Poli (Álcool Vinílico): proveniente da SIGMA ALDRICH *Corporation* com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Surfactante não iônico *Span*® 80: proveniente da SIGMA ALDRICH *Corporation* com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Goma Xantana: proveniente da *Kelzan* com grau de pureza comercial, usado como recebido.
- Surfactante hidrofílico *Tween* 80: proveniente da VETEC Química Fina Ltda. com grau de pureza comercial, usado como recebido.

## 5.2. Lista de Equipamentos

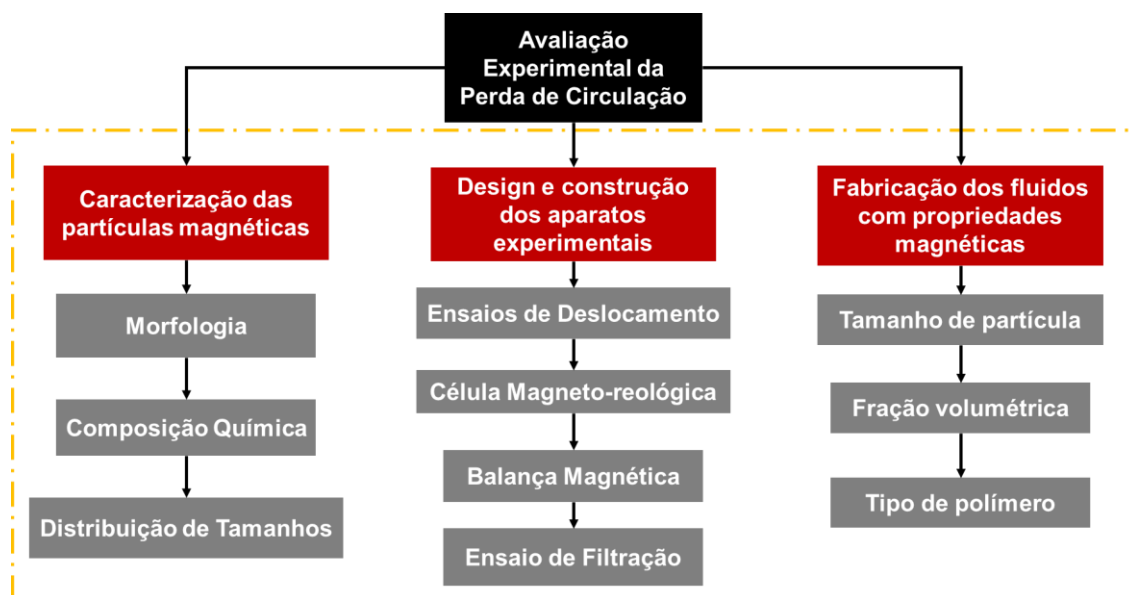
Nesta seção, é apresentada a lista de equipamentos utilizados no desenvolvimento desta tese, que segue adiante.

- Agitador magnético IKA, modelo C-MAG HS7.
- Agitador mecânico IKA, modelo RW20 digital.
- Agitador mecânico IKA, modelo WERKE.
- Balança Analítica Precisa, modelo XT220A.
- Balança semi-analítica Sartorius Cubis.
- Banho térmico convencional Biovera, modelo Julabo F25.
- Banho termostático Fluxo Tecnologia.
- Bomba Seringa Harvard Apparatus, modelo 22/2000.
- Difratorômetro de Raio-X Bruker, modelo D2 PHASER.
- Fonte DC Minipa, modelo MPL-1303M.
- Gaussímetro GlobalMag, modelo TLMP-HALL-01k.
- Kit Retorta 50mL OFITE.

- Máquina Ensaio Mecânico Universal EMIC, modelo DL2000.
- Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) Phenom, modelo ProX.
- Prensa Hidráulica EMIC, modelo DL2000.
- Reômetro TA *Instruments*, modelo AR G2.
- Reômetro TA *Instruments*, modelo Discovery HR-3.
- Turbiscan Dafratec, modelo Lab Expert.
- Viscosímetro Ofite, modelo 900.
- ZetaSizer Nano Malvern, modelo ZS.

### 5.3. Metodologia

A proposta de trabalho desta tese é apresentar um novo mecanismo de controle de perda de circulação. A organização das atividades de trabalho para cumprir com o proposto pode ser observada no organograma apresentado pela **Figura 23**.



**Figura 23:** Organograma representando a metodologia proposta para desenvolvimento desta tese.

Todos os ensaios destacados pelo retângulo marcado na **Figura 23** pela linha traço-ponto foram apresentados nos capítulos subsequentes, com exceção do ensaio de filtração que foi apresentado em um capítulo à parte. Devido a sua relevância para



este trabalho, os ensaios mecânicos e reocinéticos foram apresentados em capítulos separados.

#### **5.4. Caracterização das Partículas Magnéticas**

Alguns testes preliminares foram realizados utilizando uma tinta magnética. Essa tinta pode ser encontrada em lojas de tinta e geralmente é aplicada para produção de quadros magnéticos para fotos e recados. As partículas magnéticas presentes nessa tinta foram separadas e seu percentual determinado. Ensaios para identificar a forma, a distribuição de tamanho e a composição química foram realizados não somente nas partículas obtidas da tinta comercial como também nas demais partículas estudadas neste trabalho (CIP OM, CIP HQ e CIP HS – fornecidas pela BASF S.A.). Todas as partículas foram utilizadas para compor os diferentes fluidos avaliados. A descrição de cada um dos métodos e equipamentos utilizados está apresentada a seguir.

##### **5.4.1. Separação das Partículas da Tinta Magnética**

Um procedimento adotado antes dos ensaios de caracterização das partículas foi separá-las da tinta magnética. A separação das partículas magnéticas da tinta foi realizada adotando dois diferentes procedimentos. Em cada um deles foi coletada uma massa de 50g de tinta magnética. No primeiro processo, foi realizado um ensaio de destilação, onde 50g de tinta foram aquecidas a 150°C até que toda a fase líquida fosse evaporada e condensada em uma proveta de 50mL. Esse ensaio foi realizado em um equipamento chamado de retorta. A amostra é acondicionada em um porta amostra. Esse porta amostra é acoplado a um tubo com uma saída ligada a um condesador. O porta amostra é aquecido a uma temperatura alta e os líquidos evaporam restando apenas os sólidos no porta amostra. Os líquidos são condensados e recolhidos em uma proveta volumétrica. A fração aquosa e orgânica são lidas diretamente na proveta e o volume restante é considerado o volume de sólidos. O equipamento chamado de retorta pode ser observado a seguir, na **Figura 24**.



**Figura 24:** Porta amostra, sistema de destilação, aquecimento e condensação do Kit Retorta utilizados para separação dos sólidos da tinta magnética.

O segundo ensaio realizado foi um procedimento simples de diluição de uma fração de tinta magnética com água e separação das partículas por meio da aplicação de um campo magnético. Para a execução deste ensaio, foi coletada, novamente, uma massa de 50g de tinta e depositada em um béquer de 1000mL. A tinta foi diluída e um ímã permanente de neodímio, 20x20mm (0,5T), foi posicionado no fundo, do lado de fora do béquer. As partículas magnéticas instantaneamente foram atraídas na direção do ímã. A fase líquida foi descartada e, posteriormente, quantidade adicional de água foi adicionada ao béquer com as partículas. Esse procedimento de separação foi repetido por 5 vezes. Após essa etapa de lavagem, o béquer com as partículas foi pesado e o conjunto foi colocado na estufa a 80°C, até atingir massa constante. O volume de partículas foi calculado com base no diâmetro médio de partícula obtido nas análises de MEV.

#### **5.4.2. Caracterização das Partículas Magnéticas Utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

O equipamento utilizado para caracterização das partículas foi um MEV de bancada da marca *Phenom* modelo ProX. O modelo de MEV utilizado possui detector de energia dispersiva de raios X (EDS).

Foram utilizados três tipos de partículas magnéticas fornecidas pela BASF S.A.: CIP HQ, CIP HS e CIP OM, além das partículas da tinta magnética previamente descritas.

A tinta magnética foi utilizada para os testes de prova de conceito. Os ensaios no MEV foram realizados com aplicação de 10kV em aumentos de 7000 a 10000 vezes. Foram geradas 3 imagens por amostra e em cada uma delas foram selecionadas 5 partículas para medição com a régua do equipamento. As imagens foram tratadas com o software imageJ e uma distribuição de tamanhos de partículas foi obtida em pixels para cada uma das amostras. A conversão de pixel para micrometros foi realizada para a estimativa da distribuição de diâmetros em micrometros. A forma das partículas também foi observada via MEV e a composição química foi obtida via espectroscopia por energia dispersiva (*Energy Dispersive Spectroscopy - EDS*).

#### **5.4.3. Caracterização das Partículas Magnéticas Utilizando Difração de Raios X (DRX)**

A difração de raios-X foi utilizada com o propósito de identificar os picos de Ferro (Fe) característicos das amostras de partículas magnéticas. Os difratogramas foram obtidos utilizando um difratômetro da marca *Bruker*, modelo D2 *PHASER*, com radiação de cobre ( $\text{CuK}\alpha$ ,  $\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$ ), operando com uma tensão de 30 kV e corrente de 10 mA. Foram feitas varreduras angulares no intervalo entre  $10^\circ < 2\theta < 90^\circ$ , com passos de  $0,1^\circ/\text{min}$  e com o tempo de contagem fixo em 1s por passo. Para a identificação das fases presentes foi utilizado o software *Diffpac.EVA*, também da *Bruker*.

Para os ensaios de difração de raios-x foi utilizado um porta-amostra polimérico específico para pó.

#### **5.4.4. Caracterização da Distribuição de Tamanhos de Partículas via Zetasizer (espalhamento dinâmico de luz)**

Para os ensaios de identificação do tamanho das partículas via espalhamento de luz, foram preparadas suspensões muito diluídas, na faixa de 0,05%*m/v*, de partículas magnéticas em óleo de silicone 300CsT. Os ensaios foram realizados no equipamento *ZetaSizer Nano* da marca *Malvern*, modelo ZS.

#### **5.4.5. Caracterização do Tamanho Médio de Partículas via Turbiscan (espalhamento de luz)**

As análises de medição de diâmetro médio de partículas foram realizadas também utilizando o Turbiscan. Os ensaios foram realizados sob temperatura de 32°C, em um tempo total de 2 horas, com escaneamento da amostra a cada 30 segundos.

Inicialmente, foi preparada uma solução aquosa de poliacrilamida comercial (Alcooflood955 – BASF S.A.) com 4g/L, para gerar uma solução de elevada viscosidade. Em seguida, foi dispersa uma quantidade de 2,5g/L de partículas magnéticas na solução de poliacrilamida (PAM) e a suspensão foi analisada no *Turbiscan*, para identificar, principalmente, o diâmetro médio de partículas. Essas medições foram realizadas para as partículas CIP OM, CIP HQ e as separadas da tinta magnética.

## **5.5. Produção dos Fluidos Magneto-Reológicos (FMR's)**

Foram avaliados diferentes tipos de fluidos magneto reológicos, principalmente na fase exploratória de desenvolvimento dos experimentos relacionados ao processo de perda de circulação. Por isso, nesta seção, foram apresentados os fluidos produzidos e avaliados na fase exploratória e os fluidos analisados na fase final para concepção do modelo empírico.

### **5.5.1. Fluidos Produzidos na Etapa Exploratória de Desenvolvimento dos Aparatos Experimentais**

Os ensaios exploratórios foram preliminarmente realizados com uma tinta magnética comercial. A intenção de utilizar inicialmente a tinta foi de avaliar o funcionamento dos aparatos experimentais criados ao longo deste trabalho. Os fluidos produzidos na sequência foram à base de óleo de silicone. Em seguida, foram preparados fluidos magneto-reológicos (FMR) aquosos com e adição de glicerina e surfactantes. FMR com diferentes tipos de polímeros também foram produzidos para os ensaios de atração magnética com a balança.

#### **5.5.1.1. Ensaio com Tinta Magnética**

A tinta magnética foi utilizada durante todo o desenvolvimento e evolução dos aparatos experimentais arquitetados para avaliar o comportamento dos fluidos sob ação de campo magnético, principalmente para os ensaios de interação dinâmica entre o fluido e o campo magnético, chamado também de teste de deslocamento. Os testes com a versão final do aparato experimental utilizando a tinta magnética foram realizados sob diferentes vazões e, para todas as configurações de campo magnético aplicadas,

foram medidas as pressões resultantes do escoamento. A tinta magnética também foi utilizada nos ensaios de avaliação de força de atração magnética estática e magneto-reologia. A tinta magnética foi comprada já preparada para o ensaio. Previamente aos testes, foi realizada apenas a homogeneização manual com o auxílio de uma espátula.

#### 5.5.1.2. Fluidos à Base de Óleo de Silicone

Grande parte dos fluidos magneto-reológicos apresentados na literatura é produzida com a dispersão de partículas magnéticas em uma base orgânica. Os primeiros FMR's avaliados foram produzidos com base nas formulações descritas por Ashtiani e Hashemabadi (2015). Foram produzidos, inicialmente, quatro fluidos à base de óleo de silicone. Os fluidos foram avaliados nos ensaios de atração magnética e magneto-reologia. Todos os fluidos foram avaliados quanto à questão de estabilidade, ou seja, a capacidade de manter as partículas em suspensão. Os fluidos testados foram produzidos segundo a composição descrita na **Tabela 7**, apresentada a seguir.

**Tabela 7:** Fluidos magneto-reológicos à base de óleo de silicone produzidos com e sem ácido esteárico

Nome	Ácido Esteárico (% m/m)	Partícula Magnética (% v/v)
<b>MRF1 OM</b>	0	10
<b>MRF2 OM</b>	1	10
<b>MRF1 HS</b>	0	10
<b>MRF2 HS</b>	1	10

Os fluidos listados na **Tabela 7** receberam a sigla *MRF* porque são abreviações dos nomes *magnetorheological fluids*. OM, HQ e HS são siglas fornecidas pelo fabricante para identificação das partículas magnéticas. Esses fluidos foram produzidos com e sem adição de ácido esteárico. O procedimento para a preparação dos fluidos seguiu as etapas listadas adiante.

Etapa 1) A massa de óleo de silicone foi pesada e colocada em um béquer adaptado a um banho térmico. A temperatura do óleo foi mantida a 90°C;

Etapa 2) A massa correspondente a 1% em massa de ácido esteárico foi adicionada ao fluido sob agitação mecânica. A mistura ficou sob agitação durante 1 hora;

Etapa 3) A massa de partículas foi introduzida na mistura sob agitação e a mistura manteve-se sob agitação mecânica durante 1 hora.

Os fluidos seguiram o mesmo protocolo de preparação, exceto quanto à etapa 2, referente à adição (ou não) de ácido esteárico.

### 5.5.1.3. Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos (FMR's aquosos) Produzidos com a Adição de Surfactantes e Glicerina na Composição

Nesta fase, foram produzidos os primeiros fluidos magneto-reológicos aquosos. A base para a produção dos FMR's aquosos foi uma solução polimérica à base de poli (álcool vinílico) (PVA), com 8,5% em massa do referido polímero. Foram produzidos fluidos com uma quantidade fixa de partículas 10% (volume/volume). Os FMR aquosos produzidos nesta etapa tiveram a introdução de dois tipos de surfactantes na composição: *Tween 80* e *Span 80*. Além de surfactantes, foi introduzida na composição dos FMR aquosos uma fração volumétrica de glicerol. As composições dos fluidos são apresentadas na **Tabela 8**, a seguir.

**Tabela 8:** Lista de FMR aquosos à base de PVA, produzidos com 10% v/v de partículas magnéticas, três concentrações diferentes de glicerol e dois tipos de surfactantes não iônicos diferentes

Concentrações de aditivos			
Sigla FMR	Tween 80 (% m/m)	Span 80 (% m/m)	Glicerol (% v/v)
FLU1	0	0	0
FLU2	1	0	
FLU3	0	1	
FLU4	0	0	30
FLU5	1	0	
FLU6	0	1	
FLU7	0	0	50
FLU8	1	0	
FLU9	0	1	

Os fluidos foram produzidos com diferentes quantidades de glicerol, 0, 30 e 50% (volume/volume). Como não foram encontradas referências de trabalhos anteriores com composições de FMR contendo glicerol e os surfactantes utilizados neste trabalho adotou-se concentrações aleatórias de glicerol. O objetivo foi avaliar como a concentração de glicerol afeta as propriedades reológicas da amostra. A intenção foi utilizar a maior quantidade de glicerol possível, já que se trata de um material de baixo custo e abundante na natureza. As etapas necessárias para a produção dos fluidos da **Tabela 8** estão listadas a seguir.

- 1) Pesagem de uma massa de água diretamente em um béquer;

- 2) Introdução da massa de polímero no béquer contendo água sob agitação de 800rpm;
- 3) Manutenção da agitação por 8 horas, até concluir o preparo da solução polimérica;
- 4) Mistura de quantidade proporcional de glicerol ao volume de solução de PVA produzido;
- 5) Coleta de uma alíquota de fluido colocação em um béquer;
- 6) Adição de 1% em massa de *Span 80/Tween 80*, sob agitação, ao fluido base;
- 7) Adição de 10% v/v de partículas magnéticas ao fluido da etapa 7, mantendo-se a agitação de 800rpm por 30 minutos.

#### 5.5.1.4. Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos Produzidos com Diferentes Tipos de Polímeros e Tamanhos de Partículas

Os primeiros fluidos produzidos no laboratório para realização dos ensaios de atração magnética estática foram elaborados com três tipos de soluções poliméricas: solução de goma xantana (GX), solução de poliacrilamida (PAM) e solução de poli álcool vinílico (PVA). As diferentes formulações de fluidos e os primeiros experimentos foram utilizados para avaliar a interação entre as partículas e as soluções poliméricas. A **Tabela 9** apresenta as formulações iniciais avaliadas.

**Tabela 9:** Formulações com diferentes polímeros

Nome do Fluido	Tipo de Polímero	Massa de Polímero (g/100g)	Massa de Partícula (g/100g)	D <sub>50</sub> (µm)	Tipo de Partícula Magnética
SP1	Poliacrilamida (PAM)	3	23,6	2,65	CIP HQ
SP2	Poliacrilamida (PAM)	3	23,6	5,3	CIP OM
SP3	Goma Xantana (GX)	4,5	23,6	2,65	CIP HQ
SP4	Goma Xantana (GX)	4,5	23,6	5,3	CIP OM
SP5	Poli Alcool Vinílico (PVA)	8,5	23,6	2,65	CIP HQ
SP6	Poli Alcool Vinílico (PVA)	8,5	23,6	5,3	CIP OM

Os fluidos reportados na **Tabela 9** foram produzidos com concentrações diferentes de polímeros devido à alta viscosidade que tipos diferentes de polímeros conferem às soluções, em função de suas massas molares. Goma Xantana,

Poliacrilamida e o ácido poli vinílico foram escolhidos porque todos formam hidrogéis na presença de água. A massa de partícula utilizada na produção dos fluidos foi constante e igual a 23,6g. Essa massa foi calculada para introduzir uma fração volumétrica de 3% de partículas no fluido, dado que a densidade das partículas é de aproximadamente  $7,86\text{g/cm}^3$  (informação do fabricante). O primeiro passo para a preparação dos fluidos magneto-reológicos produzidos nesta etapa foi dispersar os polímeros em água. O preparo das soluções poliméricas seguiu as etapas listadas adiante.

- i. Introdução da massa de água em um béquer;
- ii. Introdução da massa de polímero no béquer contendo água, sob agitação de 800rpm;
- iii. Manutenção da agitação por 1h, para as soluções de goma xantana e poliacrilamida. Para as soluções PVA, o tempo de agitação foi aproximadamente 8h.

A solução de PVA precisou de mais tempo na preparação devido ao grau de hidrólise (87%) do polímero e à massa molar. As soluções antes de serem submetidas aos ensaios reológicos foram mantidas em repouso por pelo menos 8h ou até não identificar bolhas de ar suspensas na solução. As medidas de viscosidade aparente das soluções sem as partículas foram realizadas utilizando o reômetro AR-G2. Os ensaios foram realizados com varredura de taxa de cisalhamento variando de 0,1 a  $100\text{s}^{-1}$ , sob temperatura ambiente,  $25^\circ\text{C}$ . A geometria utilizada foi placa-placa de 40mm. A distância entre placas (GAP) utilizada no ensaio foi de 1mm. Foram obtidos 100 pontos em 20 minutos. A viscosidade média das soluções será apresentada nos resultados.

Após a etapa de produção e avaliação das soluções poliméricas, as partículas foram introduzidas nos fluidos, conforme os passos apresentados a seguir.

- 1º Passo – Pesagem de uma massa de solução polimérica;
- 2º Passo – Introdução de 1% de um anticorrosivo na solução polimérica, sob agitação de 800rpm;
- 3º Passo – Introdução da massa de partículas magnéticas;
- 4º Passo – Finalização, com a introdução de um antiespumante à base de silicone.

#### **5.5.2. Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos Produzidos para o Desenvolvimento do Modelo Empírico Proposto**



O preparo dos fluidos fabricados nesta etapa seguiu os mesmos passos da preparação dos primeiros FMR aquosos apresentados na seção 5.5.1.4, levando-se em conta que o tempo gasto para a dispersão do PVA foi de 8h.

A **Tabela 10** apresenta os fluidos utilizados para cumprir um plano experimental de avaliação das propriedades reológicas sob ação de um campo magnético, além das propriedades de força de atração magnética em condições estática e dinâmica.

**Tabela 10:** Matriz de testes realizada na célula magneto-reológica

Nome do Fluido	Partículas % v/v	D <sub>50</sub> (mícron)	Nome da Partícula
FMR1	2,5		
FMR2	5,0	2.65	CIP HQ
FMR3	7,5		
FMR4	15		
FMR5	2,5		
FMR6	5,0	5.3	CIP OM
FMR7	7,5		
FMR8	15		

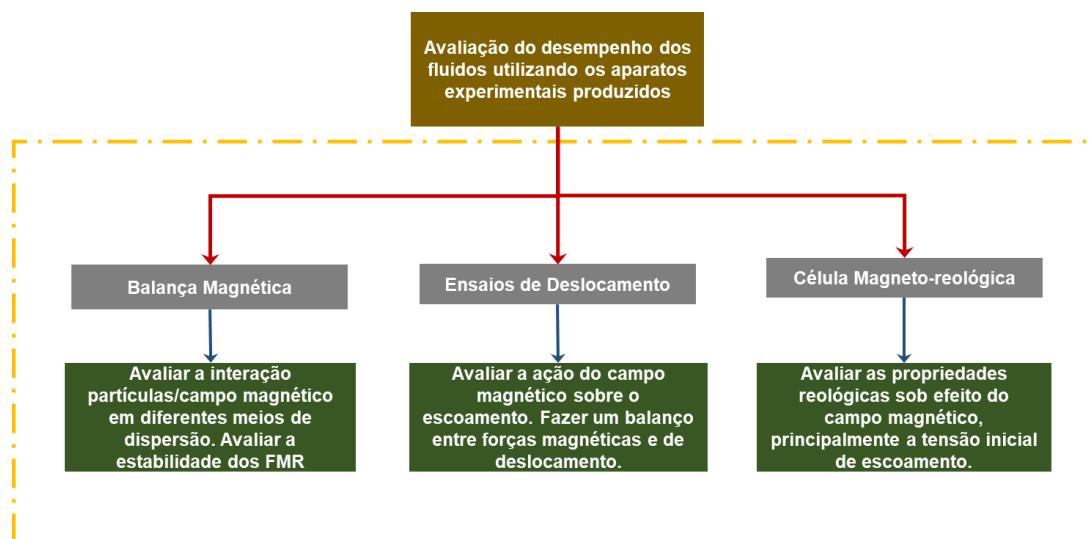
As formulações reportadas na **Tabela 10** foram avaliadas utilizando os ensaios de atração magnética estática (balança magnética), testes de deslocamento e ensaios de magneto-reologia. Os fluidos foram produzidos com um aumento em passos de 2,5% de fração volumétrica de partículas. Os tipos e tamanhos de partícula foram selecionados após ensaios de caracterização. Foram selecionadas partículas com composições similares baseado nos dados fornecidos pelo fabricante. Já em relação ao diâmetro foram escolhidas partículas que possuíam uma o dobro do diâmetro da outra. Os dados experimentais obtidos nos ensaios magneto-reológicos foram ajustados com os modelos reológicos apresentados na **Tabela 5**. Com os valores dos parâmetros reológicos obtidos para os diferentes campos magnéticos, diâmetros e concentrações de partículas avaliados, foi criado um modelo empírico de dois parâmetros para estimar a formulação ótima de FMR proposta a obtenção de um valor de tensão limite de escoamento (TLE) necessário ao controle de perda de circulação.

Os ensaios experimentais foram realizados em duplicata e em diferentes intensidades de campo magnético: 0, 210, 455, 625, 855, 1100 e 1165Gauss. Os

respectivos valores de campo magnéticos foram gerados em função da variação de corrente elétrica e medidos com o auxílio de um Gaussímetro. Esses valores foram medidos dentro de um limite de corrente elétrica de 1,5A. Acima desse valor de corrente elétrica a temperatura da célula magnética ultrapassava 50°C após 60 minutos, o que poderia interferir diretamente no comportamento dos fluidos durante os testes.

### 5.6. Ensaios Experimentais Produzidos para Avaliar o Controle de Perda de Circulação sob Ação de Campo Magnético

Os ensaios experimentais apresentados nesta seção foram construídos no próprio laboratório. O foco dos experimentos foi avaliar o mecanismo de controle de perda de circulação utilizando campo magnético associado a fluidos magneto reológicos aquosos e não aquosos. Foi também utilizada uma tinta magnética comercial na execução de alguns ensaios, mais especificamente dos ensaios de deslocamento e ensaios de magneto-reologia. O objetivo foi avaliar a capacidade dos FMR de aumentar a tensão de escoamento instantaneamente após a aplicação do campo magnético e entender como isso pode impactar no escoamento dos fluidos através de fraturas. Para este fim, foram concebidos 3 experimentos que utilizam, em conjunto, campo magnético e fluidos magneto-reológicos. A descrição de cada um dos experimentos desenvolvidos seguirá a ordem apresentada no organograma exposto a seguir, pela **Figura 25**.



**Figura 25:** Ensaios experimentais para avaliar o controle de perda de circulação com aplicação de campo magnético.

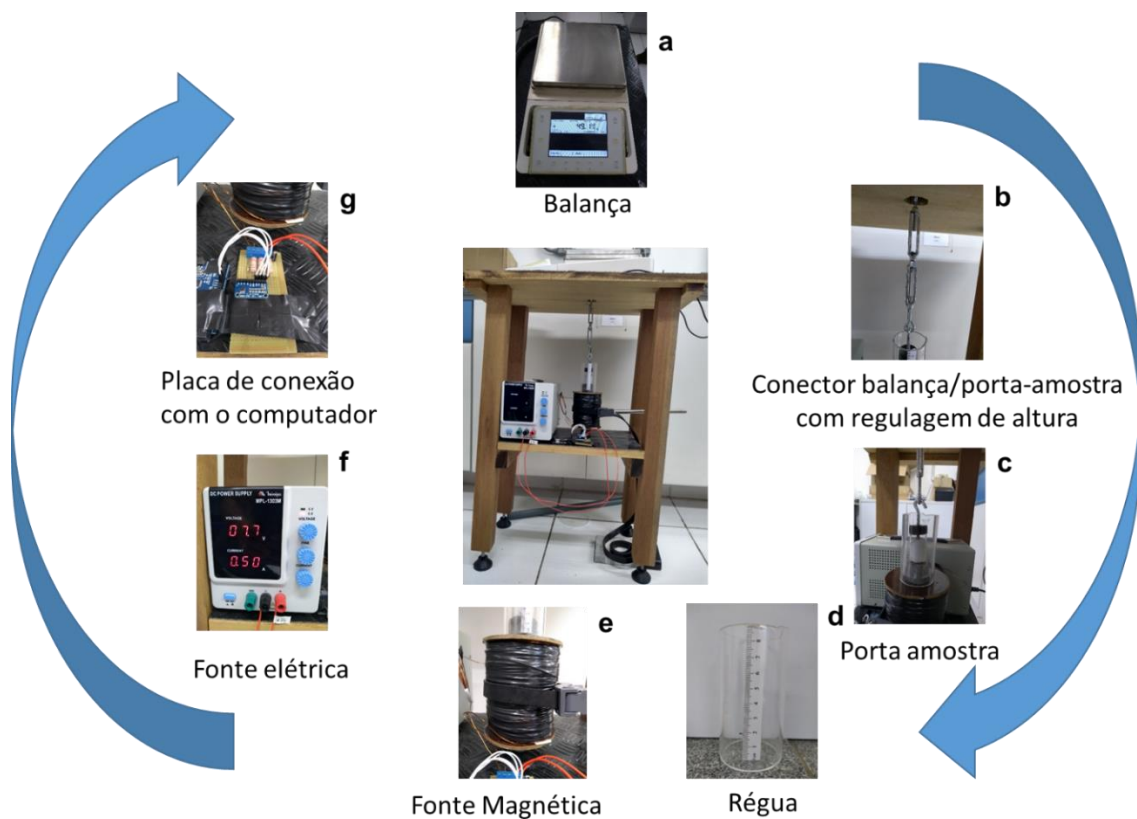
O primeiro experimento realizado foi um ensaio de deslocamento para avaliar a perda de carga associada ao escoamento dos diferentes FMR's, avaliados sob diferentes condições de escoamento e campos magnéticos. O segundo deles foi o ensaio de reologia com aplicação de campo magnético. Nesse ensaio, uma célula magnética, criada no laboratório e adaptada ao reômetro AR G2 da empresa *TA Instruments*, foi utilizada para avaliar as propriedades reológicas dos fluidos produzidos, sob diferentes níveis de campos magnéticos. Já o terceiro experimento foi criado com o objetivo de avaliar, de forma estática, como a força de atração magnética dos diferentes FMR's varia em função da composição do fluido e da distância da fonte magnética, com aplicação de vários níveis de intensidade de campo magnético durante o teste. A ordem de apresentação dos experimentos será a mesma do organograma apresentado na **Figura 25**, da esquerda para a direita. Os experimentos e técnicas serão descritos nos subcapítulos apresentados a seguir.

#### **5.6.1. Ensaio Estático de Força de Atração Magnética**

Os ensaios estáticos de força de atração magnética foram produzidos para avaliar a interação estática entre as partículas magnéticas em suspensão em um fluido polimérico, sob efeito de campo magnético. A seguir, foram apresentados o aparato construído para execução destes ensaios, os fluidos avaliados neste ensaio e a metodologia de teste.

##### **5.6.1.1 Balança Magnética**

O aparato experimental criado para medir a força de atração magnética dos FMR's estaticamente é composto por uma série de pequenas partes. A seguir, na **Figura 26**, está descrito o conjunto de partes que compõem o equipamento.

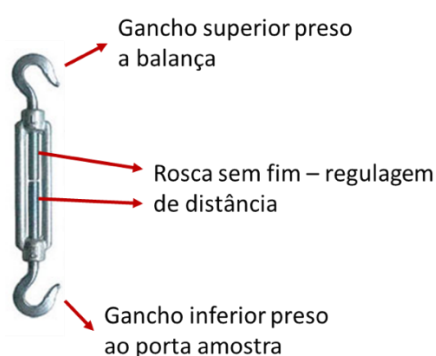


**Figura 26:** Aparato experimental para medição de força de atração magnética – interação entre a partícula e o meio de dispersão

Para a construção do aparato experimental, foi utilizada uma balança semi-analítica da marca *Sartorius*, com capacidade para 6200g (a). A mesa que suporta a balança foi construída no próprio laboratório e possui pés com regulagem de altura. A placa de conexão com o computador (g) foi também montada no laboratório. A célula magnética (e) e a fonte elétrica Minipa (f) modelo MPL-1303M, foram as mesmas utilizadas nos ensaios de magneto-reologia. Os testes foram realizados colocando o fluido magnético dentro do porta amostra (c), apresentado na **Figura 26**. A seguir, o frasco era fechado e conectado no gancho conector (b), acoplado com a balança. O conector tem um ajuste de altura que permite que o porta amostra fique a diferentes distâncias da célula magnética. O porta-amostra fica posicionado dentro de tubo de acrílico (d) que, por sua vez, é apoiado na base de Celeron da célula magnética. Nesse tubo de acrílico, está colada uma régua. Através do conector com regulagem de altura e da régua colada ao tubo de acrílico foi possível fazer um ajuste da posição final da base do porta-amostra em relação ao topo da célula magnética.

### 5.6.1.2 Metodologia de Ensaio Estático para Avaliação da Força de Atração Magnética

Para medir a força de atração magnética dos FMRs produzidos, foi construído um aparato experimental onde uma determinada massa de fluido, 10g, foi acondicionada dentro de um porta-amostra. O porta-amostra possui um gancho que é conectado a outro gancho extensor preso em uma balança. O gancho extensor preso à balança possui regulagem de extensão. Ou seja, a distância do porta-amostra até a fonte magnética pode ser regulada por meio dele por um parafuso sem fim. A ilustração do gancho está apresentada a seguir, na **Figura 27**.



**Figura 27:** Gancho utilizado para regular a distância do porta-amostra até a fonte magnética.

O teste tem início pesando uma massa de amostra diretamente no porta-amostra. Depois o porta-amostra é acoplado ao gancho extensor e a balança é ligada. Em seguida, a altura entre a fonte magnética e o porta-amostra é regulada. A massa lida na balança é ajustada para zero, ainda com a fonte magnética desligada. A célula magnética é conectada a uma fonte elétrica e o experimento tem início quando a corrente elétrica é alterada e a célula magnética começa a atrair a amostra que está no porta-amostra. As leituras de variação de massa são feitas diretamente na balança e variam à medida que a corrente elétrica é aumentada. Nos testes com a balança magnética, as correntes elétricas utilizadas foram de 0,25A; 0,50A; 0,75A; 1,00A; 1,25A e 1,50A. Cada corrente elétrica corresponde a um valor de campo magnético associado. Os valores medidos de campo magnético associado à corrente aplicada serão apresentados nos resultados. Outra variável modificada durante os experimentos foi a distância da amostra em relação à fonte magnética. As distâncias avaliadas foram de 0mm; 2,5mm; 5,00mm; 7,5mm; 1,00mm; 1,25mm e 1,50mm. Essa distância foi controlada com uma régua adaptada em torno da fonte magnética e do porta-amostra. À medida que o campo magnético aumenta, a força de atração do FMR aumenta e a

balança contabiliza esse aumento em massa. Com esse sistema, foram avaliados os fluidos apresentados na **Tabela 9**, **Tabela 10** e tinta magnética.

### 5.6.2. Ensaio Dinâmico de Força de Atração Magnética

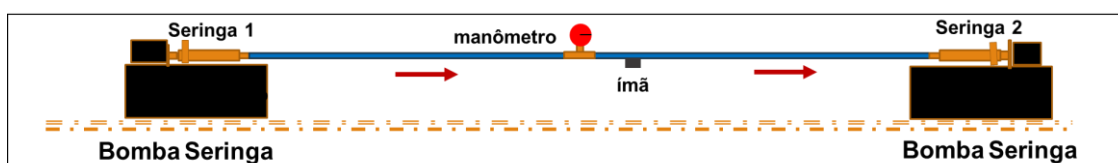
O ensaio dinâmico para medição de força de atração magnética trata de avaliar como um fluido magneto-reológico em movimento interage com um campo magnético estático. A seguir, serão apresentados o aparato construído para execução desses ensaios e a metodologia de teste.

#### 5.6.2.1. Ensaio para Medição de Força de Atração Magnética em Condições Dinâmicas e Ensaio de Estabilidade

Nesta seção, serão apresentados dois tipos de ensaios: os ensaios para medição de força de atração magnética em condições dinâmicas, também chamados de ensaios de deslocamento, e os ensaios de estabilidade.

##### a) Ensaio de Deslocamento

Toda a parte de desenvolvimento dos ensaios para medição da relação entre as forças magnéticas e de deslocamento será apresentada nos resultados. Nesta seção, será apresentada apenas a configuração final do equipamento utilizado para execução dos experimentos. A configuração final do ensaio de deslocamento está representada na **Figura 28** a seguir.



**Figura 28:** Esquema da unidade experimental do ensaio de deslocamento.

Neste ensaio, foram utilizadas duas seringas conectadas a um tubo. Entre as seringas, foi conectado um manômetro, por meio de um conector T. O conjunto foi adaptado a duas bombas seringas da marca *Harvard Apparatus*, modelo 22/2000. As seringas ficaram apoiadas nas bombas, enquanto o manômetro ficou apoiado, preso por uma garra, conectado a uma haste. As setas vermelhas, apontadas na **Figura 28**, indicam o sentido de deslocamento do fluido. Os ímãs foram posicionados sempre após o manômetro, na posição intermediária entre a saída do conector T, no manômetro, e a entrada da seringa que recebe o fluido. Os ensaios foram realizados com os fluidos

MRF1 OM e MRF2 OM, apresentados na **Tabela 7**, e com os fluidos da **Tabela 10** e tinta magnética.

### **b) Ensaios de Estabilidade**

Os ensaios de estabilidade foram realizados exclusivamente utilizando fluidos magneto-reológicos à base de óleo de silicone. As partículas fornecidas pela BASF S.A. são compostas por Ferro (Fe) com alto grau de pureza e densidade muito alta. Por isso, tendem a sedimentar muito rápido, mesmo dispersas em um fluido altamente viscoso. Os ensaios de estabilidade foram realizados para avaliar a velocidade de sedimentação das partículas magnéticas e a influência de um surfactante (ácido esteárico) na estabilidade das dispersões destas partículas. Para estes ensaios, foram utilizados os FMRs orgânicos reportados na **Tabela 10**, apresentada anteriormente. Os ensaios de estabilidade foram realizados com a utilização de provetas volumétricas de 100mL e sob temperatura ambiente, durante 600 horas. O volume sedimentado foi anotado diariamente e foram realizados registros fotográficos dos ensaios. Com os volumes obtidos, foi calculado um percentual de sedimentação, baseado na equação utilizada pelos autores Ashtiani e Hashemabadi (2015) <sup>62</sup>.

$$\%Sedimentação = \frac{Volume\ de\ Sobrenadante}{Volume\ Total} \times 100 \quad Eq.5$$

Os dados também foram utilizados para estimar a velocidade de sedimentação das partículas, relacionando o volume sedimentado com tempo decorrido para sedimentação. Os fluidos ensaiados com essa metodologia de teste foram apresentados na **Tabela 7**.

#### **5.6.2.2. Metodologia Utilizada na Avaliação da Força de Atração Magnética em Relação à Força de Deslocamento dos Fluidos Magnéticos**

O procedimento de execução dos ensaios de deslocamento com a versão final do aparato experimental está descrito a seguir.

- 1º - O fluido produzido foi colocado em um béquer;
- 2º - Uma extensão de 100mm de mangueira de silicone foi conectada a uma seringa de 60mL (com bico cateter) e presa com uma braçadeira de plástico;

3º - Outro pedaço de mangueira foi preso em uma das extremidades à seringa, da mesma forma que no passo 2º, e depois foi preso ao conector T preso ao manômetro;

4º - Os conjuntos produzidos no 2º e 3º passos foram totalmente preenchidos com fluido;


5º - Os conjuntos preenchidos com fluidos foram conectados. A extremidade da mangueira do conjunto produzido no passo 2º foi conectada à outra extremidade do conector T do conjunto produzido no passo 3º;

6º - Adaptação de todo o conjunto nas bombas seringas;

7º - Ajuste do controle de força para 90% do total da capacidade de força de deslocamento da bomba seringa;

8º - Ajuste da vazão adotada para o teste.

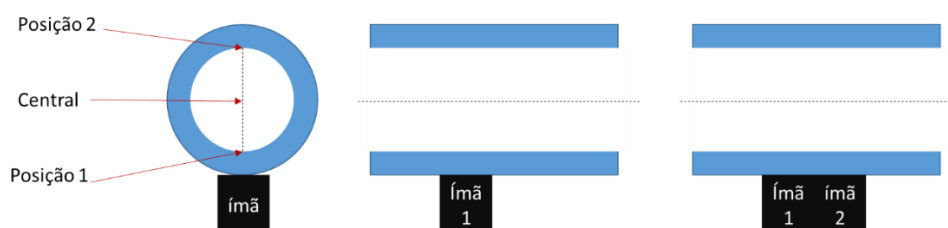
Para esses ensaios, foram utilizados ímãs de neodímio com dimensões diferentes, colocados na superfície externa do tubo, durante o escoamento. Os ímãs foram posicionados um a um e depois colocados dois a dois, em paralelo, para aumentar a superfície de aplicação do campo magnético. As bombas seringas utilizadas foram fabricadas pela empresa *Harvard Apparatus*, modelo 22/2000. Esta bomba seringa permite o controle da vazão variando de 0 a 100mL/minuto. Durante a execução dos testes, as vazões aplicadas foram de 20, 30, 40 e 50mL/min. A outra bomba seringa utilizada no experimento foi apenas para dar suporte à seringa que recebe o fluido deslocado. As dimensões dos ímãs utilizados e as intensidades do campo magnético gerado podem ser observadas a seguir, **Figura 29**.

Dimensão do Ímã (mm)	Sentido do Campo (+ ou -)	Campo Magnético (Gauss)	Ímã
5x10 (a)	1	-2500	
	2	2830	
10x10 (b)	1	-3400	
	2	3600	
20x10 (c)	1	-4290	
	2	4450	

**Figura 29:** Ímãs de neodímio utilizados para os ensaios de deslocamento.



A magnitude do campo magnético foi medida para os ímãs apresentados na **Figura 32**, nos sentidos de entrada e saída das linhas de campo, representados pelos números 1 (saida – valor positivo – polo norte) e 2 (chegada – valor negativo - polo sul). Os ímãs utilizados para produzir o campo magnético foram ímãs de neodímio. Todos possuem forma cilíndrica com mesmo diâmetro (10mm), porém comprimentos diferentes. A parte circular do ímã foi colocada junto ao tubo de silicone para produzir um campo magnético perpendicular ao escoamento. Os ímãs foram utilizados um a um ou em pares, sempre com mesma dimensão. O objetivo de utilizar dois ímãs em paralelo foi aumentar a distância em que o fluido que atravessava o tubo de silicone estivesse em contato com o campo magnético e, assim, avaliar o efeito do aumento do tempo/distância de contato do fluido magnético com o ímã na mudança de pressão durante o escoamento. O tubo de silicone utilizado possui 12mm de diâmetro externo e 7mm de diâmetro interno. O campo magnético gerado com os ímãs foi medido na parte interna do tubo, no centro do tubo e na parte interna do tubo no outro extremo. Uma ilustração do método utilizado para medir o campo gerado pelos ímãs no tubo pode ser observada na **Figura 30**, apresentada a seguir.



**Figura 30:** Posições onde o campo magnético foi verificado dentro do tubo de silicone.

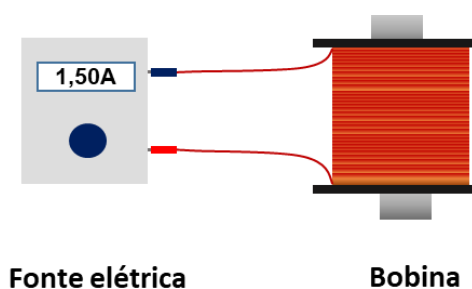
Seguindo as posições representadas na **Figura 30**, o campo magnético foi medido na posição 1, encostado na face interna do tubo. Tendo como referência o diâmetro interno do tubo, a medida na posição central foi a 3,5mm de distância de sua face interna. E a terceira medida foi feita na posição 2, que se refere à face interna oposta à posição 1, e mais distante do ímã. Durante os testes, os FMRs produzidos foram avaliados sob diferentes intensidades de campo magnético, diferentes tempos/extensões de contato entre o fluido e o campo magnético e, ainda, sob diferentes vazões aplicadas com a bomba seringa, 20, 30, 40 e 50mL/minuto. Os fluidos ensaiados com esta metodologia foram os fluidos MRF1 OM e MRF2 OM, apresentados na **Tabela 7**, além dos fluidos apresentados na **Tabela 10** e a tinta magnética.

### 5.6.3. Ensaio Magneto-Reológicos

Nesta seção, foram apresentados os equipamentos que compõem a célula magneto-reológica utilizada junto com o reômetro para os ensaios reológicos sob efeito de campo magnético. O preparo dos fluidos magneto-reológicos produzidos e avaliados com a célula serão apresentados, assim como a metodologia adotada para a execução dos testes.

#### 5.6.3.1. Célula Magneto-Reológica

A célula magneto-reológica utilizada nos ensaios experimentais realizados foi um aparato experimental fabricado no laboratório, passando por alguns estágios de desenvolvimento que foram apresentados em detalhes nos resultados. Nesta seção, foi apresentada apenas a versão final da célula, composta por uma bobina com núcleo ferro magnético e uma fonte elétrica, conforme ilustração apresentada na **Figura 31**.



**Figura 31:** Acessórios principais que compõem a célula magneto-reológica

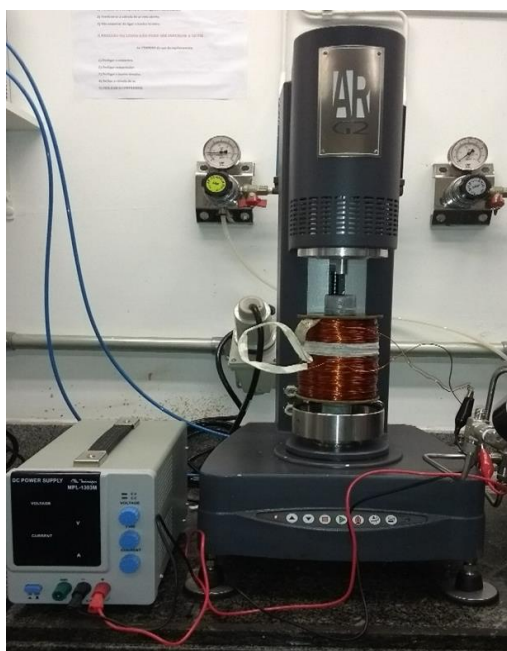
A bobina é composta pelos materiais listados a seguir:

- Corpo produzido em ferro galvanizado (tubo de  $\frac{3}{4}$ ");
- Enrolamento produzido com fio de cobre 19 AWG com capacidade máxima de 1,94A, 3000 espiras;
- Placas de Celeron na parte inferior e superior da bobina, na **Figura 31** estão com a cor preta;
- Núcleo de ferro fundido;
- Tampões cegos com superfície usinada.

Foi utilizada uma fonte elétrica da marca Minipa, modelo MPL-1303M, com operação máxima de 32V e 2,0A. A bobina foi adaptada à fonte elétrica e, à medida que a corrente elétrica era alterada, a atração magnética sofria mudança.

### 5.6.3.2. Metodologia Utilizada nos Ensaio Magneto-Reológicos

O conjunto célula/fonte projetado foi adaptado a um reômetro da marca *TA Instruments*, modelo AR-G2. O sistema composto pelos instrumentos permitiu a realização dos ensaios reológicos em temperatura ambiente com aplicação de campo magnético, conforme a **Figura 32**.



**Figura 32:** Sistema utilizado nos ensaios de reologia com campo magnético.

Conforme mostra a **Figura 32**, a célula magnética foi apoiada na base utilizada para realizar os ensaios de reologia interfacial. Depois disso, a célula foi presa a uma garra fixada por um conjunto de haste e base. Na sequência, os conectores da fonte foram ligados à bobina e as conexões isoladas com uma fita isolante. O reômetro foi ligado e a geometria conectada. Todas as calibrações com a geometria foram realizadas. A fonte foi utilizada para controle da corrente elétrica e a geração de campo magnético foi produzida pela bobina. A variação de campo magnético foi verificada com auxílio de um medidor de campo magnético (Gaussímetro), na faixa entre 450 a 1200Gauss, o que corresponde a uma variação de corrente elétrica na faixa de aproximadamente 0,5A a 1,5A.

A geometria utilizada nos ensaios foi a de placa/placa com 20mm de diâmetro. A geometria utilizada é de um tipo de metal que não sofre atração pelo campo magnético. Por isso, não interferiu nos ensaios realizados. A placa inferior utilizada foi a do próprio tampão usinado e rosqueado diretamente na bobina. O ensaio controlou a

taxa de cisalhamento aplicada, que variou na faixa de  $0,1$  a  $100\text{s}^{-1}$ , com coleta de 61 pontos durante 20 minutos de teste. A média obtida nos resultados experimentais foram analisadas utilizando os modelos reológicos listados na **Tabela 5**, apresentada na seção de revisão bibliográfica. Os ensaios magneto-reológicos com os fluidos apresentados na **Tabela 8** foram realizados sem a ação de campo magnético e com campo magnético de  $1165\text{Gauss}$  ( $1,5\text{A}$ ). Os resultados experimentais foram ajustados utilizando o modelo de *Herschel-Bulkley*, *Bingham* e *Casson* e serão discutidos quanto aos valores de tensão inicial de escoamento obtidos em função do teor de glicerina e surfactante das amostras. Os fluidos ensaiados por esta metodologia foram os fluidos MRF1 OM e MRF2 OM, apresentados na **Tabela 7**, além da tinta magnética e dos fluidos apresentados na **Tabela 10**.

### 5.7. Avaliação da Cinética de Reticulação dos Fluidos Magneto-Reológicos Produzidos

A avaliação da cinética de reticulação foi realizada em condições estáticas e dinâmicas, conforme descrito a seguir.

#### 5.7.1. Seleção do Agente de Reticulação para os FMR via Ensaio de Reticulação Estática

Os ensaios de cinética de reticulação estáticos tiveram como objetivo determinar o tipo de agente de reticulação mais compatível com a solução de PVA 8,5% (massa/massa) contendo 5% em volume de partículas magnéticas para ocorrer a reticulação. Foram testados três tipos de agente de reticulação:  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  (Persulfato de Potássio),  $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$  (Glutaraldeído) e  $\text{CrC}_6\text{H}_{21}\text{O}_{12}$  (Acetato de Cromo III Hexahidratado). Os testes iniciais foram realizados com a introdução de 3,5% em massa dos agentes de reticulação na solução de PVA 8,5%. Um resumo dos materiais utilizados está descrito na **Tabela 11**.

**Tabela 11:** Materiais utilizados nos ensaios estáticos de cinética de reticulação

Sigla	FMR	Agente de Reticulação
Glu	CIP OM + PVA	Glutaraldeído (3,5% m/m)
Kpr	CIP OM + PVA	Persulfato de Potássio (3,5% m/m)
Cra	CIP OM + PVA	Acetato de Cromo III (3,5% m/m)

A mistura foi colocada em um tubo de ensaio e submetida a 70°C em banho termostático, assim como demonstrado na **Figura 33**. A concentração utilizada foi estabelecida com base nos trabalhos desenvolvidos por Trampus (2016)<sup>90</sup> e Eyleen (2017)<sup>91</sup>.

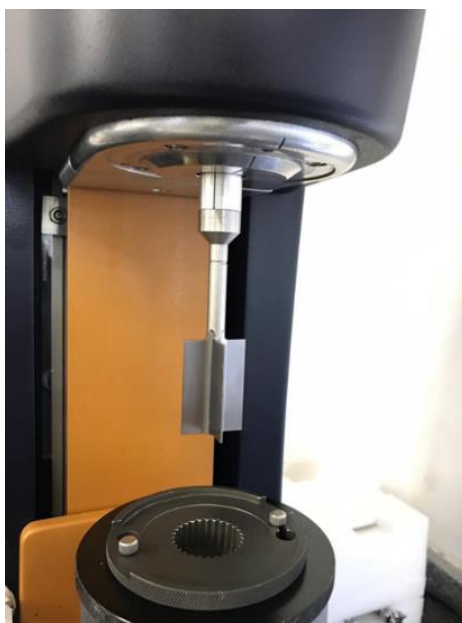


**Figura 33:** Banho termostático utilizado nos testes.

A avaliação da reticulação foi realizada vertendo o tubo, a cada 15 minutos, para observar se a formação do gel reticulado havia ocorrido. Quando não foi constatado movimento do fluido, ao verter o tubo de ensaio, foi inserido um bastão de vidro para tocar a superfície do tubo e verificar se o material estava reticulado.

### 5.7.2. Avaliação Reocinética

O processo de avaliação da cinética de reticulação foi realizado apenas para uma das formulações dos fluidos magneto-reológicos produzidos, FMR6'. O objetivo foi de otimizar a concentração de agente de reticulação utilizando a maior concentração de partículas estudadas na produção dos fluidos. A finalidade foi verificar se com uma alta concentração de partículas e agentes de reticulação haveria algum problema de compatibilidade. A carga volumétrica de partículas magnéticas utilizada para a produção dos fluidos foi de 15%v/v de CIP OM, partículas com maior diâmetro. O fluido selecionado foi avaliado com três concentrações diferentes de agente de reticulação. Os ensaios foram realizados utilizando um reômetro da empresa *TA Instruments*, modelo *Discovery Series Hybrid Rheometer* (DHR3). A geometria utilizada na execução dos ensaios foi a Vane com cilindro ranhurado, conforme ilustrado a seguir, na **Figura 34**.



**Figura 34:** Imagem da geometria Vane e do copo ranhurado utilizados nos ensaios de reticulação.

O ensaio monitorou os valores de tensão de escoamento do fluido em função do tempo. Para isso, foi estabelecido um tempo máximo de teste de 2h, com aplicação de uma taxa de cisalhamento constante de  $10s^{-1}$  e monitoramento de tensão e viscosidade ao longo destas 2h. Foram testadas três concentrações de agente de reticulação (Acetato de Cromo III), 0,5%, 1% e 1,5% em massa.

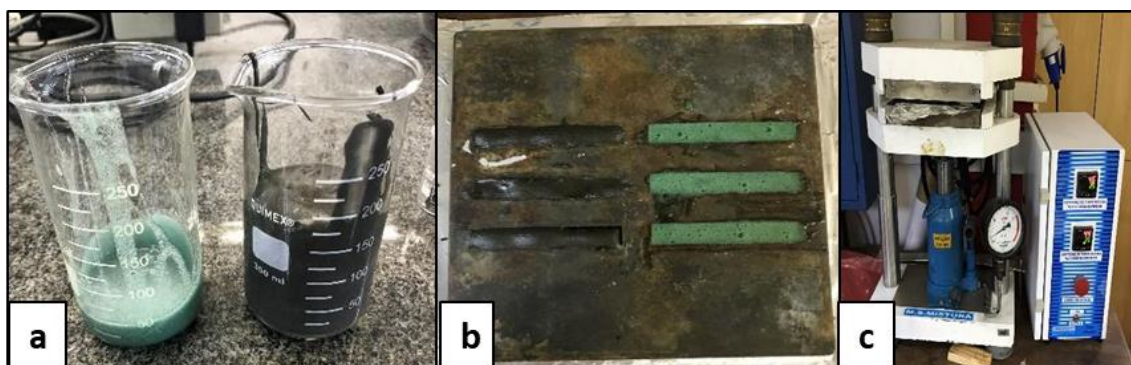
### **5.8. Ensaios mecânicos utilizando os fluidos magneto-reológicos (FMR) após o processo de reticulação**

Para a realização dos ensaios de resistência mecânica do material reticulado, foi necessário preparar o corpo de prova no formato de uma fita.

Ensaio com os fluidos apresentados na **Tabela 10** também foram executados, seguindo o mesmo procedimento descrito adiante.

Foram preparados fluidos com e sem partícula magnética, sob agitação mecânica para auxiliar na homogeneização. Após o preparo das amostras, as mesmas foram transferidas para um molde de metal com dimensões de 9,3mm de largura, 63,3mm de comprimento e 2,0mm de espessura. Em seguida, o molde foi levado a uma prensa hidráulica pré-aquecida a  $70^{\circ}C$ , que tem a função de auxiliar no preparo do corpo de prova, conforme a **Figura 35**. Foi aplicada uma carga de 5 toneladas, com intervalos de desgaseificação de 5 minutos durante o tempo de moldagem. A desgaseificação

consiste em liberar a carga aplicada e reaplicá-la, para que não sejam formadas bolhas no corpo de prova. Durante o resfriamento da amostra, foi aplicada uma carga de 2 toneladas. Foi estabelecido um tempo de moldagem de 1 hora, baseado nos ensaios de reticulação estáticos. Esse tempo demonstrou-se suficiente para que o fluido sofra o processo total de reticulação. Após esse tempo, o corpo de prova está pronto para ser submetido ao teste mecânico de tração.



**Figura 35:** Processo de fabricação dos corpos de prova para ensaio mecânico: a) Mistura do fluido com o agente de reticulação; b) acondicionamento do fluido no molde; c) prensagem do molde.

Os testes de tração foram realizados na máquina de ensaio universal EMIC, modelo DL2000. Os parâmetros utilizados nos ensaios foram os listados a seguir.

- Força máxima: 500N;
- Dimensão do corpo de prova: 9,3mm de largura, 63,3mm de comprimento e 2,0mm de espessura;
- Dados de saída: Tensão Máxima, Tensão de Ruptura, Deformação Máxima e Deformação de Ruptura;
- Taxa de deformação: 100 mm/min.

A **Figura 36** apresenta o equipamento durante a realização do teste de tração.



**Figura 36:** Equipamento utilizado nos testes de tensão (EMIC DL-2000).



## 6. Resultados

O objetivo foi avaliar uma nova metodologia de combate à perda de circulação utilizando a reticulação de polímeros combinada com a mudança das propriedades reológicas de fluidos magneto-reológicos (FMR) quando sob a ação de um campo magnético. Os ensaios experimentais foram realizados utilizando-se inicialmente uma tinta magnética comercial para provar o conceito de combate a perda via aplicação de campo magnético e reticulação de fluidos poliméricos. Após testes com a tinta magnética, foram produzidas formulações de fluidos magneto-reológicos compostos por soluções poliméricas contendo uma suspensão de partículas magnéticas. Os referidos fluidos quando sob ação de campo magnético se estruturam e aumentam a tensão limite de escoamento e criando uma resistência ao escoamento. Enquanto isso, os polímeros utilizados na composição do fluido agem formando estruturas reticuladas que, após um determinado tempo, selam a região onde está ocorrendo a perda de circulação.

A tinta magnética comercial utilizada nos ensaios exploratórios foi escolhida, principalmente, porque possui propriedades magnéticas e tem, além disso, capacidade de reticulação em temperatura próxima aos fluidos magneto-reológicos (FMR) avaliados neste trabalho. Os fluidos estudados foram projetados para possuir ao mesmo tempo resposta a um campo magnético e capacidade de reticulação sob temperatura específica. Esse conceito está sendo apresentado para aplicação em cenários de perda de circulação de magnitude severa. A caracterização das partículas utilizadas na produção dos fluidos e da tinta magnética foram realizadas. A caracterização das partículas foi um fator importante no desenvolvimento deste trabalho, porque elas são as principais responsáveis pelo efeito de mudança de propriedade reológica do fluido. Foram realizados também experimentos para avaliar as mudanças das propriedades reológicas, principalmente da tensão inicial de escoamento e aumento da viscosidade aparente com a aplicação do campo magnético.

O primeiro ensaio desenvolvido foi o de medição da força de atração magnética dos fluidos escoando por um campo estático, também chamado de ensaio de deslocamento. Neste experimento, foi possível também avaliar a mudança de pressão provocada durante o escoamento com a aplicação do campo magnético. A avaliação desses ensaios, foram utilizados com base a números adimensionais. Também foram utilizados números adimensionais disponíveis na literatura, conforme apresentado na **Tabela 6**. Em seguida, foi desenvolvida uma célula magneto-reológica para os ensaios de avaliação das propriedades reológicas dos fluidos produzidos sob ação de campo

magnético. No referido experimento, a célula magnética foi alimentada por uma fonte elétrica externa e adaptada a um reômetro. Mais um experimento foi criado para avaliar a força de atração magnética dos diferentes tipos de fluidos magneto-reológicos produzidos sob ação de diferentes níveis de campo magnético. O objetivo desses ensaios foi entender como as propriedades desses fluidos variam em função do meio de dispersão, tamanho de partículas, campo magnético e distância da fonte magnética. Toda a parte exploratória para desenvolvimento desses experimentos estará detalhada nos capítulos seguintes.

Esses experimentos foram elaborados e construídos no laboratório de Engenharia Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro. O grupo de pesquisa no qual esta Tese foi desenvolvida já vem desenvolvendo pesquisas avançadas em otimização de formulações de soluções poliméricas para aplicação em cenário de perda de circulação. Por esse motivo, os ensaios de cinética de reticulação foram realizados apenas de forma complementar para entender o funcionamento dos processos de cinética de reticulação estática e dinâmica dos fluidos produzidos utilizando agentes de reticulação convencionais. Também foram realizados ensaios de resistência mecânica da massa reticulada para avaliar como a composição dos fluidos interfere nas propriedades mecânicas dos materiais após a reticulação.

Neste capítulo, serão apresentados os resultados obtidos na etapa exploratória para desenvolvimento dos aparatos experimentais e os resultados obtidos para o desenvolvimento do modelo empírico para predição de formulações de fluidos magneto-reológicos em função da tensão inicial de escoamento.

### **6.1. Caracterização das Partículas Magnéticas**

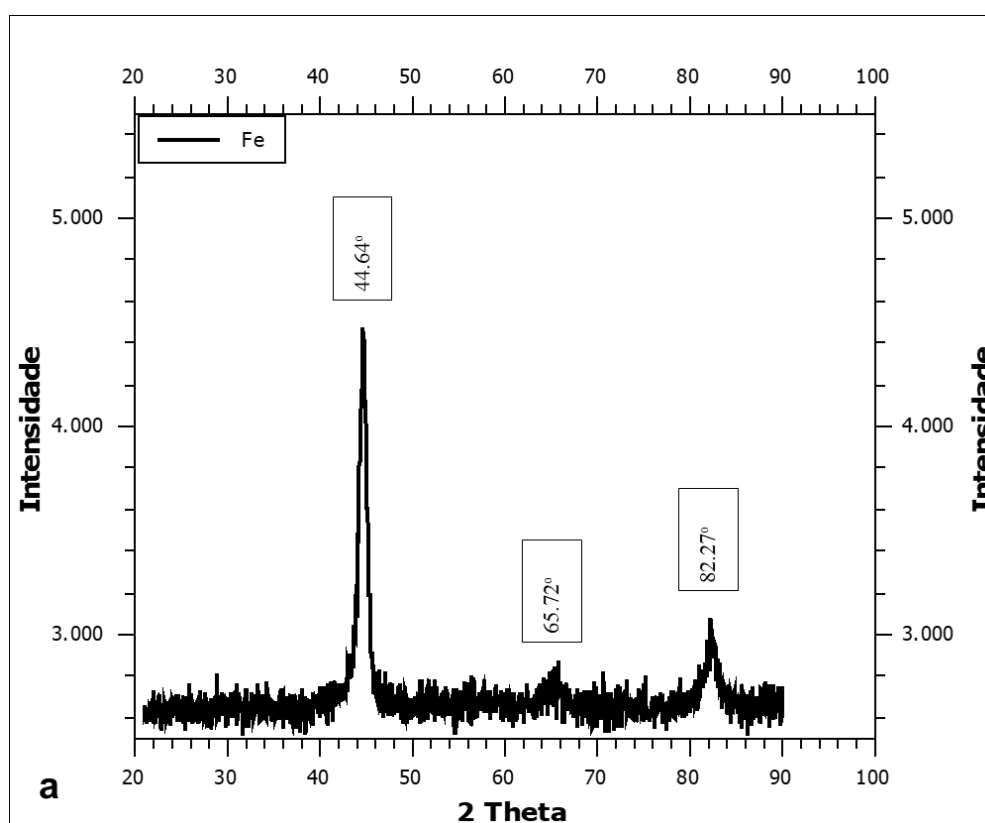
Foram realizados ensaios de Difração de Raios-X, microscopia eletrônica de varredura (MEV) em conjunto com uma espectroscopia de energia dispersiva (EDS) para identificação da morfologia, tamanho e composição química das partículas magnéticas utilizadas neste trabalho.

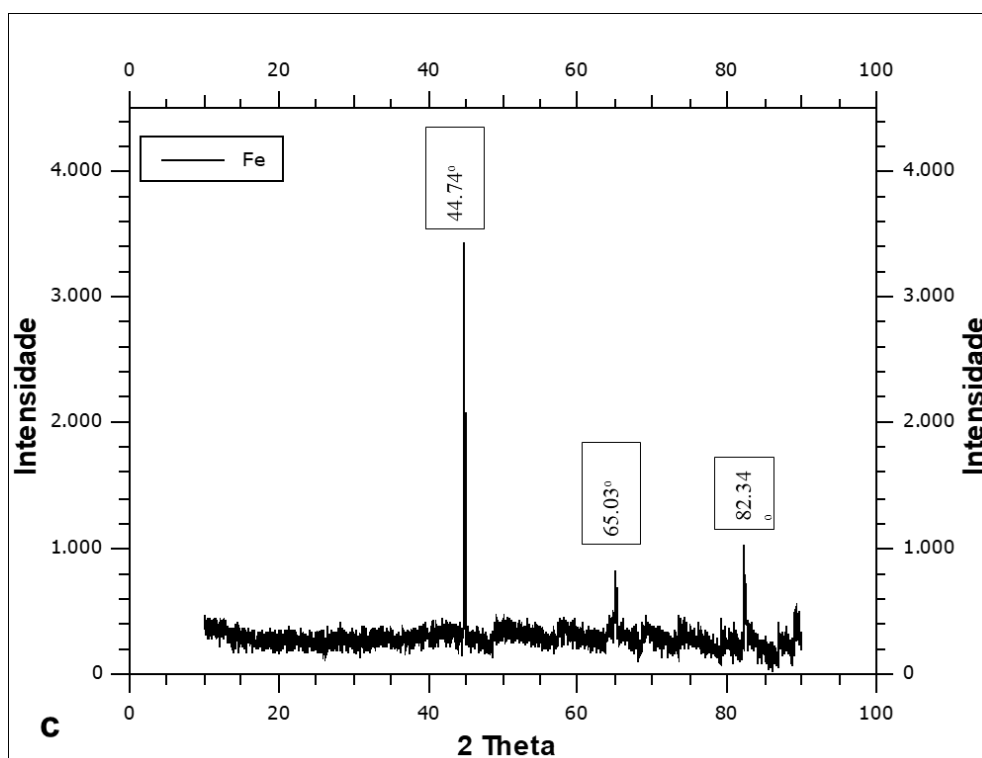
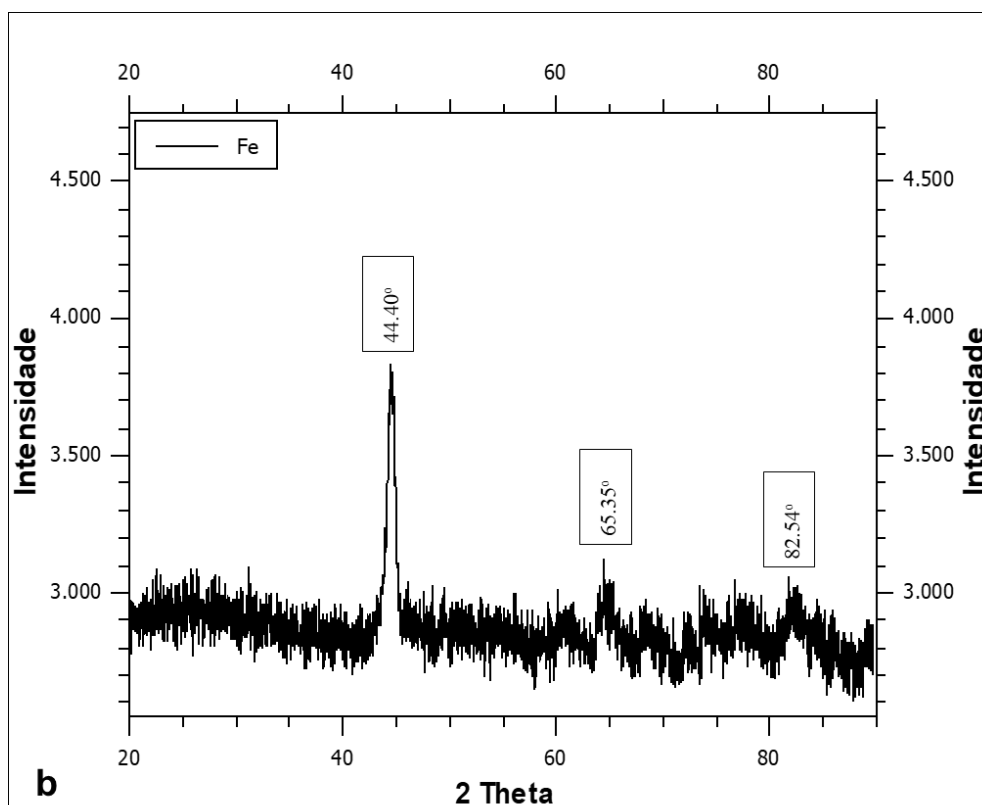
O tamanho médio e a composição química das partículas fornecidas pelo fabricante podem ser observados na **Tabela 12**.

**Tabela 12:** Informações de tamanho e composição química das partículas fornecidas pela BASF S.A

Nome	Tamanho Médio - D <sub>50</sub> (μm)	Fe (%)	C (%)	N (%)	O (%)
CIP HQ (BASF)	2,0	97,8	0,6-0,9	0,6-0,9	0,3-0,5
CIP HS (BASF)	1,8-2,3	97,5	1,0	1,0	0,5
CIP OM (BASF)	3,9-5,2	97,8	0,75-0,90	0,65-0,90	0,15-0,40

Os ensaios de raios-X foram os primeiros executados com as amostras de partículas. A **Figura 37** apresenta os resultados de difração de raios-x.



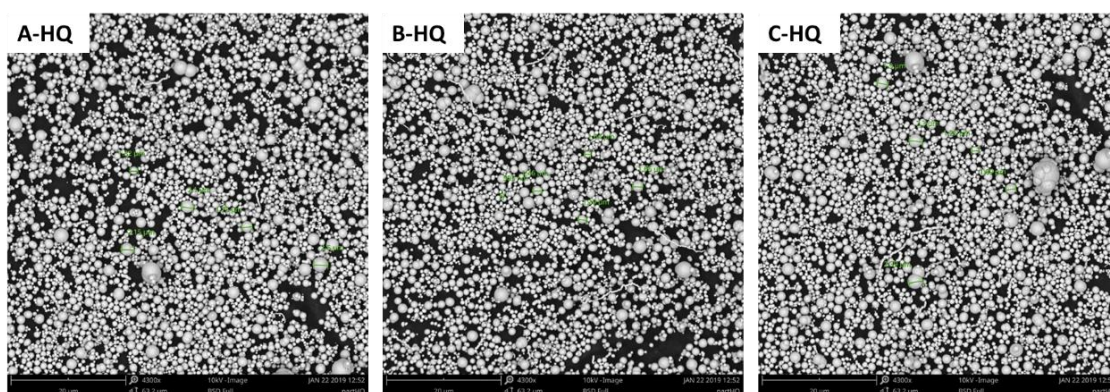


**Figura 37:** Difratoograma das partículas magnéticas. a) partícula CIP OM; b) Partículas CIP HQ; c) Partículas da tinta magnética.

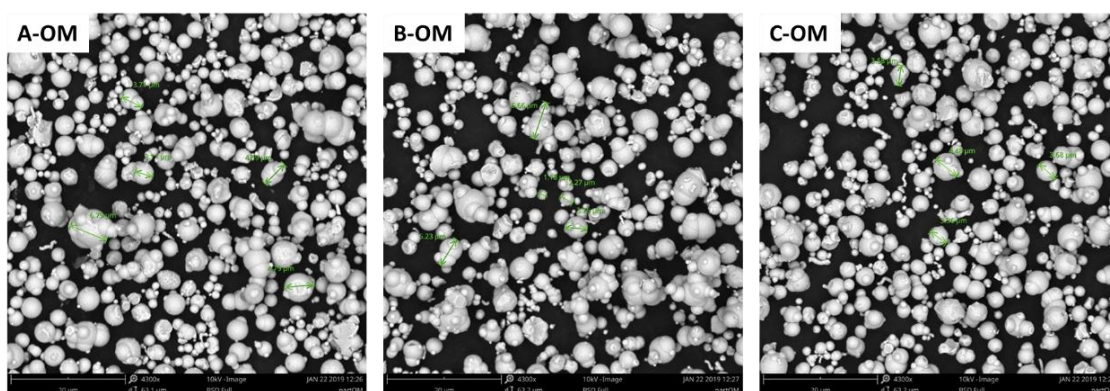
Os difratogramas das partículas magnéticas apresentadas pelas **Figura 37a**, **Figura 37b** e **Figura 37c** indicam picos característicos de materiais compostos por ferro

puro. Ensaios de difração de raios-X também foram realizados para as amostras das partículas de tinta magnética. A diferença mais marcante entre os resultados de difração de raios-x foram as intensidades nos espectros na leitura característica de aproximadamente  $44^\circ$ .

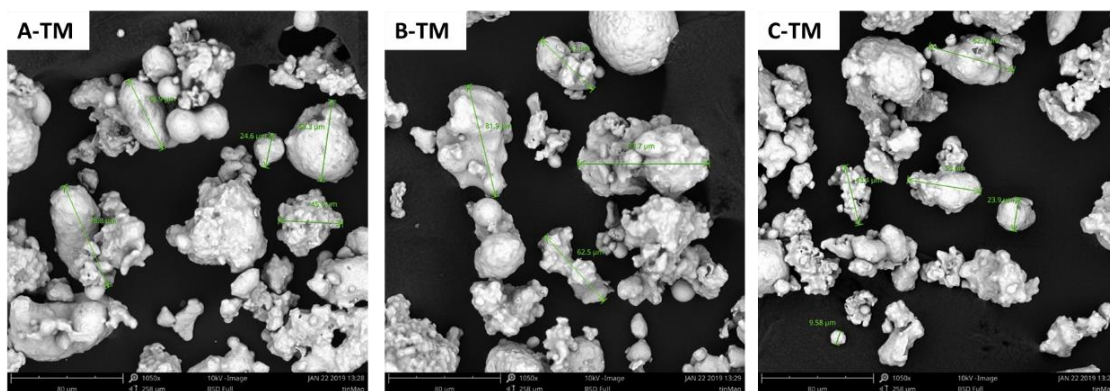
O MEV é um dos mais versáteis instrumentos disponíveis para a observação e análise de características morfológicas de materiais sólidos. A principal razão de sua utilização neste trabalho e em outros é a alta resolução em que as amostras podem ser observadas. A morfologia das partículas, assim como uma identificação do tamanho diretamente nas imagens, pode ser observada nas **Figura 38**, **Figura 39** e **Figura 40**, apresentadas a seguir.



**Figura 38:** Micrografias das partículas de CIP HQ com identificação de tamanho, aumento de 4300 vezes.



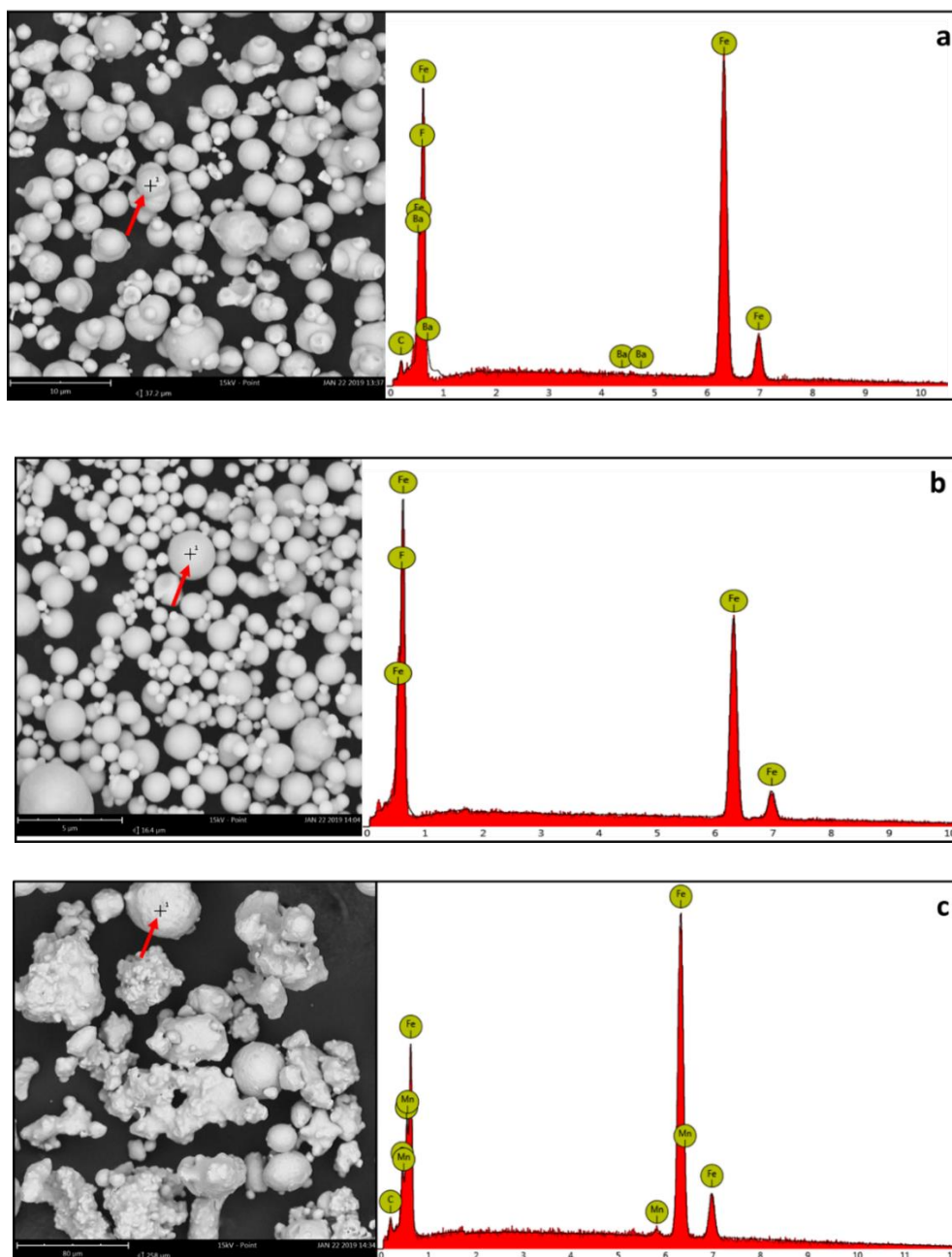
**Figura 39:** Micrografias das partículas de CIP OM com identificação de tamanho, aumento de 4300 vezes.



**Figura 40:** Micrografias das partículas de TM com identificação de tamanho, aumento de 4300 vezes.

De acordo com as micrografias das partículas de CIP HQ e OM, apresentadas pelas **Figura 38** e **Figura 39**, foi possível observar o formato de partículas com alta esfericidade e com tamanhos muito distintos. As partículas CIP HQ têm praticamente a metade do diâmetro médio das partículas CIP OM. Já as partículas da tinta magnética, **Figura 40**, não possuem uma forma bem definida. Apesar de apresentar algumas esferas, em geral, os formatos das partículas são irregulares. As partículas de CIP HQ aparentemente possuem tamanho bastante inferior às partículas de CIP OM. As partículas de tinta magnética possuem tamanhos (diâmetros) muito superiores às partículas de CIP HQ e OM.

Junto com a microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi realizada também uma análise elementar das partículas utilizadas para compor os fluidos magnéticos, como está apresentado na **Figura 41a**, **Figura 41b** e **Figura 41c**.



**Figura 41:** Análise elementar via MEV-EDS: a) partícula CIP HQ; b) partícula CIP OM e c) partículas de TM.

As partículas selecionadas para a análise elementar estão destacadas nas **Figura 41a**, **Figura 41b** e **Figura 41c** através da indicação de setas vermelhas. As referidas análises foram realizadas com o objetivo de confirmar a presença de Ferro nas amostras e os resultados apresentados confirma essa existência, mas também apontam para a presença também de Flúor, Bário e Manganês, porém em quantidades relativamente bem menores comparadas à quantidade de Ferro. Os dados relacionados à quantidade proporcional de cada átomo presente nas amostras analisadas podem ser observados na **Tabela 13**.

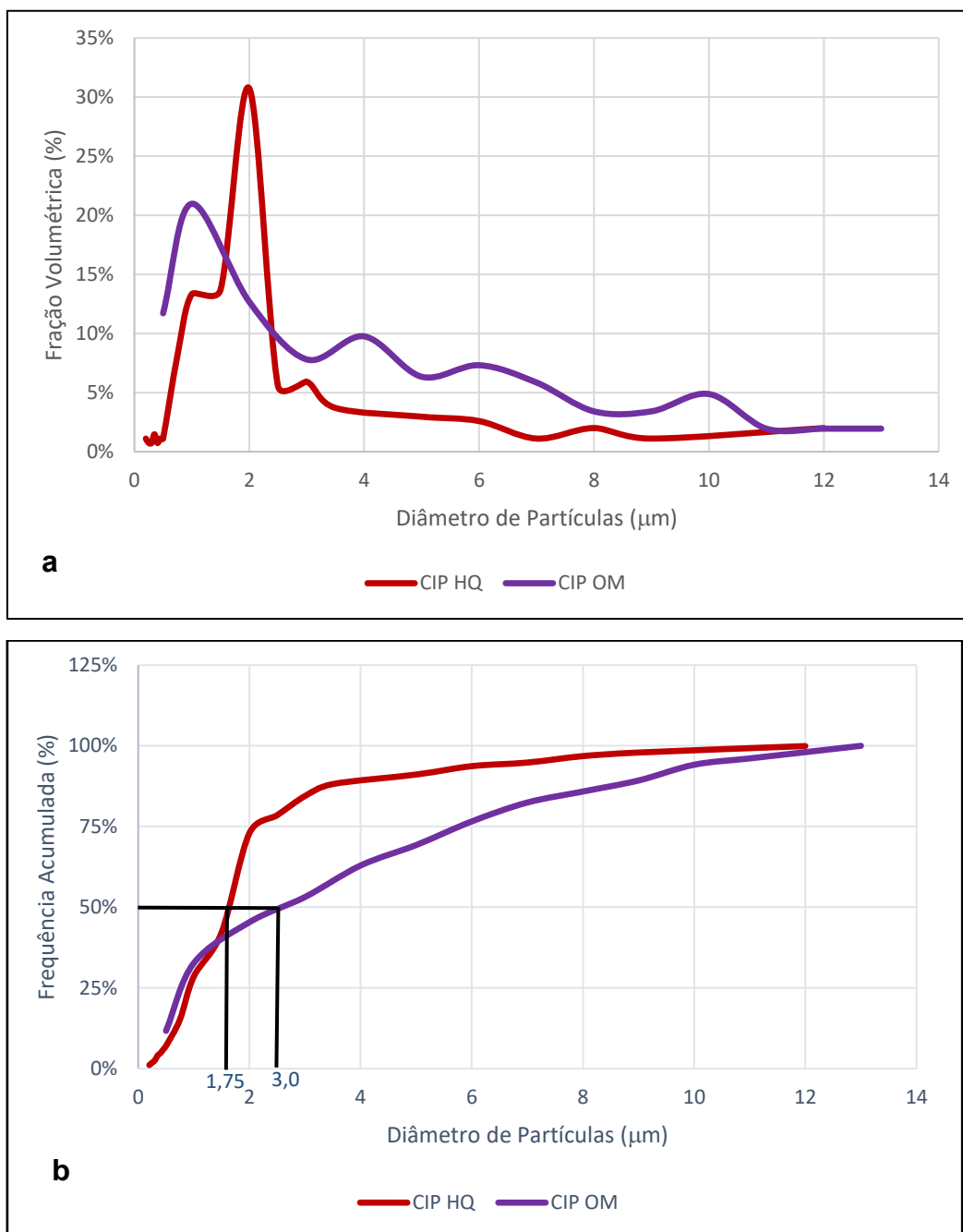
**Tabela 13:** Informações sobre quantidade atômica dos elementos presentes em cada tipo de partícula

<b>Tipo de Partícula</b>	<b>Nome do Elemento</b>	<b>% Mássico</b>
<b>CIP OM</b>	Ferro	85
	Flúor	11
	Carbono	4
<b>CIP HQ</b>	Ferro	84
	Flúor	16
<b>TM</b>	Ferro	90
	Carbono	3
	Oxigênio	4
	Manganês	1

Baseado nos dados reportados na **Tabela 13** e comparando com os dados de raios-X, é possível fazer algumas considerações sobre a presença de alguns elementos. Primeiro, em relação à presença de carbono nas amostras de CIP HQ e da tinta magnética. Possivelmente a detecção do referido elemento deve-se à presença de uma fita de carbono utilizada para colar a amostra no porta-amostra. A ocorrência de Carbono é comum neste tipo de análise e advém, na maior parte dos casos, da fita de carbono. Já a presença de Flúor nas amostras de CIP HQ e CIP OM, pode ser resíduo de materiais utilizados para a síntese das partículas. A presença de Oxigênio e Manganês na tinta magnética pode ocorrer devido ao pigmento à base de Óxido de Manganês.

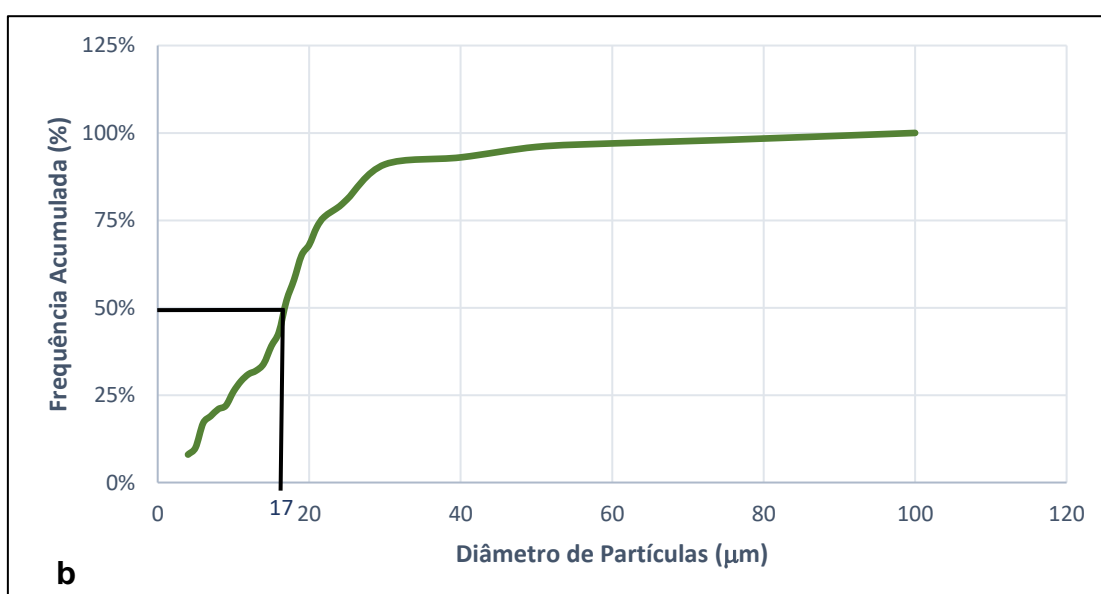
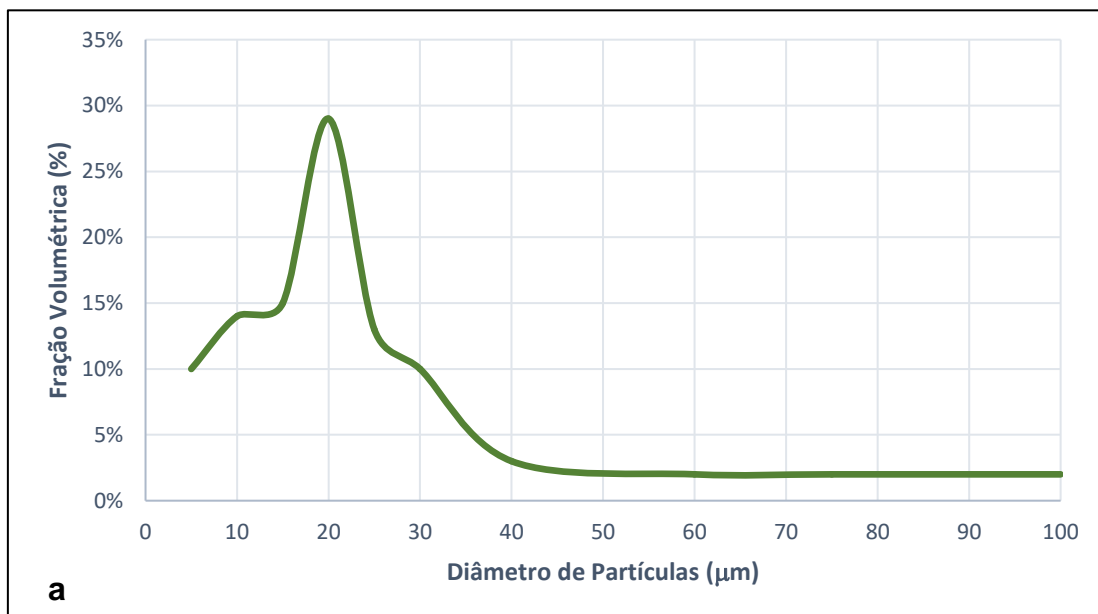
As imagens obtidas com o MEV foram tratadas, via um software de imagem chamado imageJ, para obtenção da distribuição do tamanho de partículas para cada uma das amostras analisadas. Os resultados, comparando as amostras de CIP HQ e OM, podem ser observados nas **Figura 42a** e **Figura 42b**, apresentadas a seguir.





**Figura 42:** Distribuição de diâmetros de partículas das amostras CIP OM e HQ estimadas com as imagens obtidas via MEV e tratadas com o software imageJ: a) Distribuição de diâmetros, b) Estimativa da distribuição acumulada de diâmetros de partículas.

A técnica utilizada para a estimativa da distribuição de tamanhos das partículas CIP HQ e CIP OM também foi aplicada para estimativa da distribuição de tamanhos das partículas dispersas na tinta magnética. Os resultados podem ser observados nas **Figura 43a e 46b**.



**Figura 43:** Distribuição de diâmetros de partículas das amostras CIP OM e HQ estimadas com as imagens obtidas via MEV e tratadas com o software imageJ: a) Distribuição de diâmetros, b) Estimativa da distribuição acumulada de diâmetros de partículas.

De maneira geral, as partículas dispersas na tinta magnética têm diâmetros maiores do que as fornecidas pela BASF S.A., as quais foram utilizadas no preparo da maior parte dos fluidos avaliados neste trabalho. Esse resultado pode ser comprovado comparando os valores obtidos de diâmetro nas **Figura 42b** e **Figura 43b**. Baseado nas **Figura 38** e **Figura 39**, as formas das partículas fornecidas pela BASF S.A., CIP OM e CIP HQ se apresentam como quase esferas perfeitas. Já as utilizadas na produção da tinta magnética, apresentadas na **Figura 40**, na maior parte dos casos apresentaram-se totalmente disformes.

Segundo o manual do Zetasizer, a faixa de tamanho que o equipamento consegue medir está entre 0,3nm até 10 $\mu$ m. Levando em conta os dados de diâmetro médio das partículas fornecidas pela BASF S.A. e reportadas na **Tabela 12**, os valores enquadram-se na faixa de leitura do equipamento.

O Turbiscan foi desenvolvido para estudar a estabilidade de suspensões coloidais. Esse analisador possui um sistema composto por uma fonte de luz infravermelha e dois detectores sincronizados. O detector de transmissão recebe a luz, a qual passa pela amostra, enquanto o detector de retorno capta o espalhamento da luz provocado pelo material disperso em cada tipo de amostra. O *Turbiscan* é capaz de identificar mudanças na concentração de suspensões e, em alguns casos, tamanho de partículas dispersas no meio analisado. O equipamento opera fazendo leituras pré-programadas e sobrepõe as curvas referentes às leituras para mostrar processos de sedimentação, coalescência e desestabilização (no caso de emulsões).

O resumo da distribuição do diâmetro de partículas obtido utilizando diferentes técnicas está apresentado na **Tabela 14**.

**Tabela 14:** Diâmetro médio de partículas encontrado por diferentes técnicas para as partículas CIP HQ, CIP OM e tinta magnética

Fonte	D <sub>50</sub> ( $\mu$ m) - HQ	D <sub>50</sub> ( $\mu$ m) - OM	D <sub>50</sub> ( $\mu$ m) - TM
BASF S.A. datasheet	2	3,9-5,2	N.A.
Turbiscan	2,6	7,95	173
Zetasizer	2,65	5,3	Não realizado
MEV	1,75	3,00	17

Os diâmetros médios, estimados para as partículas CIP HQ, CIP OM e partículas da tinta magnética, analisando as imagens do MEV com o software imageJ, foram 1,75 $\mu$ m; 3 $\mu$ m e 17 $\mu$ m, respectivamente. Possivelmente, o valor de diâmetro médio

encontrado para as partículas da tinta magnética,  $173\mu\text{m}$ , utilizando o equipamento Turbiscan foi grande devido a um processo de aglomeração. Os valores de diâmetro médio de partículas utilizando as diferentes técnicas apontaram que para as partículas CIP HQ e CIP OM a diferença em relação aos dados de diâmetro médio fornecidos pela BASF S.A. foram pequenas. Os valores mais próximos de diâmetro foram os obtidos via Zetasizer. Com o MEV a técnica de análise das imagens foi realizada com o auxílio do software ImageJ. Em cada uma das 5 imagens obtidas para cada amostra foram medidas a dimensão de 5 partículas. O software permitiu analisar a distribuição de tamanhos por imagem. A média dos valores foi obtida e com isso a média obtida para as 5 imagens de cada amostra foi calculada e reportada na **Tabela 15**. Os valores obtidos para as partículas CIP HQ e CIP OM foram dentro da faixa informada pela BASF S.A. Já para as partículas da tinta magnética os valores obtidos foram elevados. Porém nas imagens obtidas é possível constatar que realmente a dimensão das partículas da tinta magnética é muito superior as das partículas fornecidas pela BASF S.A. A caracterização das partículas da tinta magnética só foi possível porque dois procedimentos para separação das partículas foram realizados. No primeiro deles, a tinta magnética foi separada utilizando o Kit Retorta e os resultados demonstraram que a tinta é constituída por frações volumétricas de 64% de água, 8% de óleo e 18% de sólidos. Já no segundo deles, o procedimento realizado permitiu a separação das partículas magnéticas pela diluição. O volume de partículas foi calculado com base no diâmetro médio de partícula obtido nas análises via MEV. No primeiro ensaio, foi obtida uma fração volumétrica de 14,31%. Já no segundo ensaio, foi obtida uma fração volumétrica de 15,5%. Uma diferença de aproximadamente 8,3%. A diferença de volume de sólidos obtidas no teste com a retorta e no teste de separação com campo magnético foi de aproximadamente 21%. Possivelmente essa diferença deve-se a outros tipos de sólidos não magnéticos utilizados para compor a formulação da tinta, tais como: pigmentos, espessante, inibidores de corrosão.

Uma das ideias de utilizar a referida tinta magnética foi para avaliar um material facilmente encontrado no mercado e que tem potencial para utilização em aplicações industriais, principalmente na atividade fim que trata esta tese, a qual é o desenvolvimento de fluidos de perfuração para combate a perda de circulação. A tinta magnética testada, além de propriedades magnéticas, possui propriedades de reticulação. Desta forma, esse material é adequado para uma apresentação de prova de conceito proposta por esta tese.

## **6.2. Etapa Exploratória de Ensaio para a Construção dos Aparatos Experimentais e Testes Utilizados**

Aqui, serão apresentadas as etapas de desenvolvimento dos aparatos experimentais desenvolvidos. Resultados dos testes com diferentes fluidos magneto-reológicos também serão apresentados.

### **6.2.1. Construção, Desenvolvimento e Testes Utilizando os Ensaio de Deslocamento – Ensaio Dinâmico de Medição de Força de Atração Magnética.**

Nesta seção, serão apresentados os ensaios experimentais de deslocamento criados para avaliar o comportamento dos fluidos magneto-reológicos escoando em um tubo quando sob efeito de um campo magnético estático. Os testes iniciais foram realizados com tinta magnética. Nos ensaios com tinta magnética serão apresentados os melhoramentos realizados na evolução do experimento de deslocamento, as propriedades da tinta magnética sob efeito de um campo magnético e a avaliação do número adimensional criado para avaliar a relação entre forças de resistência magnética e viscosa. Na sequência, serão apresentados os resultados obtidos nos ensaios com os fluidos magneto-reológicos orgânicos produzidos inicialmente. Ensaio de estabilidade dos fluidos magneto-reológicos orgânicos produzidos também foram realizados e serão apresentados nesta seção. Finalmente serão avaliados os fluidos magneto-reológicos aquosos, produzidos com características de resposta ao campo magnético e reticulação. Os FMR aquosos avaliados foram apresentados na **Tabela 10**.

#### **6.2.1.1. Desenvolvimento do Ensaio de Deslocamento**

Resumidamente, o ensaio de deslocamento foi produzido para fazer a avaliação do deslocamento dos FMR's entre duas seringas sob efeito de um campo magnético. A construção do ensaio sofreu aperfeiçoamento ao longo da Tese. O primeiro aparato experimental utilizado no teste foi construído utilizando duas seringas interligadas com um tubo de silicone. A ideia foi avaliar como algumas mudanças na composição do fluido poderiam interferir na resposta ao deslocamento do fluido sob ação do campo

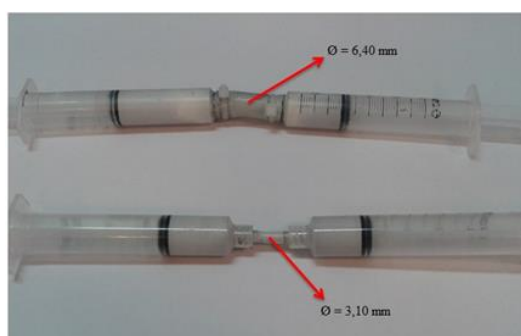
magnético. O protótipo experimental inicial pode ser observado na **Figura 44**, apresentada a seguir.



**Figura 44:** Teste da seringa preliminar.

Inicialmente, para compor o experimento, foram utilizadas duas seringas plásticas de 5mL e um segmento de aproximadamente 3cm de comprimento de tubo de silicone com diâmetros de 3,1cm e 6,4mm.

A montagem do experimento inicial foi com o preenchimento de uma das seringas com fluido magnético e depois conectada a um tubo de silicone. Em seguida, a outra extremidade do tubo de silicone foi conectada na outra seringa (vazia). Uma mudança feita no aparato experimental foi a adaptação de um tubo de silicone com diâmetro maior. Os testes, utilizando diâmetros diferentes, foram para avaliar a diferença de força necessária ao deslocamento do fluido sob efeito de um campo magnético com mesma intensidade. A montagem dos experimentos com diâmetros de mangueira diferentes pode ser observada na **Figura 45**.



**Figura 45:** Teste de alcance do campo magnético.

Testes utilizando tinta magnética foram realizados utilizando este dispositivo. O campo magnético foi aplicado com um ímã de neodímio com as dimensões de 10mm de diâmetro e comprimento 10mm (0,360T).

Em seguida, um sistema mais robusto foi montado, onde foram conectadas duas seringas de 60mL, com bico cateter, a um tubo de silicone com 200mm de comprimento ao total, 12mm de diâmetro externo e 7mm de diâmetro interno. O tubo de silicone foi cortado ao meio, na posição de 100mm, e conectado a um conector na forma de T, possui 40mm. Ao conector T foi integrado um manômetro de Bourbon. A adaptação do manômetro ao sistema foi com o objetivo de entender qual a perda de carga associada ao escoamento em função da aplicação de um campo magnético. O novo formato do experimento ficou como apresentado na **Figura 46**.



**Figura 46:** Adaptação do experimento com a inserção de um manômetro.

Já com o dispositivo apresentado na **Figura 46**, foram realizados testes preliminares sem campo magnético, para conhecer os valores de pressão de deslocamento do fluido magnéticos entre as seringas. Adotando a posição do manômetro como um marco, o ímã foi posicionado do lado em que a seringa está vazia. Tomando-se como base a direção do escoamento, o ímã ficou após o manômetro. O campo imposto pelo ímã é perpendicular ao escoamento. Desta forma as partículas em suspensão se aglomeram no ponto de aplicação do campo magnético e à medida que mais fluido passa pelo ponto de aplicação do campo maior o grau de obstrução do tubo, maior a perda de carga gerada e pressão lidas no manômetro. No entanto, os testes preliminares utilizando o sistema de deslocamento de FMR utilizando o aparato descrito na **Figura 46** foram realizados com deslocamento manual. Esse tipo de método de deslocamento não tem controle de força aplicada ao deslocamento e muito menos vazão. Por esse motivo, uma nova modificação foi realizada para garantir que o experimento tivesse o controle de vazão e força adequado. As seringas foram





Na **Figura 50**, a variável  $V_m$  é a velocidade média em que o fluido é deslocado pela região anular (distância entre a parede do poço e a rocha).  $L_i$  é a extensão (comprimento da fonte magnética) e  $D_{fm-f}$  é a distância entre a fonte magnética e a formação (fratura).

Para ajudar a relacionar as variáveis envolvidas no problema, foi tomado como primeiro passo a enumeração das grandezas fundamentais envolvidas no processo, como: massa [M], comprimento [L], tempo [T] e corrente elétrica [A].

Baseado no problema descrito na **Figura 50** e no ensaio de deslocamento, foi iniciado o segundo passo previsto no estudo, que foi seguir o Teorema de *Buckingham*, organizando as variáveis mais relevantes em pequenos grupos adimensionais, chamados de grupos  $\pi$ . Foram selecionadas como variáveis mais importantes do processo as seguintes: Viscosidade aparente ( $\eta$ )

, diferencial de pressão ( $\Delta P$ ), diâmetro do tubo (D), comprimento da seção de aplicação do campo magnético (L), velocidade média de deslocamento do fluido ( $V_m$ ), campo magnético (B) e corrente elétrica (I). As variáveis foram combinadas em dois grupos  $\pi$  principais:

- $\pi_1$ :  $\Delta P$ , L, B, i.
- $\pi_2$ :  $\eta$ ,  $V_m$ , B, i.

O diferencial de pressão foi selecionado como variável mais importante para obtenção do  $\pi_1$  e a viscosidade foi a mais importante para obtenção de  $\pi_2$ . A viscosidade utilizada nos cálculos utilizando os adimensionais foi estimada sob efeito do campo magnético. Desta forma a equação que descreve cada um dos grupos adimensionais ficou descrita como apresentado pelas **Equações 6 e 7** apresentadas a seguir.

$$\pi_1 = \frac{\Delta P \cdot L_i}{B \cdot i} \quad \text{Eq.6}$$

$$\pi_2 = \frac{\eta \cdot V_m}{B \cdot i} \quad \text{Eq.7}$$

Um terceiro adimensional,  $\pi_3$ , foi obtido fazendo uma relação entre  $\pi_1$  e  $\pi_2$ .

$$\pi_3' = \frac{\Delta P \cdot L}{\eta \cdot V_m} \quad \text{Eq.8}$$

O propósito de relacionar os adimensionais  $\pi_1$  e  $\pi_2$  foi verificar como as variações na pressão são afetadas pelo  $L_i$ , que representa o contato entre o fluido e a fonte magnética, a  $V_m$  (velocidade média) e  $\eta$  (viscosidade do fluido sob ação do campo magnético).

Os ímãs que foram utilizados nos experimentos foram cilíndricos, portanto  $L$  pode ser substituído facilmente por uma notação de diâmetro,  $D_i$ . Multiplicando  $\pi_3$  por uma razão de diâmetro  $D_i/D_t$ , onde  $D_i$  representa o diâmetro ímã e  $D_t$  representa o diâmetro interno do tubo, é possível chegar a uma relação de forças, conforme apresentado a seguir.

$$\pi_3 = \frac{\Delta P \cdot D_i^2}{\eta \cdot V_m D_t} \quad \text{Eq.9}$$

A relação de forças representadas pelo adimensional  $\pi_3$  descreve no numerador a resistência criada pelo campo magnético ao escoamento. Principalmente, porque  $D_i^2$  representa uma notação de área do ímã que está em contato com o fluido que escoar no tubo e quanto maior a referida área maior o  $\Delta P$ . Já o denominador descreve a força de deslocamento do fluido. Desta forma a Equação 4 pode ser representada novamente, conforme descrito a seguir.

$$\pi_3 = \frac{\text{Força Magnética}}{\text{Força Viscosa}} \quad \text{Eq.10}$$

Essa relação foi utilizada para descrever o comportamento dos fluidos magnetoreológicos avaliados nos experimentos de deslocamento com a seringa.

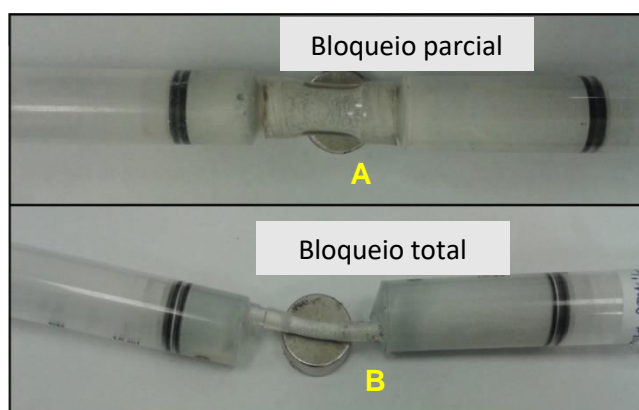
Zitha e Wessel (2002)<sup>12</sup> apresentaram uma adimensional que relaciona a perda de carga gerada com um fluido sob efeito de um campo magnético e sem aplicação do campo magnético. Os autores chamaram esse número de fator de resistência residual. No entanto, não se trata de um fator residual e sim de um número que muda em função das propriedades do fluido, do campo magnético aplicado e fatores geométricos associados ao escoamento. Outra observação é que esse número também está relacionado fisicamente ao grau de retenção de partículas em função do campo magnético aplicado, por este motivo também pode ser chamado de índice de retenção.

$$\pi_R = \frac{\Delta P_{CM}}{\Delta P_{SCM}} \quad \text{Eq.11}$$

Na Equação 11  $\pi_R$  é o índice de retenção,  $\Delta P_{cm}$  é a perda de carga sob efeito do campo magnético e  $\Delta P_{scm}$  é a perda de carga sem efeito do campo magnético. Para cada um dos fluidos produzidos será apresentado uma relação entre  $\pi_3$  em função da vazão e a relação entre  $\pi_3$  e  $\pi_R$ .

### 6.2.1.3 Resultados dos Ensaio com a Tinta Magnética

Os ensaios de deslocamento foram produzidos para entender como os fluidos magneto-reológicos em movimento são capazes de interagir com um campo magnético estático. Estes ensaios também foram elaborados para avaliar a capacidade de retenção do escoamento com a aplicação de um campo magnético. Os testes iniciais foram realizados preenchendo duas seringas com tinta magnética e conectando-as com um tubo de silicone. Um campo magnético estático era aplicado ao tubo de silicone, enquanto tentava-se deslocar a tinta magnética dentro das seringas. Os resultados iniciais podem ser observados na **Figura 48**, a seguir.

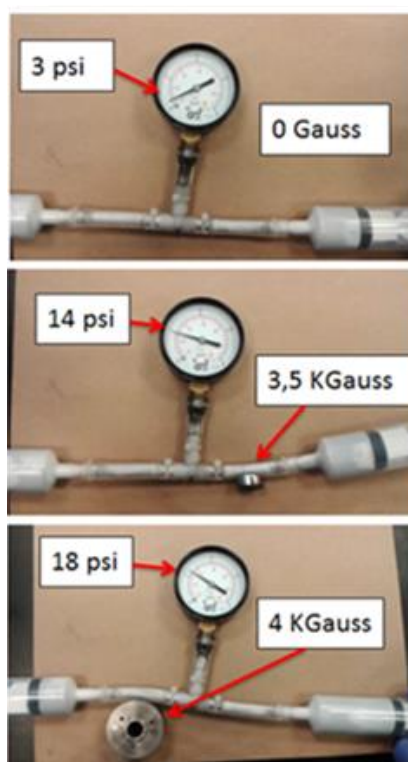


**Figura 48:** Teste da seringa com diâmetro de capilar diferente.

No ensaio representado na **Figura 48**, os diâmetros testados foram de 6,4mm (A) e 3,10mm (B). O embolo da seringa foi deslocado com a mão, sem qualquer controle de vazão ou força. O ímã de Neodímio utilizado foi o de diâmetro 10mm e comprimento 10mm (0,360T). Os resultados dos testes apontam uma resistência maior ao escoamento quando o tubo tem diâmetro menor. Provavelmente isso se deve à maior

capacidade de retenção das partículas dado que o diâmetro do tubo diminuiu, porém, o campo magnético foi mantido o mesmo. Baseado neste experimento, outro teste foi elaborado. Desta vez foi adaptado um manômetro entre as seringas por onde o fluido era deslocado. Na composição do experimento foram utilizados tubos de silicone de 12mm de diâmetro externo e 9mm de diâmetro interno. Também foi utilizado um conector T para adaptação do manômetro. Alguns resultados após essa mudança no aparato experimental podem ser observados a seguir.

### Tinta Magnética

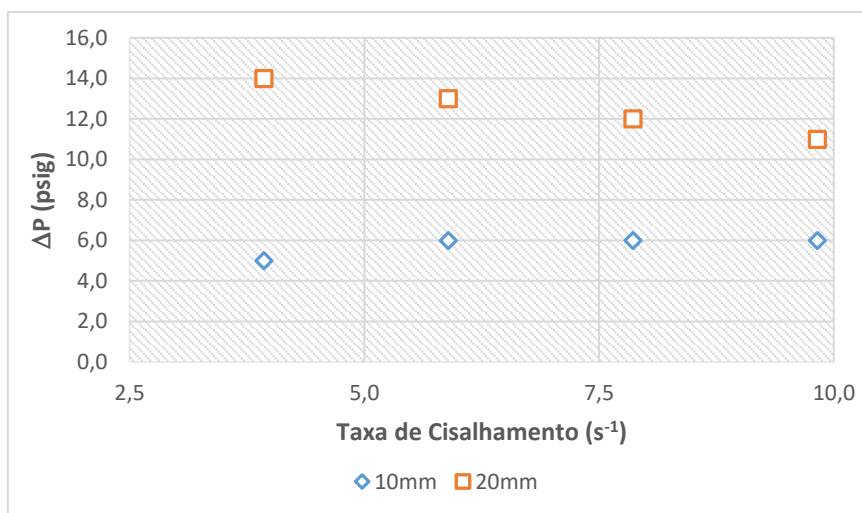


**Figura 49:** Testes de deslocamento com diferentes ímãs.

Os testes representados na **Figura 49** foram realizados com a tinta magnética e com diferentes ímãs disponíveis no laboratório. O campo magnético de cada um deles foi medido. Os valores de campo magnético dos ímãs, assim como a pressão atingida durante o deslocamento, podem ser observados na referida figura. O deslocamento do fluido entre as seringas foi feito de forma manual sempre por uma mesma pessoa. Mesmo o deslocamento sendo manual foi possível observar que há um aumento da pressão a medida que aumentava o campo magnético aplicado. Porém, com o intuito de fazer um experimento que pudesse ser reproduzível foi realizado mais uma

modificação. O deslocamento passou a ser realizado com o auxílio de uma bomba seringa, conforme ilustrado na **Figura 31**, na seção de materiais e métodos. Desta forma foi possível controlar a vazão praticada com a variação da força de deslocamento imposta pela bomba seringa. Neste novo experimento foi padronizado também os tipos de ímãs utilizados.

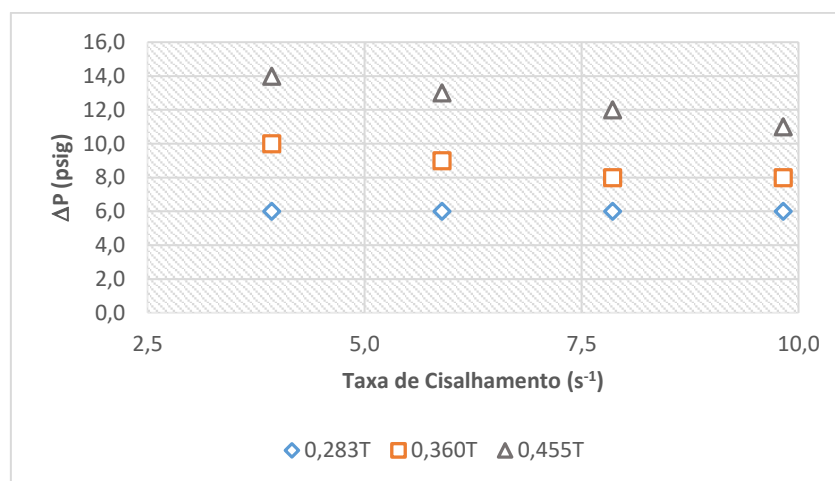
Os ímãs utilizados nos ensaios possuem formato cilíndrico com diâmetro fixo de 10mm e comprimento variado. O campo magnético gerado por cada um dos ímãs foi medido. Os testes foram realizados em 4 diferentes vazões e para cada vazão foi utilizado um ímã posicionado perpendicularmente ao escoamento ou dois ímãs em conjunto (um ao lado do outro) posicionados da mesma forma. A ideia de utilizar dois ímãs foi para avaliar como a mudança na superfície de contato, do fluido em movimento com o campo magnético estático, alterou o comportamento do escoamento, mais especificamente pela resposta no aumento de pressão lida no manômetro. O resultado da avaliação deste efeito utilizando a tinta magnética pode ser observado na **Figura 50**.



**Figura 50:** Diferencial de pressão em função da vazão para diferentes áreas de contato fluido/campo magnético (0,450T).

Os valores de diferencial de pressão foram coletados em cada vazão primeiramente para o fluido sem a aplicação do campo. As diferenças de pressão foram calculadas subtraindo os valores de pressão lidos com o campo magnético dos que foram lidos sem o campo magnético para cada vazão e  $L_i$ . De acordo com a **Figura 50** quando maior  $L_i$  maior foi a resposta no  $\Delta P$ . Nos testes com a tinta magnética em

específico, na condição em que foi aplicado ao escoamento um campo de 0,45T, a mudança de pressão, de 6 para 12psig, foi quase diretamente proporcional a mudança no  $L_i$ , que foi de 10 para 20mm. Ainda foi constatado que os testes com contato entre a tinta magnética e o campo de 10mm não sofreram mudanças significativas no  $\Delta P$ . Já os resultados obtidos com maior contato fluido-campo, 20mm, apresentaram mudanças facilmente diferenciadas e que potencialmente comparáveis. Outro estudo desenvolvido foi para avaliar como a mudança no campo magnético afeta as variações de pressão durante o escoamento. A **Figura 51**, apresentada a seguir, apresenta o comportamento da tinta magnética avaliada em diferentes vazões e campos magnéticos.



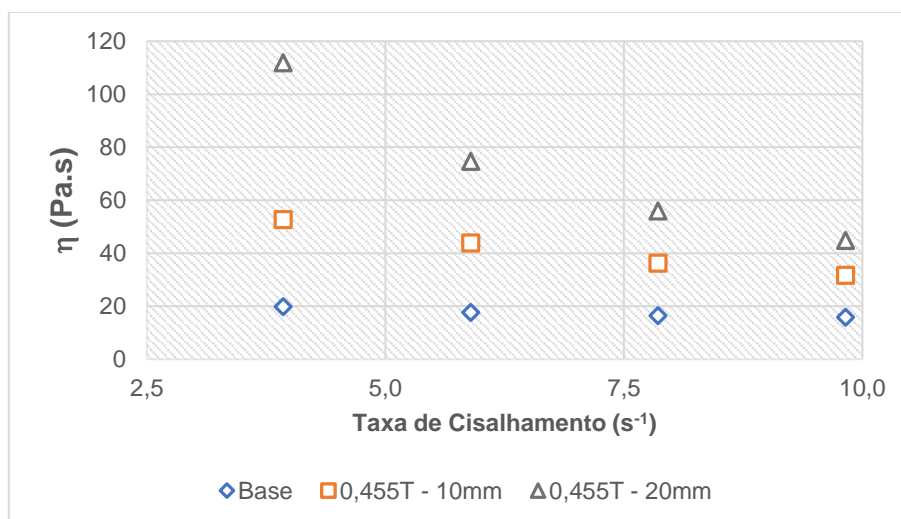
**Figura 51:** Mudança de pressão em função da variação de vazão e módulo do campo magnético aplicado ao escoamento.

Os resultados apresentados na **Figura 51** demonstram que maiores intensidades de campo magnético geram maiores diferenciais de pressão. E à medida que a vazão aumenta, a pressão cai linearmente. Em geral, um fluido escoando em um mesmo tubo que sofre apenas um aumento de vazão, sofre uma perda de carga maior, no caso dos testes realizados nesta etapa isso significaria um aumento da pressão de escoamento. Esse efeito no escoamento ocorre porque o campo magnético atua como uma válvula, porém à medida que a energia aplicada ao escoamento do fluido aumenta, devido ao aumento de vazão, o nível de retenção provocado pelo campo diminui. Uma

outra forma de avaliar esse efeito foi comparar os valores de viscosidade do fluido em função da variação de campo magnético. Os valores de viscosidade foram estimados utilizando a equação de Poiseuille, a partir dos valores de pressão obtidos nos ensaios.

$$\eta = \frac{\Delta P \pi R^4}{8 L Q} \quad \text{Eq. 12}$$

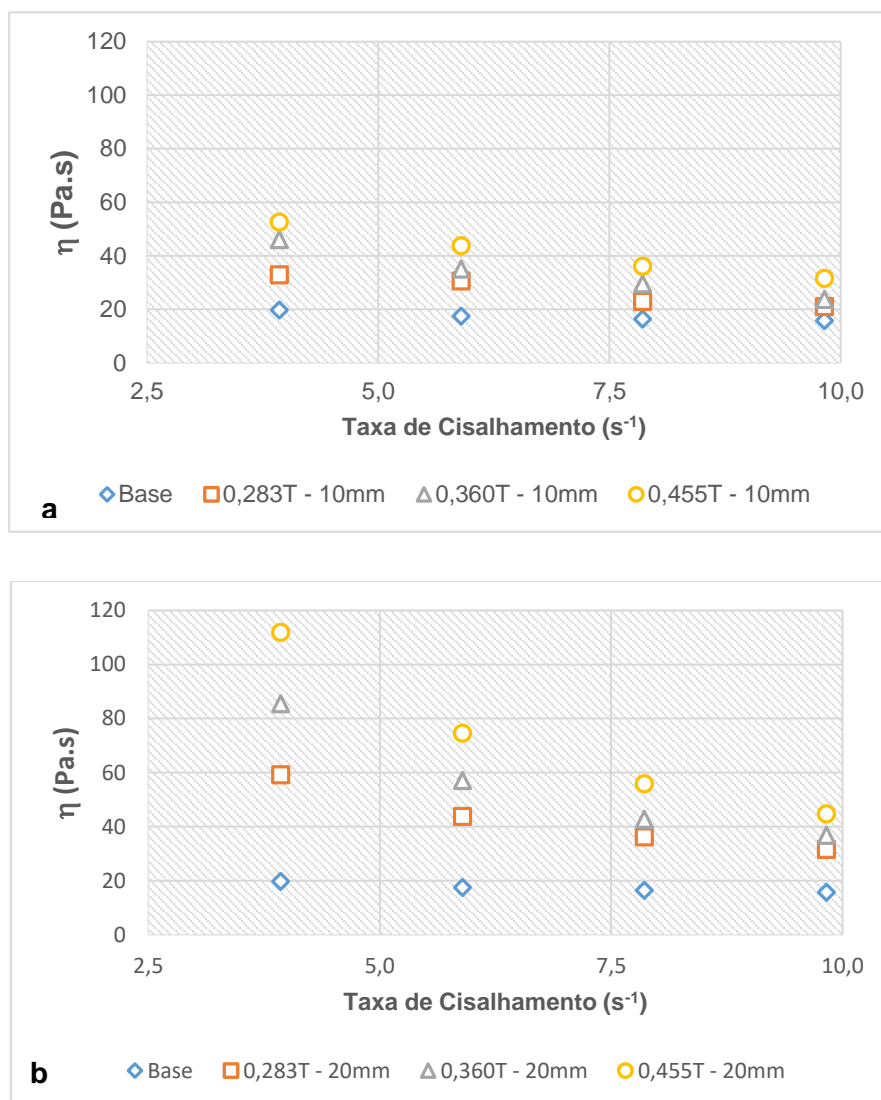
A variável  $\eta$  (Pa.s) refere-se à viscosidade dinâmica resultante,  $\Delta P$  (Pa) à variação de pressão,  $R$  (m) ao raio do tubo,  $L$  (m) ao comprimento do tubo e  $Q$  (m<sup>3</sup>/s) a vazão de escoamento. A **Figura 27** apresenta os resultados de viscosidade aparente, em função da vazão, obtidos com a tinta magnética.



**Figura 52:** Valores de viscosidade da tinta magnética sob ação do campo magnético calculados através da equação de Poiseuille.

Na **Figura 52**, estão apresentadas três curvas contendo os valores de viscosidade obtidas em diferentes condições. Os pontos azuis na forma de losango referem-se aos valores de viscosidade em função da vazão para a tinta escoando sem a influência do campo magnético. Já os pontos laranjas na forma de quadrado referem-se aos valores de viscosidade da tinta em função da vazão sob efeito de um campo magnético de 0,450T passando por uma extensão de campo de 10mm. Por fim, os pontos na forma de triângulo cinza referem-se à viscosidade da tinta sob efeito do

campo magnético, porém agora passando por uma extensão de 20mm. Uma comparação entre os valores de viscosidade em função da vazão para as diferentes intensidades de campo magnético pode ser observado a seguir.



**Figura 53:** Curvas de viscosidade em função da vazão para a tinta magnética sob efeito de diferentes campos magnéticos. a) Curvas de viscosidade obtidas com contato tubo/ímã de 10mm; b) Curvas de viscosidade obtidas com contato tubo/ímã de 20mm.

As curvas de viscosidade em função da vazão foram obtidas comparando os valores de viscosidade em diferentes intensidades de campo magnético e extensão de contato tubo/ímã. As curvas representadas na **Figura 53a** foram obtidas com o fluido com contato tubo/ímã de 10mm. Já as curvas representadas na **Figura 53b** referem-se ao escoamento dos fluidos com contato tubo/ímã de 20mm. O comportamento das



curvas em ambas as figuras demonstra que à medida que o campo magnético aumenta, a viscosidade aumenta, principalmente, se forem comparadas as curvas do fluido base.

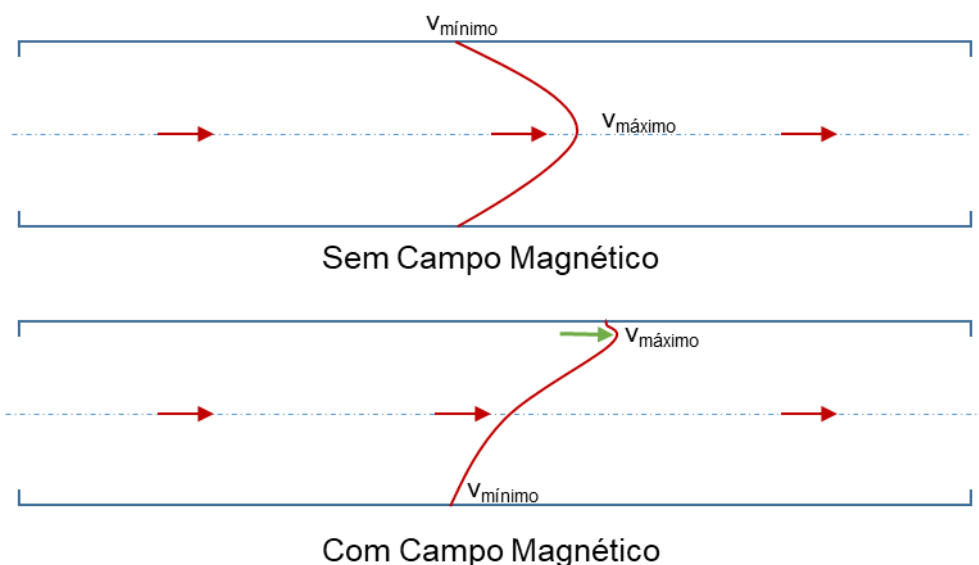
Com os dados de vazão aplicados ao escoamento, foi estimada a velocidade do fluido. Já com os dados de velocidade, foi estimado um valor médio de taxa de cisalhamento para cada vazão.

Outro fator importante que não pode deixar de ser mencionado é que o perfil de campo magnético muda à medida que o fluido se distancia da fonte de aplicação do campo magnético. Na **Tabela 15**, estão resumidos os valores de campo magnético em função da posição do fluido no tubo, em função também do número de ímãs utilizados e da intensidade do campo magnético aplicado.

**Tabela 15:** Valores de campo magnético lidas em função da posição do fluido no tubo em relação ao ímã, número de ímãs utilizados e intensidade de campo magnético gerada por cada ímã ou conjunto de ímãs

Quantidade de ímãs	Dimensões (mm)	Posição 1 (Guass)	Central (Gauss)	Posição 2 (Gauss)
1 ÍMÃ	5X10	1090	480	410
	10X10	1700	1240	910
	20X10	1750	1310	990
2 ÍMÃS	5X10	1040	670	550
	10X10	1620	1130	860
	20X10	1860	1330	900

Os valores apresentados na **Tabela 15** representam as leituras de campo magnético realizadas na posição 1, 2 mm distante do ímã; na posição central, 5 mm de distância do ímã e na posição 2, 8 mm de distância do ímã. Essas posições foram ilustradas na **Figura 35**. De acordo com os valores lidos, é possível observar que à medida que o ponto de leitura do campo magnético se afasta do ponto mais próximo do ímã os valores de campo magnético diminuem. Essa variação de campo magnético ao longo do diâmetro do tubo tem influência direta no perfil de velocidade do fluido durante o escoamento. Nos casos dos experimentos sem campo magnético, o perfil de velocidades esperado é próximo a um perfil parabólico. De forma diferente acontece com o perfil de velocidades do fluido sob efeito do campo magnético, onde existe influência do atrito do tubo e da ação do campo magnético.



**Figura 54:** Esquema do perfil de velocidades dos fluidos com e sem efeito do campo magnético.

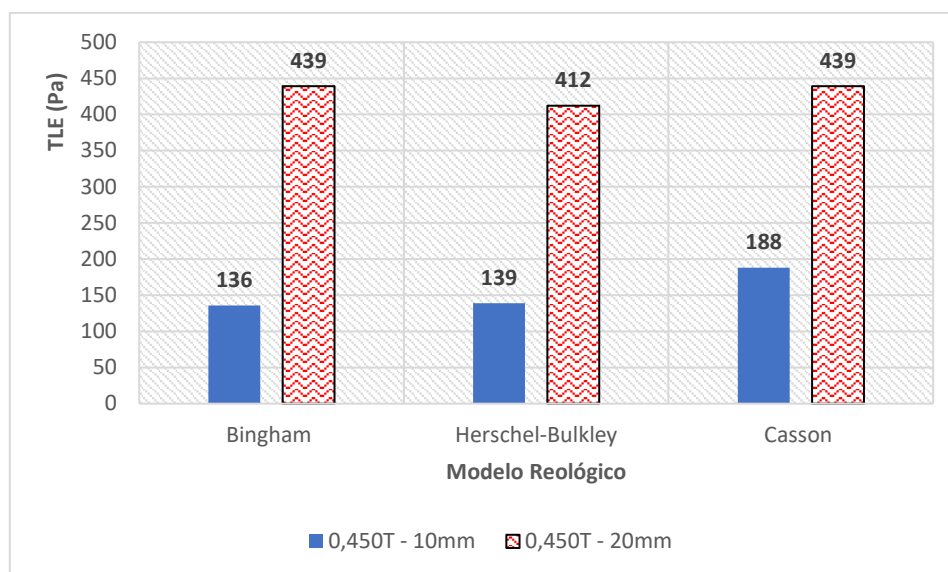
A **Figura 54** mostra como pode ser o perfil de velocidades dos fluidos escoando pelo tubo com e sem a aplicação do campo magnético. No perfil de escoamento com a aplicação do campo magnético é possível ver que o ponto de velocidade mínima é 0 e junto à parede do tubo próxima ao ímã. Já o ponto de velocidade máxima é próximo à parede do tubo oposta à posição do ímã. Com os dados de viscosidade obtidos e a taxa de cisalhamento média estimada, para o deslocamento da tinta nas vazões de teste utilizadas, foram calculados os valores de tensão inicial de escoamento utilizando os modelos de *Bingham*, *Herschel-Bulkley* e *Casson*. Os valores de tensão limite de escoamento estimados com o modelo de *Bingham* estão listados a seguir, na **Tabela 16**.

**Tabela 16:** Valores de tensão limite de escoamento obtidos com o ajuste dos dados experimentais do ensaio de deslocamento utilizando a tinta magnética

Distância	Campo Magnético		Bingham			
	B (Gauss)	$\tau_y$ (Pa)	Desvio Padrão	k	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>
10mm	0	26	8,00E-03	1,30E+01	1,00E-03	0,9999
	0,283	80	23	1,40E+01	4,00E+00	0,9251
	0,36	141	11	1,00E+01	1,90E+00	0,994
	0,45	136	15	1,90E+01	2,50E+00	0,9888
20mm	0	26	8,00E-03	1,30E+01	1,00E-03	0,9999
	0,283	181	0,004	1,30E+01	1,00E-03	0,9989
	0,36	324	11	3,24E+02	1,90E+00	0,9999
	0,45	439	0,01	1,89E-03	3,48E-05	0,9999

Os valores da **Tabela 16** foram obtidos ajustando os dados experimentais com os diferentes modelos reológicos. O ajuste foi realizado utilizando o software Statistica. Na **Tabela 18** os valores de distância, na primeira coluna, representam a extensão do contato entre a fonte magnética (ímã de neodímio) e o fluido escoando no tubo. Os valores de  $\tau_y$  representam a tensão limite de escoamento e os valores de k referem-se ao parâmetro de consistência do fluido. Os ensaios foram realizados com diferentes distâncias de contato fluido/campo magnético, 10mm e 20mm. De acordo com os valores apresentados, foi possível constatar que à medida que o campo magnético aumenta, os valores de tensão limite de escoamento também tendem a aumentar. Também foi possível constatar que quanto maior a superfície de contato do fluido/campo magnético, maior foram os valores de tensão inicial de escoamento obtidos. Os dados experimentais também foram utilizados para estimar os valores de TLE e k utilizando os modelos de Casson e Herschel-Bulkley, assim como apresentado no **Apêndice A**.

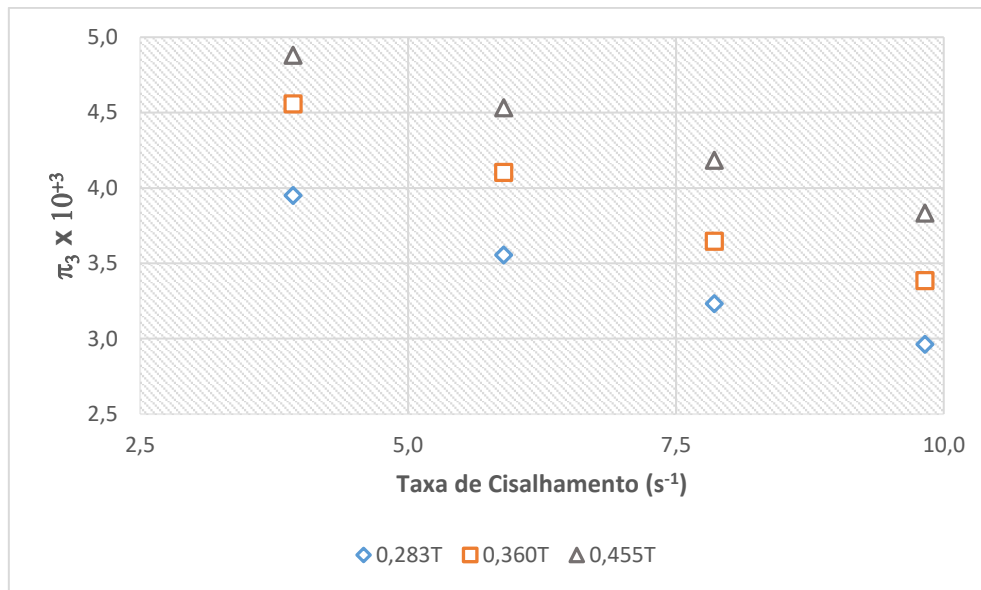
Os valores de TLE reportados no **Apêndice A** foram estimadas utilizando o modelo de Casson e Herschel-Bulkley. Utilizando estes parâmetros com o software Estatística não foi possível obter os valores de desvio padrão devido ao número pequeno de dados. A **Figura 55** destaca a diferença entre os valores de TLE obtidos para as diferentes extensões de contato fluido/campo magnético.



**Figura 55:** Comparação entre os valores de tensão limite de escoamento em função da extensão do contato fluido/campo magnético com ajuste dos dados experimentais utilizando os modelos de *Bingham*, *Herschel-Bulkley* e *Casson*.

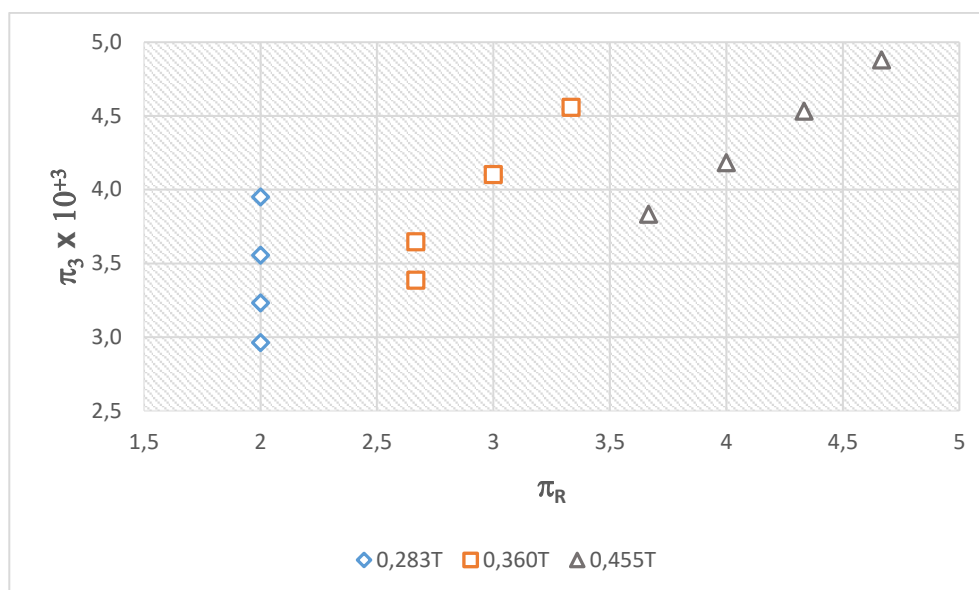
Na **Figura 55**, é possível observar que os valores de tensão limite de escoamento obtidos comparando os valores apresentados para a superfície de contato fluido/campo magnético de 20mm são muito superiores aos apresentados para a superfície de contato de 10mm. A diferença dos valores de TLE ajustados com os diferentes modelos foi muito pequena, quando comparando os valores com o maior contato fluido/campo magnético (20mm), na faixa de 6% de diferença. Para contatos fluido/campo magnético menores (10mm) a diferença chega a 35%.

Uma outra forma de avaliar esse efeito foi criando uma relação de forças que compara a força de resistência gerada pela atuação do campo magnético em relação à força de deslocamento do fluido (viscosa). A relação de forças foi representada neste trabalho por um adimensional chamado de  $\pi_3$ . A seguir, podem ser observados os resultados obtidos com a tinta magnética com as curvas comparando  $\pi_3$  obtidos em diferentes intensidades de campo magnético em função da vazão.



**Figura 56:** Comparação de  $\pi_3$  sob três intensidades de campo magnético para as diferentes vazões.

As curvas representadas na **Figura 56** são referentes ao comportamento da razão entre força magnética e viscosa para diferentes intensidades de campo magnético e em diferentes vazões. De acordo com o comportamento das curvas, é possível constatar que à medida que a vazão aumenta,  $\pi_3$  diminui, independente da intensidade do campo aplicada. Isso representa que em baixas vazões o campo magnético possui uma capacidade de retenção de fluido/partículas maior e à medida que a vazão aumenta essa capacidade diminui. Essa constatação fica claro quando  $\pi_3$  é avaliado em função de  $\pi R$ , apresentado na **Figura 57**.



**Figura 57:** Comparação do comportamento dos fluidos sob ação de um campo magnético utilizando os números adimensionais.

De acordo com os resultados apresentado na **Figura 57** a medida que o campo magnético aumenta, também aumenta o grau de retenção do fluido. Os valores da razão entre força magnética e viscosa ( $\pi_3$ ) também aumentam seguindo o aumento do grau de retenção ( $\pi_R$ ).

#### 6.2.1.4 Resultados dos Ensaios de Deslocamento e Estabilidade com os FMR's Orgânicos

Os ensaios de deslocamento foram os primeiros a serem desenvolvidos, ainda que os ensaios de força de atração magnética tenham sido apresentados no capítulo anterior. Ensaios com tinta magnética e fluidos magneto-reológicos orgânicos foram avaliados no ensaio de deslocamento. A partir dele, os demais experimentos foram elaborados, principalmente, devido à necessidade da avaliação de outras propriedades dos fluidos sob efeito do campo magnético. A maior parte das composições de fluidos magneto-reológicos apresentados na literatura é produzida com partículas magnéticas dispersas em uma base orgânica<sup>45,46,47</sup>. Em geral, os fluidos são produzidos com a suspensão de partículas em olefina ou óleo de silicone. Por esse motivo, os primeiros fluidos magneto-reológicos produzidos neste trabalho foram à base de óleo de silicone. As composições produzidas e avaliadas foram apresentadas na **Tabela 7**. Os primeiros ensaios realizados com os fluidos magneto-reológicos orgânicos tiveram como objetivo verificar a estabilidade. Em seguida foram realizados os ensaios de deslocamento.

### a) Resultados dos Ensaios de Estabilidade dos FMR's Orgânicos

Existem muitos fatores que interferem no processo de sedimentação de partículas. Os mais importantes são os apresentados pela lei de Stokes, que são: Viscosidade, densidades do fluido e da partícula, ação da gravidade e fração volumétrica. A mudança de parte deles depende da temperatura e por isso pode ser dito que para o processo de sedimentação estudado aqui, os fatores mais importantes para os ensaios são a viscosidade do fluido e a temperatura. Os ensaios foram realizados em ambiente controlado e simultaneamente, ou seja, os fluidos foram produzidos no mesmo dia, tiveram início ao mesmo tempo e permaneceram sendo testados em um mesmo ambiente. Dessa forma, o efeito de temperatura sob os testes pode ser desconsiderado. Mas ainda existia a dúvida sobre o efeito da viscosidade, principalmente devido a introdução de ácido esteárico na formulação. Por isso, previamente aos ensaios de sedimentação, foram realizados ensaios para verificar as propriedades reológicas da suspensão. Os fluidos testados nessa etapa foram produzidos sempre com a mesma fração volumétrica de partículas, 10%. Foram realizadas curvas de escoamento com variação da taxa de cisalhamento de 0,1 a 100s<sup>-1</sup> com monitoramento de tensão e viscosidade sob temperatura de 25°C, durante 20 minutos. Os dados foram analisados com o modelo da lei de potência e os parâmetros reológicos encontram-se resumidos na **Tabela 17**, apresentada a seguir.

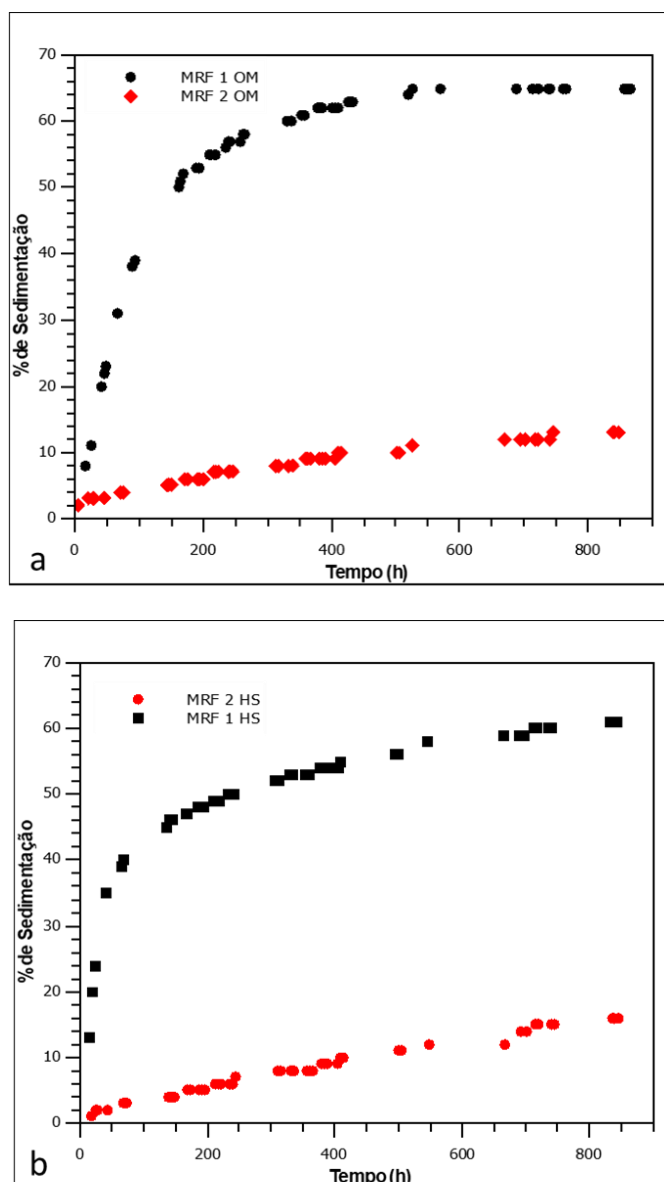
**Tabela 17:** Parâmetros reológicos e dados de correlação obtidos para o ajuste dos dados experimentais do ensaio reológico com o modelo da lei de potência

Fluidos/Parâmetros Reológicos	k	Desvio Padrão	n	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>
MRF 1 HS	4,5	0,0350	0,49	0,0220	0,9840
MRF 2 HS	2,7	0,0058	0,59	0,0064	0,9405
MRF 1 OM	4,0	0,1222	0,56	0,0086	0,9316
MRF 2 OM	2,2	0,1500	0,60	0,0088	0,9321

Comparando os dados reportados na **Tabela 17**, há uma diferença significativa entre os valores dos parâmetros reológicos obtidos em função do ácido esteárico. Os fluidos produzidos com ácido esteárico (1% v/v) são representados pelo número 2 e os sem pelo número 1. Comparando os dados da **Tabela 17**, é possível constatar que quando foi adicionado ácido esteárico aos fluidos, ocorreu um decréscimo nos valores de índice de consistência e um aumento pequeno nos valores de índice de

comportamento. Desta forma, o efeito da viscosidade no ensaio de sedimentação pode ser considerado desprezível.

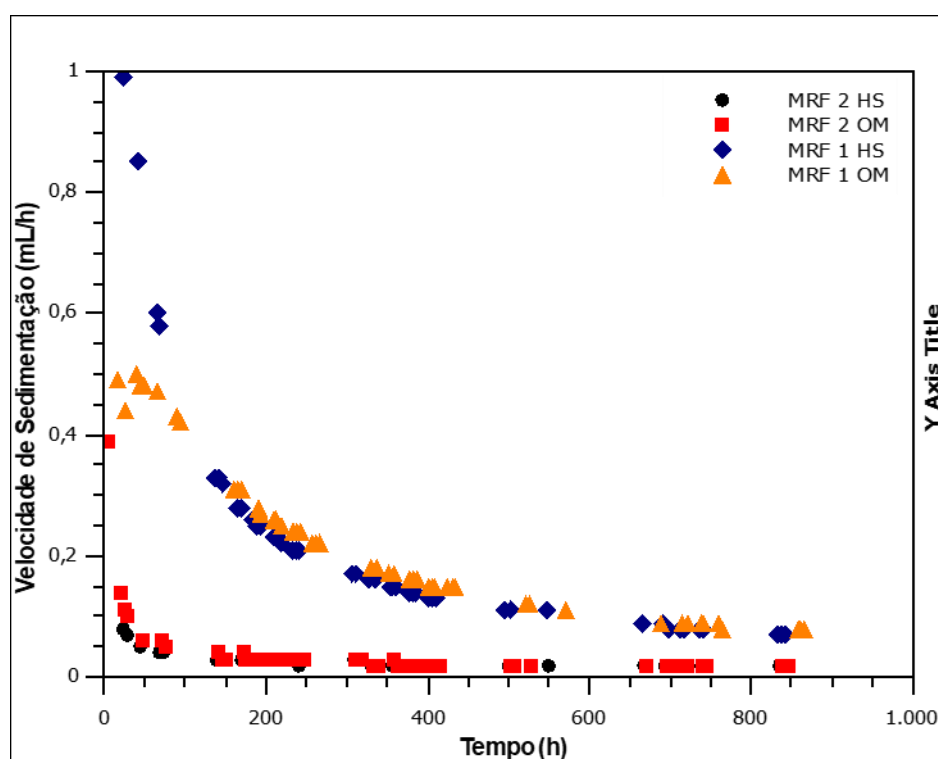
Os ensaios de estabilidade foram realizados para entender a influência do surfactante, ácido esteárico, na estabilidade dos fluidos magneto-reológicos orgânicos produzidos. Nesses ensaios, o percentual de sedimentação foi calculado utilizando a **Equação 5**. A **Figura 58** apresenta a variação do percentual de sedimentação de partículas para os fluidos produzidos com e sem ácido esteárico.



**Figura 58:** Variação do percentual de sedimentação das partículas OM e HS dispersas nos fluidos produzidos com e sem ácido esteárico. a) percentual de sedimentação para as partículas OM; b) percentual de sedimentação para as partículas HS.



A **Figura 58a** apresenta os resultados da comparação do percentual de sedimentação entre os fluidos produzidos com as partículas OM com e sem ácido esteárico. A curva formada pelos pontos em vermelha representa a sedimentação das partículas no fluido contendo ácido esteárico e a curva formada pelos pontos em preto representam as partículas dispersas no fluido sem ácido esteárico. Conforme pode ser observado o processo de sedimentação é muito mais lento quando foi adicionado o ácido esteárico ao fluido. Da mesma forma pode ser observado na **Figura 58b**, onde estão representados o comportamento da sedimentação dos fluidos com as partículas HS produzidos com e sem ácido esteárico. Com os dados de volume de sedimentação foi possível calcular a velocidade de sedimentação.



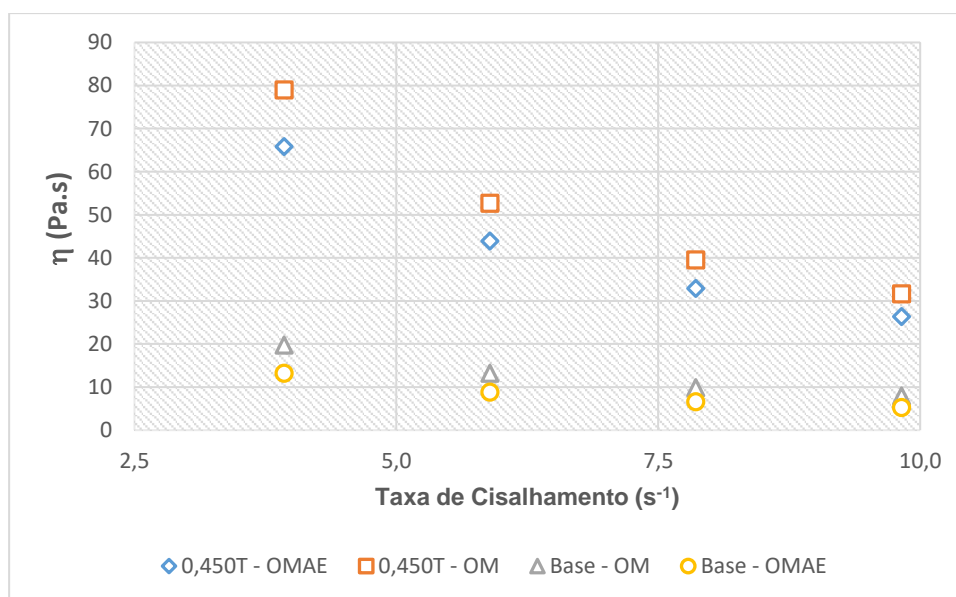
**Figura 59:** Velocidade de sedimentação das partículas OM e HS nos fluidos produzidos com e sem ácido esteárico.

Na **Figura 59**, as curvas descritas pelos pontos em azul (losango) e amarelo (triângulo) são referentes aos fluidos produzidos sem ácido esteárico. Já as representadas em laranja (quadrados) e preto (circunferências) são referentes aos fluidos com ácido esteárico. Observando as curvas é possível verificar que existe uma diferença pequena na velocidade de sedimentação comparando as partículas OM e HS. No entanto, a maior diferença pode ser constatada quando comparadas as velocidades de sedimentação dos fluidos produzidos com ácido esteárico e sem ácido esteárico.

Desta forma a introdução de ácido esteárico na formulação dos fluidos magneto-reológicos orgânicos ajuda na estabilização e interfere pouco nas propriedades reológicas da dispersão.

### b) Resultados dos ensaios de deslocamento com os FMRs orgânicos

Os ensaios de deslocamento foram realizados apenas com os fluidos produzidos com as partículas OM. Principalmente, porque as amostras de partículas HS não foram suficientes para produção de quantidade de fluido necessária para execução dos ensaios de deslocamento e magneto-reologia. Os primeiros resultados obtidos comparam a viscosidade em função da vazão para os fluidos produzidos com e sem ácido esteárico sob efeito de campo magnético com intensidade de 0,450T, conforme **Figura 60**, a seguir.



**Figura 60:** Resultados de viscosidade em função da vazão para os fluidos OMAE e OM sob efeito de campo magnético de 0,450T comparados com os valores obtidos sem a ação do campo magnético.

Na **Figura 60** é possível observar que os valores de viscosidade em função da vazão para os fluidos sob efeito do campo magnético são significativamente maiores. Para as menores vazões aplicadas nos ensaios os valores de viscosidade sem aplicação do campo magnético chegaram a ser 4 vezes o valor de viscosidade com o campo magnético. Comparando os resultados entre os fluidos produzidos com ácido

esteárico e sem ácido esteárico é possível observar que a adição de ácido esteárico ao fluido reduz a viscosidade tanto sobre efeito do campo quanto sem o efeito do campo. A redução da viscosidade sem o campo magnético é de em torno de 50%. Já a redução da viscosidade com a aplicação do campo é em torno de 20%. Provavelmente, o efeito de redução de viscosidade ocorre devido a melhoria na dispersão das partículas em suspensão.

Com os dados de viscosidade e taxa de cisalhamento foram estimados os valores de tensão inicial de escoamento utilizando os modelos reológicos de *Bingham*, *Herschel-Bulkley* e *Casson*. Os dados encontram-se presentes na **Tabela 18**.

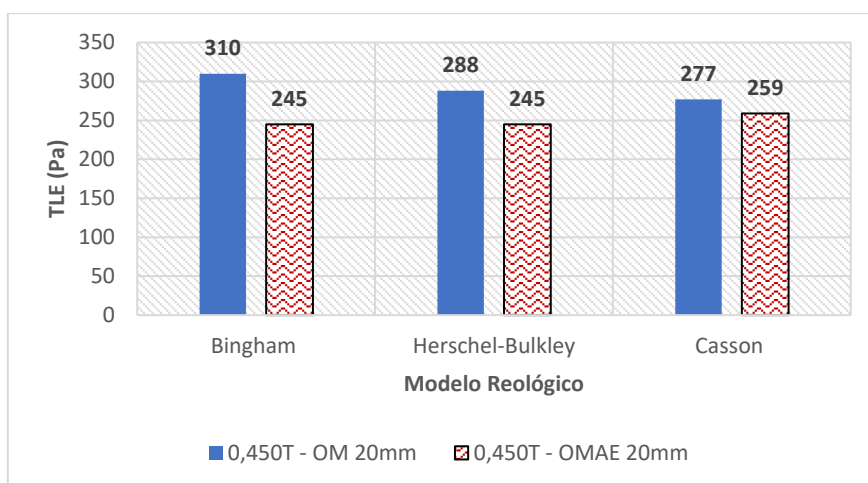
**Tabela 18:** Valores de tensão inicial de escoamento obtidas com o ajuste dos dados experimentais do ensaio de deslocamento utilizando os FMRs orgânicos

Fluido	Campo Magnético		Bingham				Herschel-Bulkley			Casson		
	B (Gauss)	$\tau_y$ (Pa)	Desvio Padrão	k	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>	$\tau_y$ (Pa)	k	R <sup>2</sup>	$\tau_y$ (Pa)	k	R <sup>2</sup>
OM 10mm	0	78	0,001	1,00E-04	1,00E-06	0,9999	74	3,60E+00	0,9999	78	3,20E-05	0,9999
	0,283	155	0,003	1,00E-04	1,00E-06	0,9999	155	2,20E-01	0,9999	155	1,10E+00	0,9998
	0,36	194	0,06	1,00E-06	1,00E-07	0,9999	194	1,28E-04	0,9998	164	3,00E-02	0,9999
	0,45	233	0,09	1,00E-04	1,00E-05	0,9999	223	1,00E+01	0,9999	211	3,00E-02	0,9999
OM 20mm	0	78	0,001	1,00E-04	1,00E-06	0,9999	78	1,60E-01	0,9999	78	3,20E-05	0,9999
	0,283	194	0,06	1,00E-05	1,00E-06	0,9999	194	1,30E-05	0,9999	164	8,00E-04	0,9853
	0,36	259	0,15	1,00E-05	1,00E-06	0,9999	245	1,30E+01	0,9999	259	6,10E-02	0,9999
	0,455	310	0,2	6,00E-04	1,00E-06	0,9999	288	2,30E+01	0,9999	277	2,70E-01	0,9999
Fluido	Campo Magnético		Bingham				Herschel-Bulkley			Casson		
	B (Gauss)	$\tau_y$ (Pa)	$\square$	k	R <sup>2</sup>	$\tau_y$ (Pa)	k	R <sup>2</sup>	$\tau_y$ (Pa)	k	R <sup>2</sup>	
OMAE 10mm	0	52	0,01	1,00E-05	1,00E-06	0,9999	0,76	1,30E-02	0,9835	20	3,20E+01	0,9999
	0,283	129	0,05	1,00E-04	1,00E-05	0,9999	129	1,90E-01	0,9999	129	1,10E+00	0,9999
	0,36	155	0,02	1,00E-06	1,00E-07	0,9999	144	1,10E+01	0,9999	155	3,00E-02	0,9999
	0,45	136	14,5	6,00E+00	2,50E+00	0,9999	144	1,10E+01	0,9999	155	3,00E-02	0,9999
OMAE 20mm	0	52	0,01	1,00E-05	1,00E-06	0,9999	0,76	1,30E-02	0,9835	20	3,20E+01	0,9999
	0,283	207	0,04	-7,00E-03	1,00E-05	0,9999	207	1,00E+00	0,9999	207	1,30E+01	0,9999
	0,36	207	0,04	-7,00E-03	1,00E-06	0,9999	207	1,00E+00	0,9999	207	4,00E-04	0,9999
	0,455	259	0,04	1,00E-04	1,00E-05	0,9999	245	1,30E-02	0,9999	259	1,00E-03	0,9999

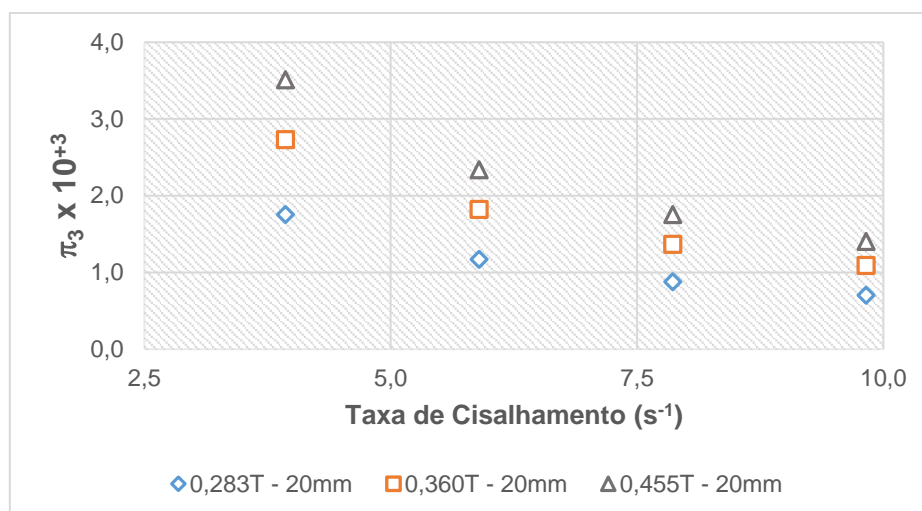
Na **Tabela 18**, estão representados também os resultados dos valores de tensão inicial de escoamento obtidos para os FMR's orgânicos testados com a aplicação de diferentes intensidades de campo magnético. Os valores apresentados também são referentes aos testes conduzidos com a mudança da superfície de contato fluido/campo magnético. Os resultados seguem um padrão próximo aos apresentados para a

comparação de viscosidade; ou seja, à medida que o campo aumenta a tensão inicial de escoamento aumenta e à medida que a superfície de contato fluido/campo magnético aumenta os valores de tensão inicial de escoamento também aumentam. Pode ser claramente constatado que os valores de tensão inicial de escoamento obtidos para os fluidos produzidos sem ácido esteárico são maiores que os obtidos para os fluidos produzidos com ácido esteárico.

A **Figura 61** destaca o que já foi observado comparando os dados da **Tabela 18**; ou seja, a tensão limite de escoamento é maior para os fluidos produzidos sem ácido esteárico e além disso foi constatado que essa superioridade de valores independe do modelo reológico utilizado para estimar a tensão. Outra análise realizada para os fluidos foi a comparação de  $\pi_3$ , adimensional que relaciona a força de resistência magnética com a força de deslocamento do fluido, **Figura 62**.



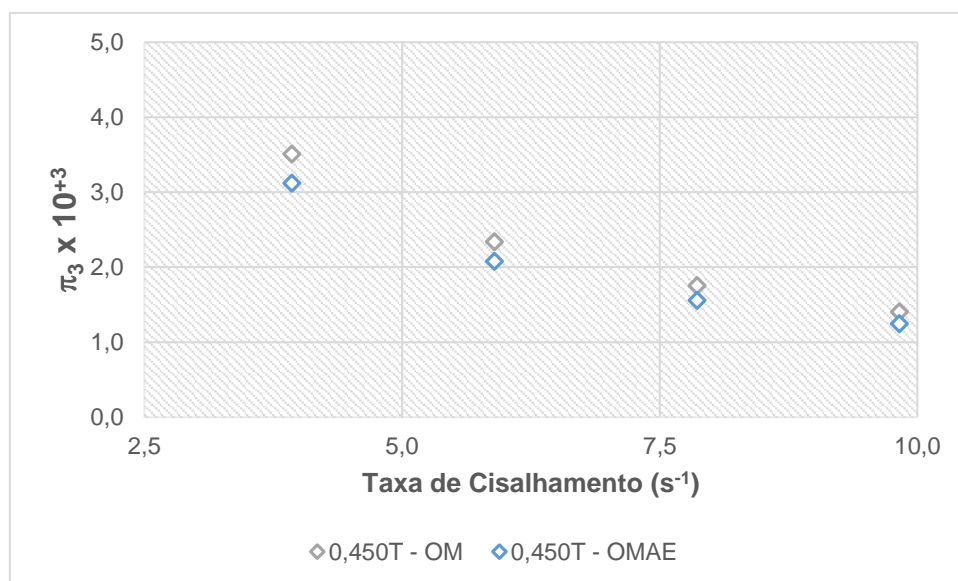
**Figura 61:** Resultados de tensão limite de escoamento obtidos para os fluidos produzidos com em sem ácido esteárico sob campo magnético de 0,450T e influência de uma superfície de contato de 20mm.



**Figura 62:** Valores de  $\pi_3$  em função da vazão para os fluidos avaliados com contato fluido/campo magnético de 20mm e diferentes intensidades de campo magnético.

De acordo com o comportamento dos fluidos representados na **Figura 62**, pode ser verificado que quanto maior os valores de campo magnético maiores os valores de  $\pi_3$  obtidos em função da vazão. Porém à medida que a vazão aumenta, os valores lidos decaem de forma exponencial. Mesmo comportamento já verificado com os testes realizados com a tinta magnética.

As curvas de  $\pi_3$  em função da vazão representadas na **Figura 63** demonstram que existe uma diferença pequena na relação entre força magnética e viscosa para os fluidos produzidos com e sem ácido esteárico. Também demonstra que essa variação se torna menor à medida que aumenta a vazão. Uma análise importante deste resultado está relacionada ao fato de que em todos os testes foi possível constatar que a introdução do ácido esteárico no fluido orgânico fez com que as propriedades reológicas do fluido diminuíssem. No entanto, a diferença foi menor para os fluidos testados sob efeito do campo magnético.



**Figura 63:** Resultados de viscosidade em função da vazão para os fluidos produzidos com e sem ácido esteárico sob efeito de campo magnético de 0,450T.

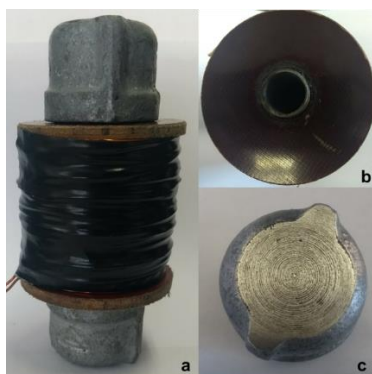
Os resultados obtidos, tanto com a tinta magnética quanto com os FMR's orgânicos, demonstram que o ensaio de deslocamento, pode ser uma ferramenta importante para avaliação de fluidos magneto-reológicos, principalmente, no que diz respeito ao custo de construção de um equipamento desta natureza em relação a um ensaio utilizando um reômetro. Também foi possível constatar que o adimensional utilizado para comparar as propriedades dos fluidos apresentou uma relação de comportamento importante, que pode ajudar no dimensionamento do campo magnético aplicado e na composição final do fluido utilizado.

### 6.2.2. Etapas de Construção e Resultados de Avaliação da Célula Magneto-Reológica

Para avaliação de fluidos magneto-reológicos (FMR's), existem atualmente no mercado acessórios especiais que são acoplados em alguns tipos de reômetros. Esses equipamentos são chamados de células magneto-reológicas. Dessa forma, os FMR's podem ter suas propriedades reológicas avaliadas sob ação de campo magnético em condição de corrente contínua ou alternada. Esse acessório foi construído no próprio laboratório devido ao alto custo de um acessório comercial. Nesta seção, além das etapas de construção do acessório de magneto-reologia serão apresentados os resultados obtidos com os testes utilizando a tinta magnética, os fluidos magneto-reológicos orgânicos e os fluidos magneto-reológicos aquosos com mistura de glicerina e surfactantes.

### 6.2.2.1. Etapas de Construção da Célula Magneto-Reológica

O acessório de magneto-reologia criado neste trabalho não possui controle de temperatura e o campo magnético aplicado é apenas em função de corrente contínua, que pode ser modificada a partir de um controle externo. Uma célula em pequena escala foi produzida preliminarmente. Foi utilizado um tubo de  $\frac{3}{4}$ " de diâmetro e com 10cm de comprimento. Em torno desse tubo, foram posicionadas 150 espiras de fio de cobre esmaltado com especificação AWG 20, fio com diâmetro de 0,8118mm e capacidade de corrente de 1,54A. Um esquema de como o sistema foi montado inicialmente, pode ser observado na **Figura 64**.



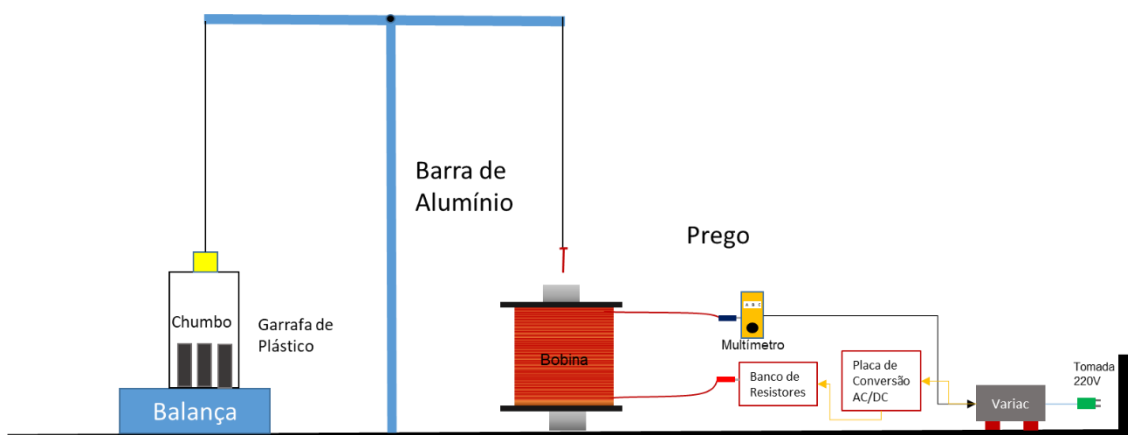
**Figura 64:** a) Célula magnética de menor escala, construída para os ensaios preliminares; b) placa de Celeron utilizada para isolamento elétrico entre a bobina e o tampão de superfície; c) tampão utilizado para fixar a placa de Celeron e colocar as amostras de MRF para os ensaios reológicos.

Para isolamento elétrico e proteção contra aquecimento, foram utilizadas duas placas de Celeron de 4mm posicionadas nas partes superior e inferior da bobina, conforme apresentado na **Figura 64b**. Os tampões, **Figura 64c**, foram usinados na superfície para torna-las mais lisas e uniformes possíveis. Sobre a superfície dos tampões foram colocadas as amostras que foram testadas sob ação do campo magnético. Os testes iniciais foram realizados utilizando a bobina apresentada na **Figura 64a** associada a um conjunto de elementos descritos na **Figura 65**.



**Figura 65:** Esquema de controle de corrente que passa através da bobina responsável por gerar o campo magnético.

A magnetização da célula magneto-reológica, apresentada na **Figura 65**, foi realizada ligando a bobina primeiramente a um banco de resistores, que serve para ajudar no controle da voltagem de entrada regulado também pela Variac. O banco de resistores foi ligado a uma placa de transformação de corrente alternada para corrente contínua e a placa ligada a um regulador de tensão bifásico (Variac), que foi ligada diretamente à rede de energia da universidade. O banco de resistores foi associado em paralelo e contém uma resistência de aproximadamente 125ohm. Já a Variac pode ter a tensão regulada entre 0 e 220V. Essa foi a linha de entrada de corrente na bobina. Na saída foi posicionado um multímetro para verificar a corrente de saída. Com uma resistência fixa foi possível controlar a corrente de saída através da tensão aplicada na entrada da bobina, utilizando a Variac. Para provar o funcionamento da célula foi realizado um teste conforme ilustrado na **Figura 66**.



**Figura 66:** Teste de avaliação da bobina

No ensaio apresentado na **Figura 66** uma garrafa plástica repleta de chumbo utilizado para produção de redes foi colocada sobre uma balança. A garrafa foi presa a um barbante e presa a uma haste móvel de alumínio. Do outro lado foi amarrado um



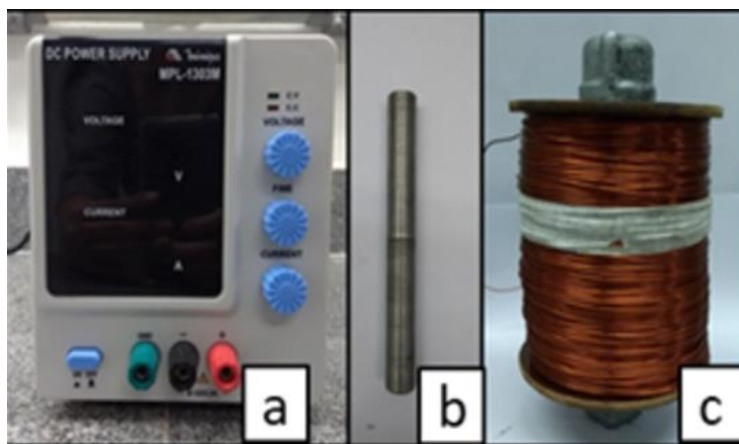
prego que ficou suspenso sobre a bobina. A medida em que a tensão mudava o prego foi atraído com mais ou menos força.

O protótipo construído em pequena escala gerou um campo magnético máximo na ordem de 0,05T. O campo foi medido utilizando um medidor de campo magnético (*Gaussmeter/Teslameter*) da marca *GlobalMag*, modelo TLMP-HALL-01k. Este equipamento é utilizado para medições de campo gerados por corrente contínua na faixa de 0 a 1000Gauss (0 a 0,1Tesla). A célula projetada, no entanto, gerou valores de campo magnético muito baixos quando comparada às células magneto-reológicas comerciais, que podem atingir até 1T. Baseado no projeto inicial foi construída uma nova célula, com maior número de espiras e capacidade de passagem de corrente maior. Assim como no protótipo a nova célula foi construída utilizando como base um tubo de ferro galvanizado de  $\frac{3}{4}$ " (aproximadamente 22mm de diâmetro). O tubo colocado na nova célula possui, aproximadamente, 16cm de comprimento e 2cm de rosca de cada lado (a mesma dimensão da célula anterior). Esse tubo foi bobinado com 3000 espiras de fio de cobre 19AWG, com 0,9116mm de diâmetro e capacidade de corrente variando de 1,8 a 2,0A. Também na parte superior e inferior da bobina foi adaptada uma placa de 4mm de Celeron. As placas de Celeron foram presas por tampões cegos de ferro galvanizado rosqueados diretamente no tubo.

A nova bobina foi associada ao mesmo esquema apresentado na **Figura 66** e as variações de campo magnético, medidos com a ajuda de um *Gaussmeter* da empresa *GlobalMag*, foram medidas em função da mudança de corrente elétrica resultante. As curvas de mudança do campo magnético da bobina em função da corrente resultante foram construídas e os resultados poderão ser conferidos na **Figura 73**. Como foi dito o tubo utilizado para construção da bobina foi um tubo de ferro galvanizado utilizado em instalações prediais antigas, ou seja, no interior da bobina só existia ar. Pensando em obter campos magnéticos com magnitudes maiores foi adaptado ao interior da bobina uma barra maciça de ferro fundido. A barra de ferro foi usinada de forma a se acomodar perfeitamente dentro da bobina e tocar a parte interna dos tampões rosqueados nas extremidades da bobina.

Apesar da célula magneto-reológica ter funcionado normalmente com a arquitetura representada na **Figura 66**, para tornar a utilização dela mais segura e permitir que outros operadores a utilizassem de forma mais fácil, foi feita mais uma alteração. Desta vez foram substituídas a placa de conversão de corrente alternada para corrente contínua, a *Variac* e o banco de resistores, por uma fonte de alimentação de corrente contínua com controle de corrente e tensão. A célula foi diretamente acoplada a uma fonte Minipa (32V e 2A) para o controle fino da corrente elétrica fornecida ao teste

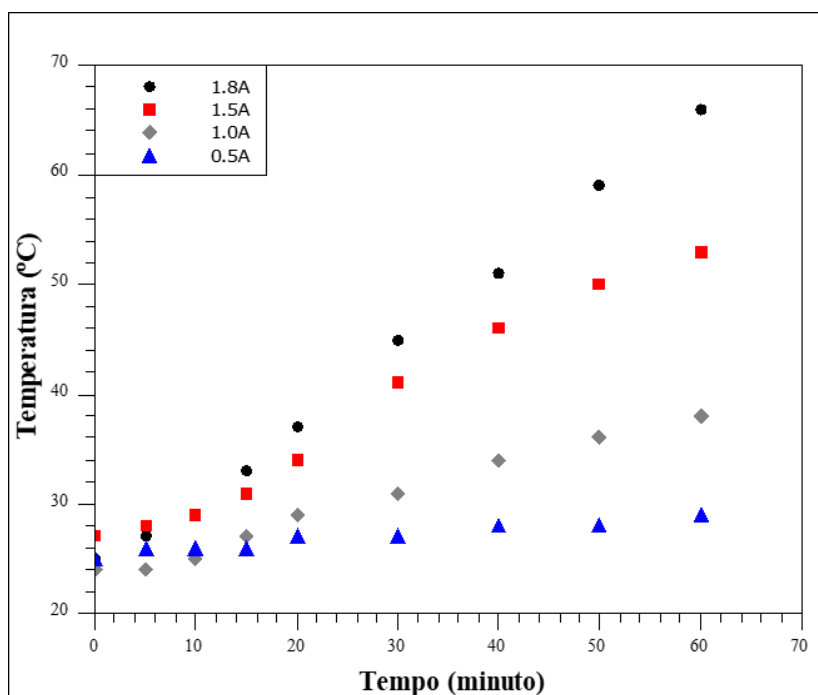
magneto-reológico. Os novos componentes adicionados ao sistema podem ser observados a seguir na **Figura 67**.



**Figura 67:** Fonte elétrica (a); núcleo (b); fonte magnética (c).

A célula magneto-reológica foi utilizada nos ensaios reológicos descritos em uma seção especial. Foram conduzidos ensaios de medições de campo magnético em função da variação de corrente elétrica para verificar os limites de campo magnético com e sem o núcleo de ferro. Também foram realizados ensaios de histerese com medições do campo magnético com aumento da corrente elétrica e depois diminuição, verificando a diferença entre as leituras. As medidas de campo magnético da célula magneto-reológica construída e dos ímãs utilizados neste trabalho foram medidas com o medidor de campo magnético da empresa *GLOBALMAG*, modelo TLM-HALL. Os resultados obtidos nestes ensaios estão apresentados no capítulo de resultados.

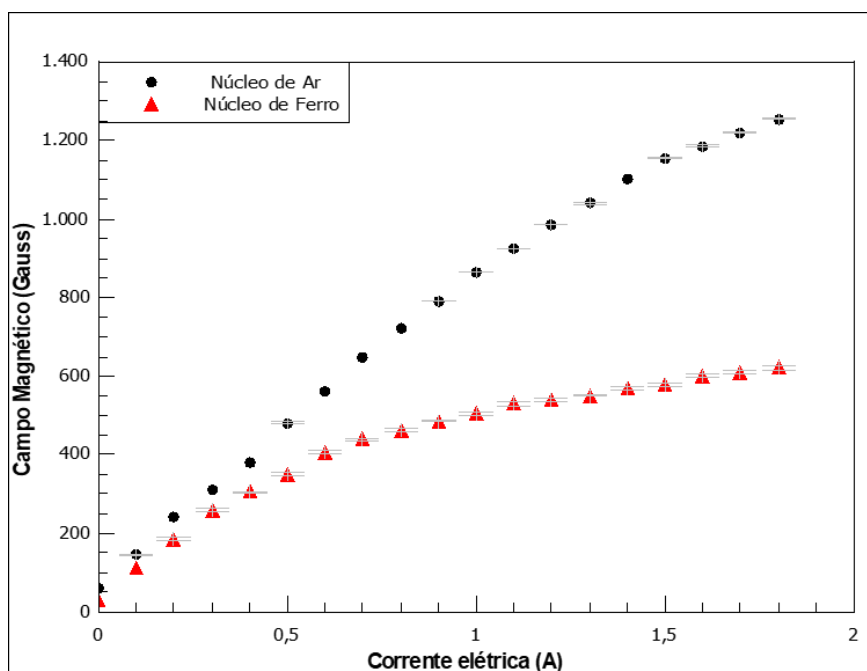
A célula magneto-reológica construída foi utilizada nos ensaios com a balança magnética e nos testes de magneto-reologia. Os ensaios em questão foram todos realizados em condição de temperatura ambiente. A temperatura do laboratório onde os ensaios foram conduzidos manteve-se na faixa de 23 a 25°C no decorrer dos ensaios. Embora a temperatura do ambiente onde os testes aconteceram não sofressem variações significativas a aplicação de diferentes níveis de corrente elétrica utilizadas para gerar o campo magnético implicaram em mudanças de temperatura da célula magnética utilizada nos ensaios. A temperatura da célula magnética foi monitorada função da corrente elétrica aplicada e os resultados encontram-se apresentados na **Figura 68**.



**Figura 68:** Monitoramento da temperatura de superfície da célula magnética

A temperatura da superfície da célula foi monitorada durante 60 minutos quando a célula foi submetida a 4 diferentes níveis de corrente elétrica: 0,5A; 1,0A; 1,5A e 1,8A. Os materiais utilizados para construção da célula permitem a utilização de correntes até 2A. No entanto, baseado neste ensaio, foi verificado que a corrente elétrica máximo de trabalho permitida para operação da célula é de 1,5A. Correntes elétricas superiores a 1,5A levam a temperaturas muito altas e implicam diretamente nas medidas reológicas.

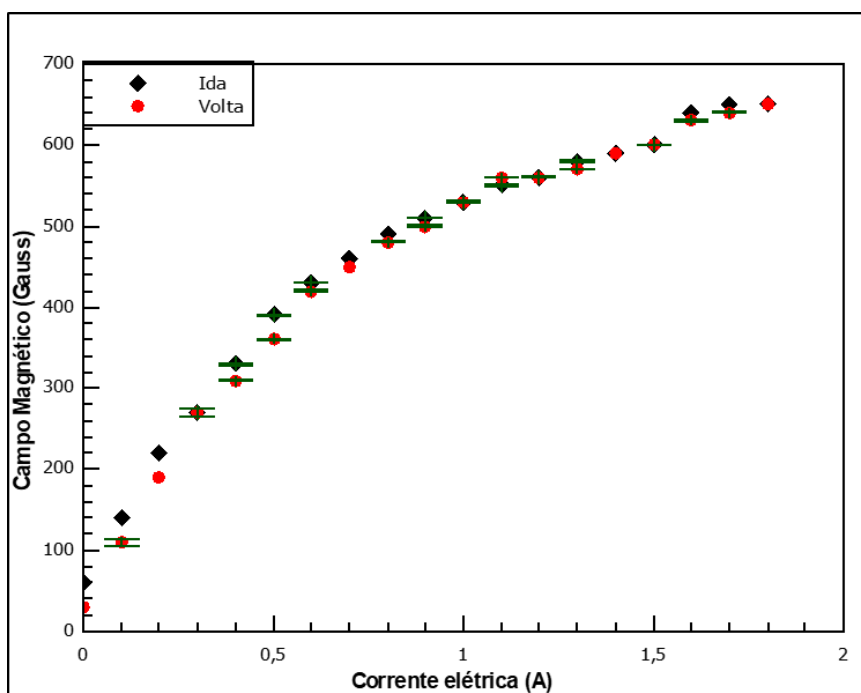
A célula magnética foi construída com o enrolamento de um fio de cobre esmaltado em torno de um tubo de ferro galvanizado de  $\frac{3}{4}$  in. Com esta célula foram realizados ensaios para medição do campo magnético para diferentes correntes elétricas aplicadas. Os resultados demonstraram que o campo magnético máximo obtido foi de 580Gauss com corrente de 1,5A. Devido ao baixo valor obtido foi inserido dentro do tubo de ferro galvanizado, utilizado na construção da célula magnética, um tarugo de ferro (núcleo de ferro) maciço com baixo teor de carbono. A comparação entre as leituras de campo magnético obtidas com e sem o núcleo de ferro podem ser observadas a seguir, na **Figura 69**



**Figura 69:** Comparação dos valores de campo magnético medidos com e sem núcleo de ferro.

De acordo com a **Figura 69**, os valores de campo magnético medidos em função da variação de corrente elétrica, com e sem núcleo de ferro, foram muito próximos até 0,5A. Após o referido valor o campo magnético medido com o núcleo de ferro aumentou sensivelmente até atingir o valor máximo de 1255Gauss sob a corrente elétrica de 1,8A. Os ensaios foram realizados em triplicata e o erro médio associado as medidas foram de 0,82 para as medidas com o núcleo de ferro e 4,06 sem o núcleo de ferro, respectivamente.

Uma avaliação da variação de campo magnético durante o aumento de corrente elétrica e diminuição foi realizada. O objetivo foi verificar se existia significativa entre as leituras. Os resultados encontram-se na **Figura 70**.



**Figura 70:** Comparação dos valores de campo magnético medidos aumentando a corrente elétrica e diminuindo.

Observando a **Figura 70** foi possível observar que as curvas estão quase sobrepostas e não apresentam uma diferença significativa entre os valores de campo magnético obtidos nas medições. Um bom exemplo disto foram os valores lidos para uma corrente elétrica de 1,0A, 860Gauss (Ida) e 870Gauss (Volta), o equivalente a uma diferença de 0,58%, o que demonstra uma variação muito baixa, quase imperceptível.

Após determinado o limite de corrente elétrica permitido para a operação da célula, foram estabelecidas 8 condições de corrente elétrica para os ensaios utilizando a balança magnética e 4 condições de corrente elétrica para os ensaios magnetoreológicos. Com o auxílio de um equipamento para medição de campo magnético (*Gaussmeter*) foram realizadas leituras de campo magnético em função das correntes aplicadas e o resultado está apresentado na **Tabela 19**.

**Tabela 19:** Corrente elétrica versus campo magnético obtido com a célula magneto-reológica

<b>Corrente Elétrica (A)</b>	<b>Campo Magnético (Gauss)</b>
0,00	0
0,25	210
0,50	455
0,75	625
1,00	855
1,25	1100
1,50	1165

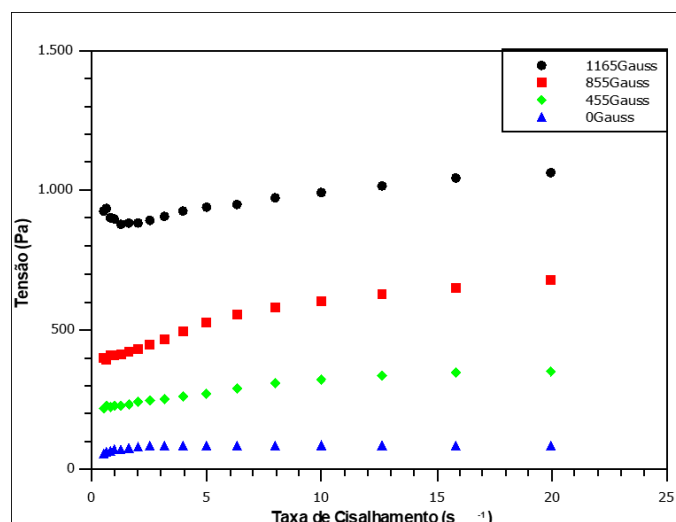
Os valores medidos de campo magnético, lidos no *Gaussmeter* e reportados na **Tabela 19**, foram utilizados como base para a execução de todos os ensaios de força de atração magnética (balança magnética). As linhas destacadas em cinza foram as medidas utilizadas nos ensaios de magneto-reologia. A seguir serão apresentados os resultados obtidos nos ensaios de força de atração magnética.

#### **6.2.2.2. Resultados dos Ensaios de Magneto-Reologia.**

Nesta seção serão apresentados os resultados obtidos avaliando a tinta magnética, os FMR's orgânicos e os FMR aquosos misturados com glicerina e surfactantes.

##### **a) Resultados com a Tinta Magnética**

Os ensaios preliminares foram realizados com a tinta magnética para verificar o funcionamento da célula. As curvas de fluxo obtidas sob diferentes intensidades de campo magnético podem ser observadas na **Figura 71**.



**Figura 71:** Curva de tensão em função da taxa de cisalhamento para os fluidos avaliados sob diferentes intensidades de campo magnético.

As curvas representadas na **Figura 71** referem-se a medidas de tensão em função da mudança de taxa de cisalhamento para a tinta magnética sob efeito de diferentes intensidades de campo magnético. Os resultados demonstram que o aumento do campo magnético implica diretamente em um significativo aumento de tensão limite de escoamento. Os dados experimentais foram utilizados junto com modelos reológicos para estimativa dos valores de tensão limite de escoamento (TLE). A seguir está representado na **Tabela 20**, os valores de tensão limite de escoamento ajustados com os modelos de *Bingham*, *Herschel-Bulkley* e *Casson*.

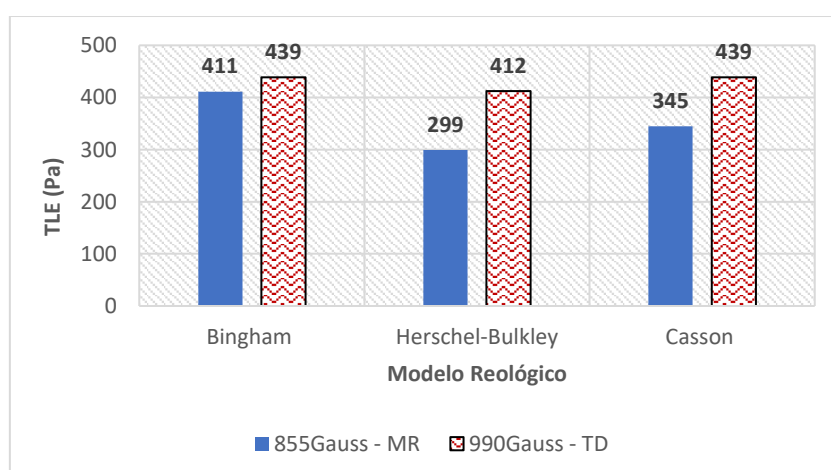
**Tabela 20:** Parâmetros reológicos estimados com os modelos de Bingham, Herschel Bulkley e Casson

Fluido	Campo Magnético	Bingham					Herschel-Bulkley			Casson		
		B (Gauss)	$\tau_y$ (Pa)	Desvio Padrão	k	Desvio Padrão	$R^2$	$\tau_y$ (Pa)	k	$R^2$	$\tau_y$ (Pa)	k
TM 10mm	0	25	3	1,30E+01	5,00E-03	0,9999	25	1,30E+01	0,9835	0,0011	4,80E-01	0,9543
	0,283	80	23	1,40E+01	4,00E+00	0,9251	66	2,10E+01	0,9311	11	1,13E+00	0,9411
	0,360	141	11	1,00E+01	2,00E+00	0,994	133	1,40E+01	0,9944	133	1,30E+01	0,9944
	0,450	136	14	1,90E+01	3,00E+00	0,9888	139	1,70E+01	0,9881	188	5,10E-03	0,9949
TM 20mm	0	25	3	1,30E+01	5,00E-03	0,9999	25	1,30E+01	0,9835	0,0011	4,80E-01	0,9543
	0,283	181	9	1,81E+02	1,00E-03	0,9989	204	4,30E+00	0,9997	181	1,30E+01	0,9999
	0,360	324	11	3,24E+02	2,00E+00	0,9999	336	1,00E-05	0,9999	275	4,00E-04	0,9987
	0,455	439	8	4,39E+02	1,00E-03	0,9999	412	2,80E+01	0,9999	439	2,00E-02	0,9999

Os dados de tensão limite de escoamento apresentados na **Tabela 20** crescem em função da intensidade do campo magnético. Desta forma foi possível observar que

a célula magnética funcionou bem no sentido de prover um campo magnético com diferentes intensidades para avaliação da tinta magnética. Os resultados de tensão inicial de escoamento da tinta obtidos nos ensaios magneto-reológicos podem ser de certa forma comparados aos resultados obtidos nos ensaios de deslocamento. O comportamento de aumento da tensão limite de escoamento em função do aumento do campo foi constatado em ambos os ensaios. Algumas diferenças foram percebidas como por exemplo no ensaio de deslocamento o campo magnético foi medido no tubo em diferentes pontos. Em praticamente todas as medições no ponto mais distante da aplicação do campo magnético, posição 2, o campo magnético medido foi na faixa de 410 a 990Gauss. Porém, os ensaios têm suas diferenças e a primeira delas é que o fluido está escoando em um tubo com 6mm de diâmetro interno enquanto que no ensaio de magneto-reologia o fluido sofre cisalhamento entre duas placas com 1mm de distância uma da outra.

Os controles de tensão e cisalhamento são mais sensíveis em um reômetro do que em um fluido sendo deslocado em um tubo. Além disso os volumes utilizados em cada teste são bem diferentes. No teste de deslocamento são utilizados em torno de 100mL de FMR enquanto que nos ensaios reológicos no máximo 2mL de FMR. Mesmo com todas essas diferenças os resultados mostraram-se próximos. A **Figura 72**, apresentada a seguir, compara os resultados obtidos nos ensaios de deslocamento, com utilização do ímã de 4500Gauss, que gera um campo magnético de 990Gauss na posição 2, com os resultados dos ensaios magneto-reológicos utilizando as intensidades de campo magnético de 855Gauss.



**Figura 72:** Comparação dos resultados de tensão limite de escoamento obtidos nos ensaios de deslocamento (TD) e ensaios de magneto-reologia (MR) para a tinta magnética.



De acordo com a **Figura 72**, é possível observar que os valores de tensão limite de escoamento estimados com os resultados experimentais dos ensaios de deslocamento são um pouco superiores aos dos obtidos pelos ensaios utilizando a célula magneto-reológica. Isso ocorreu, primeiramente, devido aos valores de campo magnético avaliados nos dois casos, no ensaio de deslocamento o campo magnético ao longo do tubo foi ligeiramente superior aos adotados no ensaio de magneto-reologia. Em segundo lugar o campo aplicado no ensaio de deslocamento não é uniforme, ou seja, a medida em que o fluido se afasta da parede (próximo ao ponto de aplicação do campo magnético) ele fica cada vez menos suscetível a ação do campo magnético. Isso afeta diretamente o escoamento e os parâmetros reológicos. A capacidade de retenção de partículas diminui e a velocidade do fluido aumenta. Mesmo assim os resultados estão coerentes, principalmente, se for considerando o método de medição utilizado por cada teste.

#### **b) Resultados com os Fluidos Magneto-Reológicos Orgânicos (FMRs orgânicos)**

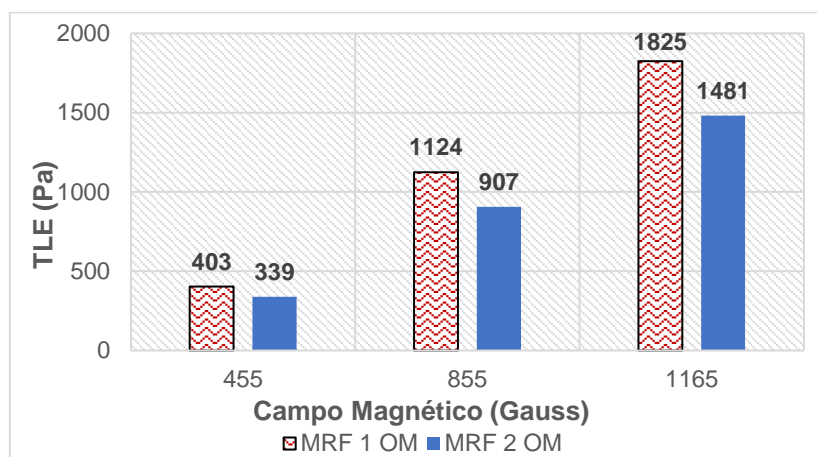
Grande parte dos estudos sobre comportamento de fluidos magneto-reológico utilizam fluidos produzidos com a dispersão de partículas magnéticas em meio a uma fase orgânica. Os ensaios preliminares utilizando a célula magneto-reológica, produzida no próprio laboratório de engenharia de colóides (EngeCol), foram realizados com fluidos produzidos com partículas magnéticas dispersas em óleo de silicone. Para estabilização do fluido foi utilizado em alguns testes ácido esteárico.

Os fluidos magneto-reológicos orgânicos foram avaliados utilizando a célula magneto-reológica construída no laboratório. Neste trabalho os FMR's orgânicos foram os primeiros fluidos produzidos para os testes de reologia com campo magnético. Estes fluidos foram utilizados também inicialmente para testar a funcionalidade da célula magneto-reológica, mas também podem servir como base para um fluido com capacidade de reticulação. Uma das continuações deste trabalho poderá ser um estudo de otimização de polímeros e agentes de reticulação adequados a fluidos orgânicos. Os FMR's orgânicos foram produzidos com 10% (volume/volume) de partículas. Os fluidos foram produzidos com a partícula CIP OM. Os resultados experimentais de magneto-reologia foram realizados em duplicata. O erro foi estimado avaliando o desvio padrão em relação à média e o valor apresentado para os fluidos produzidos com ácido esteárico foi de 3,2% em média. Já para os fluidos produzidos sem ácido esteárico o erro foi de 4,83%. Os resultados experimentais foram analisados com os modelos de *Bingham* e *Casson* para estimar os valores de tensão limite de escoamento.

**Tabela 21:** Valores de tensão limite de escoamento e índice de consistência estimados a partir dos resultados experimentais de magneto-reologia utilizando os FMRs orgânicos

Fluido	Campo Magnético	Casson			Herschel-Bulkley		
		$\tau_y$ (Pa)	k	$R^2$	$\tau_y$ (Pa)	k	$R^2$
MRF 1 OM	0	0,4	5,00E-01	0,9998	1,48	5,30E-01	0,9994
	455	403	1,00E-01	0,7925	426	1,30E+00	0,7305
	855	1124	4,23E+00	0,8658	1177	8,40E+01	0,8149
	1165	1825	2,30E+01	0,8805	2077	3,80E+01	0,819
MRF 2 OM	0	0,7	5,00E-01	0,9976	0,42	1,03E+00	0,9968
	455	339	6,00E+00	0,9771	394	3,40E+01	0,9626
	855	907	1,50E+01	0,9666	1024	8,90E+01	0,8668
	1165	1481	1,40E+01	0,9972	1645	1,23E+02	0,9797

De acordo com os dados representados na **Tabela 21** os valores de tensão limite de escoamento comparando os modelos de *Casson* e *Bingham* foram maiores quando estimados utilizando o modelo de *Bingham*, como geralmente tem sido observado analisando todos os dados experimentais até agora. Outra observação importante é que há uma diferença grande entre os valores de tensão limite de escoamento obtidos para os fluidos produzidos com e sem ácido esteárico. Conforme destacado na **Figura 73**.

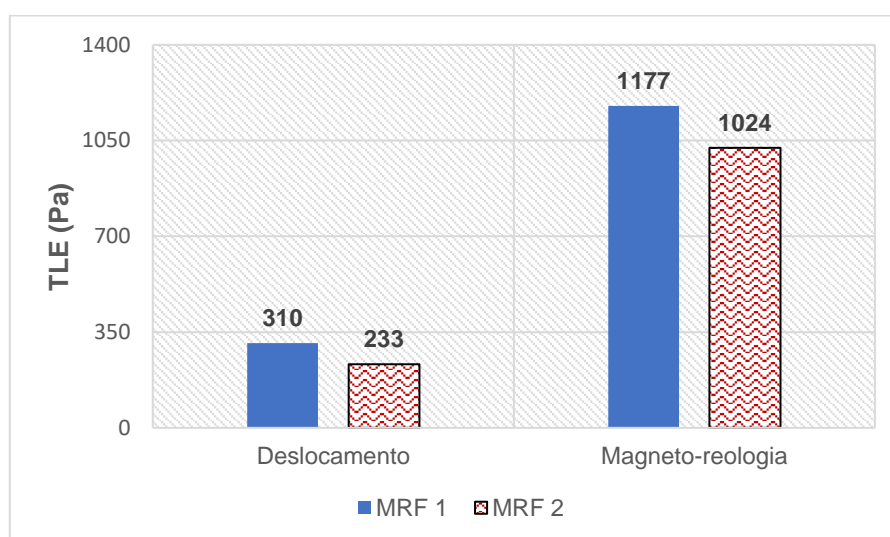


**Figura 73:** Estimativa de tensão limite de escoamento (TLE) para os fluidos MRF 1 e MRF 2.

Baseado nos valores representados na **Figura 73** é possível constatar que os fluidos produzidos com ácido esteárico têm limite de escoamento pelo menos 8% inferior ao limite de escoamento com os fluidos produzidos sem ácido esteárico. Há diferença

fica maior à medida que aumenta o campo magnético podendo chegar a 25%, aproximadamente. Possivelmente isso ocorre devido a melhoria na dispersão das partículas provocada pela inserção do ácido esteárico na solução. Outra possibilidade é que a introdução de um agente de para ajudar na dispersão das partículas pode, de certa forma, interferir no alinhamento das partículas quando o fluido é submetido a um campo magnético. A adsorção do surfactante na parede da partícula pode dificultar a aproximação entre partículas e interação partícula-partícula amortecendo o efeito do campo magnético.

Os resultados de tensão limite de escoamento obtidos nos ensaios de deslocamento utilizando FMR's orgânicos foram muito menores comparados aos obtidos nos ensaios com a célula magneto-reológica. Essa observação pode ser confirmada comparando os dados reportados na **Tabela 18** da **Tabela 21** e representados na **Figura 74**.



**Figura 74:** Comparação entre os valores de tensão limite de escoamento obtidos nos ensaios de deslocamento e magneto-reologia com aplicação de campo magnético na faixa de 800 a 1000Gauss.

Na **Figura 74**, os valores para MRF1 são referentes aos fluidos produzidos sem ácido esteárico, já os valores referentes ao MRF 2 representam os fluidos produzidos com ácido esteárico. Em ambos os casos os valores estimados de limite de escoamento são menores sempre para os fluidos produzidos com ácido esteárico. A diferença grande de resultados entre os ensaios possivelmente se deve a questões relacionadas à baixa viscosidade da fase contínua. Nos ensaios de deslocamento o fluido passa por um tubo com diâmetro de 6mm e o campo magnético é aplicado em uma superfície de 20mm de distância. Nos ensaios foi possível observar que as partículas têm alto grau

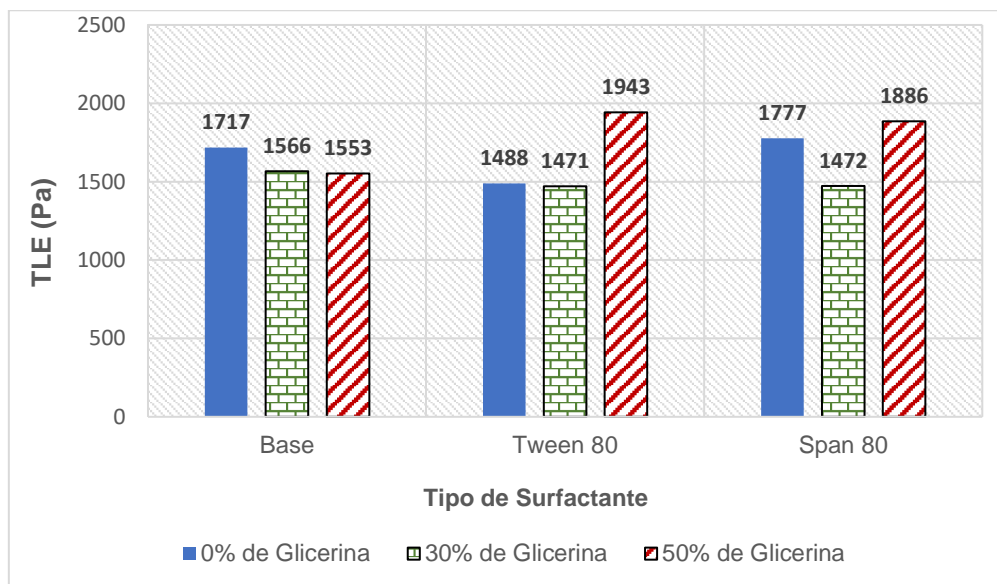
de sedimentação no ponto específico de aplicação do campo magnético. Essa observação não pode ser feita nos ensaios de magneto-reologia com a célula magnética. Principalmente, devido a pequena quantidade de fluido utilizada e da uniformidade do campo aplicado em toda a região de teste. A interação das partículas com a fase contínua é algo importante para manter a estabilidade dos resultados de magneto-reologia. Processos de sedimentação tem implicações diretas nas respostas de resistência ao processo de deslocamento do fluido.

### **c) Testes para Avaliar a Influência da Adição de Glicerina e Surfactantes *Tween 80* e *Span 80* em Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos.**

Uma das ideias deste trabalho foi desenvolver fluidos magneto-reológicos com capacidade de reticulação. Além disso, foram realizados testes para introduzir uma carga de glicerina, pois trata-se de um material de baixo custo e maior viscosidade comparada a água, o que poderia ser útil para ajudar a sustentação das partículas magnéticas utilizadas na produção das suspensões. A introdução de um surfactante foi uma tentativa de melhorar a dispersão das partículas magnéticas e com isso melhorar a resposta ao estímulo magnético. A ideia da introdução de surfactantes para melhorar a dispersão de partículas foi baseada no artigo de *Park e colaboradores*<sup>73</sup>. Nestes artigos os autores preparam uma emulsão de água em óleo e dispersam as partículas na fase aquosa com a ajuda do surfactante *Tween 80*. Os fluidos magneto-reológicos aquosos foram preparados com base na formulação dos fluidos magneto-reológicos orgânicos. A quantidade de partículas foi inicialmente de 10% (volume/volume). A fase contínua utilizada foram soluções de PVA disperso em água com adição de diferentes tipos de surfactantes (*Tween 80* e *Span 80*) sempre na concentração máxima de 1%*m/m*. A estes fluidos também foi introduzida cargas volumétricas de 30 e 50% de glicerina. O objetivo foi de entender o impacto da adição de glicerina na tensão limite de escoamento e como isso afeta a dispersibilidade das partículas magnéticas introduzidas no fluido. Os testes foram realizados com estes fluidos com e sem a aplicação de campo magnético (apenas um nível de campo magnético, nível máximo de 1165Gauss). A média dos resultados experimentais realizados com os referidos FMR foram ajustados com o modelo reológico de *Casson* utilizando o software *Statistica* e os resultados de tensão limite de escoamento e índice de consistência estão apresentados no **Apêndice B**.

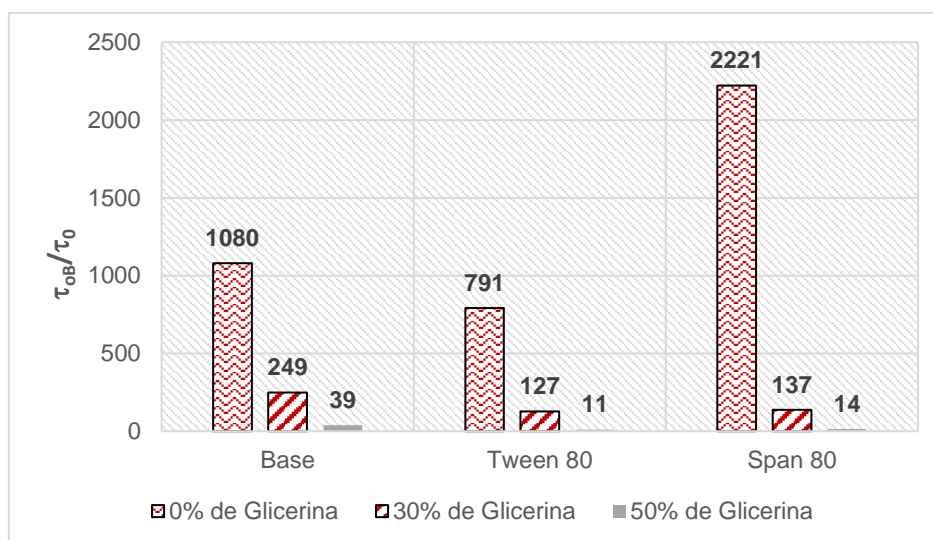
Os dados foram estimados para os fluidos produzidos com diferentes cargas de glicerina e tipos de surfactante. Os ensaios foram realizados com a aplicação de campo magnético de 1165Gauss e sem campo magnético. Os valores de tensão limite de

escoamento obtidos com aplicação de campo magnético foram, em alguns casos, na ordem de 1000 vezes maiores que os valores obtidos sem campo magnético. A **Figura 75** representa a comparação entre os valores de limite de escoamento com aplicação de campo magnético para as diferentes cargas de glicerina introduzidas no fluido.



**Figura 75:** Valores de tensão limite de escoamento estimados para os fluidos produzidos com diferentes cargas de glicerina e tipos de surfactantes testados sob efeito de campo magnético de 1165Gauss.

Avaliando os fluidos produzidos sem surfactantes, de acordo com a **Figura 75**, à medida que foi introduzido glicerina na formulação dos fluidos base diminuiu os valores de tensão limite de escoamento. Possivelmente esse efeito pode ter ocorrido porque a glicerina pode funcionar como um agente de dispersão para as partículas, quando não há um surfactante na solução. Materiais que interferem na interação partícula-partícula afeta os valores de tensão limite de escoamento. Para os fluidos produzidos com 30% de glicerina os valores de tensão limite de escoamento diminuiu com a introdução dos surfactantes. Comparando os fluidos produzidos com 50% de glicerina os valores de limite de escoamento aumentaram de forma significativa com a introdução dos surfactantes. Analisando os dados de limite de escoamento do fluido com a aplicação de campo magnético parece ser benéfico a introdução de glicerina a formulação dos FMR aquosos produzidos. Porém, uma outra análise foi realizada comparando a tensão limite de escoamento dos fluidos com a aplicação do campo em relação as sem a aplicação de campo.



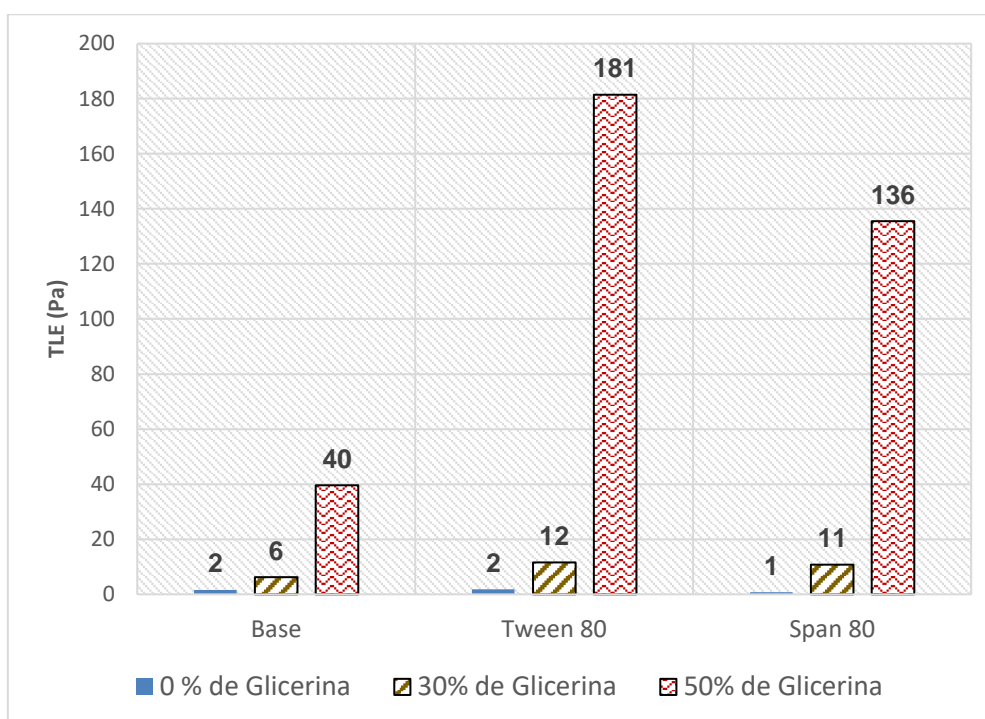
**Figura 76:** Relação entre os valores de tensão limite de escoamento obtidas com aplicação de campo e sem a aplicação de campo para fluidos com diferentes cargas de glicerina e surfactantes.

A **Figura 76** apresenta a relação entre os valores de limite de escoamento obtidos para os fluidos avaliados sob ação de campo magnético e sem a ação do campo magnético. De acordo com os valores apresentados foi possível verificar que o aumento de tensão de escoamento foi maior para os fluidos produzidos sem glicerina na composição. E à medida que a carga de glicerina no fluido aumenta os valores que representam a relação de tensão diminuem. Comparando os resultados de relação de tensão sem glicerina a introdução do surfactante *Span 80* aumentou significativamente a resposta da relação de tensão a aplicação do campo magnética comparado ao fluido base (sem surfactante). Já considerando os valores obtidos com o *Tween 80* foi percebido uma diminuição da resposta ao campo magnético. Os fluidos produzidos são aquosos e teoricamente o *Tween 80* poderia auxiliar na dispersão das partículas em meio ao fluido, principalmente, por se tratar de um surfactante que tem o Balanço Hidrofílico Lipofílico (*HLB*) alto, na faixa de 15. Este tipo de polímero é aplicado na formação de emulsão de óleo em água, mas também pode ser aplicado para ajudar na dispersão de partículas.

Nesta aplicação o surfactante até pode ter cumprido com este papel, porém o efeito nas propriedades reológicas não foi positivo. Muitos pesquisadores utilizam soluções poliméricas e dispersão de surfactantes para auxiliar na estabilidade dos fluidos com partículas magnéticas. Principalmente, devido à alta densidade das partículas. A literatura discute estes resultados e alguns autores relatam que surfactantes utilizados para auxiliar na dispersão de partículas favorecem a estabilidade

dos fluidos, mantendo as partículas dispersas por mais tempo em suspensão, e também aumentam a viscosidade dos fluidos magnéticos, porém não comprovam o efeito dos surfactantes na tensão limite de escoamento<sup>38</sup>. Os resultados obtidos com a inclusão de *Span 80* na formulação dos fluidos magnéticos, podem ter ocorrido devido ao baixo *HLB*, aproximadamente de 4,3. Uma hipótese é que o *Span 80* aderiu preferencialmente nas partículas ajudando a formar agregados de partículas favorecendo ao aumento de resposta do fluido ao campo magnético. Porém este efeito será investigado em outros próximos trabalhos.

A seguir estão apresentados na **Figura 77** os valores de tensão obtidos para os fluidos testados sem a aplicação de campo magnético.



**Figura 77:** Valores de tensão limite de escoamento obtidas para os ensaios sem aplicação de campo magnético.

Os resultados apresentados na **Figura 77** demonstram que à medida que a carga de glicerina aumenta na formulação os valores de tensão limite de escoamento aumentam uma ordem de grandeza, praticamente. Possivelmente isso acontece por questões de solubilidade do PVA em glicerina. Possivelmente a glicerina pode formar até uma fase emulsionada já que a água está comprometida com a dispersão do PVA. As propriedades reológicas aumentam ainda quando são introduzidos na mistura do FMR os surfactantes Tween 80 e Span 80. Esse aumento pode ser mais um indício de que pode estar acontecendo a formação de uma emulsão. Este aumento das

propriedades reológicas em função do aumento da carga de glicerina na formulação do fluido impacta diretamente na bombeabilidade dos fluidos. Algo que não é interessante para aplicações em cenários de circulação de fluido durante a construção de poço. Principalmente, em situações onde se faz necessário interromper o bombeamento e retoma-lo tempos depois. Baseado neste objetivo foram produzidos fluidos magneto-reológicos aquosos com a dispersão de diferentes tamanhos de partículas, frações volumétricas de partículas, glicerina e tipos de surfactantes. Na formulação dos fluidos também foi utilizado um tipo comercial de inibidor de corrosão para manter as partículas estáveis, sem oxidação, por mais tempo. As mudanças de tensão limite de escoamento obtidas com estes fluidos foram avaliadas para elaboração de um modelo empírico de dois parâmetros que será apresentado em um capítulo posterior.

### **6.2.2.3. Resultados dos ensaios utilizando uma balança magnética – Ensaios estáticos de atração magnética**

As etapas de construção do aparato para medição de força de atração magnética foram simples e já foram explicadas na metodologia desta Tese. A principal ideia deste experimento foi de avaliar quais são os efeitos da ação do campo magnético em partículas com tamanhos diferentes dispersas em soluções poliméricas produzidas com diferentes tipos e concentrações de polímeros. Com este ensaio pode ser entendido como o campo magnético atua na sedimentação das partículas e como pode ser projetado um fluido com capacidade de manter por mais tempo as partículas em suspensão.

Os testes preliminares de força de atração magnética foram realizados para ajustar o equipamento. Foram utilizados fluidos magneto-reológicos (FMR's) aquosos produzidos a partir de soluções poliméricas e dispersões de partículas nessas soluções. Três tipos de polímeros foram utilizados para produzir as suspensões: Poli(Vinil Álcool) (PVA), Poliacrilamida (PAM) e Goma Xantana (GX).

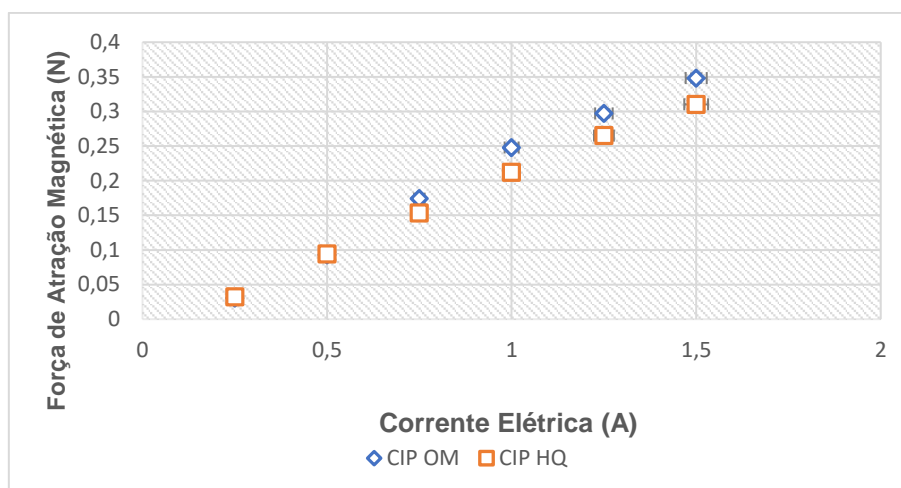
Após ajuste do equipamento e avaliação dos fluidos utilizados preliminarmente outros ensaios utilizando formulações de FMR aquosos variando a concentração de partículas suspensas em meio a uma solução produzida com 8,5% em massa de PVA foram realizados. Estes mesmos fluidos foram utilizados para ensaios magneto-reológicos e elaboração de um modelo empírico de dois parâmetros para estimar a composição de FMR aquosos para otimizar as propriedades de limite de escoamento.

Resumidamente, o propósito de construir um experimento para avaliar a força de atração magnética de FMR sob ação de diferentes intensidades de campo magnético



foi de verificar como as partículas interagem com o meio de dispersão de forma estática e dinâmica. Outras avaliações com respeito ao impacto nessas interações também são possíveis, tais como: a avaliação da carga polimérica das soluções, quantidade de surfactante na estabilidade, implicações da viscosidade nas interações partículas/campo magnético são alguns dos efeitos que podem ser estudados utilizando este tipo de aparato experimental. Além de velocidade de sedimentação e interações entre partículas. Os ensaios utilizando a balança magnética foram realizados para avaliar o efeito de interação das partículas utilizadas na produção dos fluidos magneto-reológicos testados, com diferentes soluções de polímeros capazes de sofrer reticulação química. Os primeiros testes foram realizados com os fluidos descritos na **Tabela 9**. Além de testes com as partículas misturadas em diferentes meios de dispersão foram realizados testes somente com as partículas puras, sem estarem dispersas em solução, na mesma quantidade utilizada no preparo dos fluidos descritos na **Tabela 9**.

Os testes foram realizados utilizando o aparato experimental construído e apresentado na **Figura 26**. Com este aparato foi possível avaliar o grau de atração dos fluidos produzidos em contato com diferentes níveis de campo magnético, gerados a partir da mudança de corrente elétrica do sistema de teste. Também foi possível verificar como a força de atração destes fluidos muda em função da distância da fonte magnética. Nos ensaios foram utilizados sempre 10g de amostra de fluido, correspondente a mistura de solução polimérica com partículas magnéticas. Nos ensaios somente com as partículas foram utilizadas 2,36g de partículas de cada uma das amostras de partícula. Em um primeiro momento o objetivo dos ensaios somente com as partículas foi de identificar como o diâmetro das partículas pode influenciar na força de atração das amostras. Os gráficos foram produzidos confrontando os dados de força de atração magnética (N), calculados a partir dos dados experimentais, com os valores de corrente elétrica (A) ou distância da fonte magnética (mm). A seguir está representado o comportamento da força de atração de cada uma das amostras de partículas em função da variação do campo magnético (corrente elétrica).



**Figura 78:** Força de atração magnética das amostras de partículas CIP OM e CIP HQ.

A **Figura 78** apresenta a mudança da força de atração das amostras de partículas em função da variação do campo magnético, em função da corrente elétrica, aplicado. Os ensaios foram realizados em duplicata e o erro médio estimado para cada um dos pontos foi de aproximadamente 2%. Seguindo o que foi apresentado no experimento as partículas maiores (CIP OM) são atraídas com mais força pelo campo magnético do que as menores (CIP HQ). Isso é percebido, principalmente, quando há aumento do campo magnético aplicado. Claramente na **Figura 78**, esse efeito pode ser percebido após 0,6A. As partículas possuem alta esfericidade, como pode ser observado nas imagens de MEV representadas nas **Figura 38**, **Figura 39** e **Figura 40**, e a composição química das amostras são praticamente as mesmas, como pode ser observados nos difratogramas de cada uma das amostras, representados nas **Figura 37a** e **Figura 37b**. As análises composicionais via EDS, **Figura 41**, também apresentam que as amostras têm, basicamente, a mesma composição química. Portanto o comportamento da atração das partículas é praticamente exclusivo em função do tamanho e sem a influência de fatores químicos e de forma. A partícula CIP OM tem maior diâmetro médio e por isso a sua atração pelo campo é maior. Estudos avaliando simultaneamente o efeito das mudanças de tamanho de partículas e interação das partículas com o meio de dispersão nas propriedades magnéticas dos FMR são pouco comuns. Chiriac e Stoian<sup>92</sup> apresentaram um estudo avaliando a influência do tamanho das partículas e da dispersão de tamanhos nas propriedades dos fluidos magneto-reológicos. Os autores concluem que o aumento de tamanho ou estreitamento da dispersão de tamanhos melhora as propriedades de atração do fluido por um campo magnético e isso torna-se mais evidente a medida em que a intensidade do campo

magnético aplicada aumenta<sup>92, 62</sup>. Diferente do estudo realizado aqui a maior parte dos fluidos produzidos e avaliados pelos autores foram fluidos produzidos com a dispersão de partículas magnéticas em uma fase orgânica.

Nos ensaios apresentados neste trabalho soluções poliméricas foram produzidas com viscosidade dentro de uma mesma faixa. Os dados reológicos podem ser observados na **Tabela 22**.

**Tabela 22:** Parâmetros reológicos obtidos para as soluções poliméricas utilizadas como meios de dispersão para preparação dos fluidos magneto-reológicos

Polímeros/Parâmetros reológicos	K (Pa.s <sup>n</sup> )	n	R <sup>2</sup>
Goma Xantana (GX)	7,7	0,42	0,9894
Poliacrilamida (PAM)	17,8	0,41	0,9405
Poli Vinil Álcool (PVA)	6,32	0,95	0,9987

Praticamente, o índice de comportamento (k) dos fluidos produzidos estão dentro de uma mesma ordem de grandeza. A viscosidade é alta o suficiente para manter as partículas em suspensão por tempo suficiente para execução dos ensaios. Além disso a carga polimérica utilizada para produzir as soluções de Poliacrilamida é bem próxima a de Goma Xantana, que neste caso chega a ser um pouco maior, apesar de fornecer uma viscosidade menor. Já a quantidade de PVA, utilizado para produzir as soluções, foi bem mais alta, devido a necessidade de atenderem a outro requisito definido e necessário para o desenvolvimento desta tese. Os fluidos produzidos devem, em termos de quantidade de polímero, gerar uma massa reticulada com alta resistência mecânica, e esta quantidade foi definida segundo os estudos conduzidos por Trampus (2016)<sup>95</sup>. Os ensaios utilizando somente as partículas funcionam na verdade como um plano de fundo para entender como o meio de dispersão afeta a atração magnética das partículas, já que os ensaios com as partículas misturadas nas diferentes soluções são sempre comparados aos ensaios somente com as partículas, sem estar em qualquer meio de dispersão. As **Figura 79a** e **Figura 79b** representam a avaliação dos fluidos magneto-reológicos produzidos com as partículas CIP OM e CIP HQ.



**Figura 79:** Avaliação da força de atração magnética das partículas CIP OM e CIP HQ puras e em diferentes meios de dispersão em função da variação do campo magnético. a) Resultados dos ensaios realizados com as partículas CIP HQ; b) Resultados dos ensaios realizados com as partículas CIP OM.

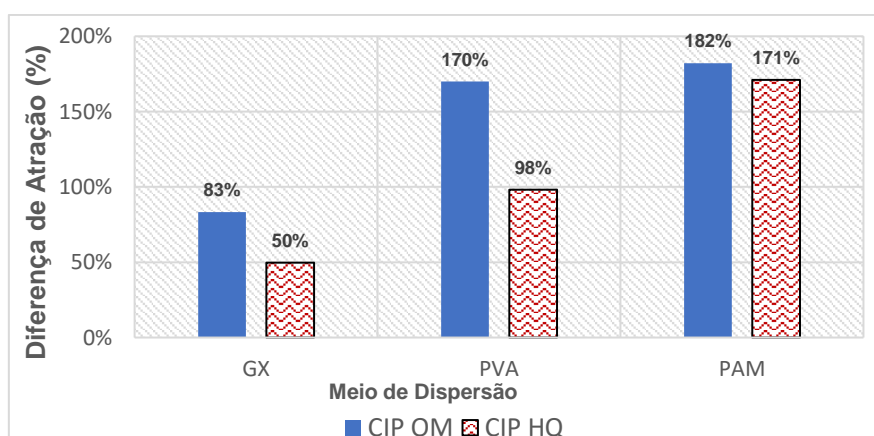
Como representado na **Figura 79a**, existe uma mudança significativa na força de atração magnética em função dos diferentes meios de dispersão. Isso pode ser percebido principalmente quando a corrente aplicada ao sistema é elevada gerando um maior campo magnético. O meio de dispersão que menos afeta a atração das partículas foi a solução de Goma Xantana. O que mais atenuou o efeito de força de atração foi a solução de Poliácridamida. Essa tendência de comportamento foi observada tanto para os ensaios realizados com as suspensões produzidas com as partículas CIP OM quanto para as produzidas com as partículas CIP HQ, representada na **Figura 79b**. A solução

de PVA apresentou em ambos os casos um comportamento intermediário. A PAM de alto peso molecular é um polímero geralmente utilizado para aplicações de redução de arrasto, principalmente por fornecer as soluções uma característica elástica. É possível que esta característica esteja ajudando a manter as partículas em suspensão e principalmente gerando uma resistência a atração das partículas ao campo magnético aplicado. Também pode ser percebido que quanto maior o campo magnético (corrente elétrica) mais evidente é a diferença na força de atração. Os ensaios foram realizados em duplicata. A barra de erro foi inserida nos pontos experimentais a partir do erro médio estimado. O erro foi calculado a partir da relação entre o desvio padrão e a média do resultado do ensaio experimental. A **Tabela 23** contém os valores de erro médio obtidos para os ensaios.

**Tabela 23:** Erro médio obtido nos experimentos de força de atração magnética

Polímero/Partícula	CIP OM (%)	CIP HQ (%)
BRANCO	1,90	2,15
GX	0,90	2,27
PVA	4,25	3,15
PAM	3,80	2,80

Fazendo uma comparação entre a diferença de força de atração magnética para cada tipo de partícula, dispersa nos meios de dispersão estudados, e a força de atração das partículas sem estarem em qualquer meio de dispersão foram obtidos os valores percentuais apresentados na **Figura 80**, a seguir.

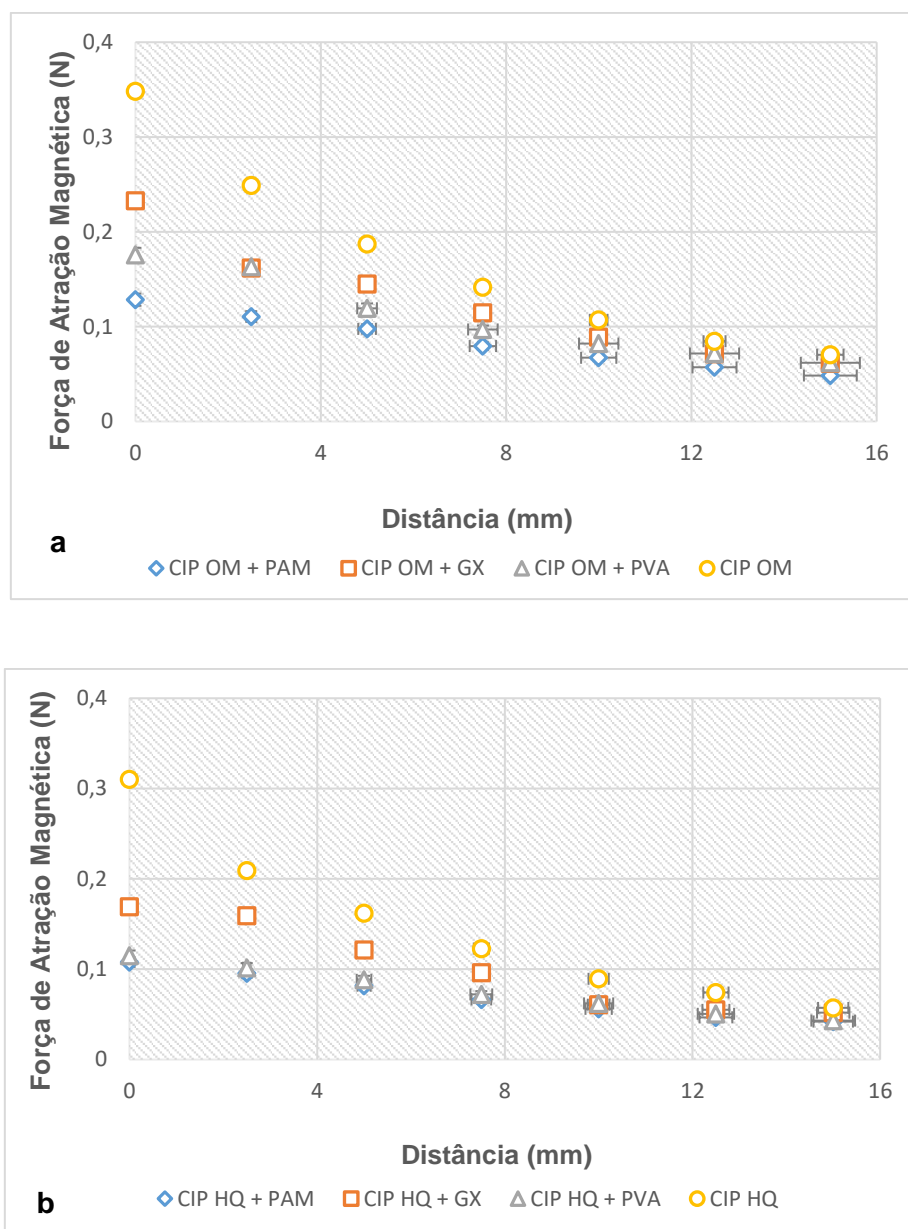


**Figura 80:** Diminuição percentual entre a força de atração das partículas puras (branco) comparados com as partículas em diferentes fases contínuas.

Os valores de diferença na força de atração entre as partículas puras e em diferentes meios de dispersão apresentados na **Figura 80** tornam mais claro como o meio de dispersão afeta a atração das partículas. Pode ser constatado que em todos os casos as partículas CIP OM foram mais afetadas pelo meio de dispersão do que as menores e, curiosamente, as partículas dispersas em PAM foram as mais afetadas, porém de forma similar. A diferença de tamanho teve pouca influência na variação de atração entre as partículas dispersas e não dispersas em PAM.

Avaliando os ajustes das curvas das **Figura 79a** e **Figura 79b**, foi possível constatar que o comportamento da força de atração das partículas puras cresce linearmente com o aumento do campo magnético (corrente elétrica). A força de atração das partículas dispersas na solução de PVA também segue esse comportamento, possivelmente devido a solução seguir um comportamento praticamente newtoniano, de acordo com os dados de parâmetros reológicos reportados na **Tabela 22**. Já quando as partículas estão dispersas nas soluções de PAM e GX, a força de atração cresce, porém, de forma exponencial. Provavelmente este comportamento é reflexo do comportamento do fluido utilizado como meio de dispersão. Observando o índice de comportamento,  $n$ , das soluções produzidas com GX e PAM apresentados na **Tabela 24** é possível entender que a solução tem comportamento não-Newtoniano e com características pseudo-plásticas. A massa molar dos polímeros (GX e PAM) utilizados para o preparo das soluções de PAM e GX também foram maiores, algo que pode ter ajudado na produção de fluidos com as referidas características. Na prática para um FMR produzido a partir de uma solução com característica pseudo-plástica quando estático e submetido a um campo magnético, as partículas podem sofrer um efeito de amortecimento. Porém se este tipo de fluido está sendo deslocado através de um tubo e subitamente é sujeito a um campo magnético externo estático, dependendo do diâmetro do tubo, da magnitude do campo e tamanho da partícula ele pode sofrer aceleração.

Uma avaliação da mudança da força de atração em função da distância da fonte magnética foi realizada. Foram utilizados os dados experimentais coletados com a aplicação de 1,5A de corrente elétrica (1165Gauss). As **Figura 81a** e **Figura 81b**, a seguir, apresentam a descrição do comportamento dos fluidos.



**Figura 81:** Avaliação da força de atração magnética das partículas CIP OM e CIP HQ puras e em diferentes meios de dispersão em função da distância da fonte magnética. a) Resultados dos ensaios realizados com as partículas CIP HQ; b) Resultados dos ensaios realizados com as partículas CIP OM.

As **Figura 81a** e **Figura 81b** demonstram que a medida que a amostra se afasta da fonte magnética, independente do meio de dispersão e do tamanho da partícula, a força de atração decresce exponencialmente. Com a análise dos dados experimentais é possível verificar que as curvas de força de atração magnética em função da distância seguem um comportamento exponencial.

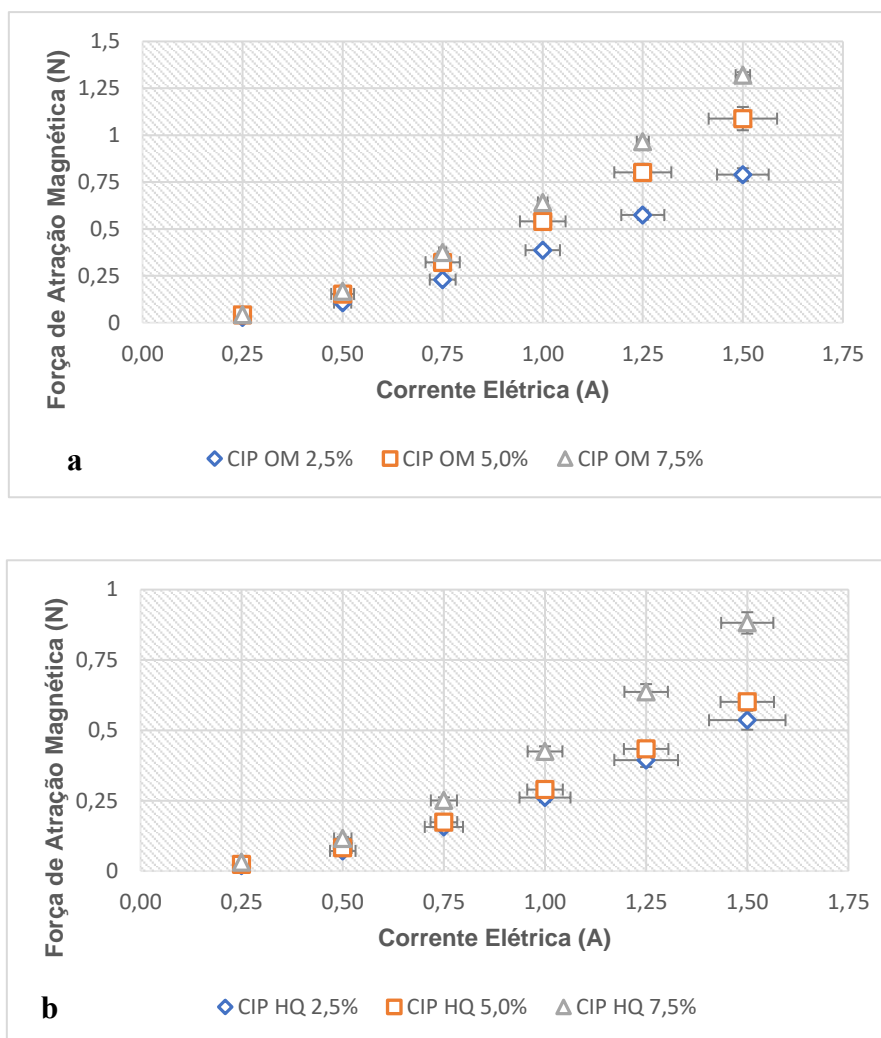
### **6.3. Resultados dos Ensaios com os Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos Produzidos para Desenvolvimento do Modelo Empírico Proposto**

A base para a produção dos FMR's aquosos estudados neste trabalho foi uma dispersão de partículas em uma solução aquosa de álcool polivinílico (PVA) com 8,5% em massa. A escolha pelo PVA foi devido aos ótimos resultados que vem sendo obtido pelo grupo de pesquisa ao qual este trabalho está associado<sup>95, 96</sup>. Testes de otimização de agente de reticulação e solução de PVA já foram desenvolvidos e os resultados foram aproveitados para o desenvolvimento desta Tese. Os aparatos experimentais desenvolvidos neste trabalho serviram para avaliar variáveis importantes dos fluidos utilizados para elaboração do modelo empírico. Uma destas variáveis foi a força de atração dos fluidos por um campo magnético. A força de atração dos fluidos em função do campo magnético foi avaliada para diferentes concentrações e tamanho de partículas magnéticas. Nestes primeiros experimentos a força de atração magnética foi medida com o fluido estático. Porém, medidas de força de atração em função do tempo foram realizadas para verificar questões de estabilidade e velocidade de sedimentação. Os FMR's aquosos produzidos também foram utilizados nos testes de deslocamento. E finalmente, foram realizados os ensaios de magneto-reologia que geraram os dados experimentais para elaboração do modelo empírico de dois parâmetros utilizados para estimar a composição do fluido ótima em função dos valores de limite de escoamento.

#### **6.3.1. Ensaios Estáticos de Atração Magnética com Diferentes Concentrações de Partículas Suspensas em uma Solução de PVA 8,5% (m/m) – Balança Magnética**

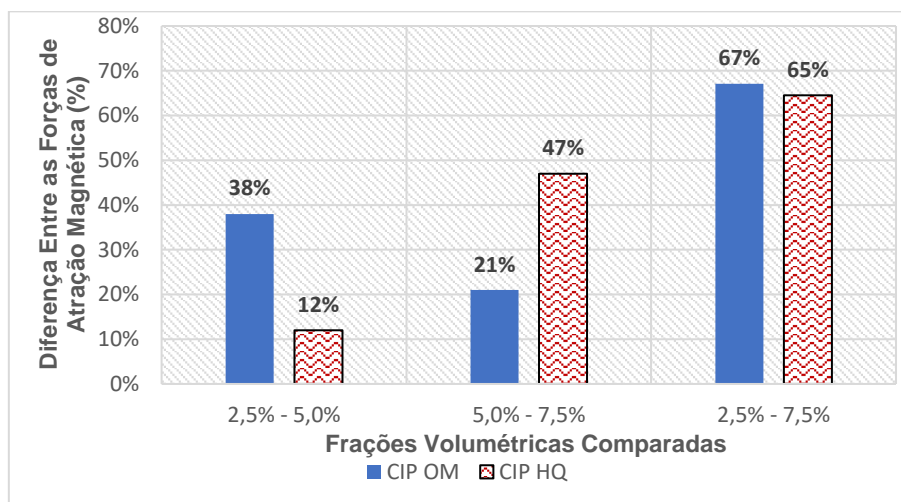
O Poli Vinil Álcool (PVA) foi escolhido como meio de dispersão para os ensaios realizados neste trabalho devido a alguns estudos que já vem sendo desenvolvidos no grupo de pesquisa da COPPE, mais especificamente pelo Laboratório de Engenharia de Coloides (EngeCol), para aplicações de soluções produzidas a base de PVA como agente de combate a perda de circulação. Nesta etapa foram produzidos fluidos com 8,5% em massa de PVA e diferentes concentrações e tamanhos de partículas magnéticas. As formulações produzidas e avaliadas nesta secção foram apresentadas na Tabela 10, exceto as formulações produzidas com 15%v/v de partículas. As curvas de mudança de força de atração magnética para cada um dos tamanhos de partículas avaliadas e fração volumétrica estão apresentados na **Figura 82**, a seguir.





**Figura 82:** Representação da variação da força de atração magnética em função da corrente e fração volumétrica de partículas magnéticas. a) Ensaio com as partículas CIP OM; b) Ensaio com as partículas CIP HQ.

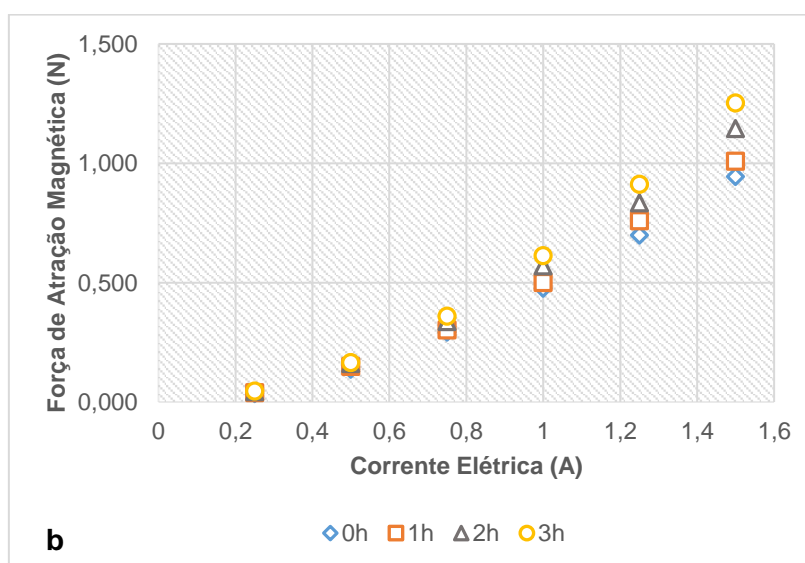
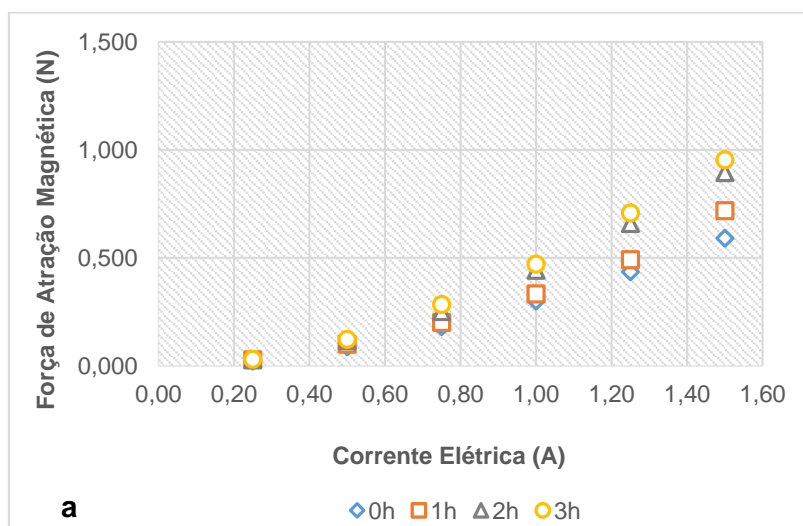
Observando as curvas representadas na **Figura 82a** e **Figura 82b** é possível constatar que a medida que a corrente elétrica (campo magnético) aumenta a força de atração magnética aumenta. Também quanto maior a concentração de partículas maior a força de atração magnética. Comparando as **Figura 82a** e **Figura 82b** também é possível ver que quanto maior o diâmetro da partícula maior a força de atração magnética. Quando há o aumento da fração volumétrica a força de atração magnética também aumenta. Isso pode ser observado na **Figura 83**.

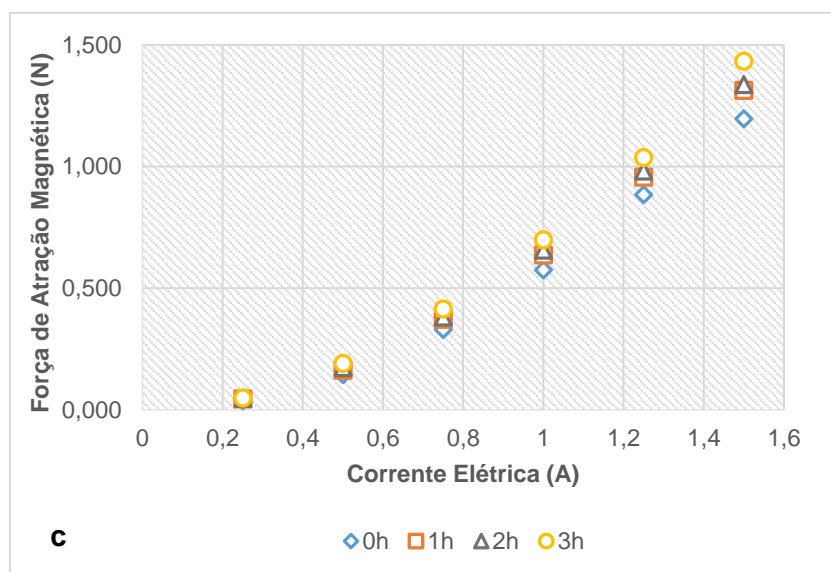


**Figura 83:** Comparação entre a diferença de forças de atração magnética nos pontos de maior campo magnético para as dispersões de partículas OM e HQ.

Na **Figura 83**, as barras azuis representam os resultados com as partículas CIP OM e as barras laranja os resultados com as partículas CIP HQ. Quando a fração volumétrica de partículas muda de 2,5% para 5,0% (2,5%-5,0%) a força de atração aumentou mais para as partículas CIP OM comparado ao aumento obtido para as partículas CIP HQ. Já quando a fração volumétrica aumentou de 5,0% para 7,5% (5,0%-7,5%) o aumento na força de atração é maior para as partículas CIP HQ. Em média comparando o aumento total (2,5%-7,5%) do nível de força de atração magnética de ambos os tipos de partículas (CIP OM e CIP HQ) sofreram o mesmo aumento. Os valores representados na **Figura 83** apresentam na forma percentual a distância relativa entre os pontos experimentais. Observando a curva dos fluidos produzidos com 5% de partícula, tomando-a como referência, nas **Figura 82a** e, é possível observar que na **Figura 82a** (partículas CIP OM), a curva com 5% de partículas está mais centralizada, ou seja, a medida em que há o aumento da fração volumétrica em escala semelhante, de 2,5% em 2,5%, o aumento da força de atração apresenta-se uniforme. No entanto, isso não aconteceu para os fluidos apresentados na **Figura 82b**, que representam os fluidos produzidos com as partículas CIP HQ. Há um salto no aumento quando a concentração muda de 5,0% para 7,5%.

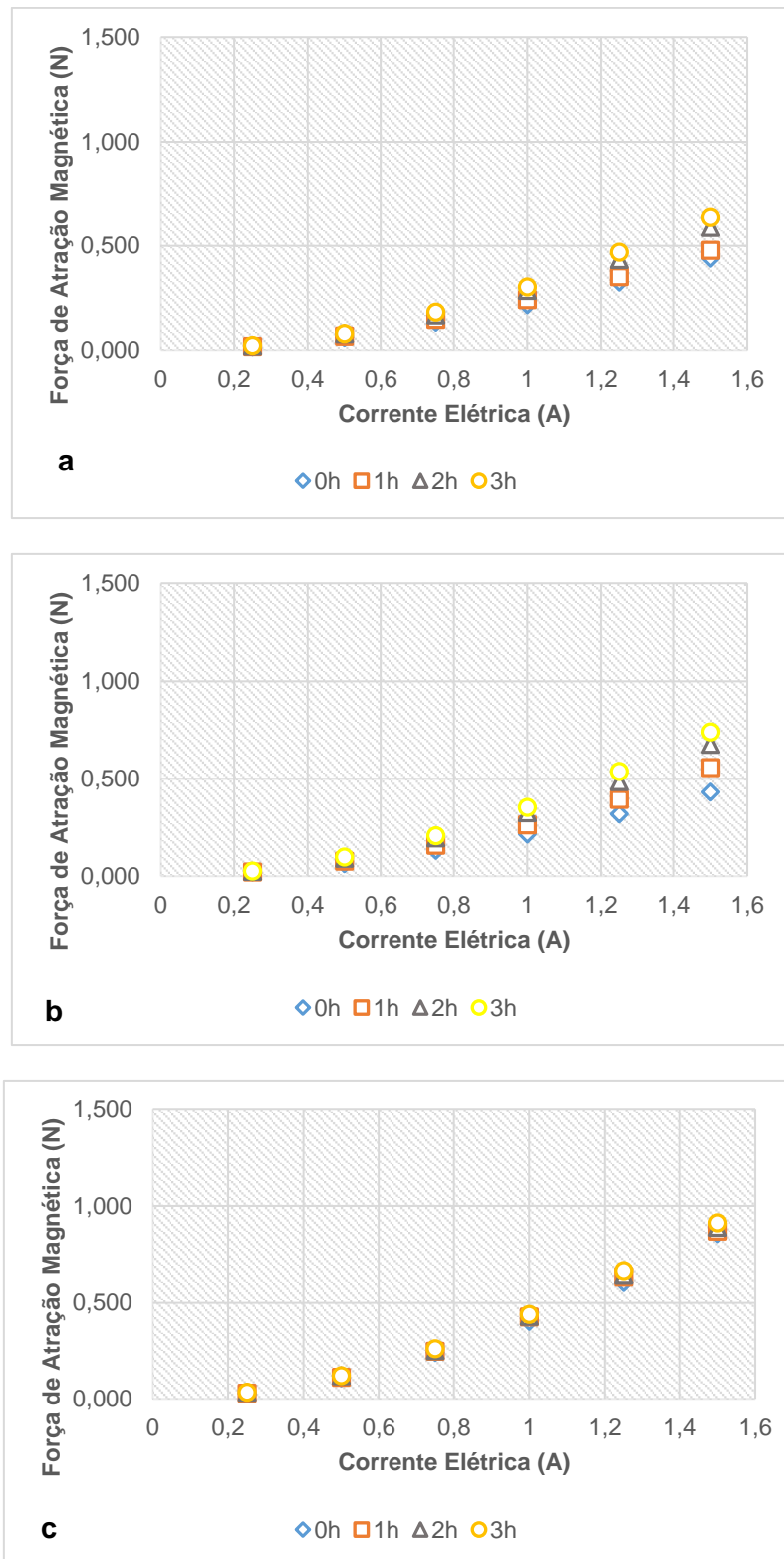
As partículas magnéticas utilizadas na produção dos fluidos utilizados neste trabalho possuem alta densidade,  $7,86\text{g/cm}^3$ , e mesmo com tamanho micrométrico em meio a um fluido com alta viscosidade a sedimentação acontece. Por este motivo foram realizados ensaios para avaliar como acontece a variação de força de atração magnética com o tempo. Os ensaios foram realizados repetindo as leituras de massa em função da alteração da corrente elétrica (campo magnético) e da distância no intervalo de 1h. O teste foi repetido sequencialmente durante 4 vezes, respeitando os intervalos de 1h, para cada um dos fluidos da **Tabela 10**. Os resultados dos ensaios com as diferentes frações volumétricas de CIP OM realizados em diferentes tempos podem ser observados na **Figura 84**, a seguir.





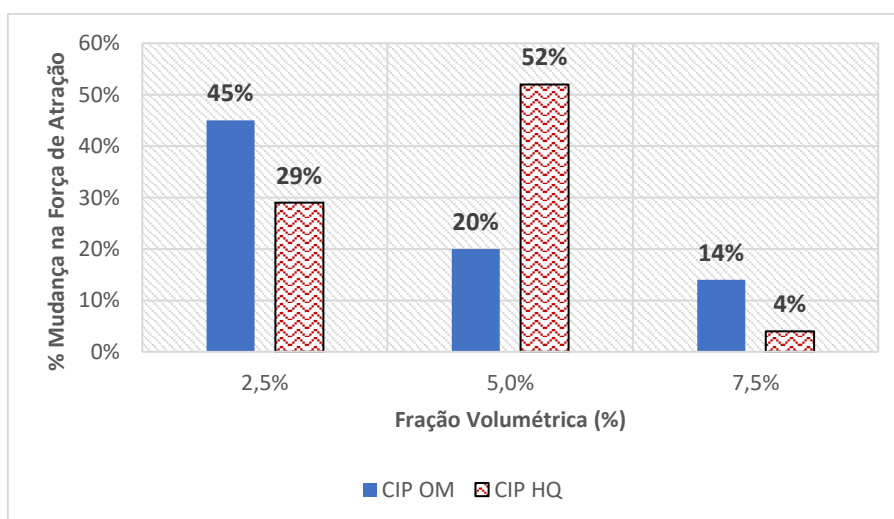
**Figura 84:** Resultados de mudança da força magnética em função da variação da corrente elétrica. a) fluidos com 2,5% de partículas CIP OM; b) fluidos com 5,0% de partículas CIP OM; c) fluidos com 7,5% de partículas CIP OM.

Comparando individualmente os gráficos representados nas **Figura 84a**, **Figura 84b** e **Figura 84c** é possível verificar que a medida que o tempo passa, a força de atração magnética da amostra em função da corrente elétrica aumenta. Possivelmente esse efeito ocorre concomitantemente com a sedimentação das partículas, ou seja, a medida que as partículas sedimentam elas ficam mais próximas da fonte magnética e são atraídas com uma força maior. Outro efeito claro é que com o aumento da fração volumétrica há um aumento da força de atração magnética. Além disso, a diferença entre a mudança de força de atração com o tempo fica cada vez menor, ou seja, a distância entre as curvas de força de atração em função do tempo é menor com o aumento da fração volumétrica de partículas. Esse mesmo efeito foi constatado nos ensaios de atração magnética para realizado para as diferentes frações volumétricas de CIP HQ, conforme apresentado na **Figura 85**.



**Figura 85:** Resultados de mudança da força magnética em função da variação da corrente elétrica. a) 2,5% de partículas CIP HQ; b) 5,0% de partículas CIP HQ; c) 7,5% de partículas CIP HQ.

De acordo com os resultados apresentados nas **Figura 84** e **Figura 85** à medida que a fração volumétrica aumenta há um estreitamento da distância entre as curvas de força de atração magnética. Esse efeito ocorre devido a diminuição da sedimentação das partículas. As diferenças percentuais de mudança dos valores de força de atração magnética em função do tempo, levando-se em conta a força de atração magnética medida no tempo 0h e 3h, para cada frações volumétricas e tipo de partícula, sob efeito de campo magnético de 1165Gauss foram estimadas. O resultado está representado, a seguir, na **Figura 86**.



**Figura 86:** Mudança de atração magnética em função do tempo para as diferentes partículas frações volumétricas avaliadas.

Observando os dados apresentados na **Figura 86** foi possível constatar que há uma tendência de diminuição entre as diferenças dos valores de força de atração magnética à medida que aumenta a quantidade de partículas dispersas no fluido. Esse efeito pode acontecer devido a diminuição da taxa de sedimentação. Existem alguns modelos na literatura que são utilizados para avaliar esse efeito de diminuição da sedimentação com o aumento da concentração de partículas. Miao e Saxena (1996)<sup>93</sup>

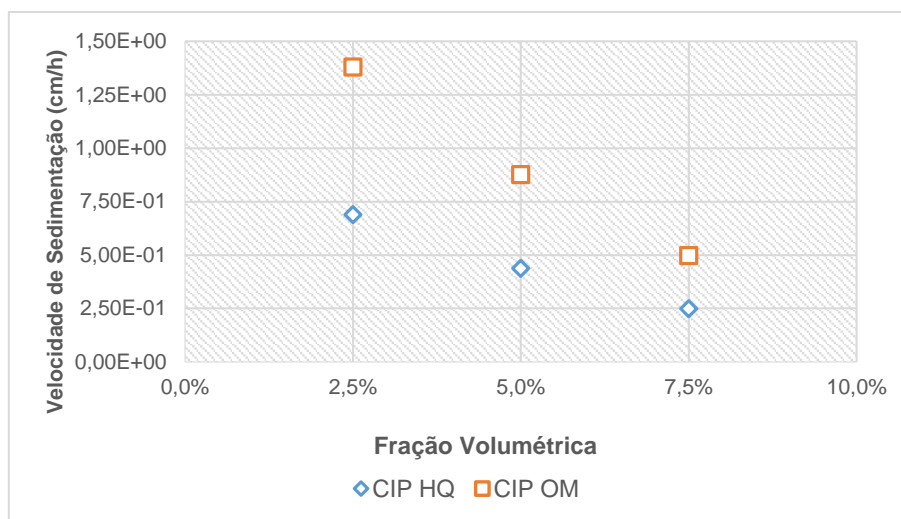
apresentam alguns modelos para estimar a velocidade de sedimentação em função do aumento da concentração de partículas no meio de dispersão. Um deles foi proposto por Mizrahi e Barnea (1973)<sup>94</sup>, como descrito nas equações a seguir.

$$U = U_0 \left\{ \frac{(1-\phi)}{(1-\phi)\exp[5\frac{\phi}{3}(1-\phi)]} \right\} \quad \text{Eq. 13}$$

O modelo que descreve o comportamento da velocidade de sedimentação em função da fração volumétrica ( $\phi$ ) de partículas parte da velocidade inicial de sedimentação proposta pela Lei de Stokes ( $U_0$ ), que é calculada com base na equação apresentada a seguir.

$$U_0 = \frac{d^2(\rho_s - \rho_L)g}{18\eta_L} \quad \text{Eq. 14}$$

Os modelos de sedimentação geralmente assumem que não há colisão entre partículas ou aglomeração. Na **Equação 14**, o diâmetro da partícula é representado por  $d$ , a densidade da fase sólida por  $\rho_s$ , e da fase líquida por  $\rho_L$ ,  $g$  é a aceleração da gravidade e  $\eta_L$  é a viscosidade do líquido. Os dados dos fluidos produzidos neste trabalho foram utilizados para estimativa da velocidade de sedimentação para as diferentes frações volumétricas e diâmetros de partículas. Os resultados estão apresentados a seguir.



**Figura 87:** Estimativa da velocidade de sedimentação para as partículas CIP OM e HQ com diferentes frações volumétricas.

Os resultados apresentados na **Figura 87** confirma o efeito da diminuição da velocidade de sedimentação com o aumento da fração volumétrica de partículas, o que já havia sido identificado experimentalmente. O entendimento de como as partículas mantem-se em suspensão nos fluidos produzidos é um fator importante para produzir fluidos mais estáveis. Esse resultado contribui para a produção de fluidos com carga de partículas maiores, principalmente, porque o aumento da quantidade de partículas torna a força de atração magnética maior. Avaliando os dados da **Figura 87** e os valores de velocidade de sedimentação obtidos com o modelo de Mizrahi e Barnea (1973)<sup>94</sup> foi possível verificar que o efeito da diminuição da velocidade de sedimentação acontece de forma mais atenuada para partículas menores. Possivelmente isto ocorre devido a diminuição da interação partícula-partícula e ao aumento de espaço livre entre partículas dentro do volume de controle.

Praticamente todas as partículas utilizadas para compor os fluidos produzidos aqui possuem a mesma composição química, com quase 100% de Ferro. Por este motivo este parâmetro não é um fator que afeta o comportamento da estabilidade dos fluidos produzidos com as partículas utilizadas, ou seja, a variação das propriedades magnéticas se dá somente em função da concentração, tamanho de partículas, forma das partículas e propriedades do meio de dispersão.

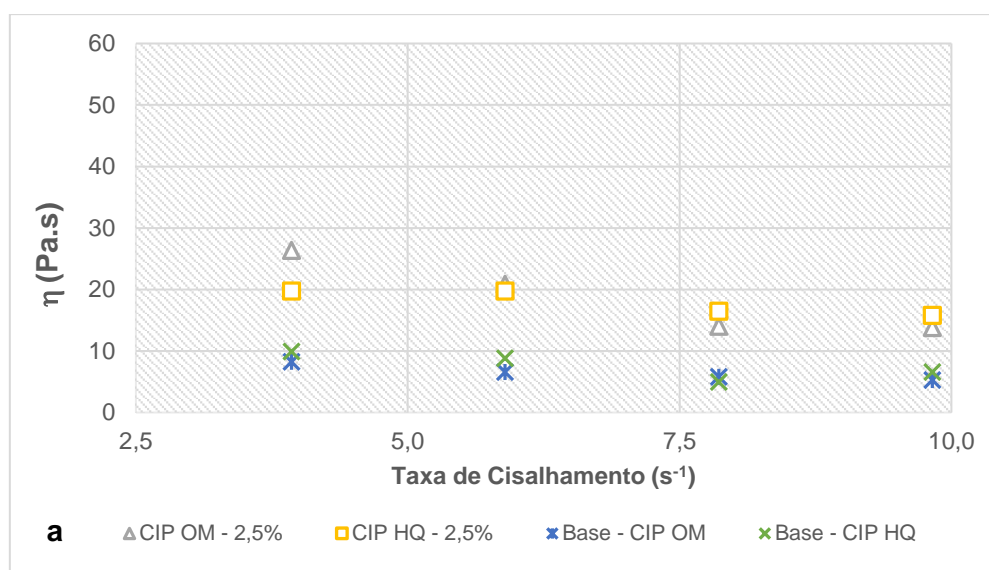
A permeabilidade magnética da suspensão de partículas muda em função da fração volumétrica. A curva que descreve esse aumento tem um comportamento exponencial e demonstra que a medida que a fração volumétrica de partículas aumenta faz com que a permeabilidade magnética relativa do meio de dispersão também aumente. Esse aumento também tem relação direta no aumento da atração dos fluidos pelo campo magnético. Porque aumentado a permeabilidade magnética relativa do meio de dispersão diminui-se a relutância, que é uma propriedade inversa a permeabilidade magnética relativa e que interfere diretamente na capacidade de atração dos fluidos pelo campo magnético.

Na próxima seção serão apresentados uma análise dinâmica de como os fluidos em movimento interagem com um campo magnético estático.

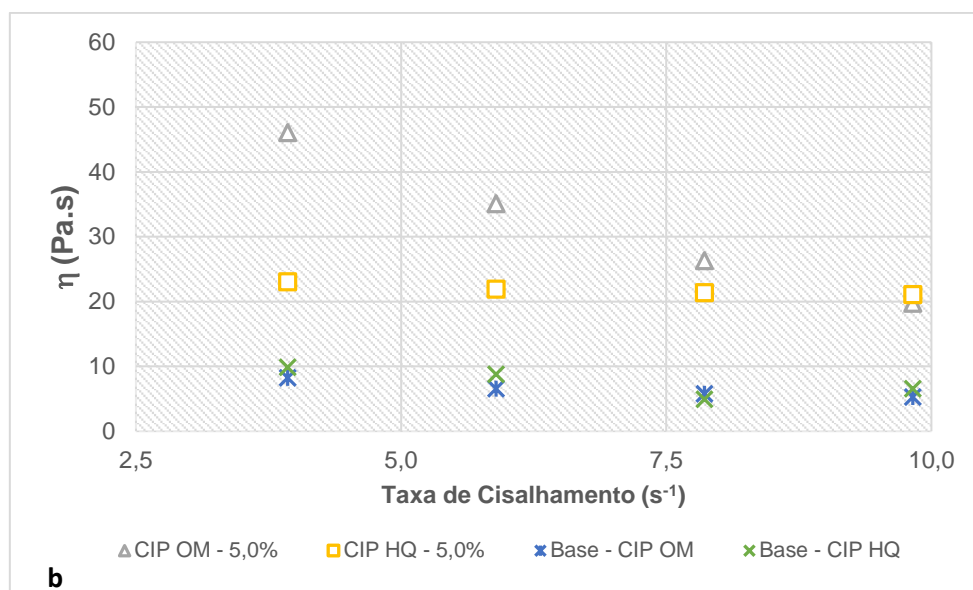


### 6.3.2. Ensaios Dinâmico de Atração Magnética com Diferentes Concentrações de Partículas Suspensas em uma Solução de PVA 8,5% (m/m) – Ensaio de Deslocamento.

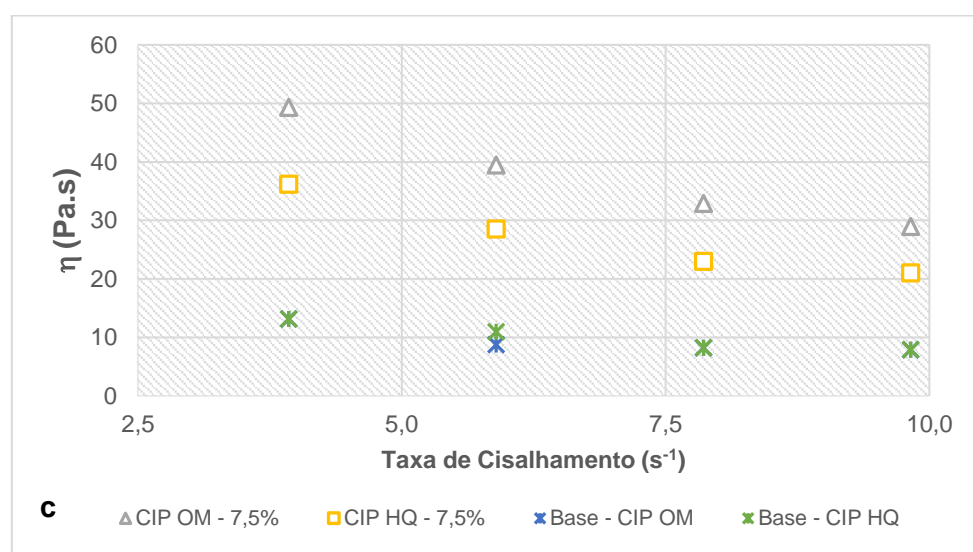
Os ensaios de atração magnética dinâmico consiste em deslocar o fluido através de um tubo onde existe um campo magnético pontualmente aplicado e um manômetro para medir a perda de carga devido a interação entre o campo magnético e o fluido que está sendo deslocado. O teste foi projetado no próprio laboratório e o esquema de como foi o funcionamento está apresentado na **Figura 28**. Os resultados dos ensaios de deslocamento foram obtidos para os fluidos apresentados na **Tabela 10**. Com os resultados dos ensaios experimentais foram estimados os valores de viscosidade em função do tamanho de partícula e fração volumétrica. A seguir, nas **Figura 88**, **Figura 89** e **Figura 90**, podem ser observados as curvas de viscosidade obtidos para os fluidos sob efeito de campo magnético de 0,455T comparados com a viscosidade do fluido sem efeito de campo magnético.



**Figura 88:** Curvas de viscosidade em função da vazão para os fluidos produzidos com 2,5% v/v de partículas CIP HQ e CIP OM comparando os valores obtidos sem campo magnético e sob efeito de campo magnético.



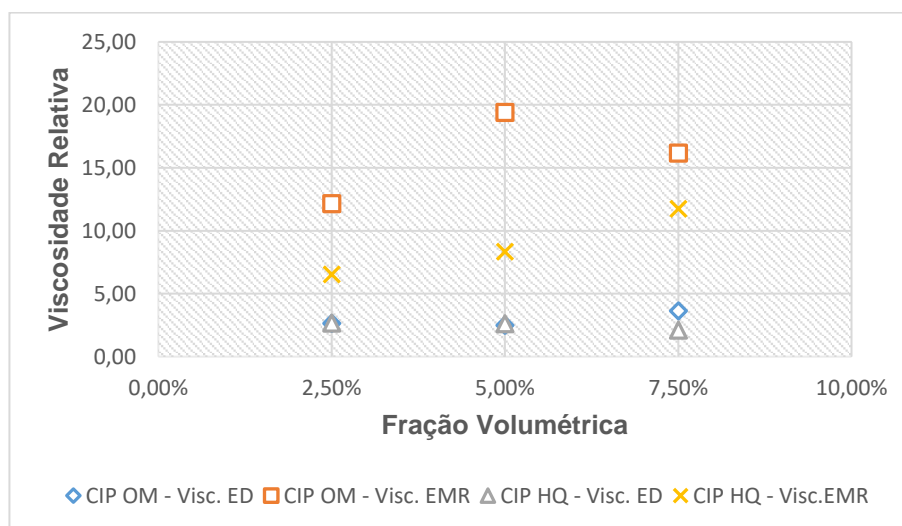
**Figura 89:** Curvas de viscosidade em função da vazão para os fluidos produzidos com 5,0% v/v de partículas CIP HQ e CIP OM comparando os valores obtidos sem campo magnético e sob efeito de campo magnético.



**Figura 90:** Curvas de viscosidade em função da vazão para os fluidos produzidos com 7,5% v/v de partículas CIP HQ e CIP OM comparando os valores obtidos sem campo magnético e sob efeito de campo magnético.

As curvas de viscosidade apresentadas nas **Figura 88**, **Figura 89** e **Figura 90** foram produzidas com os dados de viscosidade dos fluidos sem e com efeito do campo

magnético. É possível observar que há uma diferença significativa entre o comportamento das curvas com e sem o efeito do campo magnético. A medida em que há um aumento da quantidade de partículas torna-se maior essa diferença. Os fluidos preparados com baixas concentrações de partículas, 2,5% (**Figura 88**), não sofrem grandes alterações nos valores de viscosidade sob efeito do campo magnético considerando os dois diferentes tamanhos de partículas. Porém, a medida em que a concentração de partículas aumenta, a viscosidade aumenta sensivelmente em relação ao tamanho de partícula. Resumidamente, foi observado que quando o campo magnético é aplicado as leituras de viscosidade tornam-se maiores e mais significativas a medida em que a fração volumétrica e o tamanho de partículas aumentam. A taxa de cisalhamento, aproximada, no ensaio de deslocamento quando o fluido foi testado com a vazão de 50mL/min é de  $10s^{-1}$ . Com base nos dados obtidos nos ensaios de deslocamento e nos ensaios de magneto-reologia utilizando o reômetro foram estimados valores de viscosidade relativa. Estes valores foram calculados com base na relação entre os valores de viscosidade obtidos sob efeito do campo magnético e sem o efeito do campo magnético. A figura 96 apresenta a comparação destes valores para as diferentes frações volumétricas avaliadas e métodos de teste utilizados.

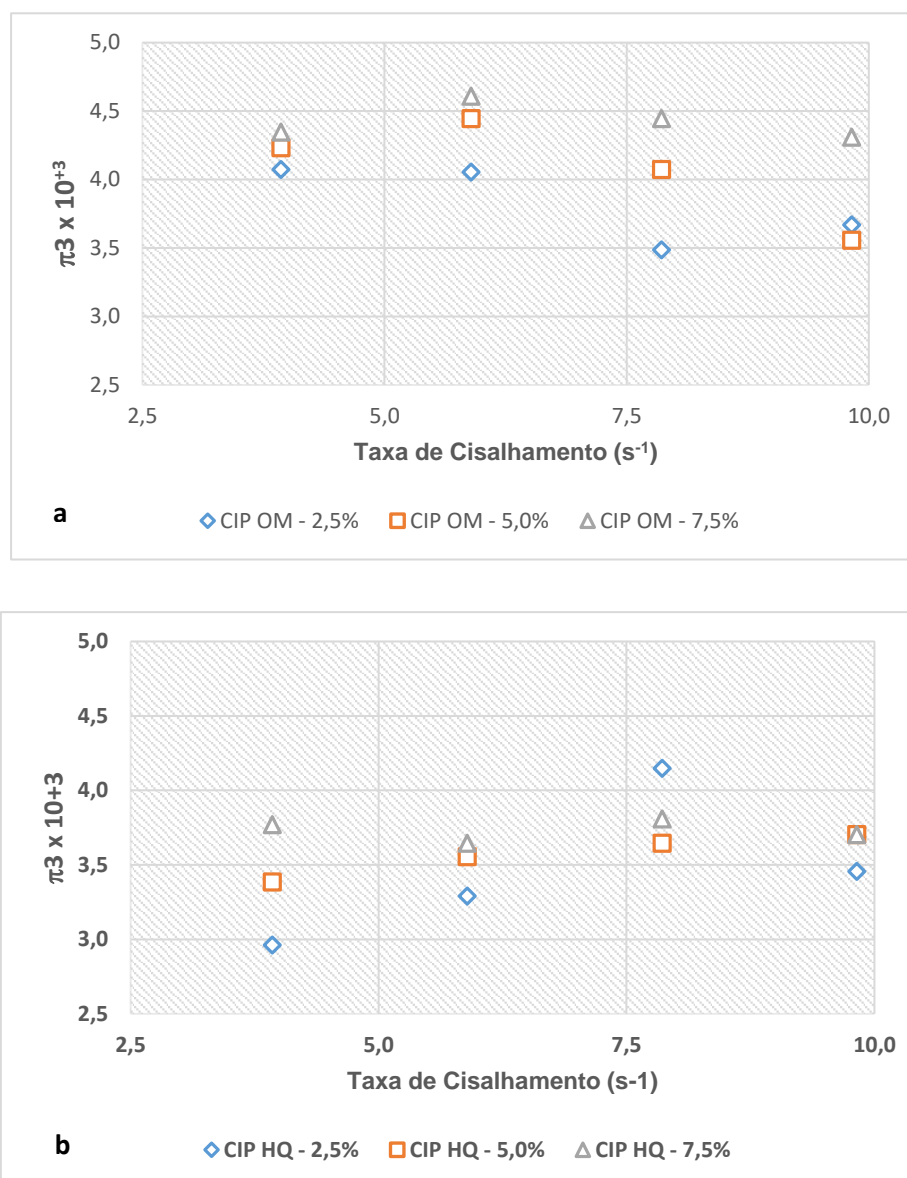


**Figura 91:** Viscosidade relativa para as diferentes frações volumétricas de partículas avaliadas. (ED=Ensaio de Deslocamento; EMR=Ensaio de Magneto-reologia).

De acordo com a **Figura 91** os valores de viscosidade obtidos nos ensaios de magneto-reologia com o reômetro apresentaram valores de viscosidade maiores para ambos os tipos de partículas avaliados e em todas as frações volumétricas testadas. O

dados de viscosidade relativa dá também uma idéia de quantas vezes o valor de viscosidade com a aplicação do campo é maior do que a viscosidade sem a aplicação do campo e em todos os casos quando o fluido é submetido a um campo magnético os valores são pelo menos duas vezes maiores que os valores de viscosidade sem a ação do campo.

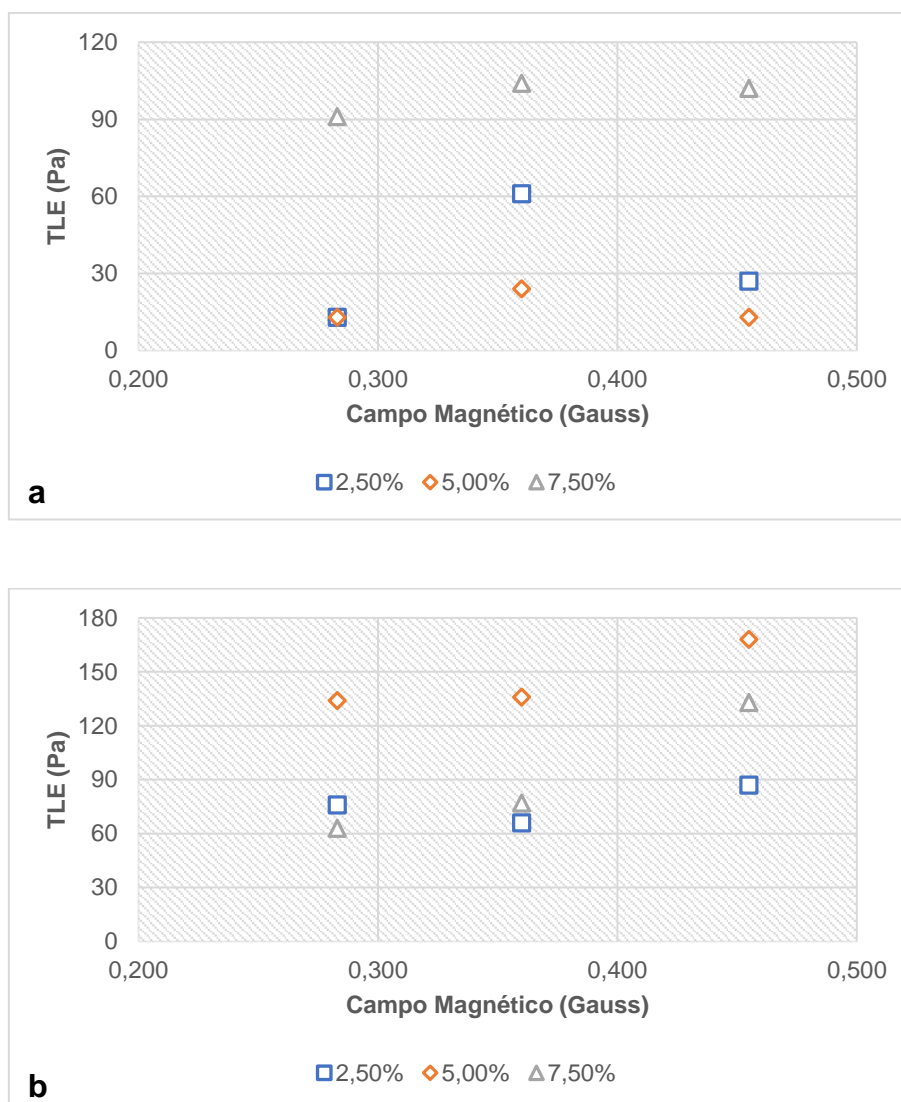
Os dados experimentais também foram utilizados para estimar a relação entre forças magnética e viscosa. Os resultados estão apresentados nas **Figura 92a** e **Figura 92b**, a seguir.



**Figura 92:** Relação entre força magnética e viscosa para os fluidos produzidos com diferentes frações volumétricas de partículas sob efeito de campo magnético de 0,455T. a) fluidos com as partículas CIP OM; b) fluidos com as partículas CIP HQ.

A **Figura 92a** representa as curvas de  $\pi_3$  em função da vazão para os fluidos produzidos com as partículas CIP HQ. A relação entre a força de atração magnética e viscosa para os fluidos produzidos com as diferentes frações volumétricas de partículas são diferentes nas baixas vazões testadas e a medida em que a vazão aumenta a diferença entre as forças tendem a um comportamento semelhante. Um comportamento diferente pode ser notado nos resultados obtidos com os fluidos produzidos com as partículas CIP OM, representadas na **Figura 92b** é possível notar que há uma diferença significativa entre a relação de forças ( $\pi_3$ ) em todas as vazões. Comparando os valores de  $\pi_3$  para os dois diferentes tamanhos de partículas, com as maiores frações volumétricas avaliadas (7,5%), sob efeito de um campo magnético de 0,455T, foi obtido um valor médio de 65% de diferença para as partículas CIP OM em relação a CIP HQ. Comparando o efeito de viscosidade sob as mesmas condições a diferença de valores foi 56%, um pouco inferior. Esse resultado ajuda a confirmar a influência significativa que o tamanho de partícula tem no aumento da atração pelo campo magnético e como é importante na alteração das propriedades magneto reológicas do fluido. Os dados de viscosidade foram utilizados para obter os valores de limite de escoamento, que estão reportados nos **Apêndices C e D**.

Os dados de limite de escoamento obtidos para os fluidos produzidos com as partículas CIP HQ e CIP OM, sob efeito de um campo magnético de 0,455T, com contato fluido/campo magnético de 20mm, e com diferentes frações volumétricas podem ser comparados a partir das curvas apresentadas na **Figura 93a e b**.



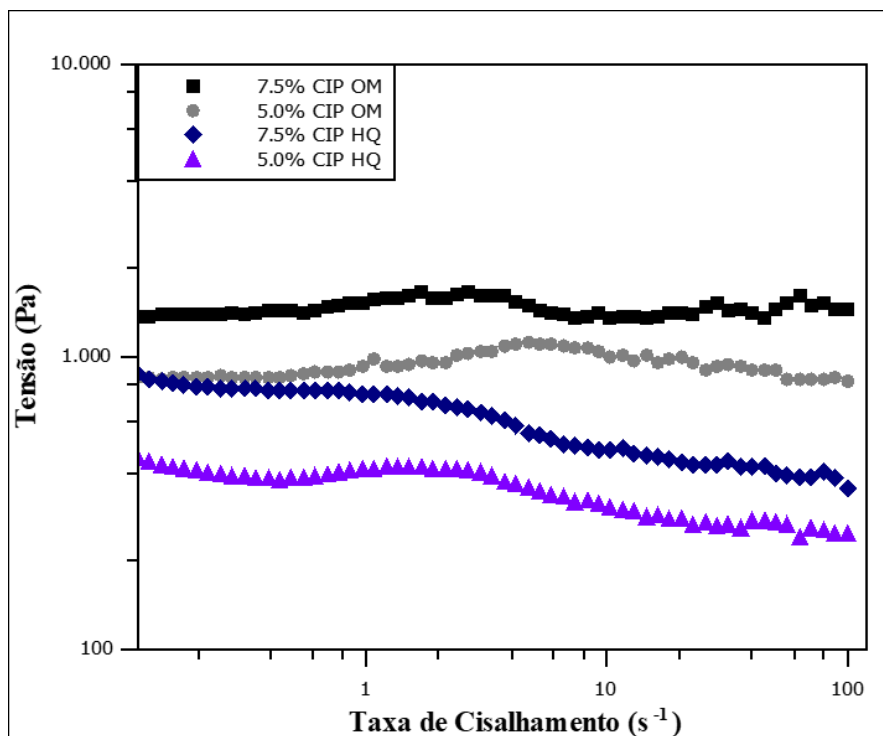
**Figura 93:** Tensão limite de escoamento estimado com os dados experimentais. a) curvas de limite de escoamento em função do campo magnético para os fluidos produzidos com as partículas CIP HQ; b) curvas de limite de escoamento em função do campo magnético para os fluidos produzidos com as partículas CIP OM.

Os dados de tensão limite de escoamento em função do campo magnético e concentração volumétrica de partículas HQ estão apresentados na **Figura 93a**. Baseado nos valores apresentados é possível constatar que quanto maior o campo magnético maior os valores de limite de escoamento, o mesmo comportamento pode ser observado em relação a mudança de quantidade de partículas dispersadas no meio, ou seja, quanto maior a concentração maior os valores de tensão obtidos. Já comparando os resultados obtidos com os fluidos produzidos com as partículas CIP OM os valores de limite de escoamento apresentados foram um pouco diferentes.

As partículas CIP OM são maiores e por isso o padrão de comportamento que tem sido observado ao longo do trabalho se manteve, ou seja, com o aumento do tamanho de partículas os valores de limite de escoamento foram maiores. No entanto, comparando os valores de tensão obtidos com as diferentes frações volumétricas de partículas CIP OM foi observado que os valores obtidos com as concentrações de 5,0% foram superiores aos obtidos com as formulações de fluido com 7,5%. Provavelmente, essa alteração de valores aconteceu devido ao número pequeno de dados utilizados para estimar os valores de limite de escoamento. Mais um fator importante que contribuiu para essa diferença foi que junto com os valores de limite de escoamento são obtidos valores de índice de consistência e comportamento. Para os fluidos em questão, comparando os valores de índice de consistência ( $k$ ) para os fluidos com 5,0% e 7,5%, os valores de  $k$  para os fluidos com 7,5% foram na faixa de 3,8 a 20 ( $\text{Pa}\cdot\text{s}^n$ ). Enquanto que para os fluidos com 5% os valores de  $k$  variaram na faixa entre 0,1 até 4,4 ( $\text{Pa}\cdot\text{s}^n$ ). Outro fator que pode ter contribuído para esse resultado foi o erro experimental estimado para os ensaios de deslocamento que foram entre 15 e 25%. Apesar do aparato experimental ter sido construído cuidadosamente ele ainda está em fase de desenvolvimento e alguns ajustes ainda necessitam ser realizado para que os resultados apresentem erros experimentais cada vez menores.

### **6.3.3. Avaliação dos Fluidos Magneto-Reológicos Aquosos (FMR aquosos) que Foram Desenvolvidos para Obtenção de um Modelo Empírico.**

Os testes magneto-reológico foram realizados com 6 fluidos diferentes. Todas as formulações estão listadas na **Tabela 10**. Os dados experimentais obtidos nos ensaios magneto-reológicos foram utilizados para a obtenção dos parâmetros reológicos. A resposta dos FMR aquosos, produzidos com diferentes frações volumétricas de partículas, diferentes tamanhos e sob diferentes intensidades de campo magnético aplicadas, foram avaliadas. A influência da diferença de diâmetro médio de partículas no comportamento das curvas magneto-reológicas foi investigada.

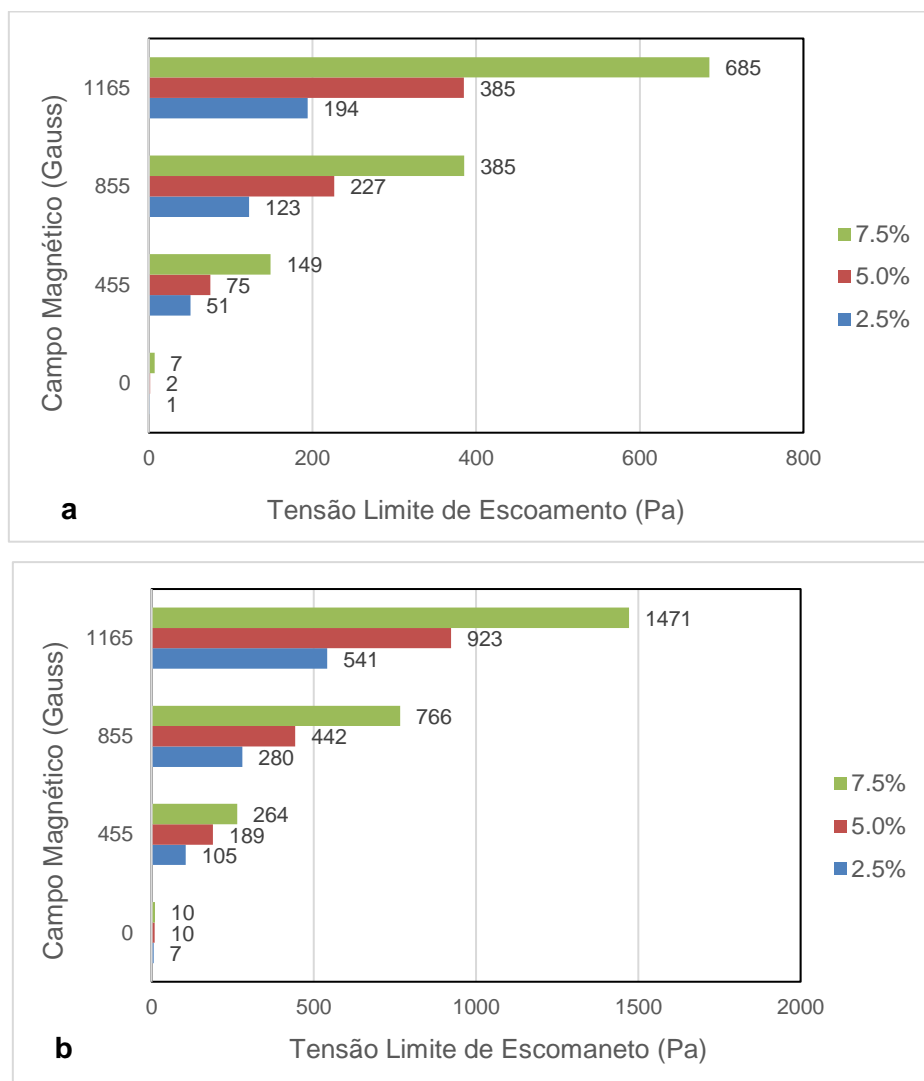


**Figura 94:** Curva de fluxo obtidas para os FMR produzidos com diferentes tamanhos médios de partícula e fração volumétrica sob 1165Gauss.

Os resultados apresentados na **Figura 94** foram obtidos avaliando os fluidos sob efeito de um campo magnético com intensidade de 1165Guass (1,5A), taxa de cisalhamento na faixa de 0,1 a 100s<sup>-1</sup>. Os ensaios também foram realizados com o intervalo entre placas de 1mm. As curvas magneto-reológicas demonstram que o diâmetro médio de partículas tem influência direta no comportamento reológico dos fluidos produzidos. Essa constatação também tem como base nas observações dos resultados obtidos para estimativa da força de atração magnética estática e dinâmica. As curvas que representam os resultados obtidos para os fluidos produzidos com as partículas com 2,65μm, apresentadas na **Figura 94**, apresentam um decaimento da tensão de escoamento a medida em que a taxa de cisalhamento aumenta. Esse efeito pode ser atribuído ao aumento de temperatura que ocorre na célula magneto-reológica devido passagem de corrente elétrica e afeta de forma direta os valores de viscosidade e os demais parâmetros reológicos dos FMR. A tensão limite de escoamento é um importante parâmetro para controlar a invasão de fluido para o interior de rochas e regiões com fraturas<sup>41, 42, 43</sup>. Desta forma identificar as mudanças nos valores de limite de escoamento provocadas em função da influência de campo magnético torna-se um trabalho essencial e relevante.

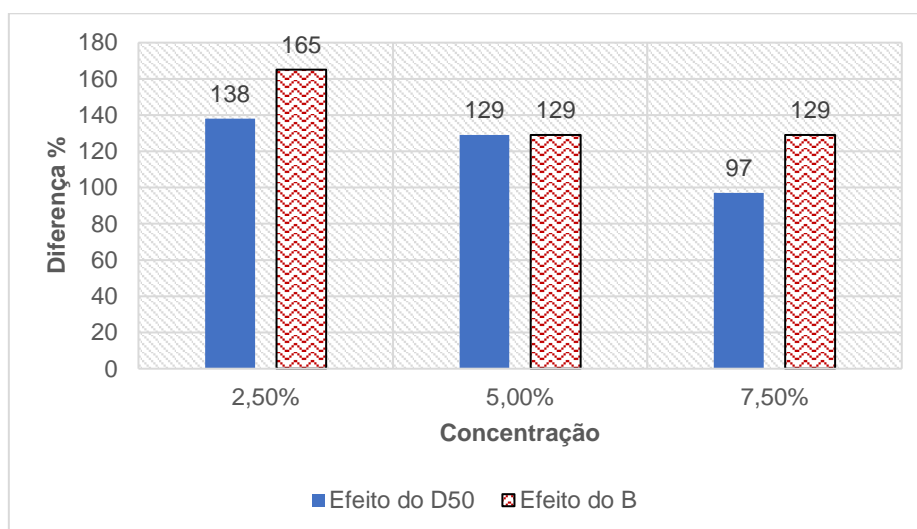


Os dados experimentais obtidos com os fluidos da **Tabela 10** ensaiados com célula magneto-reológica sob diferentes intensidades de campo magnético foram tratados utilizando os diferentes modelos reológicos. As correlações e parâmetros reológicos obtidos utilizando os modelos reológicos estão apresentados no **Apêndice E**. As **Figura 95a** e **Figura 95b** apresentam os dados de limite de escoamento obtidos com os modelos de *Bingham* ajustados aos dados experimentais dos fluidos produzidos com as partículas com diâmetros de  $2,65\mu\text{m}$  e  $5,3\mu\text{m}$ , respectivamente.



**Figura 95:** Limite de escoamento estimado com o modelo de Bingham ajustados com os resultados experimentais de magneto-reologia obtidos com os FMR aquosos. a) FMR produzido com partículas com diâmetro médio de  $2,65\mu\text{m}$  (CIP HQ); b) FMR produzido com partículas com diâmetro médio de  $5,3\mu\text{m}$  (CIP OM).

Em ambos os casos os valores de limite de escoamento aumentam com o aumento da fração volumétrica de partículas. A mudança no diâmetro médio de partículas afeta diretamente os valores de limite de escoamento obtidos. Os valores de limite de escoamento encontrados para os FMR produzidos com as partículas de  $D_{50}$  igual a  $5,3\mu\text{m}$  foram maiores que duas vezes os valores obtidos com os FMR produzidos com as partículas de  $D_{50}$  igual a  $2,65\mu\text{m}$ . Uma análise entre a diferença nos valores de limite de escoamento apresentados na **Figura 96** podem ajudar a entender melhor o comportamento dos fluidos produzidos em função da mudança de campo magnético aplicado aos testes, diâmetro de partículas e fração volumétrica utilizado na produção dos fluidos.



**Figura 96:** Média percentual da diferença de valores de tensão limite de escoamento considerando as mudanças de campo magnético aplicado aos testes (Efeito do B) e diâmetro de partículas utilizados na produção dos fluidos (Efeito do D50).

Como pode ser observado na **Figura 96**, o efeito do campo magnético no limite de escoamento é em média superior ao efeito da mudança do tamanho de partículas. Além disso, é possível notar que à medida que a concentração aumenta os efeitos tornam-se mais atenuados. Provavelmente isso se deve ao efeito de saturação magnética do meio e volume livre entre partículas. O efeito da mudança de concentração foi calculado e os valores foram 73% e 70% levando-se em conta os saltos de concentração de 2,5% para 5,0% e 5,0% para 7,5%, respectivamente. O efeito do

campo magnético foi mais importante em relação aos demais efeitos principalmente porque as mudanças na intensidade de campo magnético não foram na mesma proporção que as mudanças dos outros parâmetros, por exemplo o primeiro salto de intensidade de campo magnético foi de 455Gauss para 855Gauss, que corresponde a 88%. Já o segundo salto foi de 36% (855Gauss para 1165Gauss). As outras variáveis tiveram mudanças uniformes de 100%, em relação ao diâmetro de partícula, por exemplo, a mudança foi de 2,65 $\mu$ m para 5,3 $\mu$ m e em relação a fração volumétrica as variações foram de 2,5%.

O efeito da mudança do diâmetro de partículas nos valores de limite de escoamento também foi reconhecido por Jha e Jain, 2009<sup>72</sup>. Os autores estimaram o limite de escoamento utilizando diferentes modelos reológicos ajustados aos dados experimentais obtidos com a avaliação de FMR sob efeito de campo magnético. Nesse artigo os dados apresentados pelos autores apontam um crescimento do limite de escoamento em função do aumento do tamanho de partícula.

Gorodkin e colaboradores<sup>95</sup>demonstraram o impacto da mudança no diâmetro de partículas e fração volumétrica na suscetibilidade magnética das partículas de Ferro carbonílico (*Carbonyl Iron Powder* - CIP). Os autores apresentam um modelo que descreve uma mudança linear na suscetibilidade magnética em função do  $D_{50}$ . Baseado nesta observação os autores concluíram que os dados de suscetibilidade podem ser utilizados para determinar a concentração ótima de CIP na produção dos fluidos magneto-reológicos.

Os dados de limite de escoamento foram relacionados com as variáveis utilizadas para a preparação dos fluidos magneto-reológicos apresentados na Tabela 10, que foram a variação de diâmetro, concentração de partículas. Os dados também foram relacionados as mudanças de intensidade de campo magnético utilizados durante a execução dos ensaios magneto-reológicos. Baseado na análise dos dados de limite de escoamento obtidos e com a relação entre todas as mudanças de propriedade que resultaram em diferentes valores de limite de escoamento, foi proposto um modelo empírico de dois parâmetros.

$$\tau_y = \tau_0 + A^4 C d_p H^m \quad \text{Eq.15}$$

Na **Equação 15**, a tensão limite de escoamento, sob influência do campo magnético, é representada por  $\tau_y$  (Pa). Já a tensão limite de escoamento do fluido sem a aplicação do campo magnético é representada por  $\tau_0$  (Pa). A variável C (%v/v) é a

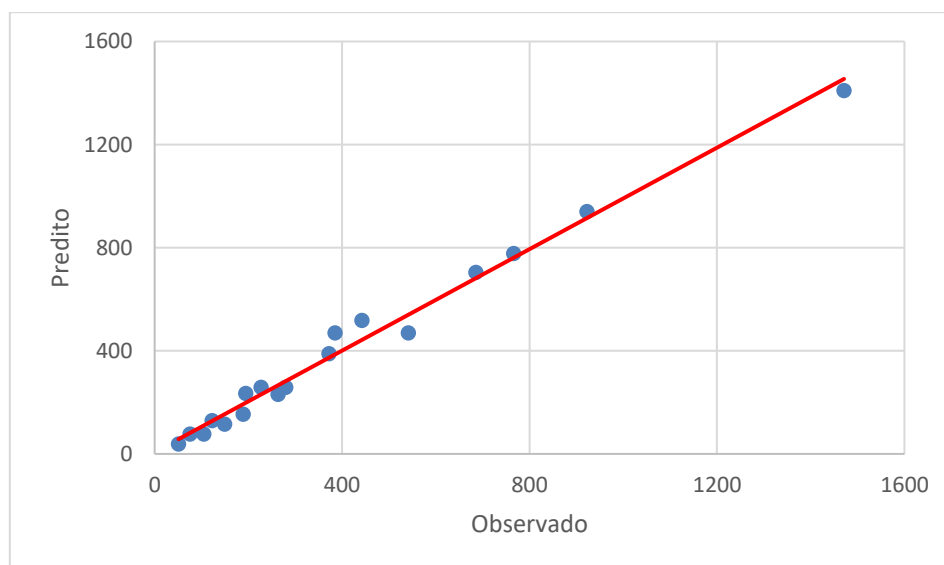
concentração volumétrica de partículas,  $d_p$  (m) é o diâmetro médio de partículas e  $H$  é o campo magnético (Tesla).  $A$  e  $m$  são os dois parâmetros estimados cujos valores obtidos foram de 687 e 1,925, respectivamente. Os dados experimentais dos ensaios de magneto-reologia foram ajustados com os diferentes modelos reológicos apresentados na **Tabela 5** com a utilização do software Statistica. Os dados podem ser encontrados no **Apêndice E**. O ajuste dos valores de limite de escoamento obtidos com cada um dos modelos reológicos em relação à **Equação 15** foram realizados para cada um dos modelos reológicos da **Tabela 5** utilizando também o software Statistica. A técnica utilizada na estimação foi a de mínimos quadrados. O método utilizado foi o Simplex. A **Tabela 24** apresenta os parâmetros estimados para cada um dos modelos reológicos.

**Tabela 24:** Valores dos dois parâmetros utilizados no modelo empírico proposto

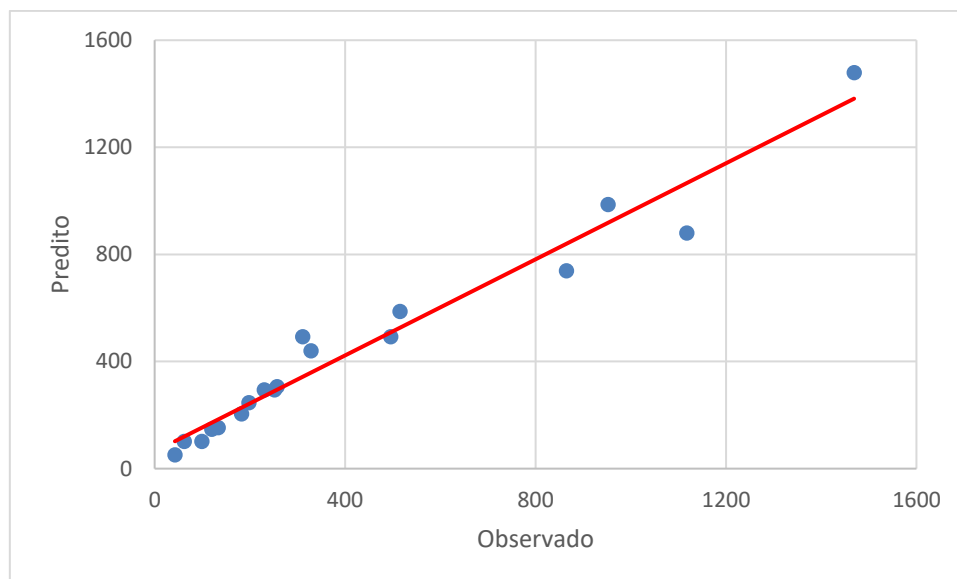
Modelo Reológico	A	Desvio Padrão	m	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>
Bingham	696,41	44	1,96	0,11	0,9936
Herschel–Bulkley	601,16	73	1,66	0,22	0,9701
Casson	482,50	58	1,32	0,21	0,9613

Os ajustes dos dados com cada um dos modelos podem ser observados a seguir, nas

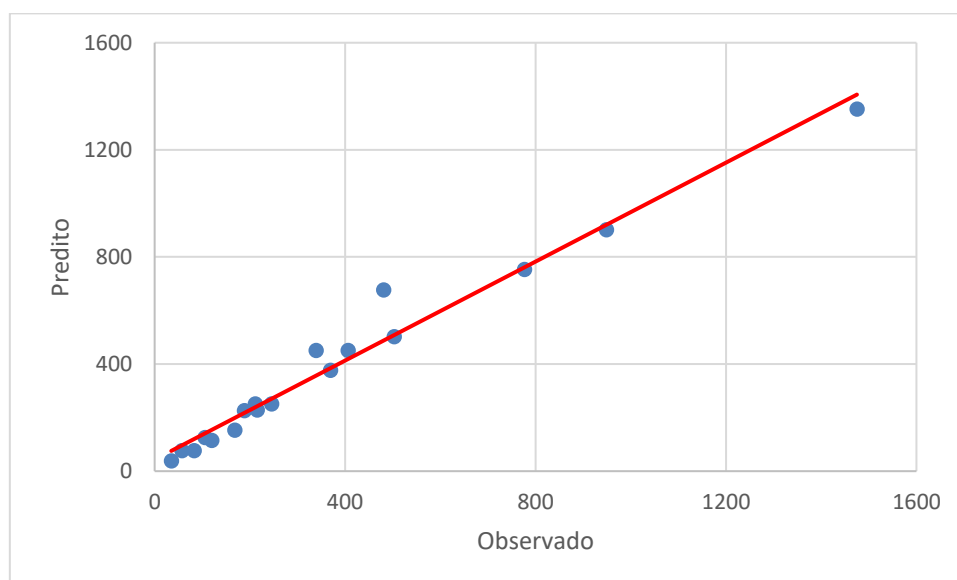
**Figura 97, Figura 98 e Figura 99.**



**Figura 97:** Valores de limite de escoamento preditos versus observados – Valores observados gerados com o modelo reológico de *Bingham*.



**Figura 98:** Valores de limite de escoamento preditos versus observados – Valores observados gerados com o modelo reológico de *Herschel-Bulkley*.



**Figura 99:** Valores de limite de escoamento preditos versus observados – Valores observados gerados com o modelo reológico de *Casson*.

Baseado nos resultados apresentados na **Tabela 24** e nas **Figura 97**, **Figuras 98** e **Figura 99**, o melhor ajuste foi obtido quando utilizado o modelo de *Bingham*. O desvio

padrão dos parâmetros A e m, utilizando o referido modelo, foi em torno de 6,3% e 5,7%, respectivamente. Já para os modelos de Herschel-Bulkley e Casson apresentaram desvio padrão superiores a 12%. Alguns pesquisadores<sup>38, 39, 40</sup> estudam o impacto de diferentes parâmetros reológicos na invasão de fluidos de perfuração em rochas e um dos mais importantes parâmetros estudados é o limite de escoamento. O volume total de fluido de perfuração perdido durante a construção de poços em zonas fraturadas foi estimado em função de alguns parâmetros.

**Tabela 25:** Dados utilizados para estimativa do volume total de fluido de perfuração invadido na fratura

Diferencial de Pressão	Reológicos			Geométricos	
$\Delta P$ (kPa)	$\tau_y$ (Pa)	k (Pa.s <sup>n</sup> )	n	w ( $\mu\text{m}$ )	$r_w$ (mm)
6895	5	1.2	0.5	500	105

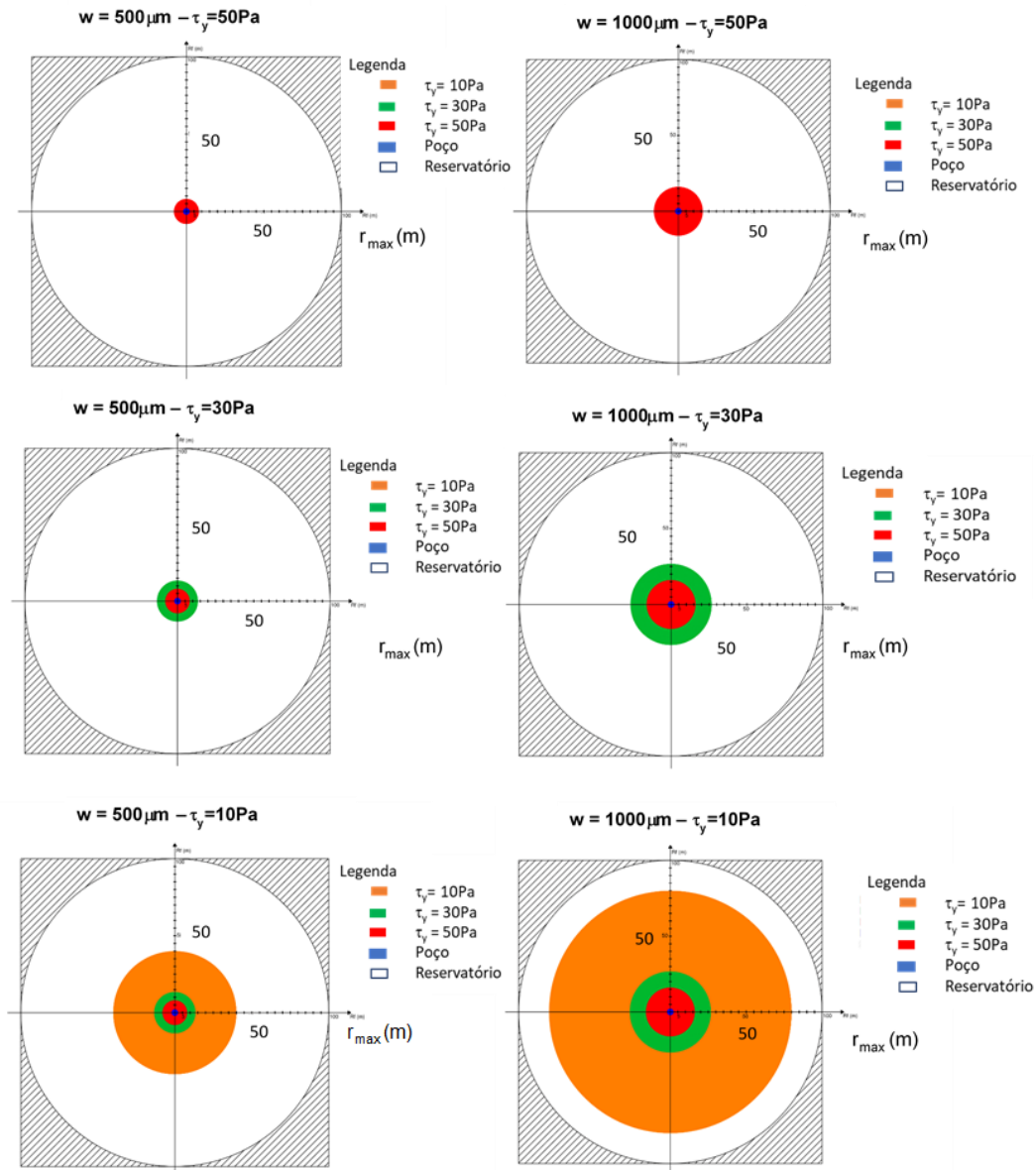
O diferencial de pressão é a estimativa da diferença entre a pressão do reservatório (rocha) e a pressão do poço, que varia em função da profundidade vertical e da densidade do fluido. Esse fator é muito importante porque é ele quem determina junto com os parâmetros reológicos o quanto a invasão será profunda para o interior da fratura (rocha). O  $\tau_y$ , k e n são o limite de escoamento, índice de consistência e índice de comportamento, respectivamente. Outro aspecto relevante para a invasão são os fatores geométricos que são w e  $r_w$ , abertura da fratura e raio do poço, respectivamente.

Lietard e colaboradores<sup>38</sup> estimaram o raio máximo de invasão em uma fratura utilizando a **Equação 16**, a seguir.

$$r_{\text{máx}} = w \frac{\Delta P}{3\tau_y} \quad \text{Eq.16}$$

Na **Equação 16**,  $r_{\text{máx}}$  é o máximo raio de invasão de fluido de perfuração atingido através de uma fratura em função do diferencial de pressão e do limite de escoamento. Os valores de raio máximo de invasão de fluido, com base nos dados da

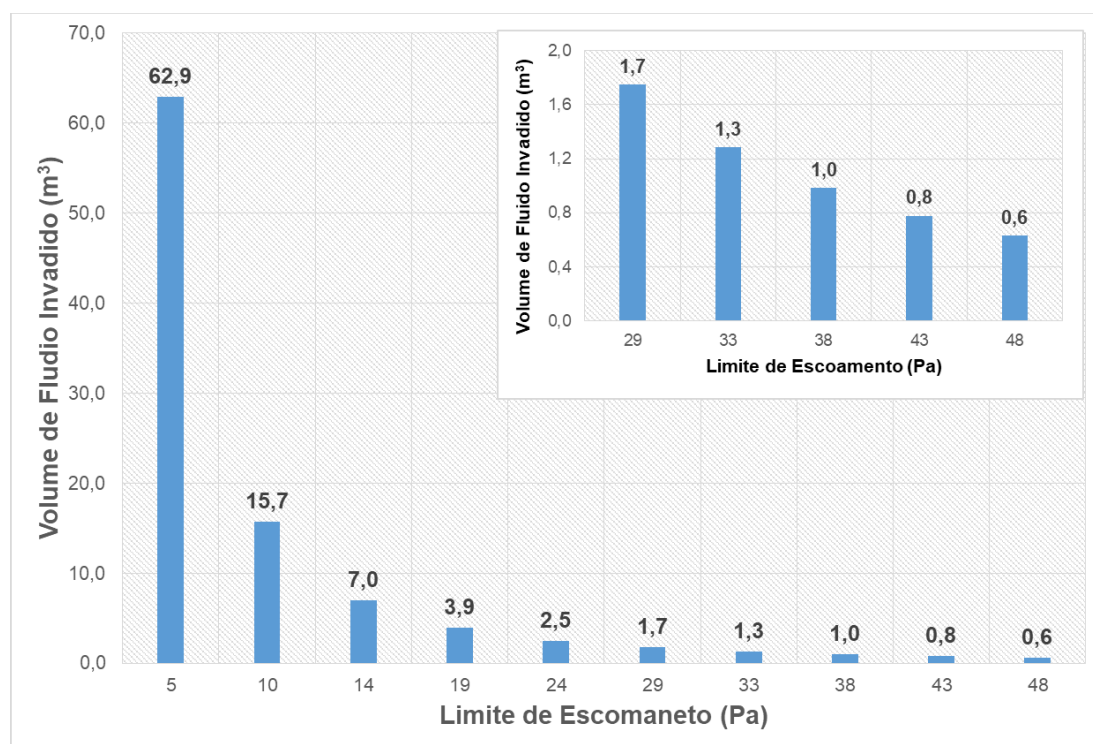
**Tabela 25** e considerando dois diferentes tamanhos de abertura de fratura ( $w$ ),  $500\mu\text{m}$  e  $1000\mu\text{m}$ , foram estimados utilizando a **Equação 16**. Os perfis foram traçados e podem ser observados a seguir na **Figura 100**.



**Figura 100:** Perfil de invasão de fluido de perfuração em função do tamanho da abertura da fratura e limite de escoamento.

Na **Figura 100**, o poço foi representado pelo círculo azul no centro de cada imagem e à medida que o limite de escoamento muda o raio de invasão também muda.

Quanto maior o limite de escoamento menor o raio de invasão e quanto maior a abertura da fratura maior o raio de invasão. O volume total de fluido perdido foi calculado a partir de valores de tensão limite de escoamento pré-estabelecidos, 10, 20 e 30 Pa, e valores de raio de invasão calculados com a **Equação 16**.



**Figura 101:** Efeito do limite de escoamento no volume total de fluido de perfuração invadido.

Na **Figura 101** foram apresentados os valores de volume de fluido perdido em função do limite de escoamento do fluido utilizado. A concentração, diâmetro médio de partícula e intensidade do campo magnético aplicado ao fluido podem ser definidos após calcular o limite de escoamento necessário para diminuir a invasão de fluido para a formação (fratura) utilizando a **Equação 15**. A **Equação 16** pode ser utilizada para definir a composição de alguns FMR capazes de gerar o limite de escoamento necessário ao controle da invasão de fluido. Um exemplo de como manipular a **Equação 16** para estimar uma composição de FMR para atingir um limite de escoamento de 48Pa, pode ser observado a seguir.



**Tabela 26:** Composição possível de um FMR para obter a tensão limite de escoamento de 48Pa

Fração Volumétrica (%)	Campo Magnético (Gauss)	D <sub>50</sub> (μm)	τ <sub>y</sub> (Pa)
2,5	510	2,65	48
3,1	455	2,65	48
2,5	355	5,3	48
1,55	455	5,3	48

A ideia é que esses FMR, otimizados para controle de perda de circulação, possam ser misturados na plataforma utilizando os tanques menores ou os tanques utilizados para preparação de cimento. Desta forma os FMR podem ser deslocados para o fundo do poço como um colchão de combate a perda logo após seu preparo. O volume de fluido a ser deslocado dependerá diretamente da extensão da região de perda e pode ser dimensionado como duas vezes o volume necessário a cobrir a região de perda de circulação. O tamanho de partículas, concentração e campo magnético são calculados utilizando o modelo empírico (**Equação 15**) proposto neste trabalho em função do limite de escoamento necessário ao controle da invasão. A fonte magnética já deve estar posicionada no fundo do poço antes do deslocamento do FMR. Desta forma assim que o fluido entrar em contato com a fonte o limite de escoamento aumenta e a invasão de fluido para o interior das fraturas diminui. Atualmente na indústria de petróleo muitas empresas possuem ferramentas que geram campo magnético para diversas aplicações. No entanto, para esta aplicação específica ainda não existe uma ferramenta. Essa ideia pode ser um motivador para futuras pesquisas.

#### 6.4. Resultados dos Ensaio Reocinéticos

O mecanismo de controle de perda de circulação proposto por este trabalho acontece em dois estágios. No primeiro estágio, é aplicado um campo magnético na região onde está ocorrendo a perda de circulação e um fluido magneto-reológico é deslocado. Assim que o fluido magneto-reológico entra em contato com o campo magnético, ele sofre mudança nas propriedades reológicas, e espontaneamente muda de viscosidade diminuindo a migração de fluido para o interior da fratura. No segundo estágio, o fluido magneto-reológico, já na região da perda de circulação, sob efeito do campo magnético e temperatura de fundo de poço, sofre um processo de reticulação. Neste trabalho a concentração de agente de reticulação e o tempo foram avaliados de forma estática e dinâmica.

#### 6.4.1. Resultados dos Testes Estáticos

Foi verificada a compatibilidade de três tipos diferentes de potenciais agentes de reticulação (AR) com os fluidos magneto-reológicos produzidos. Os ensaios foram conduzidos para identificar qual entre os AR avaliados foram aptos a promover a reticulação de uma solução de PVA (8,5%*m/m*) sob temperatura de 80°C durante 60 minutos.

**Tabela 27:** Avaliação da reação de reticulação do FMR com diferentes AR sob temperatura de 80°C

Tempo (minutos)	Glutaraldeído	Persulfato de Potássio	Acetato de Cromo
15	não reticulou	não reticulou	reticulou
30	não reticulou	reticulou	reticulou
45	não reticulou	reticulou	reticulou
60	não reticulou	reticulou	reticulou

Baseado nos resultados apresentados na **Tabela 27**, o acetato de cromo III se apresentou mais eficiente ao promover a reação de forma mais rápida. O reagente persulfato de potássio foi o segundo AR mais eficiente no processo de reticulação da solução de PVA. Entretanto, após um determinado tempo de reação do FMR com o persulfato a reação sofreu um descontrole. Uma das hipóteses foi uma reação forte de oxidação das partículas magnéticas com o persulfato de potássio. Já que a composição química das partículas é praticamente somente de Fe<sup>0</sup>.



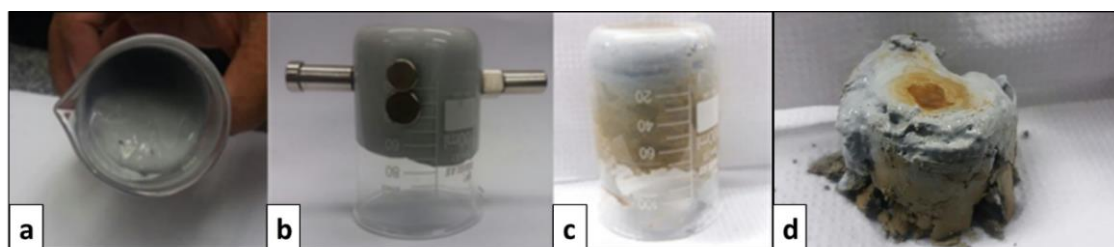
**Figura 102:** Reação descontrolada do FMR com o persulfato de potássio.

Infelizmente, as partículas de Fe em FMR aquosos são facilmente oxidadas<sup>96</sup>. A oxidação do fluido com partículas de Ferro pode ser observada na **Figura 102**. Essas reações podem ser muito rápidas na presença de um agente oxidante forte, principalmente em altas temperaturas. A oxidação de partículas magnéticas utilizadas para o preparo de FMR tem sido investigada por muitos pesquisadores<sup>96, 97, 98</sup>. Quase todos eles apontam limitações nas aplicações de partículas de ferro para preparação de FMR aquosos<sup>97</sup>. Miao e colaboradores<sup>98</sup> estudam os processos de corrosão de FMR produzidos com a dispersão de partículas de ferro em água. Os autores aplicam diferentes tipos de materiais para revestir as partículas com a intenção de minimizar o processo de corrosão. Uma das alternativas para mitigar o processo de oxidação é utilizar um inibidor de corrosão, que foi uma solução também utilizada na produção dos fluidos avaliados.

Com o objetivo de fazer uma prova de conceito foi realizado um ensaio de reticulação e campo magnético em um béquer, após a escolha do agente de reticulação mais apropriado. Sequencialmente foram realizadas as seguintes ações:

- 1) 50mL de FMR contendo 5%v/v de partículas e 5mL de Solução de acetato de cromo III foram colocados em um béquer de 150mL;
- 2) Em seguida ímãs de neodímio foram posicionados em quatro posições diametralmente opostas do béquer;
- 3) Verteu-se o béquer;
- 4) O FMR foi colocado dentro de uma estufa a 80°C por 30 minutos;
- 5) O FMR foi retirado da estufa e o material interno foi separado do béquer.

As sequências de ações listadas acima podem ser observadas na **Figura 103**.



**Figura 103:** Teste de escoamento e reticulação. a) FMR escoando dentro do béquer sem a ação do campo magnético; b) Interrupção do escoamento do FMR após a

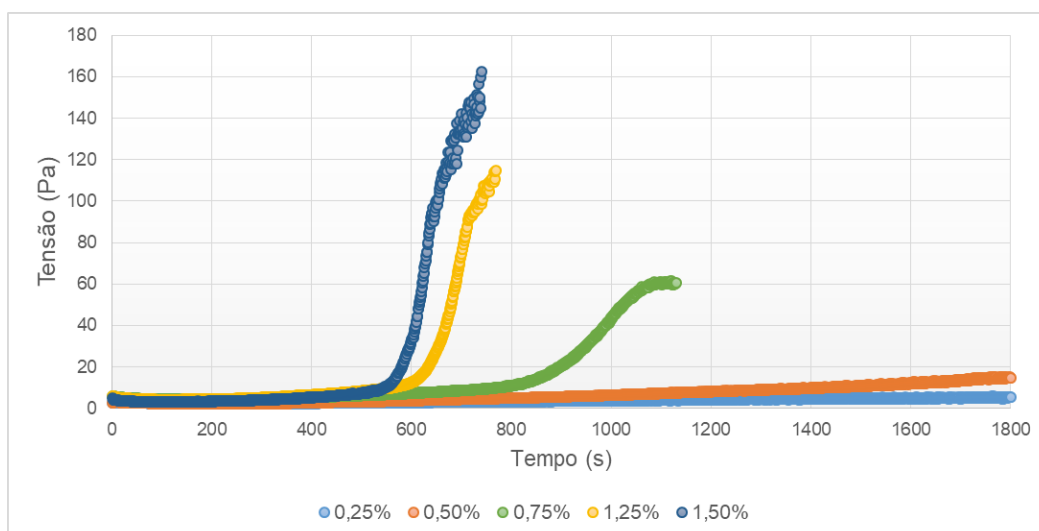
aplicação do campo magnético; c) FMR reticulado após ser submetido a 80°C durante 30 minutos; d) Massa reticulada de FMR fora do béquer.

O fluido sem o campo magnético flui normalmente dentro do béquer. Assim que o campo magnético é aplicado o fluido para de escoar devido a mudança instantânea das propriedades reológicas. Quando o material é submetido a temperatura de reticulação é formado uma massa reticulada uniforme. Desta forma o conceito de utilizar um FMR para selar fraturas com aplicação de campo magnético e posterior reticulação foi provado.

#### 6.4.2. Resultados dos Testes Reocinéticos

O objetivo deste teste foi identificar como a mudança na concentração de agente de reticulação pode interferir nas mudanças de propriedades reológicas durante o escoamento do FMR. Além disso serviu para analisar a concentração de agente de reticulação e o tempo necessário à reticulação do fluido produzido. Os testes foram conduzidos simulando o processo de reação do fluido durante o deslocamento no poço. Foi utilizado um fluido com 15%v/v de partículas CIP OM. A composição completa do fluido encontra-se na **Tabela 10**.

O procedimento de ensaio adotado foi estabelecido pensando no deslocamento do fluido no poço. O processo considerou o deslocamento de um fluido através de uma coluna de perfuração de 5 in (0,1127m) de diâmetro até uma profundidade de 4500m, estipulado como um local teórico da ocorrência da perda de circulação. O tempo estimado para esse deslocamento foi de 2h, o qual foi o tempo máximo de teste estabelecido para o ensaio de reticulação. A taxa de cisalhamento foi estimada admitindo que o fluido tem comportamento Newtoniano e tem um perfil de velocidade parabólico. Baseado nessas considerações, a taxa de cisalhamento foi calculada dividindo a velocidade de deslocamento do fluido pela metade do diâmetro da coluna. A taxa de cisalhamento utilizada no ensaio de reticulação foi de  $10s^{-1}$ ; essa taxa foi adotada considerando uma vazão de deslocamento do fluido de 100gpm ( $\sim 22m^3/h$ ), em uma coluna de 5 in. Essa vazão foi a mesma admitida para estimar o tempo de deslocamento do fluido.

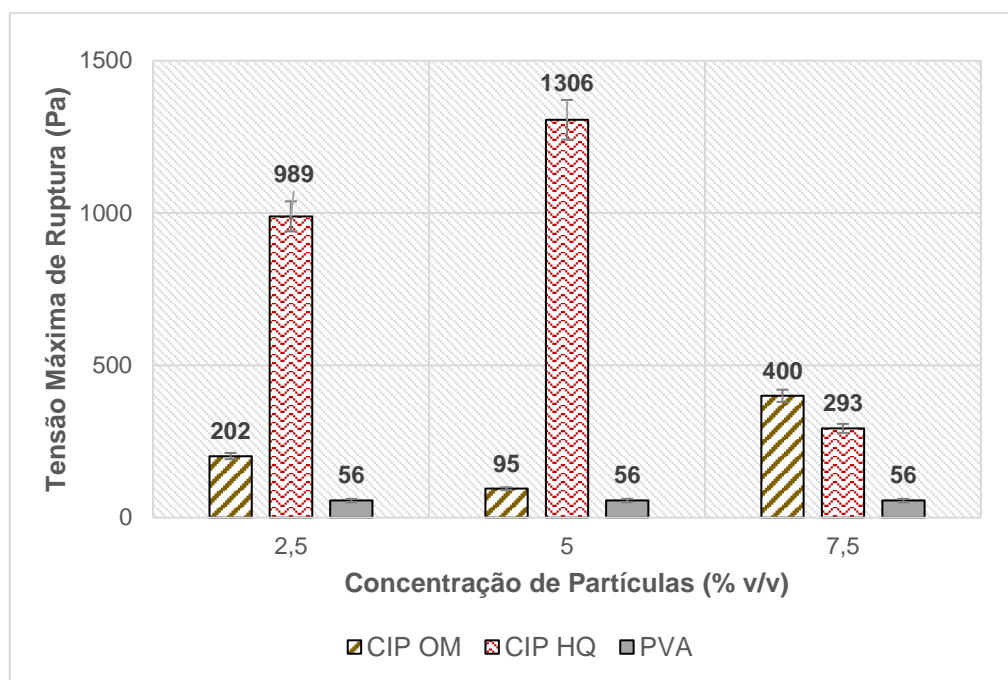


**Figura 104:** Resultados de todos os ensaios reocinéticos utilizando o FMR com 15% de partículas magnéticas CIP OM suspensas em solução de 8,5% em massa de PVA.

À medida que aumenta a concentração de agente de reticulação, mais rápido ocorre a reação de reticulação e maior a energia armazenada na massa reticulada. Isso pode ser observado na **Figura 104**, com a diminuição do tempo de reticulação e aumento do valor de tensão de escoamento à medida que a concentração de AR aumenta. O cuidado com o dimensionamento da quantidade de AR é essencial para obter um material com resistência mecânica adequada a manter o fluido dentro da fratura, sem escoar, e conter a perda de circulação. Baseado nessa preocupação ensaios de resistência mecânica com os fluidos apresentados na **Tabela 10** foram realizados.

### 6.5. Resultados dos Ensaios de Resistência Mecânicas

Após a interrupção da invasão de fluido através das fraturas com aplicação de um campo magnético o fluido, sob efeito da temperatura do reservatório, passa por um processo de reticulação. A cinética desse processo foi apresentada na seção anterior (reocinética). Após esse processo o material gera uma massa reticulada que possui uma resistência mecânica específica. Essa resistência mecânica foi avaliada para entender como a mistura dos materiais utilizados na fabricação dos FMR muda. Por isso, os FMR com 5% de partículas, apresentados na **Tabela 10**, foram misturados com um AR, selecionado na seção anterior, acetato de cromo III, e submetidos a ensaios mecânicos de tração, após reticulados.



**Figura 105:** Dados de tensão de ruptura sob tração para os fluidos a base PVA com diferentes frações volumétricas de partículas.

Os valores de tensão de ruptura com a inserção de partículas em meio a matriz do fluido aumentam a tensão de ruptura em todos os casos apresentados na **Figura 105**. As partículas menores (CIP HQ) aumentam mais a tensão de ruptura do que as partículas maiores (CIP OM). O número de partículas de CIP HQ é teoricamente o dobro do número de partículas de CIP OM. Por isso as partículas de CIP HQ estão em maior número distribuídas na matriz do FMR. Então é provável que o aumento na tensão de ruptura deve ocorrer devido a melhor distribuição de partículas na matriz polimérica. Não foram realizados ensaios de compressão do FMR reticulado.

## 7. Conclusões

Os valores de diâmetro médio de partículas, obtidos via tratamento das imagens com o MEV para as partículas CIP HQ e CIP OM, apresentaram-se próximos ao fornecidos nas fichas de informações dos produtos da BASF S.A.

A composição química das partículas avaliadas neste trabalho foi identificada com ensaios de difração de raios-X, onde foi constatado que as partículas são compostas praticamente por Ferro puro.

Com os ensaios via MEV foi possível constatar que as partículas fornecidas pela BASF S.A. possuem alta esfericidade. Já as partículas da tinta magnética não possuem uniformidade dimensional.

Os ensaios exploratórios serviram para avaliar a funcionalidade dos aparatos experimentais desenvolvidos neste trabalho. Experimentos específicos para avaliar as mudanças de propriedade reológica com o campo magnético foram projetados. O primeiro deles foi o ensaio de deslocamento que foi utilizado para avaliar os fluidos magneto-reológicos (FMR) deslocados em um tubo interagindo com um campo magnético estático. Mais especificamente, dizer como as mudanças na força de atração magnética, interação entre o FMR e o campo magnético aplicado, mudam as propriedades de escoamento.

O ensaio de deslocamento se apresentou como uma alternativa mais barata aos ensaios utilizando o reômetro. O referido experimento permitiu a obtenção de valores de perda de carga sob ação ou não de campo magnético em função de diferentes vazões aplicadas ao escoamento.

A maior parte dos FMR avaliados foram soluções poliméricas aquosas. Os ensaios conduzidos com este experimento foram bem-sucedidos e foi constatada uma clara mudança nas propriedades de escoamento com a aplicação do campo magnético. Além disso, foi possível identificar como as mudanças na composição do FMR agem mudando as propriedades de escoamento dos FMR produzidos. Dados de tensão limite de escoamento e viscosidade foram obtidos com a ajuda deste experimento para as diferentes composições de FMR produzidos.

O adimensional utilizado para prever a relação entre força magnética e viscosa, produzido com base no ensaio de deslocamento, pode ser uma boa relação para descrever os valores de velocidade máxima e mínima para que haja uma retenção de fluido onde a perda de circulação está ocorrendo.

Uma balança magnética também foi construída para melhorar o entendimento da interação entre as partículas magnéticas e os diferentes meios de dispersão. Com a

balança magnética, os efeitos da diferença de diâmetro na interação entre as partículas e meios de dispersão foram elucidados. Os ensaios demonstraram que quanto maior o diâmetro das partículas dispersas no fluido maior a força de atração magnética. Testes com diferentes soluções poliméricas também foram realizados e a conclusão é que os fluidos à base de poliacrilamida causam um efeito de amortecimento na atração das partículas. Efeitos de aumento da fração volumétrica de partículas no fluido também foram avaliados. Levando-se em conta os fluidos produzidos, foi constatado que quanto maior a concentração de partículas, menor o efeito de sedimentação.

Uma célula magneto-reológica foi produzida no laboratório e adaptada a um reômetro. Com o auxílio desse equipamento curvas de escoamento sob efeito de campo magnético foram produzidas e propriedades dos FMR em função da composição puderam ser estimadas, principalmente os dados de limite de escoamento, os quais foram utilizados junto com dados de composição do fluido e campo magnético aplicado nos ensaios para gerar um modelo empírico de dois parâmetros.

Os testes de campo magnético em função da mudança de corrente elétrica obtidas com a célula magneto-reológica produzida no laboratório apresentaram baixa histerese. Os valores de campo magnético em função da corrente elétrica obtidos quando a célula magnética tinha um núcleo de Ferro na parte interna foram significativamente maiores em relação a célula sem núcleo.

Essa conclusão foi obtida após a análise dos valores de desvio padrão dos parâmetros reológicos obtidos e a comparação entre os valores de TLE observados e preditos para cada um dos modelos.

Ensaio utilizando uma tinta magnética foram realizados com a célula magneto-reológica e os resultados obtidos foram coerentes aos reportados na literatura, ou seja, a medida em que o campo magnético foi alterado durante os ensaios, os valores de TLE também sofreram mudanças.

Entre os modelos reológicos os que apresentou os ajustes com menor desvio foi o modelo de *Bingham*.

Avaliação de FMR aquosos com glicerina foi realizada. Com o aumento da concentração de glicerina utilizada na composição dos fluidos, foi possível identificar que os valores de TLE aumentaram muito. No entanto, quando os fluidos foram submetidos a um campo magnético a diferença entre os valores de TLE para os fluidos com diferentes quantidades de glicerina não foram muito distantes. Desta forma é possível concluir que a introdução de glicerina na produção dos fluidos aumenta excessivamente a TLE sem a aplicação do campo magnético o que dificulta a bombeabilidade e pode atrapalhar no deslocamento do FMR para a posição onde se faz



necessário o combate a perda de circulação. A utilização de surfactantes diminui os valores de limite de escoamento sob efeito do campo magnético tanto para os FMR orgânicos como para os FMR aquosos.

Foi apresentada uma proposta de controle de perda de circulação: um mecanismo duplo em que são associados a aplicação de um campo magnético e processo de reticulação de polímeros. As mudanças reológicas promovidas pela aplicação do campo magnético ao fluido controlam inicialmente a invasão de fluido através da fratura e paralelamente há a atuação dos agentes químicos de reticulação responsáveis pela fase final de controle por meio da cura do polímero e fechamento definitivo da fratura.

Um novo mecanismo de controle de perda de circulação baseada em algumas etapas foi definido. Nesse processo, é necessário como primeira etapa identificar qual o limite de escoamento necessário ao controle da invasão de fluido na fratura. Para isso, é possível utilizar os modelos propostos por Majidi e colaboradores (2010)<sup>43</sup> e Liétard e colaboradores (1999)<sup>42</sup> em conjunto com as propriedades geométricas da fratura e do poço. Em seguida, utilizando o modelo empírico proposto nesta tese, a composição do FMR é definida. Logo depois, o fluido é misturado e deslocado para o fundo do poço. Assim que o fluido entra em contato com a fonte magnética, ele sofre mudança nos parâmetros reológicos que fazem a perda de circulação diminuir. Após atingir o tempo de cura, o fluido sela a fratura de forma definitiva.

Ensaio de cinética de reticulação (reocinéticos) utilizando os FMR, foram realizados para definir a concentração ótima de agente de reticulação no tempo necessário para deslocamento do FMR até a posição da fratura no poço. Foi também identificado que alguns agentes de reticulação não são recomendados para FMR produzidos com partículas de Fe. O grau de oxidação das partículas é alto e o controle da reação é perdido.

Testes mecânicos com os FMR reticulados também foram realizados. Os fluidos produzidos com as partículas magnéticas apresentaram maior tensão de ruptura no ensaio de tração comparados aos fluidos produzidos sem partículas. Entre os fluidos produzidos com as partículas, foi identificado que os FMR produzidos com as partículas menores (CIP HQ) tiveram uma incorporação maior das partículas magnéticas na matriz polimérica dos FMR após a cura e com isso produziram valores maiores de tensão de ruptura.

Baseado nos ensaios apresentados, foi desenhado uma estratégia completa para produção de fluidos que podem ser utilizados no combate à perda de circulação. Foram apresentados fluidos com aumento do limite de escoamento em função do campo

magnético, estudos de otimização da concentração de agentes de reticulação e avaliação mecânica dos materiais após a cura.

## 8. Sugestões para Trabalhos Futuros

- Avaliação de fluidos magneto-reológicos produzidos com base em diferentes soluções poliméricas; por exemplo como poliacrilamidas (muito utilizada na produção de fluidos para combate à perda), poli ácido acrílico, podem ser estudados para a aplicação com o mecanismo proposto nesta tese.
- A utilização de partículas magnéticas de natureza diferente, como por exemplo, magnetita, podem ser avaliadas como alternativa para diminuir o processo de oxidação das partículas pelos agentes de reticulação geralmente empregados para a cura dos polímeros.
- Uma otimização do tamanho de partículas para maximizar o efeito de limite de escoamento também pode ser alvo de investigação.
- Criar um programa, com base em um banco de dados, contento referências de diferentes bases para produção de FMR orgânicos e aquosos com possibilidade de mudança de tamanho de partícula, dados de limite de escoamento, fração volumétrica, intensidades de campo magnético, tudo associado a um modelo para otimizar quais as formulações de FMR podem ser indicadas para produzir FMR capazes de serem eficazes no combate à perda de circulação.
- Avaliações de novos métodos físicos para aceleração da reticulação, tais como campo magnético oscilatório e micro-ondas. Essas aplicações podem ser utilizadas não só para aplicações em combate a perda de circulação, mas também para aplicações na produção de fluidos/cimento para as operações de abandono e isolamento de zonas produtoras de água e gás.

## 9. Referências Bibliográficas

1. Savari, Sharath; Whitfill, Donald L.; Jamison, Dale E.; Kumar, Arunesh. "Evaluation Lost Circulation Materials – Investigation of Effective Wellbore Strengthening Applications". IADC/SPE 167977. IADC/SPE Drilling Conference and Exhibition held in Fort Worth, Texas, USA, 4-6 March 2014.
2. Silent, Roy A. "Circulation Losses". Formerly with Petroleum Securities Co., Los Angeles, Calif. Presented at Spring Meeting, Pacific Coast District, Los Angeles, Calif., April 1-1, 1936.
3. Howard, C. G., P. P. Scott, Jr. "An Analysis and the control of lost circulation". Annual Meeting of the AIME in St. Louis. Mo. Feb. 19-21. 1951.
4. J.M. Bugbee. "Lost Circulation-A Major Problem in Exploration and Development". Spring Meeting of the Southwestern District, Division of Production, Fort Worth, Texas, March 1953.
5. Williams, M. "Radial Filtration of Drilling Muds". 940057-G SPE Journal Paper – 1940.
6. Chenault, R. L. "Experiments on Fluid Capacity and Plugging of Oil-Well Screens". 38-293 API Conference Paper - 1938, (1938, January 1).
7. Horner, V., White, M. M., Cochran, C. D., & Deily, F. H. "Microbit Dynamic Filtration Studies". Society of Petroleum Engineers. 717-G SPE General – 1957.
8. Alsaba, M.; Nygaard, R.; Saasen, A.; Nes, O-M. "Lost Circulation Materials Capability of Sealing Wide Fractures". SPE 170285-MS. Deepwater Drilling and Completions Conference, Galveston, Texas. 10-11 Setembro de 2014.
9. Lu Huang, Mengjiao Yu, Stefan Miska, Nicholas Takach, Andrea Green, Ben Bloys. "Determination of Safe Salinity Window in Drilling Shale Formation". ARMA 12-317. 46th US Rock Mechanics / Geomechanics Symposium held in Chicago, IL, USA, 24-27 June 2012.

10. Beltrão, R.L.C., Sombra, A.C.V.M. Lage, Fagundes Netto, J.R., Henriques, C.C.D. "Challenges and New Technologies for the Development of the Pre-Salt Cluster, Santos Basin, Brazil". OTC 19880. Offshore Technology Conference, Houston, Texas, USA, 4-7 May 2009.
11. Waldmann, A.T.A.; Souza, E.A.; D'Almeida, A. R.; Lima, V.A.R.M.P.; Miranda, C.R.; Araujo, L.D.S. "Avaliação Em Campo De Possíveis Soluções Para O Combate A Perda De Circulação". VI Encontro Nacional de Hidraulica de Perfuração de Poços de Petróleo e Gás. Rio Quente, Goias – Brazil. 10 a 13 de Agosto de 2015.
12. Zitha, P.L.J. and Wessel, F. "Fluid Flow Control Using Magnetorheological Fluids". SPE 75144. SPE/DOE Improved Oil Recovery Symposium realizado em Tulsa, Oklahoma U.S.A. 13-17 de Abril de 2002.
13. Restrepo, A., Osorio, G., Duarte, J. E., Lopera Castro, S. H., & Hernandez, J. (2010, January 1). "LCM Plugging Effect on Producing Formations During Drilling Naturally Fractured Sandstone Reservoirs". Society of Petroleum Engineers 127892-MS.
14. Nelson, E.B., Guillot, D. "Well Cementing". 2a Edição, Schulumberger, 2006.
15. Lund, S. "Experimental Circulation Loss Study". Master's Thesis In Petroleum Engineering/Drilling Technology Department of University of Stanvanger.
16. Kang, Y., You, L., Xu, X., & Liao, Z.. "Prevention of Formation Damage Induced by Mud Lost in Deep Fractured Tight Gas Reservoir in Western Sichuan Basin". Society of Petroleum Engineers. doi:10.2118/131323-PA. 2012, January 1.
17. Henriques, C.C.D.; Joia, C.J.B.M.; Baptista, I.P.; Guedes, F.M.F. "Material Selection for Brazilian Presalt Fields". OTC 23320. Offshore Technology Conference, Houston, Texas, USA, 30 April- 3 May 2012.
18. Alves, I; Aragão, A.; Bastos, B.; Falcão, J.; Fartes E. "Pre-Salt Santos Basin – Well Construction Learning Curve Acceleration". OTC 20177. Offshore Technology Conference, Houston, Texas, USA, 4-7 May 2009.

19. Virgone, A., Broucke, O., Held, A.-E., Lopez, B., Seard, C., Camoin, G., Guo, L. (2013, March 26). "Continental Carbonates Reservoirs: The Importance of Analogues to Understand Presalt Discoveries". International Petroleum Technology Conference. doi:10.2523/IPTC-17013-MS.
20. Pašić, Borivoje; Gaurina-Međimurec, Nediljka; Matanović, Davorin. "Wellbore Instability: Causes And Consequences". University of Zagreb, Faculty of Mining, Geology and Petroleum Engineering, Pierottijeva 6, 10000 Zagreb, Croatia.
21. Cook, J.; Growcock, F.; Gui, Q.; Hodder, M.; Oort, van E. "Stabilizing the Wellbore to Prevent Lost Circulation". Oilfield Review 2011/2012:23, nº 4.
22. Rocha, L. A. S., Azevedo, C.T. "Projetos de Poços de Petróleo". PETROBRAS, Editora Interciência, Instituto Brasileiro de Petróleo. 2ª Edição. Rio de Janeiro, 2009.
23. Guenot, A. 1987. "Constraints et ruptures autour de forages petroliers". In: Congr.I.S.R.M., 6. Montreal.
24. Araújo, E.M.P.; Pastor, J.A.S.C.; da Fontoura, S.A.B.; Frydman, M. "Influência da Variação da Permeabilidade na Estabilidade de Poços de Petróleo". Fonte:<http://www.cobramseg2014.com.br/anais/2002/arquivos/2002.139.pdf>. Data de consulta: 05.11.2015.
25. Islam, A.; Skalle, P.; Tantserev, E. "Underbalanced Drilling in Shale - Perspective of Factors Influences Mechanical Borehole Instability". IPTC 13826. International Petroleum Technology Conference held in Doha, Qatar, 7–9 December 2009.
26. Sensoy, T.; Chenevert, M.E.; Sharma, M. "Minimizing Water Invasion in Shale Using Nanoparticles". SPE 124429. Annual Technical Conference and Exhibition. New Orleans, Louisiana, USA, 4-7 October 2009.
27. Hoelscher, K.P.; De Stefano, G.; Riley, M.; Young, S. "Application of Nanotechnology in Drilling Fluids". SPE 157031. International Oilfield Nanotechnology Conference. Noordwijk, The Nederland, 12-14 June, 2012.

28. Toroqi, S.V.M., "Experimental Analysis and Mechanistic Modeling of Wellbore Strengthening". Master's of Engineering In Department of Chemical and Petroleum Engineering 2011, University of Calgary.
29. Calçada, L.A.; Duque Neto; O.A.; Magalhães, S.C.; Scheid; C.M.; Borges Filho; M.N.; Waldmann, A.T.A. "Evaluation of suspension flow and particulate materials for control of fluid losses in drilling operation". *Journal of Petroleum Science and Engineering* 131 (2015)1–10.
30. Power, D., Ivan, C. D. and Brooks, S. W., "The Top 10 Lost Circulation Concerns in Deepwater Drilling", SPE Latin American and Caribbean Petroleum Engineering Conference, SPE 81133, April 2003.
31. Whitfill, D. L., Wang, M., Jamison, D. and Angove-Rogers, A., "Preventing Lost Circulation Requires Planning Ahead", 2007 International Oil Conference and Exhibition in Mexico, SPE 108647, June 2007.
32. Whitfill, D. L., & Wang, H. "Making Economic Decisions To Mitigate Lost Circulation". Society of Petroleum Engineers. doi:10.2118/95561-MS. 2005, January 1.
33. Wang, H. M.; Sweatman R.; Engelman B.; Deeg W.; Whitfill D.; Soliman M.; Towler B.F. " Best Practice in Understanding and Managing Lost Circulation Challenges". *SPE Drilling & Completion* 23, no2, June 2008: 168-175.
34. Benaissa, S.; Ong, S.; Bachelot, A. "Preventing mud losses and differential sticking by altering effective stress of depleted sands". SPE-103816-MS. IADC/SPE Asia Pacific Drilling Technology Conference and Exhibition, 13-15 November, Bangkok, Thailand 2006.
35. Kurochkin B., "Clay/Latex mixture stops lost circulation in large carbonate fractures", *Oil and Gas Journal*, August 28, 1995.
36. Lavrov, A.; Tronvoll, J. Modeling Mud Loss in Fractured Formations. SPE 88700. Abu Dhabi, U.A.E., 10-13 October 2004.
37. Majidi, R.; Miska, S.Z.; Yu, M. and Thompson, L.G. Quantitative Analysis of Mud Losses in Naturally Fractured Reservoirs: The Effect of Rheology.

Bakersfield, California, U.S.A., 31 March-2 April 2008.

38. Liétard, O.; Unwin, T.; Guillot, D.J.; Hodder, M.H. Fracture Width Logging While Drilling and Drilling Mud/Loss-Circulation-Material Selection Guidelines in Naturally Fractures Reservoirs. SPE Drill. & Completion, Vol. 14, No. 3, September 1999.
39. Majidi, R.; Miska, S.Z.; Zhang, J. Fingerprint of Mud Losses into Natural or Induced Fractures. SPE 143854. Noordwijk, the Netherlands, 7-10 June 2011.
40. Suyan, K. M., Dasgupta, D. Sanyal, D., and Jain, V. K., "Managing Total Circulation Losses With Crossflow While Drilling: Case History of Practical Solutions", 2007 SPE Annual Technical Conference and Exhibition, November 2007.
41. Nie, S., Luo, P., Wang, P., Zhang, X., and Yang, L., "Rheology of a New Gel Used for Severe Lost Circulation Control", CPS/SPE International Oil & Gas Conference and Exhibition in China, SPE 132136, June 2010.
42. Lai, X., Guo, J., Zhou, Y., Jiang, X., Li, X., and Wang, Z., "A New Water-absorbent Resin for Lost Circulation Control", CPS/SPE International Oil & Gas Conference and Exhibition in China, SPE 131605, June 2010.
43. Suyan, K. M., Sharma, V., and Jain, V. K., "An Innovative Material for Severe Lost of Circulation Control in Depleted Formations", SPE/IADC Middle East Drilling Technology Conference & Exhibition, SPE/IADC 125693, October 2009.
44. Hutton, F., Payne, T, Jeffreys, K., Osorio, J., Therond, E., Velasco, A., and Williams, H., "Fusible-Particle System Helps to Control Severe Lost Circulation While Drilling Across a Fractures Zone in Elk Hills Field, CA", 2009 SPE Western Regional Meeting, SPE 121111, March 2009.
45. Abrams, A. "Mud Design to Minimize Rock Impairment due to Particles Invasion". JPT 29, no 5, 586-592, 1977.

46. Mano, E.B.; Mendes, L.C. "Introdução a Polímeros". Editora Edgard Blucher 2ª Edição.
47. Aouada, F.A. " Síntese e Caracterização de Hidrogéis de Poliacrilamida e Mtilcelulose para Liberação Controlada de Pesticidas". Tese de Doutorado. São Carlos:UFSCar, 2009.
48. Maitra, J.; Shukla, V.K." Cross-linking in Hydrogels – A Review". American Journal of Polymer Science, 2014, 4 (2):25:31.
49. Rodrigues, E. J. R. "Relaxometria na caracterização do poli(álcool vinílico) reticulado". Dissertação (Mestrado em Ciências, em Ciência e Tecnologia de Polímeros) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto de Macromoléculas Professora Eloísa Mano – IMA , 2013.
50. Tillet, G.; Boutevin, B.; Ameduri, B. "Chemical reactions of polymer crosslinking and post-crosslinking at room and medium temperature". Progress in Polymer Science 36 (2011) 191-217.
51. Ghosh, B.; Bemani, A.S.; Wahaibi, Y.M.; Hadrami, Boukadi, H. Fathi H.. "Development of a novel chemical water shut-off method for fractured reservoirs: Laboratory development and verification through core flow experiments". Journal of Petroleum Science and Engineering 96-97 (2012) 176–184.
52. Kabir, A.H. "Chemical Water & Gas Shutoff Technology - An Overview". SPE 72119. Asia Pacific Improved Oil Recovery Conference, 6-9 October, Kuala Lumpur, Malaysia 2001.
53. Torres-Díaz, I.; Rinaldi, C. "Recent progress in ferrofluids research: novel applications of magnetically controllable and tunable fluids". The journal of Royal Society of Chemistry 2014. Soft Matter, 2014, 10, 8584–8602.
54. M. Kciuk, R. Turczyn. "Properties and application of magnetorheological fluids". J. Achiev. Mater. Manuf. Eng. 18 (2006) 127–130.
55. M.T. Lopez-Lopez, P. Kuzhir, S. Lacis, G. Bossis, F. Gonzalez-Caballero, J.D.G. Duran, Magnetorheology for suspensions of solid particles dispersed



- in ferrofluids, *J. Phys.: Condens. Mater* 18 (2006) s2803–s2813.
56. Philippova, O., Barabanova, A., Molchanov, V. and Khokhlov, A., “Magnetic polymer beads: Recent trends and developments in sythetic design and applications”, *European Polymer Journal*, Article in Press, 2011.
57. Faria, R. N. e Lima, L.F.C.P. “ Introdução ao magnetismo dos materiais”. Editora Livraria da Física. São Paulo, 2005.
58. Quevedo, C. P. “ Eletromagnetismo”. Editora MacGraw-Hill do Brasil. São Paulo, 1977.
59. Philippova, O. E., and Khokhlov, A. R., “Smart Polymers for Oil Production”, *Petroleum Chemistry*, v. 50, pp. 266-270, 2010.
60. M. Kciuk, R. Turczyn. Properties and application of magnetorheological fluids. *J. Achiev. Mater. Manuf. Eng.* 18 (2006) 127–130.
61. Lopez-Lopez, M.T.; Kuzhir, P.; Lacis, S. G., Bossis; Gonzalez-Caballero, F.; Duran, J.D.G. Magnetorheology for suspensions of solid particles dispersed in ferrofluids, *J. Phys.: Condens. Mater* 18 (2006) s2803–s2813.
62. Ashtiani, M.; Hashemabadi, S.H.; Ghaffari, A. “A review on the magnetorheological fluid preparation and stabilization”. *Journal of Magnetic Materials* 374 (2015) 716-730. Magnetorheology for suspensions of solid particles dispersed in ferrofluids, *J. Phys.: Condens. Mater* 18 (2006) s2803–s2813.
63. Cho, M.S.; Lim, S.T.; Jang, I.B., Choi, H.J.; Jhon, M.S. “Encapsulation of spherical iron-particle with PMMA and its magnetorheological particles. *IEEE Trans. Magn.* 40 (4) (2004) 3036–3038”.
64. Trendler, A-M and Bose, H. “Influence of particle size on the rheological properties of magnetorheological suspensions”. 2005, *Int. J. Mod. Phys. B* 19 1416–22.
65. Shah, K. and Cho, Seung-Bok. “The influence of particle size on the rheological properties of plate-like iron particle based magnetorheological

- fluids". *Smart Mater. Struct.* 24 (2015) 015004 (8pp).
66. Wang, D. and Liao, W.H. Magnetorheological fluid dampers: a review of parametric modelling. *Smart Materials and Structures* (2011), 20: 023001.
67. Jha, S. and Jain, V. K. Rheological characterization of magnetorheological polishing fluid for MRAFF. *Int J Adv Manuf Technol* (2009) 42:656–668.
68. Bigué, J-P. L.; Charron, F. and Plante, J-S. Squeeze-strengthening of magnetorheological fluids (part 1): Effect of geometry and fluid composition. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures* 2018, Vol. 29(1) 62–71.
69. Vicente, J.; Ruiz-López, J. A.; Andablo-Reyes, E.; Gutiérrez, J. P. S.; Hidalgo-Alvarez, R. Squeeze flow magnetorheology. *Journal of Rheology* 55, 753 (2011).
70. Berli, C.L.A. and Vicente, J. A structural viscosity model for magnetorheology. *Applied Physics Letters* (2012) 101: 021903.
71. Bossis, G.; Volkova, O.; Lacis, S., and A. Meunier. Magnetorheology: fluids, structures and rheology. In: Odenbach S (ed.) *Ferrofluids*. Berlin, (2003b), Heidelberg: Springer, pp. 202–230.
72. Ghaffari, A.; Hashemabadi, S. H. and Ashtiani, M. "A review on the simulation and modeling of magnetorheological fluids". *Journal of Intelligent Material Systems and Structures* 2015, Vol. 26(8) 881–904.
73. Park, B.J.; Song K.H.; Choi, H.J. "Magnetic carbonyl iron nanoparticle based magnetorheological suspension and its characteristics". *Mater. Lett.* 63 (2009) 1350–1352.
74. Song, K.H.; Park, B.J.; Choi, H.J. "Effect of magnetic nanoparticle additive on characteristics of magnetorheological fluid". *IEEE Trans. Magn.* 45 (10) (2009) 4045–4048.
75. Shimada, K.; Akagami, Y.; Fujita, T.; Miyazaki, T.; Kamiyama, S.; Shibayama, A. "Characteristics of magnetic compound fluid (MCF) in a rotating

- rheometer". *J. Magn. Magn. Mater.* 252 (2002) 235–237.
76. Shimada, K.; Oka, H. "Magnetic characteristics of magnetic compound fluid (MCF) under DC and AC magnetic fields". *J. Magn. Magn. Mater.* 290–291 (2005) 804–807.
77. Iglesias, G.R. ; , Ruiz-Morón, L. F.; Monesma, J. I.; Durán, J.D.G.; Delgado, A.V. "An experimental method for the measurement of the stability of concentrated magnetic fluids". *Journal of Colloid and Interface Science* 311 (2007) 475–480.
78. Kothari, N.; Raina, B.; Chandak, K.B.; Iyer, V.; Mahajan, H.P. "Application Of Ferrofluids For Enhanced Surfactant Flooding". SPE-131272-MS. EUROPEC/EAGE Annual Conference and Exhibition, 14-17 June, Barcelona, Spain 2010.
79. Nair, S.D.; Wu, Q.; Cowan, M.; van Oort, E. "Cement Displacement and Pressure Control Using Magneto-Rheological Fluids". SPE-173124-MS. SPE/IADC Drilling Conference and Exhibition, 17-19 March, London, England, UK 2015.
80. Zitha, P. L. J., "Method of Drilling with Magnetorheological Fluid", United States Patent, US 7,021,406 B2, April 2006.
81. Lucas, G.S.; Quintero, L. "Magnetic polymers for improving hydrocarbon recovery or drilling performance". US 20150240609 A1, 2015. Baker Hughes Incorporated.
82. Jiang, W.-Q.; Yao, J.-J.; Gong, X.-I.; Chen, L. "Enhancement in Magnetorheological Effect of Magnetorheological Elastomers by Surface Modification of Iron Particles". *Chinese Journal Of Chemical Physics* Volume 21, Number 1, 2008, 87-92.
83. Ban, J.; Kim, K.; Jung, H.; Choe, S. "Homogeneously distributed magnetite in the polystyrene spherical particles using the miniemulsion polymerization". *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 16 (2010) 1040–1049.
84. Małecki, P.; Kolman, K.; Pięłowski, J.; Kaleta, J.; Krzak, J. "Sol–gel method

- as a way of carbonyl iron powder surface modification for interaction improvement". *Journal of Solid State Chemistry* 226 (2015) 224–230.
85. Park, B. J.; Kim, M. S.; Choi, H. J. "Fabrication and magnetorheological property of core/shell structured magnetic composite particle encapsulated with cross-linked poly(methyl methacrylate)". *Materials Letters* 63 (2009) 2178–2180.
86. Rahman, M. M.; Chehimi, M. M.; Fessi, H.; Elaissari, A. "Highly temperature responsive core–shell magnetic particles: Synthesis, characterization and colloidal properties". *Journal of Colloid and Interface Science* 360 (2011) 556–564.
87. Belyavskii, S. G.; Mingalyov, P. G.; Giulieri, F.; Combarrieau, R. and Lisichkin, G. V. "Chemical Modification of the Surface of a Carbonyl Iron Powder". *Protection of Metals*, 2006, Vol. 42, No. 3, pp. 244–252.
88. Liu, H.; Wang, C.; Gao, Q.; Liu, X.; Tong, Z. "Magnetic hydrogels with supracolloidal structures prepared by suspension polymerization stabilized by Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles". *Acta Biomaterialia* 6 (2010) 275–281.
89. Park, J. H.; Chin, B. D.; Park, O. O. "Rheological Properties and Stabilization of Magnetorheological Fluids in a Water-in-Oil Emulsion". *Journal of Colloid and Interface Science* 240, 349–354 (2001).
90. Trampus, B.C. "Estratégias baseadas em reticulação de polímeros para evitar perdas de circulação em poços de petróleo". Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2016.
91. Cristancho, E.V.F. "Uso do Poli(álcool vinílico) reticulado para mitigação da perda de circulação em poços de petróleo". Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2017.
92. Chiriac, H. e Stoian, G. "Influence of the Particles Size and Size Distribution on the Magnetorheological Fluids Properties," in *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 45, no. 10, pp. 4049-4051, Oct. 2009. doi: 10.1109/TMAG.2009.2024633.

93. Miao, C.; Shen, R.; Wang, M.; Shafrir, S. N.; Yang, H. and Jacobsz, S. D. Rheology of Aqueous Magnetorheological Fluid Using Dual Oxide-Coated Carbonyl Iron Particles. *J. Am. Ceram. Soc.*, 94 [8] 2386–2392 (2011).
94. Mizrahi, J. and Barnea, E. “Compact settler gives efficient separation of liquid/liquid dispersion”. *Process Eng. Plant & Contr.*, (January) (1973) 60--65.
95. Gorodkin, S. R.; James, R. O. and Kordonski, W. I. Magnetic properties of carbonyl iron particles in magnetorheological fluids. *Journal of Physics: Conference Series* 149 (2009) 012051.
96. Cheng, H. B.; Wang, J. M.; Zhang, Q. J. and Wereley, N. M. Preparation of composite magnetic particles and aqueous magnetorheological fluids. *Smart Mater. Struct.* 18 (2009) 085009 (6pp).
97. Plachy, T.; Kutalkova, E.; Sedlacik, M. Vesel, A.; Masar, M. Kuritka, I. Impact of corrosion process of carbonyl iron particles on magnetorheological behavior of their suspensions. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 66 (2018) 362-369.
98. Miao, C.; Shen, R.; Wang, M.; Shafrir, S. N.; Yang, H. and Jacobsz, S. D. Rheology of Aqueous Magnetorheological Fluid Using Dual Oxide-Coated Carbonyl Iron Particles. *J. Am. Ceram. Soc.*, 94 [8] 2386–2392 (2011).

**Apêndice A** – Tabela com valores de tensão limite de escoamento e índice de comportamento para os fluidos produzidos com e sem surfactantes e com diferentes cargas volumétricas de glicerina

Fluido	Campo Magnético	Herschel-Bulkley			Casson		
		<b>B (Gauss)</b>	$\tau_y$ (Pa)	<b>k</b>	<b>R<sup>2</sup></b>	$\tau_y$ (Pa)	<b>k</b>
TM 10mm	0	25	1,30E+01	0,9835	0,0011	4,80E-01	0,9543
	0,283	66	2,10E+01	0,9311	11	1,13E+00	0,9411
	0,360	133	1,40E+01	0,9944	133	1,30E+01	0,9944
	0,450	139	1,70E+01	0,9881	188	5,10E-03	0,9949
TM 20mm	0	25	1,30E+01	0,9835	0,0011	4,80E-01	0,9543
	0,283	204	4,30E+00	0,9997	181	1,30E+01	0,9999
	0,360	336	1,00E-05	0,9999	275	4,00E-04	0,9987
	0,455	412	2,80E+01	0,9999	439	2,00E-02	0,9999

**Apêndice B** – Tabela com valores de tensão limite de escoamento e índice de comportamento para os fluidos produzidos com e sem surfactantes e com diferentes cargas volumétricas de glicerina

Fluido	B (Gauss)	$\tau_y$ (Pa)	k	R <sup>2</sup>	Erro %	Surfactante	% de Glicerina
FLU 1	0	2	2	0,9987	9,74	Base	0
	1165	1717	2	0,8656			
FLU 2	0	2	1	0,9985	8,60	Tween 80	
	1165	1488	5	0,9843			
FLU 3	0	1	1	0,9990	14,57	Span 80	
	1165	1777	1	0,9706			
FLU 4	0	6	7	0,9962	3,83	Base	
	1165	1566	1	0,7853			
FLU 5	0	12	4	0,9965	5,65	Tween 80	
	1165	1471	69	0,9676			
FLU 6	0	11	9	0,9956	12,03	Span 80	
	1165	1472	20	0,8580			
FLU 7	0	40	10	0,9863	4,70	Base	
	1165	1553	15	0,6957			
FLU 8	0	181	8	0,8055	3,07	Tween 80	50
	1165	1943	1	0,8556			
FLU 9	0	136	9	0,8986	6,40	Span 80	
	1165	1886	9	0,9599			

**Apêndice C** – Tabela com valores dos parâmetros reológicos obtidos com os resultados dos ensaios de deslocamento para os fluidos produzidos com diferentes tamanhos de partículas, e frações volumétricas sob efeito de diferentes níveis de campo magnético. Testes conduzidos a 25°C. Superfície de contato entre o fluido e o campo magnético com 10mm de comprimento

Fluido	Campo Magnético		Bingham				Herschel-Bulkley			Casson		
	B (Gauss)	$\tau_y$ (Pa)	Desvio Padrão	k	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>	$\tau_y$ (Pa)	k	R <sup>2</sup>	$\tau_y$ (Pa)	k	R <sup>2</sup>
FMR1 10mm	0	28	13	3,00E+00	2,00E+00	0,6825	42	1,00E-01	0,8691	26	2,71E+00	0,8411
	0,283	42	7	3,00E+00	1,00E+00	0,9717	26	1,30E+01	0,9788	5	1,00E-02	0,9784
	0,360	12	11	1,00E+01	2,00E+00	0,6126	-0,5	1,80E+01	0,6833	0,5	8,00E+00	0,6563
	0,450	23	5	1,10E+01	2,00E+00	0,9334	23	1,10E+01	0,9506	2,5	6,00E+00	0,957
FMR2 10mm	0	13	0,2	7,00E+00	3,00E-02	0,9999	13	7,00E+00	0,9999	13	7,00E+00	0,9999
	0,283	54	10	2,60E+00	2,00E+00	0,9843	42	1,10E+01	0,9823	65	1,00E+01	0,9999
	0,360	26	0,4	1,30E+01	7,00E-02	0,9999	26	1,30E+01	0,9999	0,04	1,10E+00	0,9687
	0,450	26	0,4	1,30E+01	7,00E-02	0,9999	26	1,30E+01	0,9999	0,04	1,10E+00	0,9687
FMR3 10mm	0	36	10	4,00E+00	2,00E+00	0,9999	23	2,00E+00	0,9805	24	1,10E+01	0,9807
	0,283	90	20	2,00E+00	4,00E+00	0,9128	50	3,20E+01	0,9163	72	5,00E-01	0,9163
	0,360	110	38	1,00E+00	7,00E+00	0,8795	-18	7,40E+01	0,8962	23	2,00E+00	0,8892
	0,450	72	29	1,20E+01	6,00E+00	0,9286	58	2,00E+01	0,9342	0,1	1,00E-01	0,9299
FMR4 10mm	0	19	1,2	3,30E+00	2,00E-01	0,9999	19,4	3,30E+00	0,9996	19	3,20E+00	0,9999
	0,283	27,4	11	5,00E+00	2,00E+00	0,9731	23	7,00E+00	0,8765	10	2,00E+00	0,8807
	0,360	111	6	5,00E+00	1,00E+00	0,8731	111	5,00E+00	0,9966	75	1,00E-02	0,954
	0,450	96	28	1,71E+00	5,00E+00	0,9229	44	4,20E+01	0,9275	79	1,00E-02	0,9257
FMR5 10mm	0	35	7	3,80E+00	1,00E+00	0,96	50	1,00E-02	0,9915	13	5,00E-01	0,9506
	0,283	88	12	4,40E+00	2,00E+00	0,9753	65	1,90E+01	0,9761	23	1,00E-02	0,9764
	0,360	155	2,4	1,00E-02	1,00E-04	0,9999	119	1,60E+01	0,9999	140	2,00E-02	0,9994
	0,450	155	11	4,00E+00	2,00E+00	0,9949	114	3,30E+01	0,9959	78	2,00E-02	0,996
FMR6 10mm	0	35	7	3,80E+00	1,00E+00	0,96	50	1,00E-02	0,9915	13	5,00E-01	0,9506
	0,283	73	8	1,40E+01	1,00E+00	0,9879	39	3,40E+01	0,989	18	5,00E+00	0,9888
	0,360	77	18	2,00E+01	3,00E+00	0,9513	52	3,40E+01	0,952	0,14	3,00E-01	0,9473
	0,450	129	5	1,30E+01	1,00E-02	0,9999	129	1,30E+01	0,9999	129	1,30E+01	0,9999



**Apêndice D** – Tabela com valores dos parâmetros reológicos obtidos com os resultados dos ensaios de deslocamento para os fluidos produzidos com diferentes tamanhos de partículas, e frações volumétricas sob efeito de diferentes níveis de campo magnético. Testes conduzidos a 25°C. Superfície de contato entre o fluido e o campo magnético com 10mm de comprimento

Fluido	Campo Magnético		Bingham				Herschel-Bulkley			Casson		
	B (Gauss)	$\tau_y$ (Pa)	Desvio Padrão	k	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>	$\tau_y$ (Pa)	k	R <sup>2</sup>	$\tau_y$ (Pa)	k	R <sup>2</sup>
FMR1 20mm	0	28	13	3,00E+00	2,00E+00	0,6825	42	1,00E-01	0,8691	26	2,71E+00	0,8411
	0,283	13	0,01	1,30E+01	1,00E-03	0,9999	13	1,30E+01	0,9999	0,5	1,00E+01	0,9976
	0,360	61	20	8,00E+00	3,00E+00	0,9113	12	3,50E+01	0,9232	19	2,20E+00	0,9299
	0,455	27	12	1,30E+01	2,00E+00	0,8545	28	1,30E+01	0,852	6	1,20E+01	0,8511
FMR2 20mm	0	13	0,2	7,00E+00	3,00E-02	0,9999	13	7,00E+00	0,9999	13	7,00E+00	0,9999
	0,283	13	0,001	1,30E+01	1,00E-02	0,9999	19	1,00E+01	0,9989	0,4	1,00E+01	0,9988
	0,360	24	10	1,70E+01	2,00E+00	0,9286	28	1,60E+01	0,9237	5	1,30E+01	0,9416
	0,455	13	0,01	2,00E+01	1,00E-02	0,9999	13	2,00E+01	0,9999	13	2,00E+01	0,9999
FMR3 20mm	0	36	10	4,00E+00	2,00E+00	0,9999	23	2,00E+00	0,9805	24	1,10E+01	0,9807
	0,283	91	0,01	7,00E+00	1,00E-01	0,9999	12	1,00E-01	0,9999	91	7,00E+00	0,9999
	0,360	104	0,001	7,00E+00	1,00E-03	0,9999	104	7,00E+00	0,9999	16	1,00E-01	0,9998
	0,455	102	11	1,10E+01	2,00E+00	0,9956	-97	1,75E+02	0,9985	2,5	1,00E-01	0,9979
FMR4 20mm	0	19	1,2	3,30E+00	2,00E-01	0,9999	19,4	3,30E+00	0,9996	19	3,20E+00	0,9999
	0,283	76	25	1,52E+00	4,00E+00	0,9091	49	2,15E+01	0,9137	49,5	1,00E-02	0,9133
	0,360	66	25	3,70E+00	4,00E+00	0,8833	5	5,00E+01	0,8957	26,2	3,00E-01	0,8928
	0,455	87	14	4,40E+00	2,00E+00	0,9757	87	4,70E+00	0,9753	61	6,00E-01	0,9761
FMR5 20mm	0	35	7	3,80E+00	1,00E+00	0,96	50	1,00E-02	0,9915	13	5,00E-01	0,9506
	0,283	134	16	3,00E+00	3,00E+00	0,9888	74	5,20E+01	0,9869	91	4,00E-02	0,9867
	0,360	136	14	6,00E+00	2,00E+00	0,9888	121	1,40E+01	0,9902	0,04	1,00E-02	0,9774
	0,455	168	19	4,30E+00	3,00E+00	0,9879	141	2,20E+01	0,9896	88	1,00E-02	0,9899
FMR6 20mm	0	35	7	3,80E+00	1,00E+00	0,96	50	1,00E-02	0,9915	13	5,00E-01	0,9506
	0,283	63	17	1,70E+01	3,00E+00	0,938	67	1,60E+01	0,9363	0,02	2,00E-01	0,9509
	0,360	77	18	2,00E+01	3,00E+00	0,9513	52	3,40E+01	0,952	0,03	3,00E-01	0,9519
	0,455	133	7	1,60E+01	1,00E+00	0,997	103	3,10E+01	0,9984	1,22	1,00E-02	0,9994

**Apêndice E** – Tabela com valores dos parâmetros reológicos obtidos com os testes dos fluidos apresentados na **Tabela 10** com a célula magneto-reológica e ajustados com os modelos de *Bingham*, *Herschel-Bulkley* e *Casson*. Testes conduzidos a 25°C

Fluido	Campo Magnético			Bingham			Herschel-Bulkley			Casson						
	B (Gauss)	$\tau_y$ (Pa)	Desvio Padrão	k	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>	$\tau_y$ (Pa)	Desvio Padrão	k	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>	$\tau_y$ (Pa)	Desvio Padrão	k	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>
FMR 1	0	1	0,01	2,25E+00	0,3	0,9991	-1	0,15	3,23E+00	0,05	0,9999	0,25	0,05	2,25E+00	0,02	0,9996
	455	51	1,1	2,47E+00	0,04	0,9930	43	0,4	6,87E+00	0,2	0,9997	35	0,4	1,13E+00	0,01	0,9991
	855	123	1,2	2,04E+00	0,04	0,9881	120	2	3,30E+00	0,6	0,9896	105	2	4,80E-01	0,02	0,9745
	1165	194	3	8,60E-01	0,06	0,8144	79	x	3,00E+01	x	0,9969	188	3	5,10E-03	0,03	0,6889
FMR 2	0	2	0,4	3,28E+00	0,01	0,9996	-1	0,2	4,25E+00	0,05	0,9999	0,2	0,04	3,10E+00	0,02	0,9998
	455	75	2	2,38E+00	0,06	0,9842	62	0,6	1,04E+01	0,4	0,9994	57	0,3	8,80E-01	0,007	0,9994
	855	227	3	1,85E+00	0,06	0,9711	230	x	7,50E-01	x	0,9759	211	2	2,30E-01	0,02	0,9104
	1165	369	3	4,3E+01	4	0,7869	272	35	1,01E+02	35	0,9350	339	x	9,00E-06	x	0,9875
FMR 3	0	7	1	2,24E+00	0,05	0,9858	-4	0,6	8,73E+00	0,4	0,9992	3	0,5	1,72E+00	0,06	0,9936
	455	159	3	3,59E+00	0,07	0,9895	133	2	1,22E+01	0,9	0,9997	120	0,6	1,15E+00	0,01	0,9980
	855	372	3	1,00E+00	0,05	0,0690	263	x	4,60E+01	x	0,7998	252	2	2,00E-01	0,01	0,9948
	1165	755	0,3	1,80E+01	0,5	0,7463	760	x	1,40E+01	x	0,9999	744	x	3,00E-01	x	0,9989
FMR 4	0	7	1,1	2,78E+00	0,04	0,9998	-0,6	0,95	6,53E+00	0,4	0,9985	2	0,4	1,51E+00	0,06	0,9977
	455	105	1	2,80E+00	0,04	0,9991	99	1,3	5,66E+00	0,6	0,9964	83	1,5	9,57E-01	0,03	0,9917
	855	276	3	3,05E+00	0,1	0,9998	251	2	1,88E+01	1,5	0,9937	245	1,1	7,48E-01	0,01	0,9965
	1165	449	7	3,74E+00	0,3	0,8900	311	11	1,23E+02	11	0,9920	406	4,5	7,81E-01	0,04	0,9702
FMR 5	0	10	1	2,62E+00	0,5	0,9999	-2	1	9,13E+00	0,6	0,9985	4	0,7	1,41E+00	0,1	0,9985
	455	189	2	2,27E+00	0,06	0,9795	182	2,5	5,75E+00	1	0,9858	168	2	6,51E-01	0,02	0,9753
	855	536	3	3,19E+00	0,1	0,9666	515	6	1,57E+01	4	0,9843	503	3	5,90E-01	0,02	0,9827
	1165	955	9	5,18E+01	3	0,9561	952	x	2,00E-02	x	0,9747	949	11	5,63E+00	0,6	0,9733
FMR 6	0	10	0,04	5,32E+00	0,06	0,9967	0,7	0,05	1,04E+01	0,05	0,9995	3	0,02	7,12E+00	0,01	0,9990
	455	264	5	6,05E+00	0,3	0,9954	166	0,06	5,40E+01	0,5	0,9964	215	3	2,33E+00	0,08	0,9815
	855	766	15	2,15E-01	0,3	0,9151	711	1,8	2,74E+01	0,3	0,9999	777	0,2	2,00E-01	0,2	0,9415
	1165	1471	35	3,80E+00	0,8	0,9211	1385	x	1,40E-04	x	0,9796	1215	90	3,20E-01	0,25	0,9035