



Universidade Federal do Rio Grande do Norte  
Centro de Tecnologia  
Departamento de Engenharia Química  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química



**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**PREPARO DE ARENITOS SINTÉTICOS E ESTUDO DE  
SUAS PROPRIEDADES PARA USO NA RECUPERAÇÃO  
AVANÇADA DE PETRÓLEO**

**SEMUEL EBENÉZER DANTAS COSTA**

**ORIENTADOR: DR. EDUARDO LINS DE BARROS NETO**

Natal/RN  
Agosto/2016

# **SEMUEL EBENÉZER DANTAS COSTA**

Preparo de arenitos sintéticos e estudo de suas propriedades para  
uso na recuperação avançada de petróleo

Dissertação de Mestrado apresentada  
ao Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Química - PPGEQ, da  
Universidade Federal do Rio Grande do  
Norte - UFRN, como parte dos  
requisitos para obtenção do título de  
Mestre em Engenharia Química, sob a  
orientação do Prof. Dr. Eduardo Lins  
de Barros Neto.

Natal/RN  
Agosto/2016

Catálogo da Publicação na Fonte.  
UFRN / CT / DEQ  
Biblioteca Setorial "Professor Horácio Nicolás Sólino".

Costa, Samuel Ebenézer Dantas.

Preparo de arenitos sintéticos e estudo de suas propriedades para uso na recuperação avançada de petróleo / Samuel Ebenézer Dantas Costa. - Natal, 2016.  
87 f.: il.

Orientador: Eduardo Lins de Barros Neto.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Centro de Tecnologia. Departamento de Engenharia Química. Programa de Pós-graduação em Engenharia Química.

1. Petróleo - Dissertação. 2. Arenito - Dissertação. 3. Argila - Dissertação. I. Barros Neto, Eduardo Lins de. II. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. III. Título.

RN/UF/BSEQ

CDU 622.323(043.3)

**COSTA, Samuel Ebenézer Dantas** – Preparo de arenitos sintéticos e estudo de suas propriedades para uso na recuperação avançada de petróleo. Dissertação de Mestrado, UFRN, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Área de Concentração: Engenharia Química. Natal/RN, Brasil.

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Lins De Barros Neto

---

**RESUMO:** As rochas naturais usadas em ensaios de recuperação avançada de petróleo apresentam alto custo de obtenção, são anisotrópicas e, além disso, há a necessidade de realização de vários ensaios para estudos detalhados de algum método de recuperação avançada. Por esta causa, este estudo consistiu na obtenção de arenitos sintéticos feitos a partir de areia da praia e argila cerâmica que tivessem propriedades semelhantes às de rochas naturais. Para isto, variaram-se a concentração de argila (20 a 40%, em massa), a pressão de compactação (100 a 200 kgf/cm<sup>2</sup>) e a temperatura de sinterização (850 a 950 °C) e foi feito um planejamento fatorial 2<sup>3</sup> com triplicata no ponto central, com o auxílio do software *Statistica* 8.0. Também foram realizadas análises de composições química e mineralógica dos materiais, de reologia dos fluidos e de recuperações convencionais de petróleo. Os resultados mostraram que aumentos na pressão de compactação, concentração de argila e a redução da temperatura causam redução da porosidade e permeabilidade e aumento na resistência à compressão uniaxial. Os modelos gerados para estas variáveis-resposta são significativos e preditivos, descrevendo satisfatoriamente o conjunto de dados, os quais tiveram boa reprodutibilidade. O arenito sintético AS 10 foi escolhido para os ensaios de recuperações convencionais de petróleo por apresentar maior resistência à compressão uniaxial e por ter permeabilidade semelhante à do arenito Berea, o mais usado em ensaios de recuperação avançada em todo o mundo. Os ensaios de recuperações convencionais com o AS 10 mostraram a relação inversa entre a viscosidade do petróleo e o fator de recuperação. Além disso, os fatores de recuperações convencionais ficaram próximos aos de ensaios com arenitos naturais que usaram petróleo com viscosidade semelhante.

---

Palavras-chave: Arenito sintético, sinterização, recuperação convencional de petróleo.

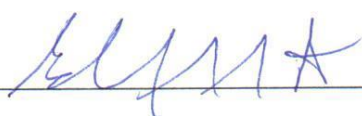
---

SEMUEL EBENÉZER DANTAS COSTA

Preparo de arenitos sintéticos e estudo de suas propriedades para  
uso na recuperação avançada de petróleo

Dissertação de Mestrado apresentada ao  
Programa de Pós – Graduação em Engenharia  
Química - PPGEQ, da Universidade Federal  
do Rio Grande do Norte - UFRN, como parte  
dos requisitos para obtenção do título de  
Mestre em Engenharia Química.

Aprovado em 26 / 08 / 2016



Prof Dr Eduardo Lins de Barros Neto  
Orientador – UFRN



Profª Dr Joselisse Soares de Carvalho Santos  
Membro externo – IFRN



Prof Dr Afonso Avelino Dantas Neto  
Membro interno - UFRN



Prof Dr Francisco Klebson Gomes dos Santos  
Membro externo – UFRSA

## ABSTRACT

The natural rocks used for studying enhanced oil recovery (EOR) are expensive to acquire and are also anisotropic. Moreover, any detailed study on enhanced recovery requires several tests. For those reasons, this work consisted on obtaining synthetic sandstones composed of beach sand and ceramic shale, both with properties similar to those found in natural rocks. In order to do so, variations were performed on shale concentration (from 20 to 40% in weight), on compaction pressure (from 100 to 200 kgf/cm<sup>2</sup>) and on syntherization temperature (from 850 to 950 °C), and a 2<sup>3</sup> factorial design with centerpoint triple replicates was done, using the *Statistica* 8.0 software. Experiments aiming to analyse the material chemical and mineralogical compositions, the fluids rheology and the conventional oil recovery were also performed. The results showed that increases in compaction pressure and in shale concentration and decreases in temperature lead to decreases in porosity and permeability and to increases in resistance to uniaxial compression. The models generated to theses response variables are meaningful and predictive, describing accurately the data, which presented a good reproducibility. The AS 10 synthetic sandstone was used for the conventional oil recovery experiments mainly for having the greatest resistance to uniaxial compression and for displaying permeability similar to the Berea sandstone, which is the most used in enhanced recovery worldwide. The conventional oil recovery experiments using the AS 10 showed the inverse relationship between oil viscosity and recovery factor. Furthermore, the conventional recovery factors found were similar to those from natural sandstone performed with oil having a similar viscosity.

---

Keywords: synthetic sandstone, syntherization, conventional oil recovery.

---

## DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho a Deus, pois até aqui o Senhor tem me ajudado. E também à minha família, principalmente minha mãe Cleonilde Sobral e minha noiva Raquel Pereira, pelo carinho e motivação.*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por sua bondade e misericórdia e por todas as bênçãos que tem me concedido, pois, sem Ele, eu não seria capaz de dar este importante passo em minha vida.

À minha mãe Cleonilde Sobral Dantas Costa, a qual me ensinou o princípio da sabedoria e me incentivou a chegar até aqui, sempre acreditando no meu potencial.

À minha noiva amada Raquel Pereira, por sua paciência e compreensão nos momentos em que eu estava bastante atarefado e por sua motivação e amor, essenciais para meu bem-estar. Muito obrigado, meu amor.

Ao meu irmão Selumiel Ericlênedo, o qual foi e é um grande referencial para mim. A Karina Santos e Olívia Mídián pelo companheirismo e bons momentos compartilhados juntos.

A todos os meus parentes, especialmente à família da minha tia Cleonice Sobral e seu esposo Jerônimo Freire, os quais me acolheram com carinho durante toda a minha graduação e mestrado. E a todos os meus amigos, cuja amizade sincera guardaremos para sempre.

Ao Prof. Dr. Eduardo Lins pela orientação na elaboração deste trabalho. Aos amigos e colegas nos ensaios de laboratório William Bruno, Millene Oliveira e ao voluntário no projeto Joemil de Deus Junior.

À Giselle Carvalho e seu pai Lúcio Carvalho pela argila cerâmica que me conseguiram. A Maitê Medeiros e Alex pelos ensaios de sinterização nos laboratórios de termodinâmica e no LEACQ, ao Laboratório de Caracterização Estrutural dos Materiais pelas análises de FRX, ao LNMS pelas análises de DRX e a Fabrício e ao LABCIM pelas análises de resistência à compressão.

A todos os professores e funcionários do PPEGQ/UFRN pela participação em minha formação. Ao NUPEG pela estrutura física cedida para a realização dos experimentos.

Aos professores Afonso Avelino, Joselisse Carvalho e Francisco Klebson pela composição da banca e sugestões de correções.

À CAPES pela bolsa concedida.

# Sumário

1. Introdução.....	14
2. Revisão Bibliográfica.....	17
2.1 – Propriedades de rocha e fluidos.....	17
2.1.1 – Porosidade.....	17
2.1.2 – Saturação.....	18
2.1.3 – Permeabilidade absoluta.....	18
2.1.4 – Permeabilidade efetiva.....	19
2.1.5 – Permeabilidade relativa.....	20
2.1.6 – Viscosidade.....	20
2.1.7 – Mobilidade.....	21
2.1.8 – Resistência mecânica e deformabilidade das rochas.....	22
2.2 – Métodos Convencionais de Recuperação.....	23
2.3 – Métodos Especiais de Recuperação.....	24
2.3.1 – Métodos térmicos.....	24
2.3.2 – Métodos miscíveis.....	25
2.3.3 – Métodos químicos.....	25
2.4 – Rochas-reservatórios.....	29
2.4.1 – Arenito.....	29
2.4.2 – Rochas carbonatadas.....	30
2.4.3 – Outras rochas.....	30
2.5 – Sinterização.....	31
2.5.1 – Sinterização em fase sólida.....	31
2.5.2 – Sinterização em fase líquida.....	31
2.6 – Arenitos sintéticos.....	32
2.7 – Argila cerâmica.....	34
2.8 – Análises de DRX.....	35
2.9 – Análises de FRX.....	35
3. Materiais e métodos.....	37
3.1 – Materiais.....	37
3.2 – Procedimento experimental.....	38
3.2.1 – Análise granulométrica da areia.....	39

3.2.2 – Análises química e mineralógica.....	39
3.2.3 – Análises reológicas e de massa específica .....	40
3.2.4 – Preparo dos arenitos sintéticos .....	40
3.2.5 – Porosidade .....	42
3.2.6 – Permeabilidade .....	43
3.2.7 – Análise de resistência à compressão uniaxial .....	44
3.2.8 – Planejamento fatorial.....	44
3.2.9 – Recuperações convencionais.....	44
4. Resultados e Discussão.....	48
4.1. Análise granulométrica.....	48
4.2. Análises química e mineralógica .....	50
4.3 – Análises reológicas e de massa específica .....	53
4.4 – Porosidade, permeabilidade e resistência à compressão uniaxial.....	55
4.4.1 – Planejamento fatorial.....	64
4.5 – Recuperações convencionais .....	73
5. Conclusões.....	77
Referências Bibliográficas.....	80

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Comportamento reológico para fluidos independente do tempo. ....	21
Figura 2.2 – Diferentes tipos de poros (em azul) de rochas carbonáticas. ....	30
Figura 3.1 – Procedimento experimental.....	38
Figura 3.2 – Molde usado na compactação das amostras (escala em mm). ....	41
Figura 3.3 – Esquema do porosímetro. a) célula 1, b) célula 2, c) peças de aço utilizadas como padrões de volumes, d) compressor, e) manômetro, f) transdutor de pressão.....	43
Figura 3.4 – Sistema para ensaio de permeabilidade, (a) frasco com óleo mineral, (b) bomba de injeção (c) cela de acrílico, (d) êmbolo, (e) manômetro de pressão interna, (f) cilindro de ar comprimido, (g) manômetro da pressão externa, (h) holder, (i) arenito sintético, (j) proveta.....	43
Figura 3.5 – Sistema para ensaio de recuperação de petróleo, (a) frasco com óleo mineral, (b) bomba de injeção (c) cela de acrílico, (d) êmbolo, (e) manômetro de pressão interna, (f) cilindro de ar comprimido, (g) manômetro da pressão externa, (h) holder, (i) arenito sintético, (j) proveta.....	45
Figura 4.1 – Distribuição granulométrica da areia. ....	49
Figura 4.2 – Frações da areia após peneiramento (a) -48+65, (b) -65+100, (c) -100+150, (d) -150+200 com escala em milímetros. ....	49
Figura 4.3 – Arenitos a) AS 8; b) AS 18; c) Berea.....	51
Figura 4.4 – Difratoграмas a) areia -65+100; b) argila; c) AS 8; d) AS 18.....	51
Figura 4.5 – Comportamentos reológicos a) da solução salina e água a 25°C, b) óleo 1 – 400g/L, c) óleo 2 – 500g/L, d) óleo 3 – óleo 600 g/L, e) óleo 4 – óleo 500 g/L. ....	53
Figura 4.6 – Arenitos sintéticos.....	55
Figura 4.7 – Curva de calibração da porosidade. ....	58
Figura 4.8 – Pressões dos ensaios de permeabilidade dos arenitos sintéticos.....	59
Figura 4.9 – a) porosidades e b) permeabilidades dos arenitos sintéticos.....	62
Figura 4.10 – Resistência à compressão uniaxial dos arenitos sintéticos.....	63
Figura 4.11 – Resistência à compressão uniaxial <i>versus</i> porosidade. ....	64
Figura 4.12 – Diagrama de Pareto para a porosidade.....	66
Figura 4.13 – Valores observados e preditos para a porosidade.....	66
Figura 4.14 – Superfície de resposta para a porosidade (T = 900 °C).....	67
Figura 4.15 – Diagrama de Pareto para a permeabilidade.....	68
Figura 4.16 – Valores observados e preditos para a permeabilidade.....	69

Figura 4.17 – Superfície de resposta para a permeabilidade (T = 900 °C).....	70
Figura 4.18 – Diagrama de Pareto para a resistência à compressão uniaxial.....	70
Figura 4.19 – Valores observados e preditos para a resistência à compressão uniaxial..	71
Figura 4.20 – Superfície de resposta para resistência à compressão uniaxial, RC (T = 900 °C).....	72
Figura 4.21 – Fatores de recuperação de diferentes óleos.....	74

## LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Peneiras da série Tyler.....	39
Tabela 02 – Distribuição do diâmetro médio de partículas retidas nas peneiras da série Tyler. ....	39
Tabela 03 – Ensaios dos arenitos sintéticos.....	42
Tabela 04 – Planejamento experimental.....	44
Tabela 05 – Distribuição granulométrica da areia.....	48
Tabela 06 – Composição em porcentagem dos materiais. ....	50
Tabela 07 – Propriedades dos fluidos.....	55
Tabela 08 – Dimensões, porosidades, permeabilidades e resistências à compressão uniaxial de todos os arenitos sintéticos.....	56
Tabela 09 – Porosidades e permeabilidades à água destilada de rochas naturais.....	63
Tabela 10 – Resultados do planejamento fatorial $2^3$ com triplicata no ponto central. ...	65
Tabela 11 – ANOVA para a porosidade.....	67
Tabela 12 – ANOVA para a permeabilidade.....	69
Tabela 13 – ANOVA para a resistência à compressão uniaxial.....	71
Tabela 14 – Ensaios de porosidade e permeabilidade do AS 10.....	73
Tabela 15 – Dados dos ensaios de recuperações convencionais. ....	73
Tabela 16 – Fatores de recuperações convencionais. ....	75

---

# **CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO**

---

# 1. Introdução

O estudo sobre os métodos de recuperação avançada de petróleo tem ganhado destaque no cenário mundial, pois ao longo do tempo, a produção de hidrocarbonetos diminui pela redução do seu volume no reservatório, pelo decaimento de pressão e também pela mudança gradual das propriedades físico-químicas do óleo, como a sua densidade e viscosidade (Santos, 2009). Desta forma, ainda há cerca de dois terços de óleo deixados no reservatório mesmo após as recuperações primária e secundária (Lu *et al.*, 2014; Yuan *et al.*, 2015).

No entanto, a queda de pressão pode ser modificada pelo uso de processos de recuperação que têm por objetivo aumentar a energia do poço. Segundo Thomas (2001), os processos cujas tecnologias são bem conhecidas e que têm alto grau de confiança na aplicação (como é o caso da injeção de água e da injeção de gás) são chamados de Métodos Convencionais de Recuperação e aqueles que são mais complexos e cujas tecnologias ainda não estão satisfatoriamente desenvolvidas são chamados de Métodos Especiais de Recuperação, que atuam nos pontos onde os processos convencionais falham.

As rochas sedimentares (onde é possível a ocorrência de petróleo) em geral são formadas por conjunto de fenômenos naturais, começando pelo intemperismo físico e químico da rocha matriz. Agentes como vento, água e gravidade promovem o transporte de sedimentos para áreas de baixo relevo e, durante este transporte, as partículas sofrem desgaste por abrasão em intensidades variáveis, dependendo da energia do meio transportador. Conseqüentemente, elas apresentam mudanças no seu tamanho e geometria, além de alterações químicas dos sedimentos. A compactação e aglomeração desses sedimentos são afetadas pelo ambiente de deposição e suas alterações físico-químicas, alterando assim propriedades como porosidade, permeabilidade e resistência do material (Santos, 2004).

Diversos tipos de rocha-reservatório têm sido utilizados em estudos de recuperação avançada de petróleo, como rochas carbonáticas e arenitos Botucatu, Açu e Berea (Firmino, 2016; Santos, 2015; Castro Dantas *et al.*, 2014; Paulino, 2007; Subhash

& Dandina, 2004), sendo este último o mais amplamente utilizado pelos pesquisadores em todo o mundo (Cardoso, 2014).

No entanto, a dificuldade de acesso às amostras naturais e a necessidade de testar um grande número de amostras têm levado ao uso de amostras artificiais análogas para testes experimentais em diversos estudos (Fattahpour *et al.*, 2014). As rochas naturais também apresentam o inconveniente de serem anisotrópicas, ou seja, apresentam propriedades (mecânicas, térmicas ou magnéticas, por exemplo) distintas quando são analisadas em diferentes direções. Além disso, a obtenção destas amostras para pesquisas envolve custos elevados (Marques *et al.*, 2011).

Sendo assim, o presente trabalho tem como objetivo principal a obtenção de arenitos sintéticos cujas propriedades sejam semelhantes às de rochas naturais e que possam ser usados em ensaios de recuperação avançada de petróleo.

Esta dissertação está dividida em cinco partes para a sua melhor compreensão. Esta introdução referente ao Capítulo 1; o Capítulo 2 abrange a revisão bibliográfica; no Capítulo 3 é descrita a metodologia experimental adotada; o Capítulo 4 apresenta os resultados obtidos através dos experimentos e sua discussão; e o Capítulo 5 apresenta as conclusões do estudo.

---

## **CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

---

## 2. Revisão Bibliográfica

Para uma completa compreensão sobre a utilização de arenitos sintéticos na recuperação avançada de petróleo, faz-se necessário o entendimento de alguns aspectos teóricos que são envolvidos nesta atividade.

### 2.1 – Propriedades de rocha e fluidos

Conhecer algumas propriedades relevantes das rochas e dos fluidos é uma atividade imprescindível neste estudo.

#### 2.1.1 – Porosidade

Um meio poroso é uma fase sólida contínua que, em seu interior, apresenta muitos espaços vazios. A porosidade absoluta ( $\Phi_t$ ) é definida como a fração volumétrica de vazios de uma rocha (poros, canais ou fissuras), interconectados ou não. A razão entre o volume dos espaços vazios interconectados e o volume total é a porosidade efetiva ( $\Phi_e$ ) (Zampieri, 2012). Estes parâmetros são expressos pelas Equações (1) e (2):

$$\Phi_t = \frac{V_v}{V_t} \quad (1)$$

$$\Phi_e = \frac{V_i}{V_t} \quad (2)$$

Onde:

$V_v$  – Volume de vazios;

$V_t$  – Volume total;

$V_i$  – Volume de vazios interconectados.

Além destes tipos de porosidade, há ainda a porosidade primária (desenvolvida durante a deposição de sedimentos) e a porosidade secundária (resultante de processos geológicos subsequentes à deposição).

Estudar a porosidade tem fundamental importância no que diz respeito à prospecção de petróleo e gás. Para os casos de reservatório de hidrocarbonetos, a porosidade na faixa de 25 % a 35 % é considerada excelente (Suguió, 1980). Os fatores

que influenciam a porosidade inicial de uma formação rochosa são o tamanho de seus grãos, os arranjos, a forma e a homogeneidade desses grãos: quanto mais diversificados são os tamanhos dos grãos, menor a porosidade (Paulino, 2007).

### 2.1.2 – Saturação

Nos poros de uma rocha-reservatório são encontrados hidrocarbonetos e água. Desta forma, não é possível estimar a quantidade de óleo em uma formação apenas com o conhecimento do volume poroso da mesma. Desta forma, foi definida a propriedade “saturação”, a qual indica a porcentagem do volume poroso ocupado por cada fluido (Thomas, 2001). Assim, tem-se:

$$S_o = \frac{V_o}{V_p} \quad (3)$$

$$S_g = \frac{V_g}{V_p} \quad (4)$$

$$S_w = \frac{V_w}{V_p} \quad (5)$$

Onde:

$S_o$  – Saturação do óleo;

$S_g$  – Saturação de gás;

$S_w$  – Saturação de água;

$V_o$  – Volume de óleo;

$V_p$  – Volume poroso;

$V_g$  – Volume de gás;

$V_w$  – Volume de água.

### 2.1.3 – Permeabilidade absoluta

A permeabilidade de um material poroso está associada à capacidade de transporte de fluido pelo seu espaço poroso (Mantovani, 2013). Quando existe apenas um fluido

escoando pela rocha, esta propriedade recebe o nome de permeabilidade absoluta ( $k$ ) e é definida pela Lei de Darcy (Equação 6).

$$k = -\frac{q\mu L}{A\Delta P} \quad (6)$$

Onde:

$k$  – Permeabilidade absoluta do meio poroso;

$q$  – Vazão do fluido através do meio poroso;

$\mu$  – Viscosidade do fluido;

$L$  – Comprimento do meio poroso;

$A$  – Área transversal aberta ao fluxo;

$\Delta P$  – Perda de carga.

Quanto mais estreitos, tortuosos e cheios de estrangulamentos forem os canais porosos, maior será a dificuldade dos fluidos escoarem e, conseqüentemente, menor será a sua permeabilidade (Thomas, 2001).

#### **2.1.4 – Permeabilidade efetiva**

Quando há mais de um fluido percolando a rocha, o escoamento de um interfere no do outro, sendo a facilidade com a qual cada um se desloca pelo meio poroso chamada de permeabilidade efetiva ao fluido considerado.

Um subscrito correspondente ao fluido acompanha a letra “ $k$ ” para representar a permeabilidade efetiva, como  $k_o$  que representa a do óleo e  $k_w$  que representa a da água, por exemplo.

As permeabilidades efetivas dos fluidos dependem da saturação dos mesmos na rocha. A cada valor de saturação de um fluido corresponde um valor de permeabilidade efetiva àquele fluido (Thomas, 2001).

### 2.1.5 – Permeabilidade relativa

A permeabilidade relativa é a permeabilidade efetiva normalizada por um valor característico da permeabilidade, geralmente a permeabilidade absoluta (Zampieri, 2012). Desta forma, tem-se:

$$k_{ro} = \frac{k_o}{k} \quad (7)$$

$$k_{rg} = \frac{k_g}{k} \quad (8)$$

$$k_{rw} = \frac{k_w}{k} \quad (9)$$

Onde:

$k_{ro}$  – Permeabilidade relativa ao óleo;

$k_{rg}$  – Permeabilidade relativa ao gás;

$k_{rw}$  – Permeabilidade relativa à água;

$k_o$  – Permeabilidade efetiva do óleo;

$k_g$  – Permeabilidade efetiva do gás;

$k_w$  – Permeabilidade efetiva da água;

$k$  – Permeabilidade absoluta do meio poroso.

### 2.1.6 – Viscosidade

A viscosidade representa a resistência ao escoamento de determinado fluido. Através do comportamento da tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação os fluidos podem ser classificados em Newtonianos e Não Newtonianos: Os fluidos chamados de newtonianos possuem a tensão de cisalhamento diretamente proporcional à taxa de deformação, obedecendo à relação representada na Equação (10), chamada de lei de Newton da viscosidade (Fox & McDonald, 2011).

$$\tau = \mu(\dot{\gamma}) \quad (10)$$

Onde:

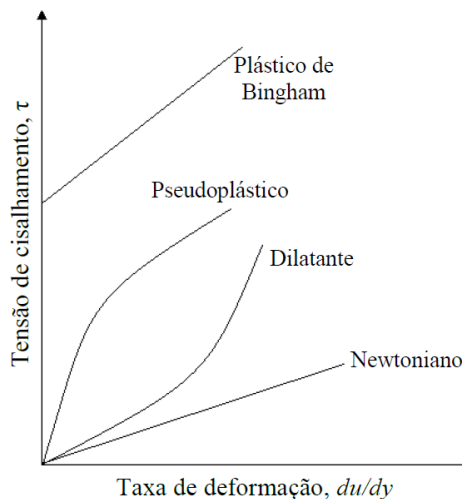
$\tau$  – Tensão de cisalhamento;

$\mu$  – Viscosidade dinâmica (ou absoluta);

$\gamma$  – Taxa de deformação.

Os fluidos em que a razão entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação não é constante são denominados de fluidos não Newtonianos. A Figura 2.1 mostra diferentes tipos de comportamento reológico para os fluidos não newtonianos independentes do tempo (Fox & McDonald, 2011).

Figura 2.1 – Comportamento reológico para fluidos independente do tempo.



Fonte: Fox & McDonald, 2011.

### 2.1.7 – Mobilidade

A mobilidade de um fluido é definida como a razão entre a sua permeabilidade efetiva e a sua viscosidade. Esta propriedade depende das saturações e é dada pela Equação (11).

$$\lambda_o = \frac{k_o}{\mu_o} \quad (11)$$

Onde:

$\lambda_o$  – Mobilidade do óleo;

$k_o$  – Permeabilidade efetiva do óleo;

$\mu_o$  – Viscosidade do óleo.

A razão de mobilidade é definida pela Equação (12).

$$RM = \frac{\lambda_w}{\lambda_o} \quad (12)$$

Onde:

RM – Razão de mobilidade;

$\lambda_w$  – Mobilidade da água;

$\lambda_o$  – Mobilidade do óleo.

Quanto maior a razão de mobilidade, menor é a eficiência de deslocamento de óleo, o que ocorre pelo fato da água (que apresenta menor viscosidade e maior mobilidade) criar caminhos preferenciais nos poços injetores e produtores (Thomas, 2001).

### **2.1.8 – Resistência mecânica e deformabilidade das rochas**

Denomina-se resistência mecânica a propriedade de um sólido de opor-se à ruptura quando submetido à ação de uma carga estática ou dinâmica. O valor da tensão na qual a rocha ou o maciço rochoso inicia o processo de falência segundo mecanismos de cisalhamento, tração ou compressão é chamado de tensão de ruptura de uma rocha (Zacarias, 2013).

Goodman (1989) apresenta valores de resistência à compressão simples de vários tipos de rochas. Seus valores variam de 11,3 MPa (Tufo Nevada) a 355 MPa (Basalto John Day). Para o arenito Berea o valor encontrado foi de 73,8 MPa.

A propriedade das rochas que favorece a mudança de forma quando submetidas à ação de uma carga é chamada deformabilidade. Dentre as propriedades deformatórias destacam-se a elasticidade e a plasticidade.

Elasticidade é a propriedade que favorece a mudança de forma e volume sob a ação de forças e restabelece, por completo, o volume e a forma original ao cessar a ação

destas forças. As deformações elásticas não dependem do tempo de atuação da carga. É comum caracterizar as propriedades elásticas dos sólidos pelo módulo de elasticidade (E) e pela razão de Poisson ( $\nu$ ). O módulo de elasticidade (E) ou módulo de Young caracteriza a resistência do material sólido à deformação elástica durante a tração ou compressão (Equação 13). Quanto maior é o valor do módulo de Young, menor a deformação do sólido submetido a uma força constante (Zacarias, 2013).

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (13)$$

Onde:

E – Módulo de Young;

$\sigma$  – Tensão aplicada;

$\varepsilon$  – Deformação.

A aplicação de tensão distensiva sobre uma amostra de rocha em uma dada direção provoca expansão da amostra na direção da tensão aplicada e contração nas direções perpendiculares. A razão entre as deformações perpendicular e paralela à tensão é chamada de razão de Poisson ( $\nu$ ), que é uma constante elástica definida pela relação entre a deformação transversal ( $\Delta W/W$ ) e longitudinal ( $\Delta L/L$ ) sofrida por um corpo quando aplicada uma tensão unidirecional, compressiva ou distensiva, conforme mostra a Equação (14) (Soares, 1992).

$$\nu = (\Delta W/W)/(\Delta L/L) \quad (14)$$

Onde:

$\nu$  – Razão de Poisson;

$\Delta W/W$  – Deformação transversal;

$\Delta L/L$  – Deformação longitudinal.

## 2.2 – Métodos Convencionais de Recuperação

As injeções de água ou gás em poços de petróleo objetivando o aumento da quantidade de óleo produzido constituem os Métodos Convencionais de Recuperação.

Estes métodos apresentam baixos valores para o Fator de Recuperação do óleo, em virtude de dois fatores principais: elevada viscosidade do óleo do reservatório e altas tensões interfaciais entre o fluido injetado e o óleo.

De forma geral, a água antes de ser injetada é submetida a um tratamento para torná-la mais adequada ao reservatório e aos fluidos nele existentes. Nos projetos de injeção de gás natural, o gás pode ser injetado com a composição na qual é produzido ou após ser processado (Thomas, 2001).

## **2.3 – Métodos Especiais de Recuperação**

Quando existe a necessidade de aumentar a vida útil de um reservatório de forma a aumentar o lucro do processo, são utilizados os Métodos Especiais de Recuperação. Estes métodos podem diminuir a viscosidade do petróleo, melhorar os canais porosos, diminuir a tensão interfacial entre os fluidos ou diminuir a mobilidade da solução a ser injetada. Segundo Santanna *et al.* (2013), os mesmos são classificados nas seguintes categorias: Métodos Térmicos, Métodos Miscíveis e Métodos Químicos.

A classificação acima não é única e existem alguns processos que poderiam estar incluídos em uma ou outra categoria.

O método mais apropriado a ser utilizado em determinado poço de petróleo depende das características do reservatório, da rocha, do fluido e do retorno monetário do reservatório (Barillas, 2008).

### **2.3.1 – Métodos térmicos**

Os métodos térmicos têm como ponto de partida o fato de que o óleo ao ser aquecido tem a sua viscosidade substancialmente reduzida. Há dois tipos de métodos térmicos que diferem na maneira como é feito o aquecimento do fluido do reservatório: Injeção de Fluidos Aquecidos e Combustão *in situ*.

#### **2.3.1.1 – Injeção de fluidos aquecidos**

Neste método o calor é gerado na superfície e, em seguida, transportado para o interior da formação. A água é utilizada como meio para transportar o calor da

superfície até o reservatório e a mesma é normalmente injetada na forma de vapor, mas pode também ser injetada a uma temperatura elevada em seu estado líquido. Assim, têm-se dois tipos de processos: a Injeção de Vapor e a Injeção de Água Quente (Thomas, 2001).

### **2.3.1.2 – Combustão *in situ***

Diferentemente do método anterior, o calor neste método é gerado no interior do próprio reservatório a partir da combustão por parte do óleo ali existente. A combustão *in situ* se inicia por meio de uma injeção de ar aquecido, um processo de oxidação do óleo que vai gerando calor, que por sua vez intensifica a oxidação num processo crescente até chegar à temperatura chamada “ponto de ignição”, o qual estabelece a combustão. A partir daí, prosseguindo-se a injetar ar frio, o processo tem continuidade (Thomas, 2001).

### **2.3.2 – Métodos miscíveis**

Estes métodos são os indicados nos casos em que as altas tensões interfaciais presentes entre os fluidos diminuem a Eficiência de Deslocamento do óleo. Os mesmos visam a redução dessa tensão na interface entre os fluidos, aumentando a mobilidade do óleo no meio poroso.

Os fluidos que podem ser utilizados para deslocamento miscível são, preferencialmente, o dióxido de carbono, o gás natural e o nitrogênio (Soares, 2012).

### **2.3.3 – Métodos químicos**

Os métodos químicos consistem em processos em que se pressupõe certa interação química entre o fluido injetado e o fluido do reservatório. São eles:

#### **2.3.3.1 – Injeção de polímeros**

Quando o óleo do reservatório tem viscosidade um pouco elevada, podem-se adicionar polímeros à água de injeção para transformá-la em um fluido que se desloca no meio poroso com mobilidade semelhante ao do óleo. Devido a essa semelhança, o fluido injetado em vez de escolher caminhos preferenciais e se dirigir rapidamente para os poços de produção, se difunde mais no meio poroso, aumentando as Eficiências de Varrido (Souza, 2013). A eficácia do polímero pode ser afetada pela existência de

condições adversas em um reservatório de petróleo, como presença de sais na água de formação, alta temperatura, alta pressão, substâncias químicas e bactérias nos reservatórios de petróleo (Maghzi *et al.*, 2014). Os dois grupos que são extensivamente usados para aumentar a recuperação de petróleo são: polímeros sintéticos e biopolímeros. Os polímeros mais utilizados hoje em dia são as poliácridamidas parcialmente hidrolisadas (HPAM), os polímeros naturais modificados e o polissacarídeo goma xantana (Olajire, 2014).

### **2.3.3.2 – Injeção de microemulsão**

As microemulsões são dispersões termodinamicamente estáveis de tensoativo, álcool, óleo e água (ou solução salina), além de serem isotrópicas, transparentes ou translúcidas (Bera *et al.*, 2014). Sua injeção em um reservatório de petróleo é uma tentativa de se obter um deslocamento miscível com boas Eficiências de Varrido, pois microemulsões são misturas com as quais se tem a preocupação com a miscibilidade e com o controle da viscosidade (Curbelo, 2006).

### **2.3.3.3 – Injeção de solução alcalina**

No processo de injeção de fluidos alcalinos, a substância alcalina que se adiciona à água, em geral soda cáustica, tem a finalidade de reagir com certos ácidos orgânicos presentes em alguns óleos, produzindo dentro do próprio reservatório certa quantidade de substância tensoativa, a qual reduz as tensões interfaciais entre o óleo e a água (Curbelo, 2006).

### **2.3.3.4 – Injeção de solução de tensoativos**

Ao se adicionar uma substância tensoativa à água de injeção, na verdade está se fazendo um deslocamento miscível com água. O tensoativo, também chamado de surfactante, aumenta a eficiência do deslocamento de petróleo por reduzir as tensões interfaciais entre a água e o óleo (Ko *et al.*, 2014).

Li *et al.* (2002) verificaram que a injeção de microrganismos nos reservatórios e seus produtos metabólicos aumentam o fator de recuperação de petróleo. Isto ocorre principalmente pela produção de biosurfactantes que reduzem a tensão interfacial óleo-rocha e diminuem a viscosidade do petróleo.

Subhash & Dandina (2004) analisaram o efeito da molhabilidade no arenito Berea, usando um óleo cru, tensoativo não-iônico (álcool etoxilado) e um tensoativo aniônico (sulfato etoxilado). Altos fatores de recuperação foram obtidos para ambos: 78% para o aniônico e 94% para o não-iônico cujas concentrações ótimas foram de 3500 ppm.

Em 2005, Nedjhioui *et al.* estudaram o efeito de dois tensoativos aniônicos (SDS e MARL) em misturas com o biopolímero goma xantana e o composto alcalino NaOH, tendo em vista a grande importância das injeções de álcali/surfactante/polímero (ASP) como método de recuperação avançada de petróleo. Os autores observaram que a ação sinérgica dos dois tensoativos tem grande influência na condutividade destes sistemas e na tensão interfacial dos sistemas solução/óleo e as soluções com 0,7% em massa de NaOH e 0,2% de goma xantana têm maior redução de tensão interfacial (12 mN/m com o SDS e 9 mN/m com o MARL).

Curbelo (2006) estudou o comportamento da adsorção de tensoativos não-iônicos e iônicos e seus efeitos na recuperação avançada de petróleo. Os fatores considerados foram: valor da concentração micelar crítica (c.m.c.), concentração de tensoativo injetada, eficiência de varrido e deslocamento. O melhor resultado foi obtido com o tensoativo aniônico G, com ganho de 71% de óleo recuperado.

Arenitos Açú e Botucatu foram usados em ensaios de recuperação avançada de petróleo por Paulino (2007) com sistema microemulsionado. A composição da microemulsão foi de 25% água, 5% querosene, 46,7% de n-butanol (cotensoativo) e 23,3% de tensoativo BS ou SCO, os quais são aniônicos. O Botucatu apresentou maiores porosidades e permeabilidades e a microemulsão com o BS obteve maior eficiência de deslocamento (26,9%).

Albuquerque (2008) também avaliou a eficiência de diferentes sistemas microemulsionados no deslocamento de óleos em testemunhos das formações Açú e Botucatu. O estudo concluiu que o arenito Botucatu é o mais indicado para ensaios de recuperação avançada, pois apresenta maiores valores de porosidade e permeabilidade. Também foi constatado que o sistema composto por um tensoativo aniônico de cadeia curta, álcool isoamílico, óleo de pinho e água destilada apresentou melhor eficiência em deslocamento de óleo (81,18%).

Santos (2009) estudou a injeção de soluções micelares de tensoativos comerciais e sintetizados em laboratório. A formação Botucatu da Bacia do Paraná foi usada para simular os reservatórios de petróleo. Os resultados mostraram que todas as soluções micelares foram capazes de recuperar o óleo, e que o tensoativo aniônico SB, em solução aquosa de KCl (2%) apresentou maior fator de recuperação.

Santanna *et al.* (2013) analisaram a recuperação de petróleo pelo uso de microemulsão de tensoativo aniônico comercial, álcool isoamílico (cotensoativo), óleo de pinho e água destilada. A formação usada foi o arenito Botucatu e o petróleo tinha viscosidade de 9 cP. O volume de óleo deslocado pelo uso da microemulsão (32 cP) correspondeu a 75% do total deslocável. Quando a recuperação convencional foi aplicada (solução salina de KCl 2,0%, 1 cP), sua máxima eficiência de deslocamento do petróleo foi de 41% e o da avançada com a microemulsão foi de 21,5%.

A influência da inversão de molhabilidade para recuperação de petróleo em rocha carbonáceas foi analisada no trabalho de Castro Dantas *et al.* (2014), os quais utilizaram microemulsões. Os autores utilizaram três tensoativos: CTAB, SDS e UNT90. O CTAB (catiônico) apresentou um potencial de inversão mais elevado de molhabilidade quando comparado com os outros agentes tensoativos. Os fatores de recuperação para cada microemulsão foram: 76,92% para CTAB; 67,42% para SDS, e 66,30% para UNT90.

Santos (2015) estudou o deslocamento do petróleo, avaliando o efeito das soluções de polímeros, tensoativo e EDTA em solução aquosa de KCl (2%) e CaCl<sub>2</sub> (0,2%), em meio poroso, visando o aumento na recuperação de petróleo. Foi mostrado que a associação do EDTA com o SB foi favorável, pois o EDTA ao quelatizar o cálcio presente na água conata do reservatório melhorou a atuação do SB na recuperação. Outra conclusão foi que o uso conjunto de polímeros e tensoativo promove um melhoramento no processo de recuperação avançada do petróleo.

Firmino (2016) aplicou diferentes tipos de sistemas microemulsionados (com tensoativos iônicos e não-iônico) em reservatórios de arenito Botucatu para avaliar as suas influências na molhabilidade e na recuperação avançada de petróleo. A autora mostrou que a rocha, inicialmente molhável ao óleo, após tratamento com os sistemas microemulsionados, teve sua molhabilidade modificada para molhabilidade mista, adquirindo preferência pela água. Os melhores resultados de recuperação foram com

sistemas aniônicos, que atingiram um percentual de 80% no fator de recuperação (convencional mais avançada).

## 2.4 – Rochas-reservatórios

As reservas de petróleo ocorrem em reservatórios formados por rochas sedimentares, principalmente em arenitos e calcários. Porém, outros tipos de rochas podem apresentar porosidade suficiente para serem importantes como reservatórios (Rosa, 2011).

### 2.4.1 – Arenito

É o mais frequente tipo de rocha-reservatório encontrado no mundo. A porosidade dos arenitos pode ser de dois tipos: intergranular e por fraturas. A porosidade intergranular é decorrente do espaço vazio remanescente depois que a porosidade inicial foi reduzida pela cimentação (Rosa, 2011). A porosidade inicial depende do grau de seleção dos grãos de areia. Se os mesmos forem arredondados e tiverem o mesmo tamanho, a porosidade será alta (de 35 a 40%). Se as dimensões forem variadas a porosidade terá valores inferiores (cerca de 30% ou menos).

Os fatores que afetam a força de arenitos foram pesquisados extensivamente por Fattahpour *et al.* (2014) e, segundo eles, os principais são:

- Teor de aglomerante: seu aumento tem o efeito de elevar a resistência de arenito;
- Empacotamento de grãos: a força de arenitos também pode ser influenciada pelo empacotamento de partículas, que é geralmente avaliado em termos da proximidade e densidade de empacotamento. Alta densidade de empacotamento pode levar a uma alta força e geralmente resulta em menor porosidade;
- Contato de grão: normalmente, amostras densamente empacotadas com grãos interligados e contatos côncavo-convexos e suturados apresentam altas resistências (superiores a 40 MPa), enquanto amostras com contatos flutuantes ou tangentes e pouco suturados têm forças inferiores;
- Tamanho do grão: a maioria das rochas sedimentares, tais como arenito, são compostas de grãos, poros e aglomerante apropriado. Alguns pesquisadores relatam casos em que grãos mais finos resultam em arenitos mais fortes (Fahy & Guccione, 1979, apud Fattahpour *et al.*, 2014) mas para outros casos a relação é inversa (Singh,

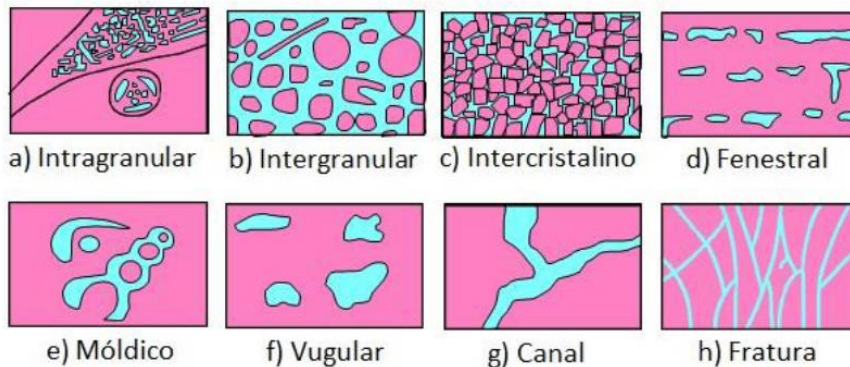
1988, apud Fattahpour *et al.*, 2014). Há também obras, as quais relataram nenhuma relação clara entre tamanho de grãos e força (Bell & Culshaw, 1998; Palchik, 1999 apud Fattahpour *et al.*, 2014).

#### 2.4.2 – Rochas carbonatadas

São os calcários, as dolomitas e aquelas intermediárias entre estes dois. Seus poros podem ser muito maiores que os de arenitos, dando à rocha uma grande permeabilidade. A porosidade de uma rocha carbonatada pode ser primária ou secundária (Rosa, 2011).

A aglomeração pode ocorrer por precipitação de substâncias (carbonato, sílica, óxido de ferro, entre outros) transportadas por água ou pela ação bacteriana gerando carbonato de cálcio. Quando ocorre em quantidades moderadas, o aglomerante previne a produção de grãos de areia no óleo, mas quando sua concentração é elevada, pode ocorrer a obstrução da porosidade e redução da permeabilidade da rocha (Mantovani, 2013). Diversos tipos de poros podem ser encontrados em rochas carbonáticas. A Figura 2.2 apresenta diversos tipos de poros de rochas carbonáticas.

Figura 2.2 – Diferentes tipos de poros (em azul) de rochas carbonáticas.



Fonte: Mantovani, 2013.

#### 2.4.3 – Outras rochas

Outros tipos de rocha podem possuir porosidade suficiente para se tornarem importantes reservatórios. Neste caso, a porosidade é na maioria das vezes decorrente da presença de fraturas (podendo ser também intersticial). Os conglomerados e brechas,

folhelhos fraturados, siltes, arcósios e rochas ígneas ou metamórficas fraturadas são tipos de rochas que podem ser encontrados como rochas-reservatórios (Rosa, 2011).

## **2.5 – Sinterização**

A sinterização é um processo termodinamicamente de não-equilíbrio e irreversível com excesso de energia livre, onde um sistema de partículas (compactado ou agregado de pó) ganha uma estrutura sólida coerente através da redução da área superficial específica. Com isso, ocorre a formação de contornos de grãos e crescimento de pescoços de união interparticular, o que leva normalmente o sistema à densificação e contração volumétrica (Gomes, 1995).

O efeito dos parâmetros de processo no sistema a ser sinterizado, como tamanho de partícula e de grão, temperatura, aplicação de pressão e atmosfera gasosa nos processos de densificação e de coalescência, determinam as características finais do produto (Ferreira, 2012).

A sinterização é influenciada por diversos parâmetros, como autodifusividades e as interdifusividades, a solubilidade mútua e a molhabilidade, entre outros. Segundo Silva Júnior (2008), mediante o tipo de sistema e a fase na qual ocorre a sinterização do sistema, podem-se classificar dois tipos de sinterização:

1. Sinterização em fase sólida;
2. Sinterização em fase líquida.

### **2.5.1 – Sinterização em fase sólida**

Ocorre em temperatura na qual nenhum dos elementos do sistema atinge o ponto de fusão. Neste tipo de sinterização, há o transporte de material por difusão atômica, transporte de vapor e fluxo viscoso, por exemplo. Para promover uma maior força motriz, a sinterização em fase sólida, às vezes, ocorre com adição de elementos reativos que alteram o equilíbrio entre a energia superficial das partículas e a energia de contorno de grão, o que favorece o processo (Silva Júnior, 2008).

### **2.5.2 – Sinterização em fase líquida**

É caracterizada pelo aparecimento de uma fase líquida à determinada temperatura de sinterização. Esse tipo de sinterização pode ocorrer via dois processos diferentes:

quando o líquido permanece presente durante todo o tempo, no qual o compacto está na temperatura de sinterização e quando o líquido é formado durante o aquecimento do compacto à temperatura de sinterização e desaparece por interdifusão durante a sinterização, chamada de sinterização em fase líquida transiente (Silva Júnior, 2008).

## 2.6 – Arenitos sintéticos

Os arenitos sintéticos são obtidos em laboratório para suprir a falta das amostras naturais, as quais são difíceis de serem obtidas e apresentam o inconveniente de serem anisotrópicas, ou seja, apresentam propriedades (mecânicas, térmicas ou magnéticas, por exemplo) distintas quando são analisadas em diferentes direções, o que ocorre por causa de sua forma, propriedades intrínsecas e arranjo espacial dos seus constituintes (Louis *et al.*, 2004).

Várias formas para se obter arenitos sintéticos têm sido utilizadas (Den Brok, 1997; Santos, 2004; Younessi *et al.*, 2013; Fattahpour *et al.*, 2014). No entanto, grande parte dos trabalhos presentes na literatura que aborda o assunto objetiva a obtenção destas rochas sintéticas para a produção de areia. Além disso, são escassas informações das amostras produzidas em laboratório focando seu uso na recuperação avançada de petróleo.

Den Brok *et al.* (1997) prepararam amostras de arenito sintético usando a areia Fontainebleau, uma areia de quartzo quase puro com um tamanho médio de grão de 0,130 milímetros (desvio padrão de 0,050 mm). Os grãos de areia foram misturados com um gel de sílica-potássio de composição eutética (66% de SiO<sub>2</sub> e 34% K<sub>2</sub>O) cujo ponto de fusão é 770°C. A pressão foi aumentada para 40 MPa e a temperatura foi então lentamente aumentada para 800 °C. A massa fundida migrou para os contatos grão-a-grão devido às forças capilares. Estas condições permaneceram por 1 h e então a temperatura foi baixada para 500 °C. Finalmente, o descarregamento foi completado deixando cair lentamente a pressão e a temperatura para valores ambiente. Os arenitos sintéticos continham fração volumétrica de 3 e 5% de aglomerante. As comparações em termos de microestrutura, as propriedades mecânicas (força e módulos de elasticidade) e o comportamento mecânico (quebradiços ou dúctil) revelaram similaridade com arenitos naturais.

Saidi *et al.* (2003) prepararam amostras de rochas sintéticas em que o tamanho do grão e teor de aglomerante foram variados de forma independente. Os arenitos sintéticos foram preparados com várias proporções de areia, cimento portland e água, os quais foram misturados e colocados em um molde, no qual a cura foi realizada sem pressão para assegurar que o material final ficasse mal consolidado. Todas as amostras exibiram elasticidade não-linear, isto é, o Módulo de Young aumentou com a tensão e foi verificado que a resistência à compressão uniaxial aumentou com o aumento teor de cimento.

Em 2004, Santos utilizou arenito sintético composto de areia, cimento Portland Cauê Uso Geral CII-E-32 (cimento silicoso) e água para análises de produção de areia, comparando os resultados com os do arenito Rio Bonito. A razão cimento/areia em peso para confeccionar os corpos de prova foi igual a 1:3. A preparação e a moldagem dos corpos de prova seguiram a norma NBR-7215 da ABNT. Notou-se que a porosidade média do arenito sintético (média de 22,25% no intervalo de 18,0 a 24,5%) é maior que a do Rio Bonito (média de 19,63% no intervalo de 17,0 a 21,7%). Os resultados atenderam aos critérios de resistência preestabelecidos no projeto (10,0 Mpa) sendo verificada a resistência média de 9,3 MPa para estes corpos de prova.

Younessi *et al.* (2013) também produziram arenitos sintéticos para análises de produção de areia, os quais eram compostos basicamente por areia, cimento e água. Os grãos de areia são 99,6% de sílica e foi usado cimento Portland. As razões de massa água-cimento e areia-cimento foram de 1,25 e 10, respectivamente. O cimento não era forte o suficiente para unir as partículas na fase inicial de cura. Assim, as amostras foram deixadas nos moldes durante três dias (elas perdiam a sua integridade se fossem retiradas dos moldes em menor tempo). Então, as amostras foram submersas em água e curam-se durante 18 dias. Depois disso, foram secas em estufa a 60° C durante 2 dias para sua obtenção final.

Fattahpour *et al.* (2014) variaram o tamanho e forma de grão de areia, teor de cimento (12 a 30% cimento/massa seca total) e pressão de compactação no processo de obtenção do arenito sintético. As amostras sintéticas foram preparadas misturando a areia com cimento Portland tipo II e água. Foi demonstrado que existe uma relação direta entre a resistência à compressão e o teor de cimento, e inversa entre esta resistência e a porosidade. As amostras feitas com grãos angulares apresentaram

maiores resistências à compressão em comparação com aquelas que foram feitas por grãos arredondados.

## 2.7 – Argila cerâmica

O termo argila é empregado para designar um material inorgânico natural, de aspecto terroso e de comportamento plástico quando é adicionada uma determinada quantidade de água. Do ponto de vista sedimentológico e granulométrico, a fração argila corresponde ao conjunto de partículas inferiores a 1 ou 2  $\mu\text{m}$  (Gomes, 1986). A granulometria é uma das características mais importantes dos minerais argilosos e que governa muitas das suas propriedades. Cada argila tem uma granulometria própria, dependendo do solo, das dimensões das partículas e de outros materiais procedentes da rocha mãe durante o processo de sedimentação (Santos, 2013).

Todas as argilas são constituídas por partículas cristalinas de um número restrito de minerais conhecidos como “argilominerais”, que são a mistura de substâncias minerais resultantes da desagregação do feldspato das rochas ígneas, por ação de água e gás carbônico (Verçoza, 1987). Uma argila pode ser constituída por um ou mais argilominerais, como: calcita, dolomita, gipsita, quartzo, pirita, entre outros, além de matéria orgânica e outras impurezas (Santos, 2013).

As argilas podem ser classificadas como fusíveis e infusíveis de acordo com o ponto de fusão. As fusíveis são as mais importantes e são aquelas que se deformam e vitrificam a temperaturas inferiores a 1200 °C. Podem-se destacar os seguintes tipos: as figulinas (de cor cinza-azulado), as quais são usadas na fabricação de telhas e tijolos; os grês (cor cinza-esverdeado), que apresentam alta percentagem de mica e são usados na produção de material sanitário ordinário; as não-plásticas (calcárias), que são empregadas na produção de cimento, e o barro (argila ferruginosa amarelo-avermelhada), também usado no processo fabril de tijolos e telhas (Araújo, 2008).

Quanto a sua plasticidade, as argilas podem ser subdivididas em plásticas e não-plásticas. A diferença está na quantidade de material argiloso: As argilas plásticas são ricas em material argiloso e apresentam alta plasticidade, com maior deformação durante o cozimento; as não-plásticas são pobre em materiais argilosos (Araújo, 2008).

A maioria das aplicações da argila se situa no domínio das cerâmicas. Apesar de antes da queima a argila poder ser trabalhada com facilidade, após a queima, a mesma apresenta forma resistente (Gomes, 1986).

## **2.8 – Análises de DRX**

A técnica de Difração de Raios – X (DRX) é um método analítico preciso e eficiente que tem por objetivo determinar estruturas cristalinas e amorfas. Mais especificamente, o DRX é empregado na visualização direta de imperfeições em planos atômicos, na quantificação em tempo real da dinâmica de fenômenos de transformação de fases, crescimento de cristais, geração de defeitos na estrutura cristalina, processos e mecanismos de precipitação e difusão, dentre outros (Passos, 2012).

## **2.9 – Análises de FRX**

A espectrometria de fluorescência de raios X (FRX) pode ser usada para analisar amostras sólidas, líquidas e gasosas, detectando praticamente todos os elementos da tabela periódica (do Boro ao Urânio) em tempos que duram no máximo alguns minutos.

A técnica resume-se basicamente na exposição de uma amostra à radiação X, que ocasiona aos átomos da mesma uma excitação e conseqüente emissão de raios X secundários (fluorescentes) com características específicas do elemento com que foram gerados. Desta forma, as análises por este método dependem fundamentalmente de padrões de referência adotados e da representatividade, repetibilidade e eliminação de interferentes do processo de preparação de amostras (Coelho, 2001).

---

## **CAPÍTULO 3 – METODOLOGIA**

---

### 3. Materiais e métodos

Esta seção apresenta de maneira sucinta os materiais e técnicas que foram utilizados no trabalho proposto.

#### 3.1 – Materiais

Os materiais utilizados foram:

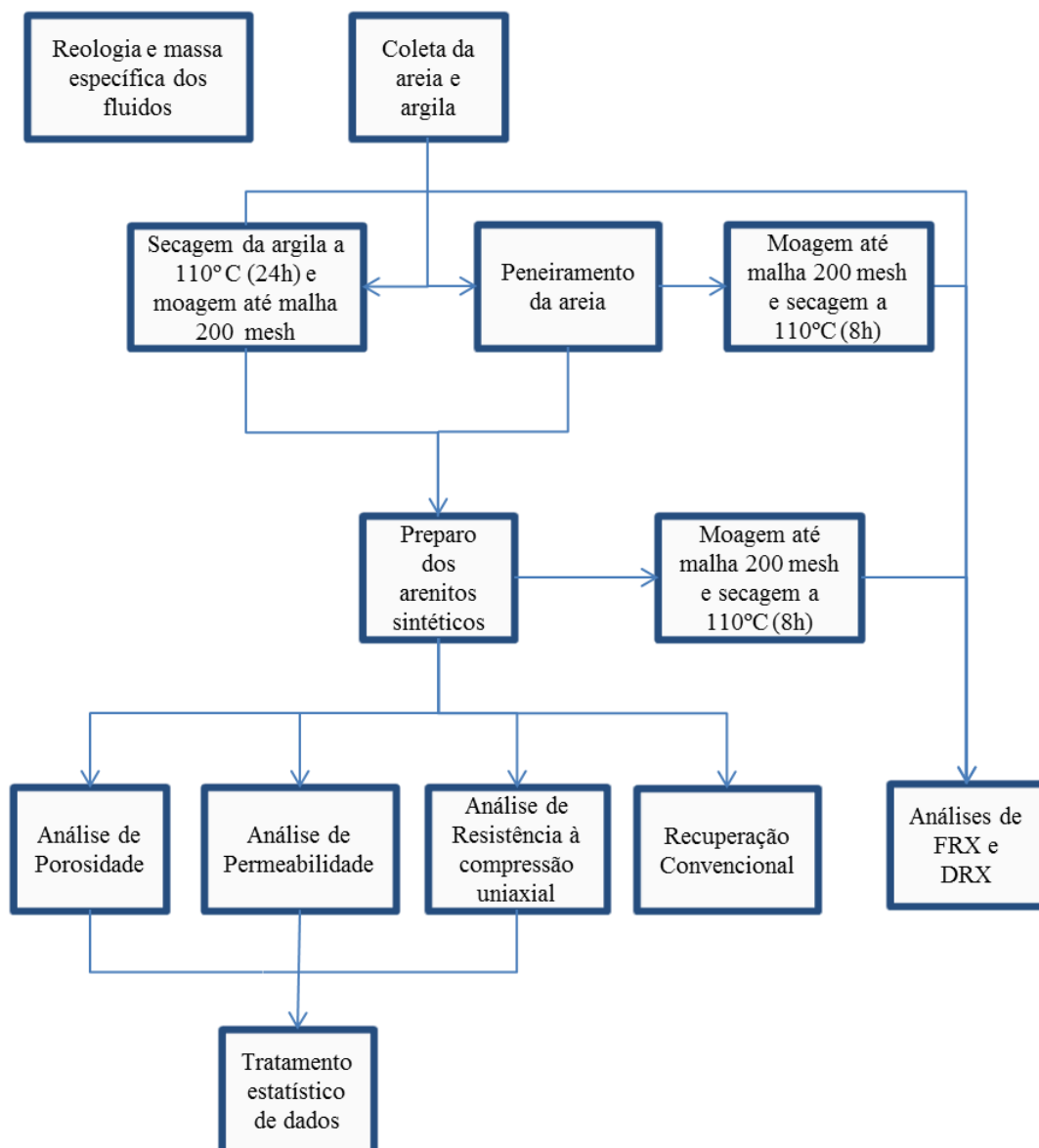
- Peneiras da série Tyler de mesh com intervalo de 35 a 200;
- Agitador de peneiras, da marca Bertel;
- Areia da praia da Redinha, em Natal/RN;
- Argila coletada na empresa “Cerâmica Canaã”, em Lagoa de Velhos/RN;
- Máquina universal para ensaios mecânicos AG-I 100 kN, da marca Shimadzu;
- Densímetro DDM 2911, da marca Rudolph Research Analytical;
- Mufla EDG 1800;
- Estufa de secagem e esterilização TE – 393/1, da marca Tecnal;
- Paquímetro;
- Moinho de bolas;
- Almofariz;
- Pistilo;
- Micropipeta Digipet 100 – 1000 µL;
- Balança Analítica AUW220D, da marca Shimadzu;
- Porosímetro;
- Cella de acrílico e aço inox;
- Bomba de injeção;
- *Holder* do sistema de ensaios de permeabilidade e recuperação de petróleo;
- Difratorômetro de raios X MiniFlex II – Desktop X-ray Diffractometer, da marca Rigaku;
- Espectrômetro de raios X EDX-720 Energy Dispersive X-ray Spectrometer, da Shimadzu;
- Centrífuga Quimis Q – 222T28;
- Espectrofotômetro de UV-Visível 50 Conc;

- Reômetro Brookfield Viscometer – Brookfield Engineering Labs, integrado a um banho termostatzado e a um computador;
- Petróleo bruto coletado no campo da Fazenda Belém, gentilmente cedido pela Petrobras RN/ CE;
- Querosene, da marca Líder.

### 3.2 – Procedimento experimental

As etapas envolvidas na elaboração deste trabalho estão na Figura 3.1 e são descritas a seguir.

Figura 3.1 – Procedimento experimental.



Fonte: o Autor.

### 3.2.1 – Análise granulométrica da areia

As análises foram realizadas em conformidade com a norma NBR NM-ISO 2395, a qual regulamenta as peneiras e ensaios de peneiramento.

A areia oriunda da praia da Redinha (Natal/RN) passou pelas peneiras de 35 a 200 mesh para se obter o gráfico da sua distribuição granulométrica. Para isto, foram colocados cerca de 50g da areia sob agitação, durante 10 minutos. A Tabela 01 mostra o tamanho da abertura das peneiras da Série de Tyler.

Tabela 01 – Peneiras da série Tyler.

<b>Equivalente da Série Tyler (mesh)</b>	<b>Abertura (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
35	425
48	300
65	212
100	150
150	106
200	75

Fonte: o Autor.

A Tabela 02 apresenta os diâmetros médios das partículas, os quais são as médias das aberturas apresentadas na Tabela 01.

Tabela 02 – Distribuição do diâmetro médio de partículas retidas nas peneiras da série Tyler.

<b>Intervalo de diâmetro (mesh)</b>	<b>Diâmetro médio das partículas (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
- 35 + 48	362,5
- 48 + 65	256,0
- 65 + 100	181,0
- 100 + 150	128,0
- 150 + 200	90,5

Fonte: o Autor.

### 3.2.2 – Análises química e mineralógica

Para a realização destas análises, as amostras de areia e argila foram moídas em almofariz (com pistilo) até diâmetro inferior a 75  $\mu\text{m}$  (-200 mesh). Em seguida, foram aquecidas a 110°C durante 8 horas, para remoção da umidade.

Para as análises químicas de Fluorescência de Raio X (FRX), foi usado o espectrômetro EDX-720 Energy Dispersive X-ray Spectrometer.

Nas análises mineralógicas (Difração de Raio X), foi usado o difratômetro MiniFlex II – Desktop X-ray Diffractometer. A análise foi feita a uma taxa de 2 graus por minuto, passo de 0,02 e ângulos de varredura de 5 a 60° (Cardoso & Balaban, 2015).

### **3.2.3 – Análises reológicas e de massa específica**

As análises reológicas da água destilada e da solução salina (KCl 2,0% e CaCl<sub>2</sub> 0,2%) foram realizadas a 25 °C, e as das amostras de petróleo diluído em querosene a 25, 35, 45 e 55 °C. Estas análises foram feitas no reômetro Brookfield Viscometer.

As diluições do petróleo foram: 400, 500 e 600 g/L (gramas de óleo por litro de querosene). Esta diluição foi realizada devido ao fato do óleo bruto ser pesado (°API de 14,97, o que dificultaria seu uso nos ensaios de recuperação de petróleo) e com no intuito de simular um óleo em condições de reservatório, que se encontraria a temperaturas mais elevadas, condições essas, similares às diluições.

A massa específica da água destilada e solução salina foram medidas no densímetro DDM 2911 e a das soluções de petróleo foram feitas com picnômetro a 25,0 °C a 1 atm.

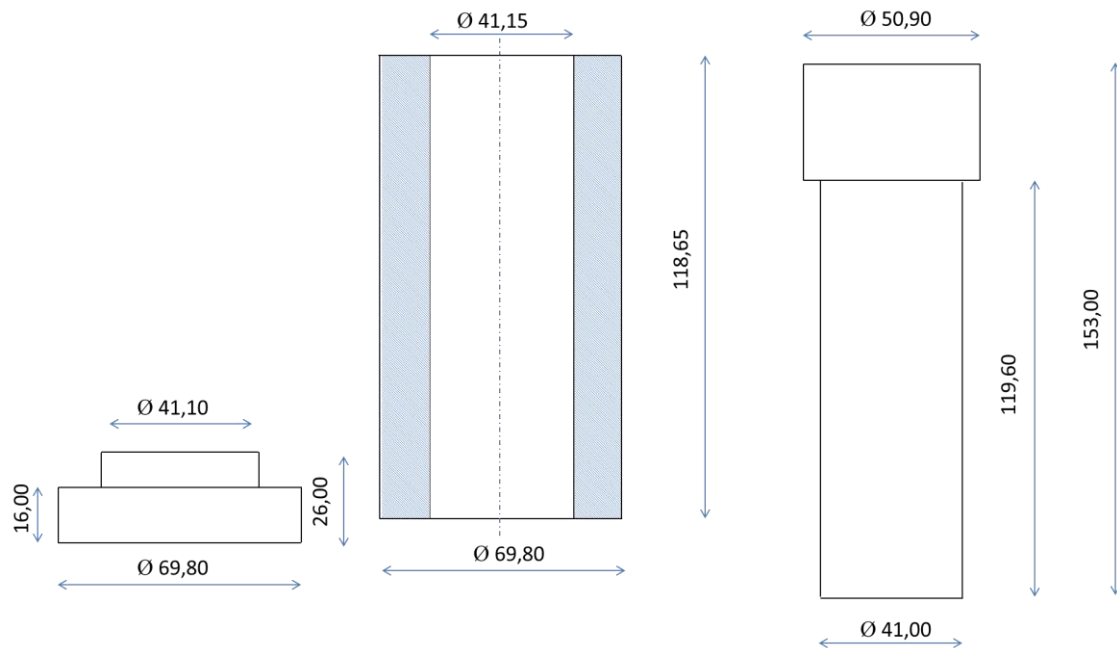
### **3.2.4 – Preparo dos arenitos sintéticos**

As amostras de arenito sintético foram preparadas com a areia da praia e argila cerâmica. Foram variados os teores da argila, pressão de compactação e temperatura de sinterização:

1. A argila foi coletada na empresa “Cerâmica Canaã”, em Lagoa de Velhos/RN. Dela foram retiradas as impurezas (raízes) e a mesma foi seca a 110° C por 24 h em estufa. Logo após, foi moída em moinho de bolas por 1h e peneirada com peneira de 200 mesh. No preparo dos arenitos sintéticos, seu teor assumiu os valores de 20, 25, 30, 35 e 40 % em massa;
2. O tamanho médio escolhido para os grãos de areia foi de 181,0 µm (no intervalo de 150 a 212 µm, - 65 + 100 mesh), pois assim haveria maior similaridade com o do arenito Berea (mais usado em todo o mundo) e que é em média 170 µm e varia no intervalo de 120 a 220 µm (Rutter & Glover, 2012);

3. A argila e a areia foram misturadas (massa total de 60,0 g) com espátula por 5 minutos e à mistura foram adicionados 4,0 ou 4,2 mL de água (4,0 mL para concentração de argila de 20, 25 e 30% e 4,2 mL para os demais casos), o que foi seguido por mais 5 minutos de homogeneização. Esta mistura foi colocada no molde (Figura 3.2) para sua compactação, cujas pressões foram de 100, 150 e 200 kgf/cm<sup>2</sup>. Após a compactação, as amostras foram retiradas do molde e secas a 115°C por 24 horas em estufa;

Figura 3.2 – Molde usado na compactação das amostras (escala em mm).



Fonte: o Autor.

4. Por fim, as amostras foram sinterizadas em mufla com taxa de aquecimento de 10°C/min, em temperaturas que assumiram valores de 850, 900 e 950 °C, durante 3 horas. Todos os ensaios se encontram na Tabela 03.

Tabela 03 – Ensaio dos arenitos sintéticos.

Arenitos Sintéticos (AS)	Concentração da argila (%)	Pressão de compressão (kgf/cm <sup>2</sup> )	Temperatura de sinterização (°C)
1	20	100	850
2	25	100	850
3	30	100	850
4	35	100	850
5	40	100	850
6	20	200	850
7	25	200	850
8	30	200	850
9	35	200	850
10	40	200	850
11	20	100	950
12	25	100	950
13	30	100	950
14	35	100	950
15	40	100	950
16	20	200	950
17	25	200	950
18	30	200	950
19	35	200	950
20	40	200	950
21 a	30	150	900
21 b	30	150	900
21 c	30	150	900

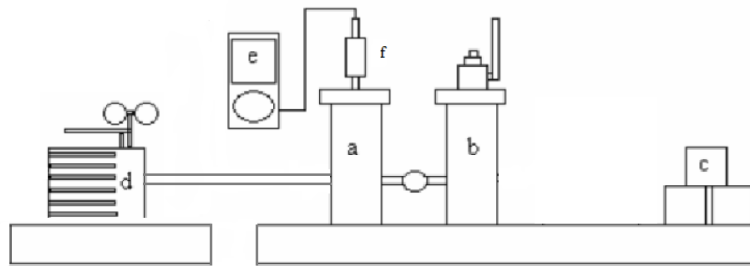
Fonte: o Autor.

### 3.2.5 – Porosidade

Na análise de porosidade, foi feita a curva de calibração de pressão *versus* volume vazio no porosímetro, com o uso de cilindros metálicos com dimensões conhecidas. Isto é feito a princípio com o porosímetro (Figura 3.3) vazio à pressão de 2,100 bar e, logo após, com um, dois e três cilindros de metal.

Em seguida, foram introduzidos os arenitos sintéticos (um de cada vez) para que, com a pressão do sistema, pudesse ser determinado seu volume de vazios, possibilitando o cálculo de sua porosidade. Todas as dimensões foram medidas com paquímetro.

Figura 3.3 – Esquema do porosímetro. a) célula 1, b) célula 2, c) peças de aço utilizadas como padrões de volumes, d) compressor, e) manômetro, f) transdutor de pressão.

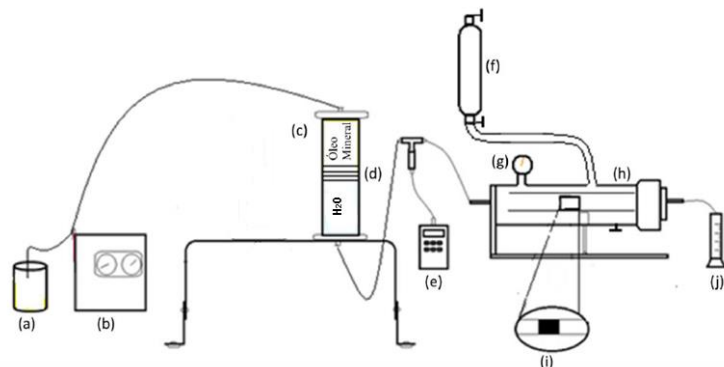


Fonte: Soares, 2012 (modificado).

### 3.2.6 – Permeabilidade

A obtenção da permeabilidade dos arenitos sintéticos à água destilada foi feita através de um experimento utilizando o sistema de injeção de fluidos, que é composto por uma bomba, cuja vazão foi de cerca de 3 mL/min, uma cela de acrílico, um manômetro e o *holder*, no qual o *plug* foi pressurizado por ar comprimido (Figura 3.4).

Figura 3.4 – Sistema para ensaio de permeabilidade, (a) frasco com óleo mineral, (b) bomba de injeção (c) cela de acrílico, (d) êmbolo, (e) manômetro de pressão interna, (f) cilindro de ar comprimido, (g) manômetro da pressão externa, (h) *holder*, (i) arenito sintético, (j) proveta.



Fonte: Santos, 2015 (modificado).

Os arenitos sintéticos foram colocados (um de cada vez) dentro de uma luva de borracha, a qual foi adicionada no *holder* e pressurizada a 2,45 bar. Em cada lado do arenito sintético havia difusores conectados a tubulações para a passagem do fluido. Na conexão que injeta o fluido, um manômetro foi usado para medir a pressão do sistema.

Essas conexões foram acopladas na cela que contém a água destilada a ser injetada na rocha por meio da bomba de injeção (Santos, 2015).

### 3.2.7 – Análise de resistência à compressão uniaxial

As amostras foram analisadas na máquina universal de ensaios mecânicos AG-I 100 kN. Estes ensaios foram realizados à temperatura ambiente (25 °C).

### 3.2.8 – Planejamento fatorial

Com o objetivo de buscar uma matriz de ensaios otimizada, permitindo a avaliação dos efeitos principais e de interação de cada um dos fatores que potencialmente impactam nas propriedades finais dos arenitos sintéticos produzidos, o trabalho em questão adotou a Análise de Variância (ANOVA) com base em um planejamento fatorial simples, do tipo  $2^3$  com triplicata no ponto central, com o auxílio do software *Statistica* 8.0. As variáveis de processo adotadas para análise se encontram na Tabela 04.

Tabela 04 – Planejamento experimental.

Variável de Processo	Nível Superior (+1)	Nível Central (0)	Nível Inferior (-1)
Concentração de argila (% m/m) – C	40	30	20
Pressão de compactação (kgf/cm <sup>2</sup> ) – P	200	150	100
Temperatura de sinterização (°C) – T	950	900	850

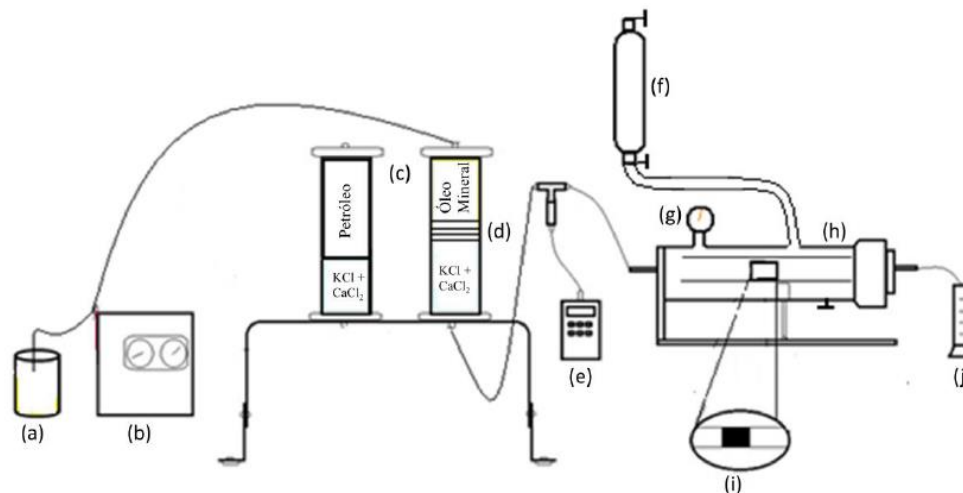
Fonte: o Autor.

As variáveis de resposta adotadas para análise foram porosidade, permeabilidade e resistência à compressão uniaxial.

### 3.2.9 – Recuperações convencionais

Nas recuperações convencionais, foi usado AS 10 com massa de 100 g. O sistema de injeção de fluidos é o mesmo que é utilizado nas análises de permeabilidade. A diferença entre ambos é que em ensaios de recuperação de petróleo, é usada também uma cela de aço inox com petróleo e no lugar da água destilada é usada a solução salina de KCl (2,0%) e CaCl<sub>2</sub> (0,2%). A Figura 3.5 mostra o sistema de injeção da recuperação de petróleo.

Figura 3.5 – Sistema para ensaio de recuperação de petróleo, (a) frasco com óleo mineral, (b) bomba de injeção (c) cela de acrílico, (d) êmbolo, (e) manômetro de pressão interna, (f) cilindro de ar comprimido, (g) manômetro da pressão externa, (h) holder, (i) arenito sintético, (j) proveta.



Fonte: Santos, 2015.

Para a realização da recuperação do petróleo, são adotados os seguintes passos: saturação com solução salina, saturação com óleo e recuperação convencional.

### 3.2.9.1 – Saturação com solução salina

Primeiramente, foi feita a saturação do *plug* com a solução aquosa com KCl (2,0%) e  $\text{CaCl}_2$  (0,2%). O óleo vegetal foi impulsionado pela bomba para a parte superior de uma cela de acrílico que contém a solução salina, a qual seguiu para o *holder*. Esta etapa durou cerca de 100 minutos.

### 3.2.9.2 – Saturação com óleo

Nesta etapa, foi feita a saturação do *plug* com a solução de petróleo por 90 minutos. Para que o óleo vegetal não entrasse em contato com o petróleo, foi usada a outra cela de aço para armazenar este último. A solução salina que sai da cela de acrílico impulsiona o óleo pela parte inferior da cela de aço, fazendo com que o óleo siga para o *holder*.

### **3.2.9.3 – Recuperação convencional**

Com o *plug* saturado de óleo, foi feita a Recuperação Convencional com a solução salina. O óleo recuperado foi coletado em tubos de ensaio, aos quais foram adicionados 2,0 mL de querosene para posterior centrifugação (por 5 minutos), que promove a completa separação entre as fases aquosa e orgânica. Depois disso, foi feita a curva de calibração para cada petróleo diluído em querosene no espectrofotômetro. Dando continuidade, foram medidas as absorvâncias da fase orgânica das amostras centrifugadas e, com isso, foram calculados os percentuais de óleo recuperado.

---

## **CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO**

---

## 4. Resultados e Discussão

Nesta seção são apresentados os resultados e a discussão sobre os mesmos.

### 4.1. Análise granulométrica da areia

Após o peneiramento da areia, as quantidades retidas em cada peneira foram quantificadas pela pesagem e seus valores se encontram na Tabela 05.

Tabela 05 – Distribuição granulométrica da areia.

Equivalente da Série Tyler (mesh)	Diâmetro médio das partículas ( $\mu\text{m}$ )	Fração Retida (%)	Fração Acumulada (%)
- 200 + Cega	37,5	0,00	0,00
- 150 + 200	90,5	0,64	0,64
- 100 + 150	128,0	12,19	12,83
- 65 + 100	181,0	62,41	75,24
- 48 + 65	256,0	24,19	99,43
- 35 + 48	362,5	0,57	100,00

Fonte: o Autor.

Pode-se notar que as quantidades majoritárias se encontram no intervalo de - 48 + 150. O uso de grãos das frações - 35 + 48 e - 150 + 200 torna-se inviável, pois seria necessário peneirar grande quantidade de areia para obter o suficiente para cada *plug* destas frações. Com os dados da Tabela 05, foi calculado o diâmetro médio da areia (Equação 15) e também foi construída a curva da sua distribuição granulométrica (Figura 4.1).

$$Da = \frac{\sum Xi \cdot Di}{\sum Xi} = 193,14 \mu\text{m} \quad (15)$$

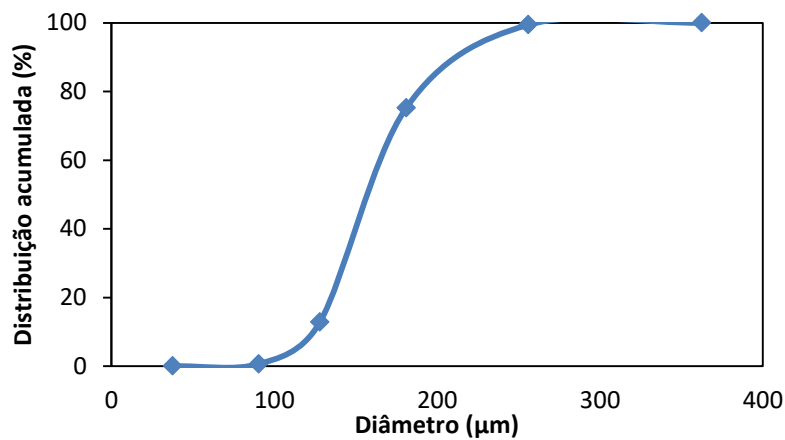
Onde:

Da – Diâmetro médio da areia;

Di – Diâmetro médio da fração i;

$X_i$  – Porcentagem retida da fração  $i$ .

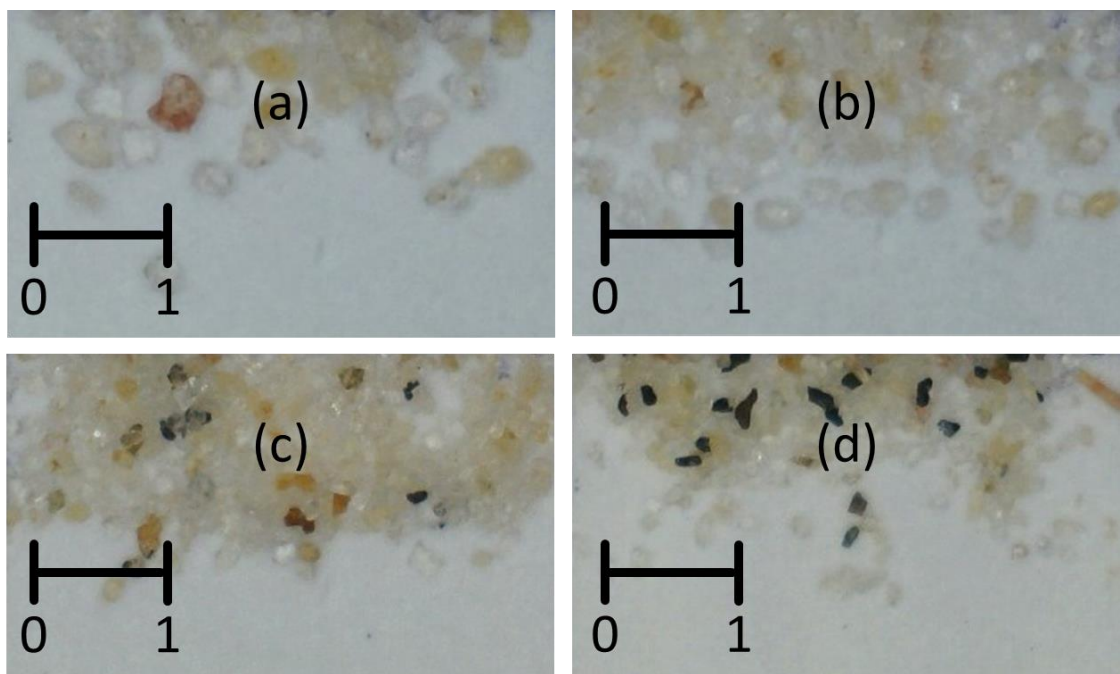
Figura 4.1 – Distribuição granulométrica da areia.



Fonte: o Autor.

A Figura 4.2 mostra as diferentes frações da areia. É possível notar que quanto menor é o grão, mais escura é a fração. Isto indica previamente diferença na composição, o que foi comprovado pelas análises de FRX.

Figura 4.2 – Frações da areia após peneiramento (a) -48+65, (b) -65+100, (c) -100+150, (d) -150+200 com escala em milímetros.



Fonte: o Autor.

## 4.2. Análises química e mineralógica

As análises químicas de FRX revelam a composição em termos de óxidos dos materiais, e a Tabela 06 apresenta estes resultados.

Tabela 06 – Composição em porcentagem dos materiais.

Composição	A <sup>a</sup>	A <sup>b</sup>	A <sup>c</sup>	A <sup>d</sup>	Argila	AS 8	AS 18	Berea
SiO <sub>2</sub>	92,170	91,261	86,320	55,910	47,177	62,567	65,731	75,754
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,985	4,238	4,789	4,959	18,380	12,376	11,808	10,385
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,504	2,199	3,200	8,777	23,731	16,621	14,782	6,455
CaO	0,928	0,697	0,629	1,295	2,027	1,788	1,644	1,412
K <sub>2</sub> O	0,853	1,160	0,845	0,822	2,216	1,901	1,872	2,169
SrO	0,319	0,143	0,162	0,021	0,519	0,544	0,437	-
SO <sub>3</sub>	0,242	-	0,255	0,164	-	0,084	0,110	0,235
TiO <sub>2</sub>	-	0,230	1,502	14,080	1,257	1,064	0,969	1,088
ZnO	-	0,072	0,036	0,018	0,055	0,054	0,056	-
ZrO <sub>2</sub>	-	-	2,207	10,558	0,744	0,827	0,676	1,671
MnO	-	-	0,055	0,310	0,273	0,159	0,163	0,153
BaO	-	-	-	-	0,394	-	-	-
MgO	-	-	-	-	2,861	1,660	1,445	0,620
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	0,065	0,061	0,063	0,058
Outros	-	-	-	-	0,301	0,294	0,244	-

A<sup>a</sup> – Areia -48+65; A<sup>b</sup> – Areia -65+100; A<sup>c</sup> – Areia -100+150; A<sup>d</sup> – Areia -150+200

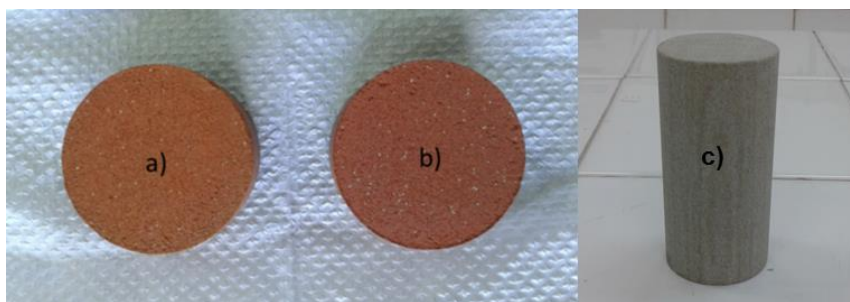
Fonte: o Autor.

Observa-se que quanto maior o grão da areia, maior a concentração de SiO<sub>2</sub>, e há maior similaridade entre as composições das duas frações de maiores grãos. Por causa disto, por estar em maior quantidade e por ter tamanho próximo ao do grão do Berea, a fração -65+100 foi escolhida para os ensaios de sinterização do arenito sintético. Os óxidos ZrO<sub>2</sub> e TiO<sub>2</sub> têm maior concentração nas frações de grãos menores, cuja coloração preta deve-se à presença do rutilo (TiO<sub>2</sub>), que tem forma bipiramidal ditetragonal apresentando coloração de vermelho a preto e brilho metálico, e da ilmenita (FeTiO<sub>3</sub>), que possui forma trigonal romboédrica com cor preta e brilho submetálico (Aquino, 2010).

A composição química da argila mostra grande concentração de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Sua alta concentração de fundente óxido de ferro (23,731%) somado aos demais fundentes ( $\text{MgO}$  e  $\text{K}_2\text{O}$ ) totaliza 28,808%, que justifica a sinterização a baixas temperaturas de 850 a 950°C e contribui para reduzir a absorção de água e aumentar a resistência do arenito sintético (Santos, 2013).

Os arenitos sintéticos 8 e 18 foram preparados com as mesmas concentrações de areia (70%) e argila (30%) e pressão de compactação ( $200 \text{ kgf/cm}^2$ ), porém em temperaturas diferentes (850 e 950°C, respectivamente). Conseqüentemente, suas composições são muito semelhantes em termos de óxidos, mas diferem na coloração e mineralogia, como mostram as análises de DRX. Como a concentração de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  no arenito Berea é bem inferior aos dos arenitos sintéticos, sua coloração é cinza, e não marrom ou avermelhada, como nos arenitos sintéticos (Figura 4.3).

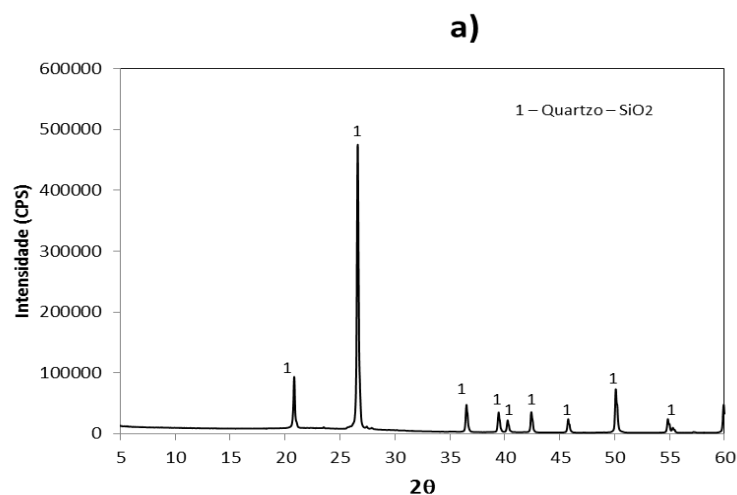
Figura 4.3 – Arenitos a) AS 8; b) AS 18; c) Berea.

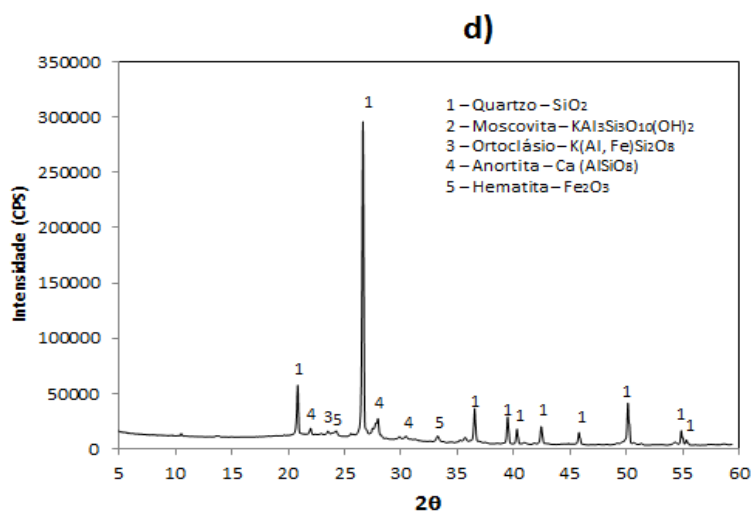
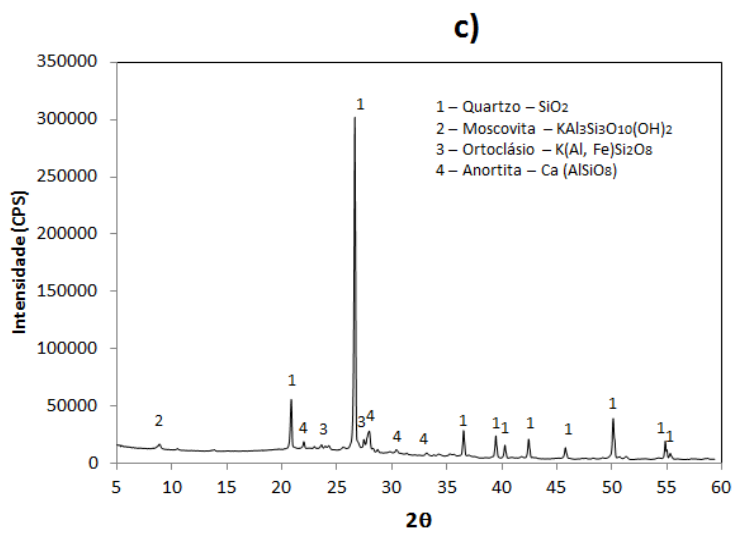
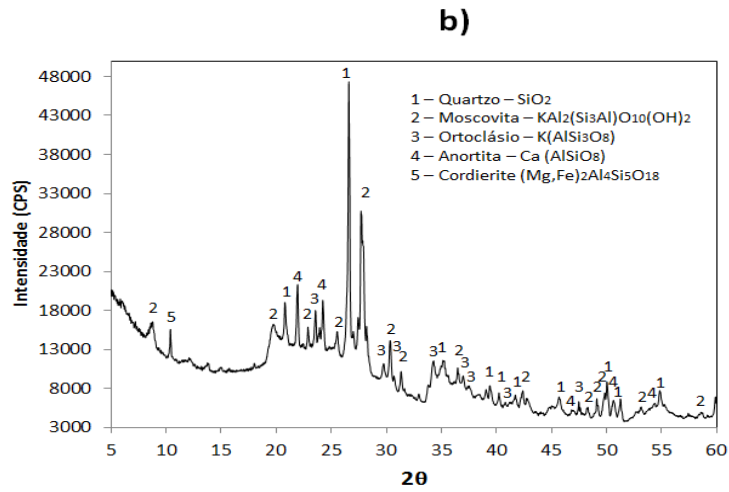


Fonte: o Autor.

Os difratogramas das análises de DRX apresentam a mineralogia dos materiais e são mostrados na Figura 4.4.

Figura 4.4 – Difratogramas a) areia -65+100; b) argila; c) AS 8; d) AS 18.





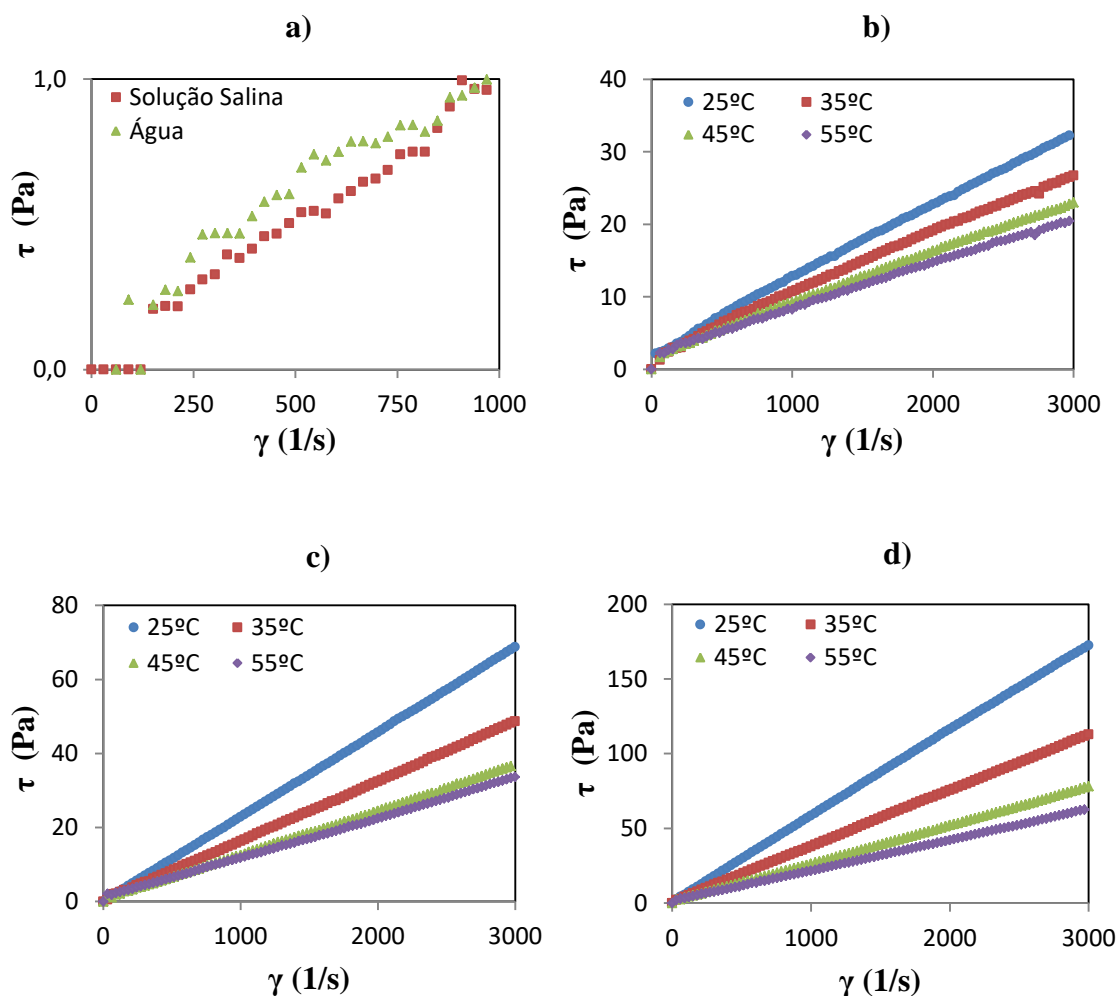
Fonte: o Autor.

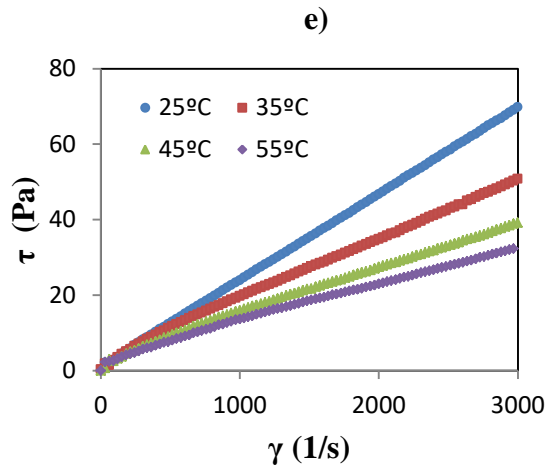
Na areia, a composição é basicamente de quartzo e impurezas em pequenas quantidades. Na argila, o alto teor de óxido de silício deve-se à presença do quartzo ( $\text{SiO}_2$ ). A presença da cordierite justifica a concentração de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , a da anortita a de  $\text{CaO}$  e as de moscovita e ortoclásio as de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{K}_2\text{O}$ . Nos arenitos sintéticos, pode-se notar grande semelhança entre os difratogramas. No entanto, no arenito 18, observa-se também a formação da hematita, a qual é formada a altas temperaturas (Santos, 2013) e garante uma coloração mais avermelhada às amostras sinterizadas a  $950^\circ\text{C}$ .

### 4.3 – Análises reológicas e de massa específica

Os comportamentos reológicos dos fluidos usados nos ensaios de permeabilidade e recuperação avançada são apresentados na Figura 4.5.

Figura 4.5 – Comportamentos reológicos a) da solução salina e água a  $25^\circ\text{C}$ , b) óleo 1 – 400g/L, c) óleo 2 – 500g/L, d) óleo 3 – óleo 600 g/L, e) óleo 4 – óleo 500 g/L.





Fonte: o Autor.

Observa-se que todos os gráficos da Figura 4.5 apresentam comportamentos lineares da tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação. Como as retas partem da origem dos gráficos, pode-se dizer que os fluidos analisados são newtonianos.

As curvas na Figura 4.5a indicam grande similaridade nos valores de viscosidade das soluções devido à proximidade entre as mesmas.

Em relação ao comportamento reológico dos óleos, verifica-se que quanto maior a concentração de óleo cru na solução, maior o nível de tensão de cisalhamento atingido (para os mesmos valores de taxa de deformação), indicando maior viscosidade. O aumento da temperatura reduz este nível, representando redução da viscosidade e isto ocorre porque em temperaturas mais elevadas as forças de coesão entre as moléculas dos fluidos líquidos são reduzidas, facilitando seu escoamento. A Tabela 07 mostra as viscosidades e massas específicas destas soluções.

Tabela 07 – Propriedades dos fluidos.

Solução	Viscosidades (cP)				Massa específica (g/L) 25 °C	°API
	25 °C	35 °C	45 °C	55 °C		
Solução salina	1,0	-	-	-	1,0126	-
Água destilada	1,2	-	-	-	0,9982	-
Óleo 1 (400g/L)	11,2	9,3	8,0	7,2	0,8561	33,5
Óleo 2 (500g/L)	22,9	16,2	12,3	11,2	0,8730	30,3
Óleo 3 (600g/L)	57,8	37,7	26,0	21,1	0,8932	26,9
Óleo 4 (500g/L)	23,4	17,3	13,5	11,3	0,8748	30,0

Fonte: o Autor.

Observando os valores de viscosidade absoluta apresentados, percebe-se que a solução salina apresenta valor inferior aos das soluções de petróleo. Quanto maior a diferença entre as viscosidades dos fluidos injetados nas recuperações e o óleo, maior a tendência de haver caminhos preferenciais, não varrendo todo o reservatório.

No que diz respeito à classificação, o óleo 1 é leve, pois seu °API é maior que 31. Já os óleos 2, 3 e 4 são médios, pois os mesmos apresentam °API maior que 22 e menor que 31.

#### 4.4 – Porosidade, permeabilidade e resistência à compressão uniaxial

A Figura 4.6 mostra os arenitos sintéticos (do AS 1 ao AS 20) após a sinterização.

Figura 4.6 – Arenitos sintéticos.



Fonte: o Autor.

As dimensões e os resultados de porosidades, permeabilidades e resistência à compressão uniaxial de todos os arenitos sintéticos são mostrados na Tabela 08.

Tabela 08 – Dimensões, porosidades, permeabilidades e resistências à compressão uniaxial de todos os arenitos sintéticos.

<b>Arenitos Sintéticos (AS)</b>	<b>C<sup>a</sup> (%)</b>	<b>P<sup>b</sup> (kgf/cm<sup>2</sup>)</b>	<b>T<sup>c</sup> (°C)</b>	<b>D (cm)</b>	<b>H (cm)</b>	<b>Φ (%)</b>	<b>k (mD)</b>	<b>RC<sup>d</sup> (MPa)</b>
1	20	100	850	4,150	2,580	61,300	21,955	2,339
2	25	100	850	4,150	2,475	59,658	16,006	5,239
3	30	100	850	4,150	2,375	57,959	12,454	12,782
4	35	100	850	4,155	2,280	56,095	7,016	18,302
5	40	100	850	4,150	2,210	54,820	3,895	26,479
6	20	200	850	4,160	2,460	59,607	13,116	4,556
7	25	200	850	4,160	2,355	57,806	11,262	12,538
8	30	200	850	4,160	2,260	56,032	6,893	21,370
9	35	200	850	4,155	2,180	54,309	4,627	32,507
10	40	200	850	4,150	2,135	50,998	2,672	39,212
11	20	100	950	4,160	2,610	61,928	25,139	1,580
12	25	100	950	4,160	2,490	60,093	18,138	5,139
13	30	100	950	4,165	2,360	57,996	13,930	11,401
14	35	100	950	4,160	2,250	55,837	9,216	18,051
15	40	100	950	4,160	2,190	54,627	5,553	22,244
16	20	200	950	4,165	2,455	59,622	14,069	2,742
17	25	200	950	4,165	2,355	57,907	11,922	8,780
18	30	200	950	4,165	2,260	56,138	8,390	16,913
19	35	200	950	4,165	2,185	54,632	5,391	26,048
20	40	200	950	4,160	2,135	51,234	3,873	31,780
21 a	30	150	900	4,160	2,300	56,797	9,668	12,096
21 b	30	150	900	4,160	2,295	56,703	8,997	15,257
21 c	30	150	900	4,160	2,300	56,797	9,794	11,237

C<sup>a</sup> – Concentração de argila; P<sup>b</sup> – pressão de compactação; T<sup>c</sup> – Temperatura de sinterização; RC<sup>d</sup> – Resistência à compressão uniaxial

Fonte: o Autor.

Apesar de serem preparados com massa de 60g, os arenitos com maior concentração de argila, maior pressão de compactação e menor temperatura de sinterização apresentaram menores alturas e estas diferenças no preparo dos arenitos também implicam em diferentes resultados de porosidade, permeabilidade e resistência à compressão.

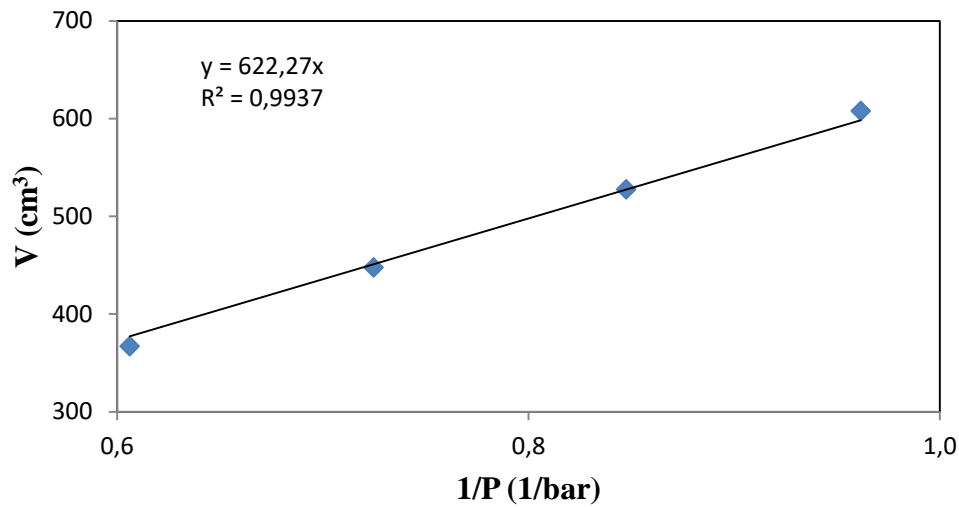
Pode-se notar que o aumento da concentração de argila causa redução na porosidade e permeabilidade. A razão física para isto é encontrada na distribuição de aglomerante (argila) nos contatos entre os grãos. Para baixo teor de argila, esta é encontrada nas áreas de contato de grãos, construindo ligações de aglomerante que, quando sinterizado, endurece e une as partículas de areia. Quando se aumenta a quantidade de argila, o número de ligações e sua extensão aumentam. Em determinado ponto, este aumento promove o envolvimento das partículas e preenchimento dos espaços entre elas, promovendo a redução da porosidade e permeabilidade (Holt *et al.*, 2005).

O aumento da pressão durante o preparo da amostra também promove redução na porosidade e permeabilidade. Isto ocorre porque as partículas ficam mais compactadas a valores mais elevados de pressão, o que está evidenciado nos seus menores valores das alturas, mostrados na Tabela 08.

O aumento da temperatura causa aumento na permeabilidade e, de forma geral, na porosidade. Isto ocorre por haver maior dilatação volumétrica da areia da praia (areia silicosa) em temperaturas mais elevadas (os diâmetros mostrados na Tabela 08 comprovam esta dilatação). A areia silicosa se expande quando exposta a temperaturas da ordem de 500 °C (Soares, 2000) e esta dilatação faz com que mais espaços vazios e permeáveis sejam criados nos arenitos sintéticos.

Para o cálculo da porosidade, foi construída a curva de calibração que está representada na Figura 4.7.

Figura 4.7 – Curva de calibração da porosidade.



Fonte: o Autor.

Com a Equação 16 (obtida pelo ajuste linear) e com as dimensões de cada arenito e cada pressão obtida durante os ensaios, foram determinadas as porosidades de cada amostra.

$$V = nRT \left( \frac{1}{P} \right) = 622,27 \left( \frac{1}{P} \right) \quad (16)$$

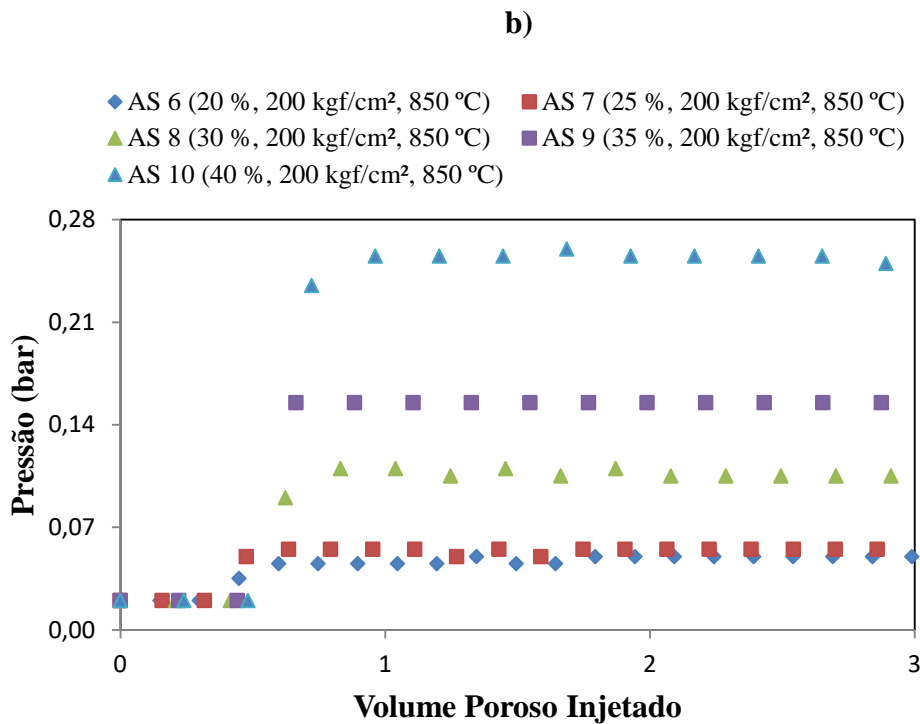
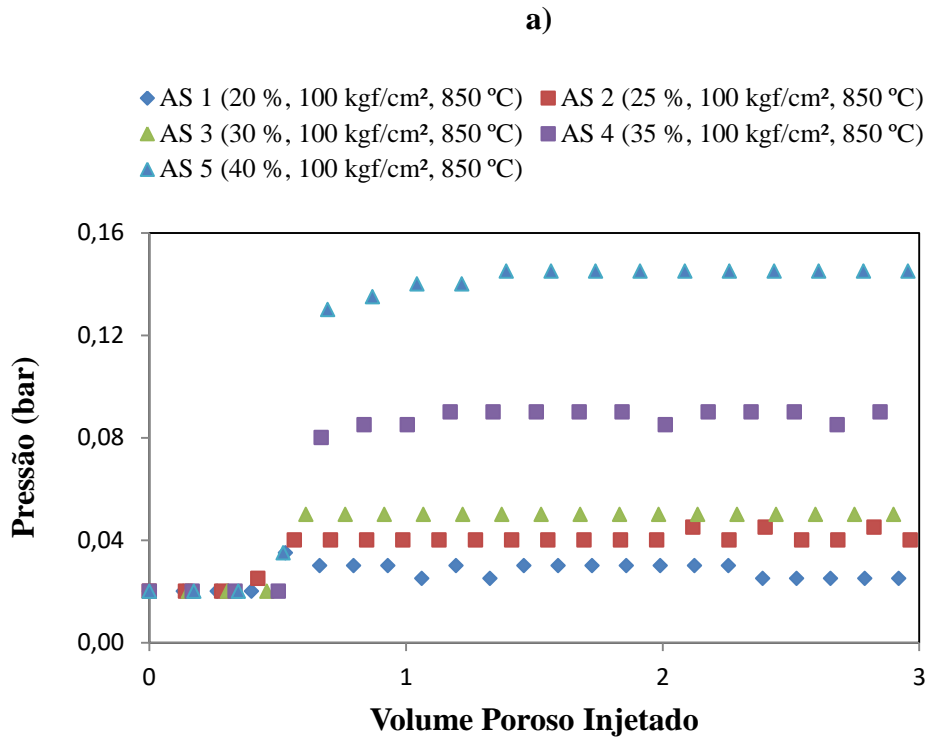
Onde:

V – Volume do sistema;

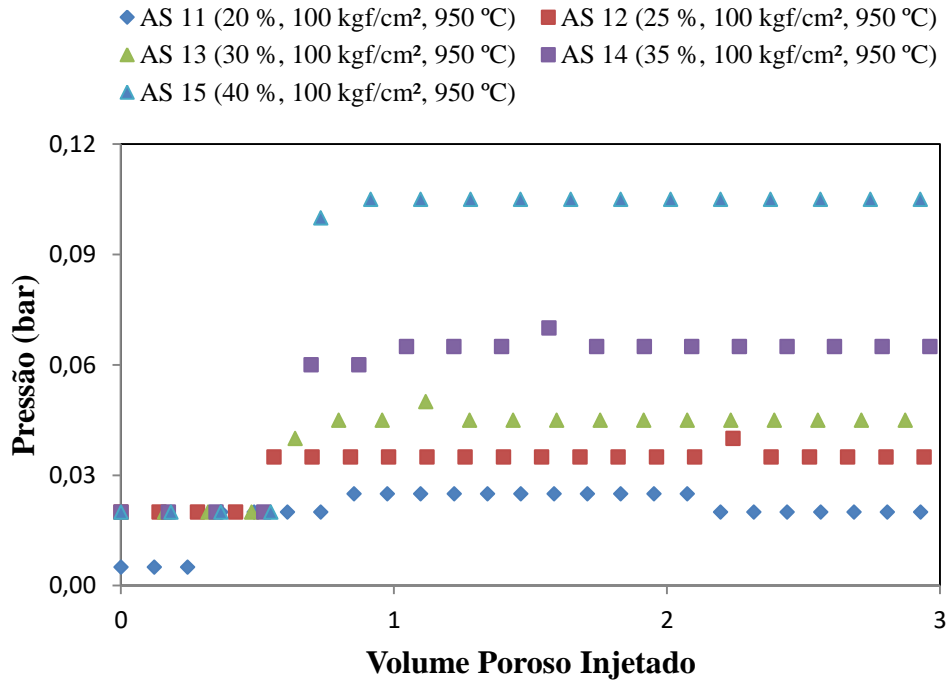
P – Pressão do sistema.

Para a obtenção dos valores das permeabilidades, foi feito o acompanhamento da pressão ao longo da injeção de água destilada nos *plugs*. A Figura 4.8 mostra as curvas das pressões em cada arenito *versus* o volume poroso injetado.

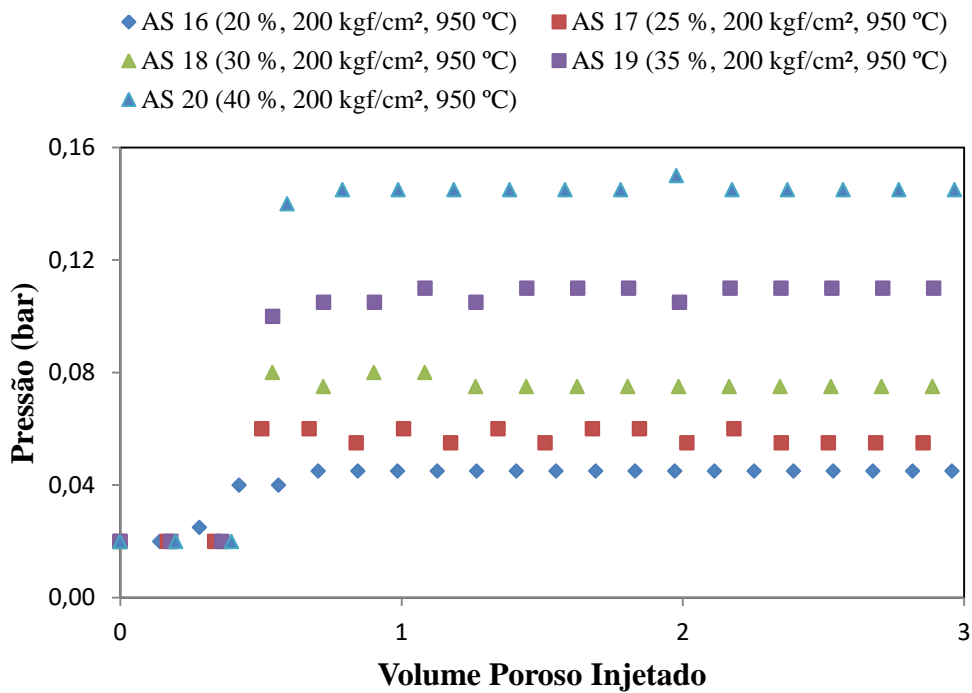
Figura 4.8 – Pressões dos ensaios de permeabilidade dos arenitos sintéticos.

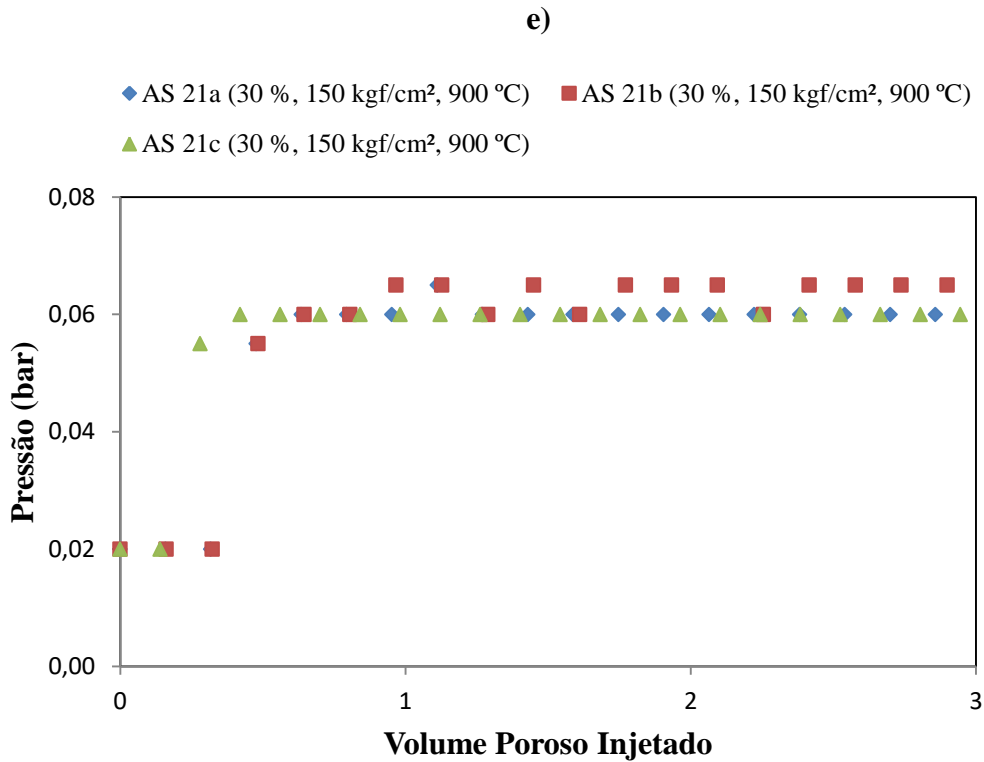


c)



d)



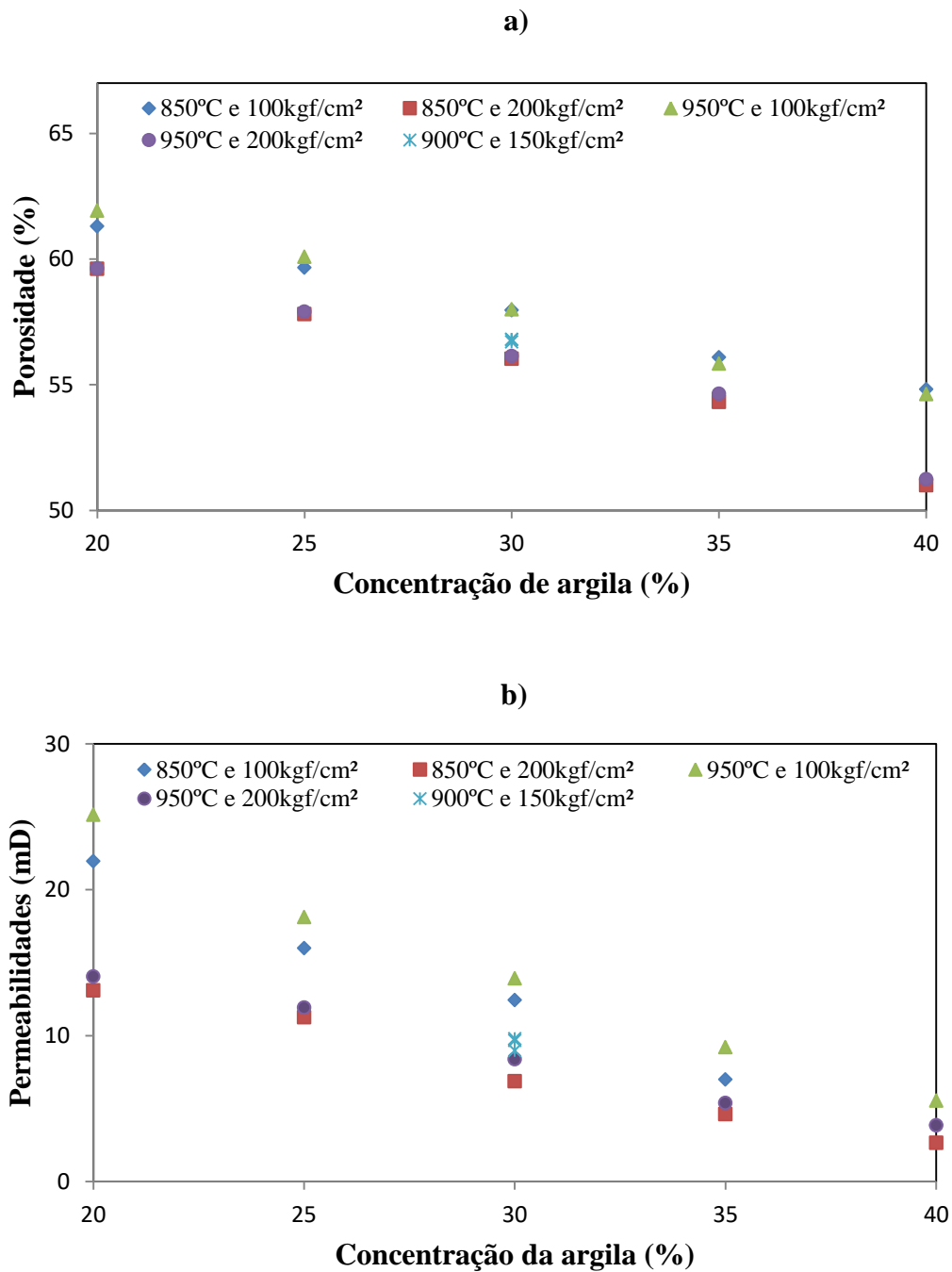


Fonte: o Autor.

Apesar dos ensaios terem sido realizados até 3 volumes porosos, em até cerca de 1,5 volume poroso a pressão convergiu para o valor final. Quanto maior a concentração de argila e pressão de compactação e menor a temperatura, maior a pressão do sistema. E pela lei de Darcy (Equação 6), maiores pressões implicam em menores permeabilidades.

As porosidade e permeabilidades dos arenitos sintéticos são apresentadas graficamente na Figura 4.9.

Figura 4.9 – a) porosidades e b) permeabilidades dos arenitos sintéticos.



Fonte: o Autor.

É possível notar um comportamento linear tanto para porosidade como para permeabilidade em função da concentração de argila, e também se pode observar a relação inversamente proporcional entre as grandezas-resposta e esta variável independente: o aumento da concentração de argila causa redução na porosidade e permeabilidade.

A Tabela 09 mostra alguns valores de porosidade e permeabilidade de rochas naturais.

Tabela 09 – Porosidades e permeabilidades à água destilada de rochas naturais.

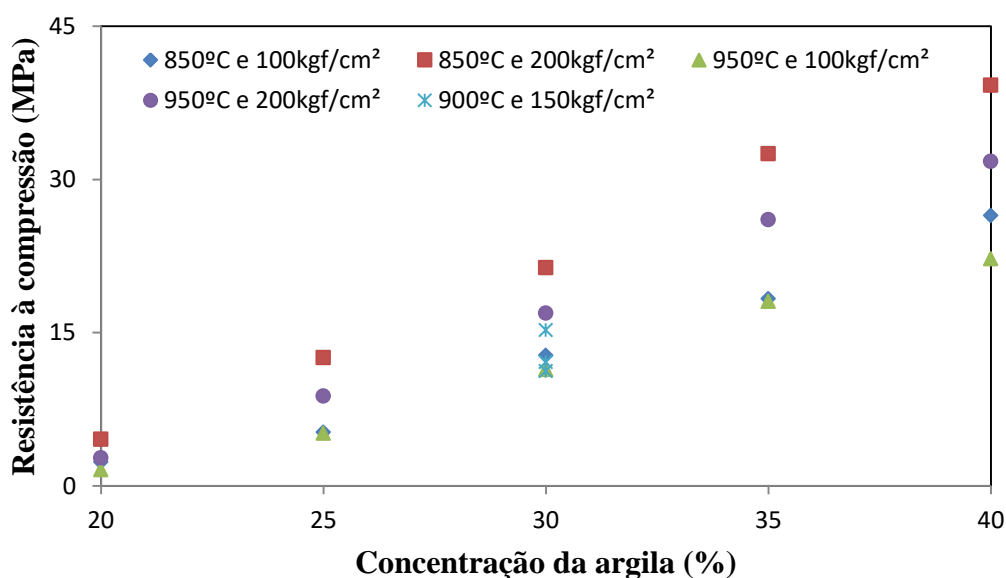
Rocha	Referência	$\Phi$ (%)	kw (mD)
Arenito Açú	Curbelo (2006)	24,00 a 29,78	1,21 a 8,36
Rocha carbonática	Soares (2012)	48,99 a 74,28	-
Arenito Botucatu	Souza (2013)	28,81 a 44,05	-
Arenito Berea	Rosenbrand <i>et al.</i> (2014)	18	9,8 a 13,7
Arenito Botucatu	Firmino (2016)	37,19 a 54,96	-
Arenito Botucatu	Deste trabalho	44,51 a 57,84	24,76 a 28,09
Arenito Berea	Deste trabalho	20,41	2,43
Arenitos Sintéticos	Deste trabalho	50,998 a 61,928	2,672 a 25,139

Fonte: o Autor.

Pode-se observar que as faixas de porosidade e permeabilidade dos arenitos sintéticos são semelhantes às encontradas para rochas naturais que são comumente usadas em ensaios de Recuperação Avançada de Petróleo, o que torna favorável o uso dos arenitos sintéticos nesses ensaios.

Os resultados da análise de compressão uniaxial estão apresentados na Figura 4.10.

Figura 4.10 – Resistência à compressão uniaxial dos arenitos sintéticos.

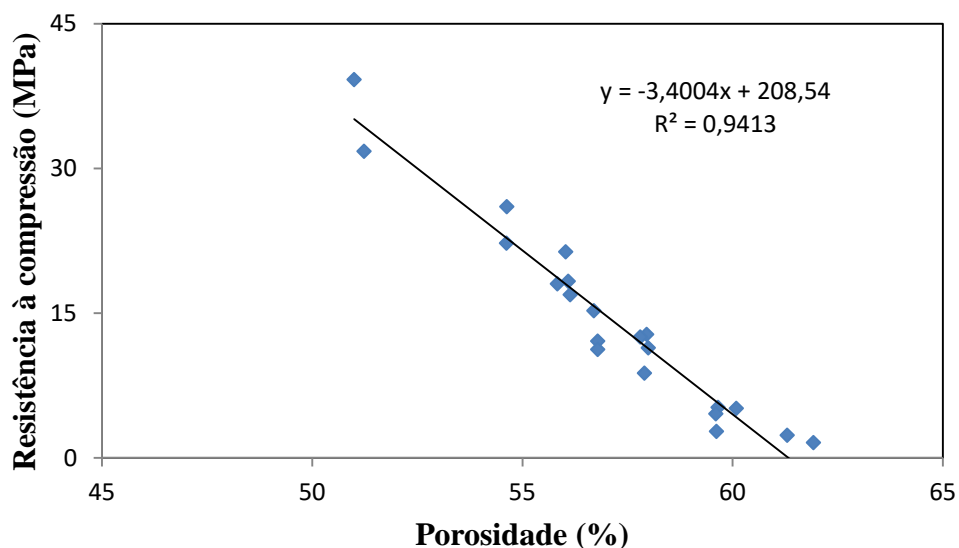


Fonte: o Autor.

Como o comportamento da resistência à compressão dos arenitos sintéticos é inverso ao da porosidade (Fattahpour *et al.*, 2014), tem-se aumento daquela variável-resposta com o aumento da concentração de argila, pressão de compactação e diminuição da temperatura de sinterização. Os resultados do ponto central para a resistência à compressão uniaxial indicam maior dispersão e erro em relação às demais variáveis-resposta. Isto ocorreu porque as amostras foram lixadas antes das análises de resistência à compressão para que todas ficassem com o mesmo tamanho (1,5 cm de altura) e esta etapa acumulou mais erros para o resultado final.

Outra curva bastante mostrada na literatura sobre arenitos sintéticos é a da resistência à compressão uniaxial em função da porosidade (Figura 4.11). Este gráfico torna mais evidente a relação inversamente proporcional entre a resistência à compressão e a porosidade dos arenitos. O mesmo também mostra que aquela variável-resposta pode ser estimada a partir de dados desta, não importando sob quais condições de concentração de argila, pressão de compactação e temperatura de sinterização os arenitos foram obtidos.

Figura 4.11 – Resistência à compressão uniaxial *versus* porosidade.



Fonte: o Autor.

#### 4.4.1 – Planejamento fatorial

Através dos resultados anteriores, foram mostrados os comportamentos das variáveis-resposta e foram dadas explicações fenomenológicas sobre os resultados. No entanto, o conhecimento a respeito da influência de determinado fator só pode ser

adquirido pelo planejamento experimental e tratamento estatístico dos dados. Os resultados do planejamento fatorial  $2^3$  com triplicata no ponto central são apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 – Resultados do planejamento fatorial  $2^3$  com triplicata no ponto central.

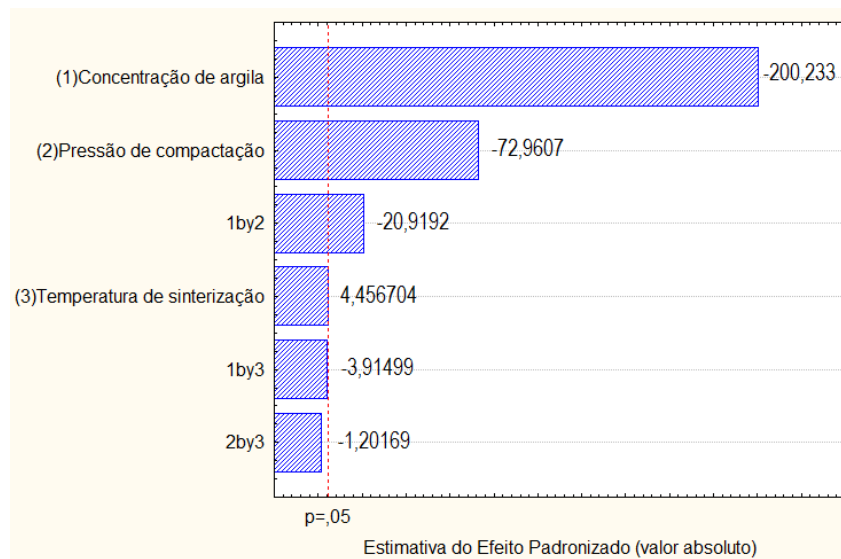
<b>Experimento</b>	<b>C<sup>a</sup></b>	<b>P<sup>b</sup></b>	<b>T<sup>c</sup></b>	<b>Porosidade (%)</b>	<b>Permeabilidade (mD)</b>	<b>Resistência à Compressão uniaxial (MPa)</b>
1	-	-	-	61,2996	21,9548	2,3391
2	+	-	-	54,8204	3,8952	26,4793
3	-	+	-	59,6067	13,1160	4,5558
4	+	+	-	50,9985	2,6718	39,2123
5	-	-	+	61,9282	25,1389	1,5780
6	+	-	+	54,6267	5,5531	22,2442
7	-	+	+	59,6216	14,0688	2,7423
8	+	+	+	51,2338	3,8726	31,7800
9	0	0	0	56,7968	9,6678	12,0961
10	0	0	0	56,7026	8,9974	15,2574
11	0	0	0	56,7968	9,7939	11,2369

C<sup>a</sup> – Concentração de argila; P<sup>b</sup> – Pressão de compactação; T<sup>c</sup> – Temperatura de sinterização

Fonte: o Autor.

Analisando o diagrama de Pareto para a porosidade (Figura 4.12), nota-se que a variável que mais influencia é a concentração de argila e que a temperatura é a única a promover um efeito positivo sobre a porosidade. Também é possível observar que apenas as interações concentração-temperatura e pressão-temperatura não são significativas entre as variáveis, para um intervalo de confiança de 95%.

Figura 4.12 – Diagrama de Pareto para a porosidade.



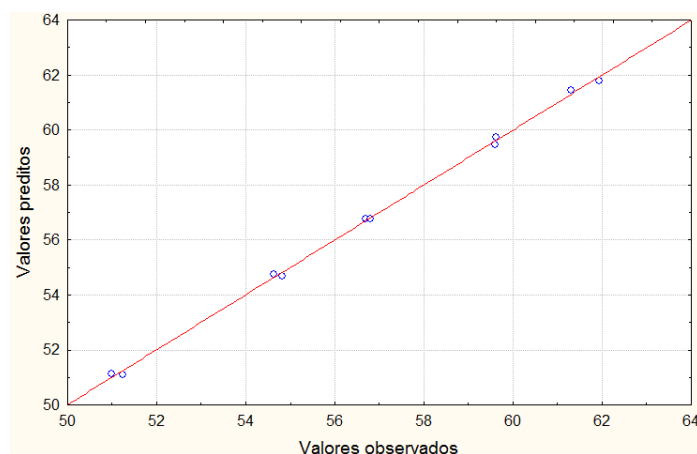
Fonte: o Autor.

Através da regressão dos coeficientes, obteve-se o modelo linear da Equação (17) para a porosidade.

$$\Phi = 56,767 - 3,847C - 1,402P + 0,086T - 0,402CP - 0,075CT - 0,023PT \quad (17)$$

A Figura 4.13 mostra o gráfico dos valores obtidos experimentalmente e os calculados pelo modelo proposto para a porosidade. A proximidade dos pontos com a reta revela que a Equação (17) modela bem os dados experimentais.

Figura 4.13 – Valores observados e preditos para a porosidade.



Fonte: o Autor.

Para validar se o modelo empírico é significativo e/ou preditivo, foi feita a análise de variância (ANOVA) e o teste F (Tabela 11).

Tabela 11 – ANOVA para a porosidade.

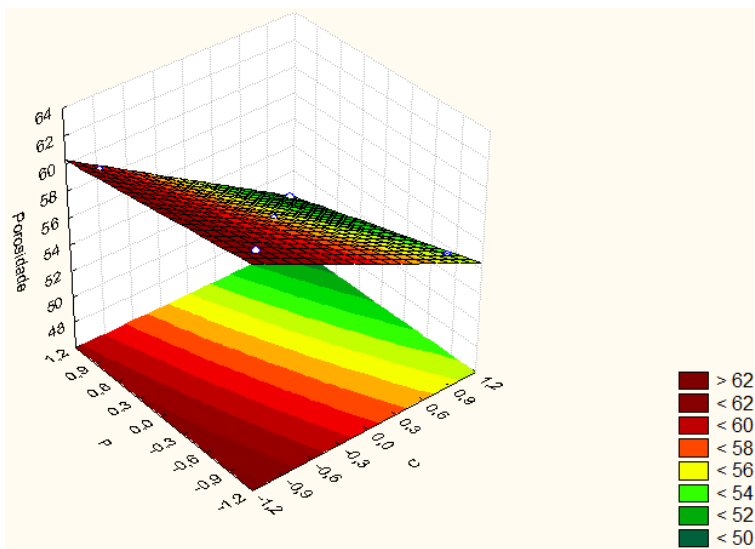
Fonte de variação	Soma Quadrática	Nº de G. L.	Média Quadrática	F cal
Regressão	135,4726	4	33,8682	$F_1 = 1061,6975$
Resíduos	0,1914	6	0,0319	
Falta de ajuste	0,1855	4	0,0464	$F_2 = 15,7203$
Erro puro	0,0059	2	0,0030	
Total	135,6640	10		

Fonte: o Autor.

O modelo encontrado foi significativo, pois  $F_1$  calculado foi maior que  $F_{4,6}$  ( $1061,6975/4,53 > 1$ ) e preditivo, pois  $F_2$  calculado foi menor que  $F_{4,2}$  ( $15,7203/19,25 < 1$ ). Desta forma o modelo pode ser aplicado para prever resultados no domínio de fatores escolhidos. O coeficiente de determinação foi encontrado pela razão entre as somas quadráticas de regressão e total, atingindo um valor de 0,9986. Isto significa que 99,86% da variação total em torno da média é explicada pela regressão, ficando para os resíduos apenas 0,14% (Barros Neto *et al.*, 2001).

A superfície de resposta para a porosidade se encontra na Figura 4.14.

Figura 4.14 – Superfície de resposta para a porosidade ( $T = 900\text{ }^\circ\text{C}$ ).

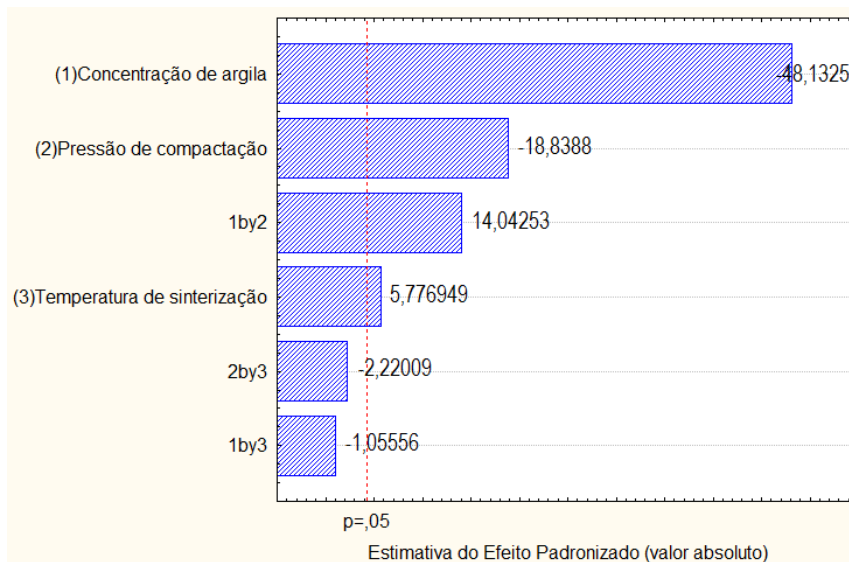


Fonte: o Autor.

A superfície de resposta mostra claramente o comportamento linear da porosidade com a variação da concentração de argila e pressão de compactação, onde valores mais baixos destes fatores promoveram valores mais elevados de porosidade.

A Figura 4.15 apresenta o diagrama de Pareto para a permeabilidade.

Figura 4.15 – Diagrama de Pareto para a permeabilidade.



Fonte: o Autor.

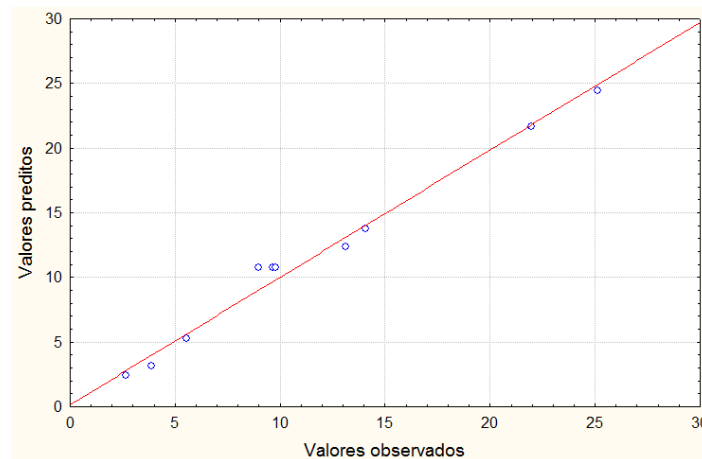
Observa-se que a variável que mais influencia na permeabilidade dos arenitos sintéticos também é a concentração de argila. A temperatura e a interação concentração-pressão promovem um efeito positivo sobre a permeabilidade. Também é possível notar que, dentre todos os fatores, apenas as interações concentração-temperatura e pressão-temperatura não são significativas para o intervalo de confiança de 95%.

Através da regressão dos coeficientes, obteve-se o modelo linear da Equação (18) para a permeabilidade.

$$K = 10,794 - 7,286C - 2,852P + 0,874T + 2,126CP - 0,160CT - 0,336PT \quad (18)$$

Na Figura 4.16 é mostrado o ajuste entre os valores experimentais e os calculados pelo modelo proposto para a permeabilidade, revelando a boa modelagem da Equação (18).

Figura 4.16 – Valores observados e preditos para a permeabilidade.



Fonte: o Autor.

A ANOVA e o teste F para a permeabilidade são apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 – ANOVA para a permeabilidade.

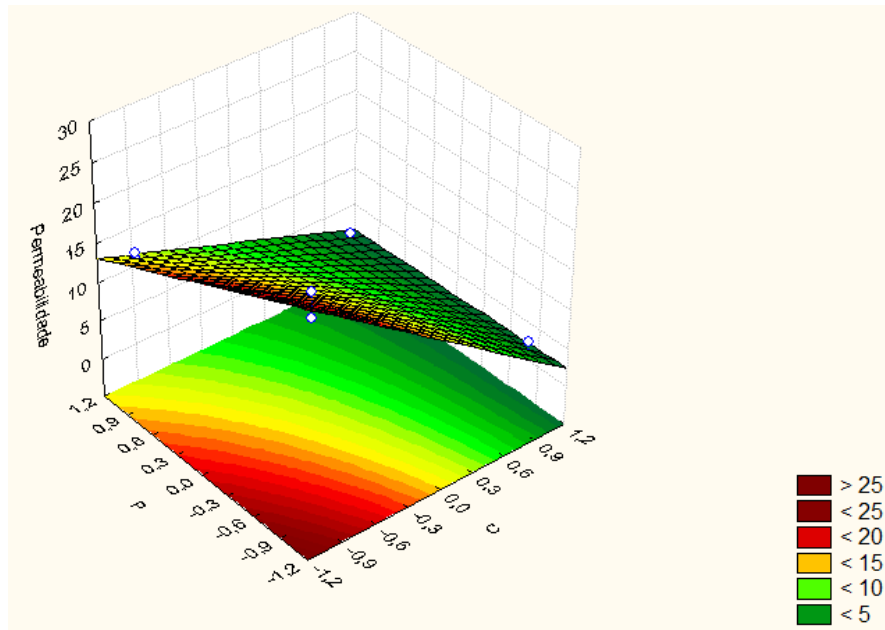
Fonte de variação	Soma Quadrática	Nº de G. L.	Média Quadrática	F cal
Regressão	531,9697	4	132,9920	$F_1 = 89,4849$
Resíduos	8,9172	6	1,4862	
Falta de ajuste	8,5506	4	2,1377	$F_2 = 11,6620$
Erro puro	0,3666	2	0,1833	
Total	540,8869	10		

Fonte: o Autor.

O modelo encontrado para a permeabilidade também foi significativo, pois  $F_1$  calculado ficou maior que  $F_{4,6}$  ( $89,4849/4,53 > 1$ ) e preditivo, pois  $F_2$  calculado foi inferior a  $F_{4,2}$  ( $11,6620/19,25 < 1$ ). O coeficiente de determinação para a análise de variância da permeabilidade também é elevado e seu valor foi 0,9835.

A superfície de resposta para a permeabilidade é encontrada na Figura 4.17. A mesma mostra o comportamento linear da permeabilidade com a variação da concentração de argila e pressão de compactação. Valores mais baixos destes fatores promoveram valores mais elevados de permeabilidade.

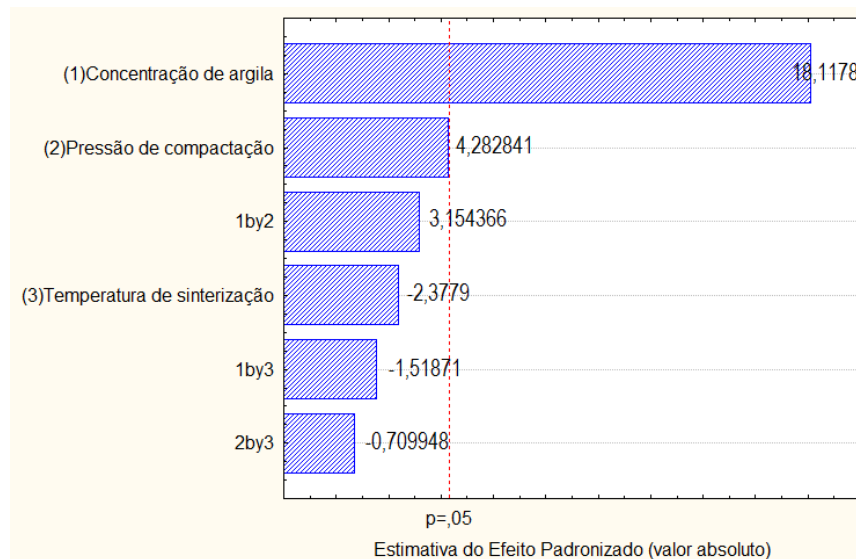
Figura 4.17 – Superfície de resposta para a permeabilidade (T = 900 °C).



Fonte: o Autor.

A Figura 4.18 apresenta o diagrama de Pareto para a resistência à compressão uniaxial.

Figura 4.18 – Diagrama de Pareto para a resistência à compressão uniaxial.



Fonte: o Autor.

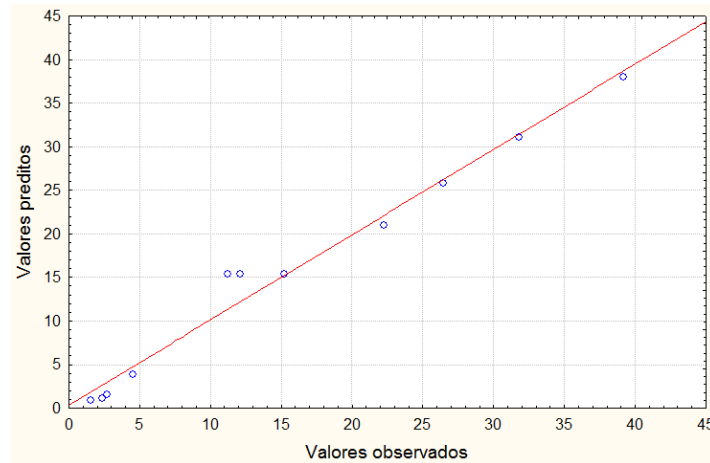
Novamente, a concentração de argila é a variável que mais influencia dentre todos os fatores e, desta vez, foi o único fator significativo para o intervalo de confiança de 95%. A temperatura e as interações desta com a pressão e com a concentração de argila promovem um efeito negativo sobre a resistência à compressão.

O modelo linear para a resistência à compressão uniaxial está apresentado na Equação (19).

$$RC = 15,411 + 13,562C + 3,206P - 1,780T + 2,361CP - 1,137CT - 0,531PT \quad (19)$$

Na Figura 4.19 é mostrado o ajuste entre os valores experimentais e os calculados pelo modelo proposto para a resistência à compressão uniaxial.

Figura 4.19 – Valores observados e preditos para a resistência à compressão uniaxial.



Fonte: o Autor.

A ANOVA e o teste F são mostrados na Tabela 13.

Tabela 13 – ANOVA para a resistência à compressão uniaxial.

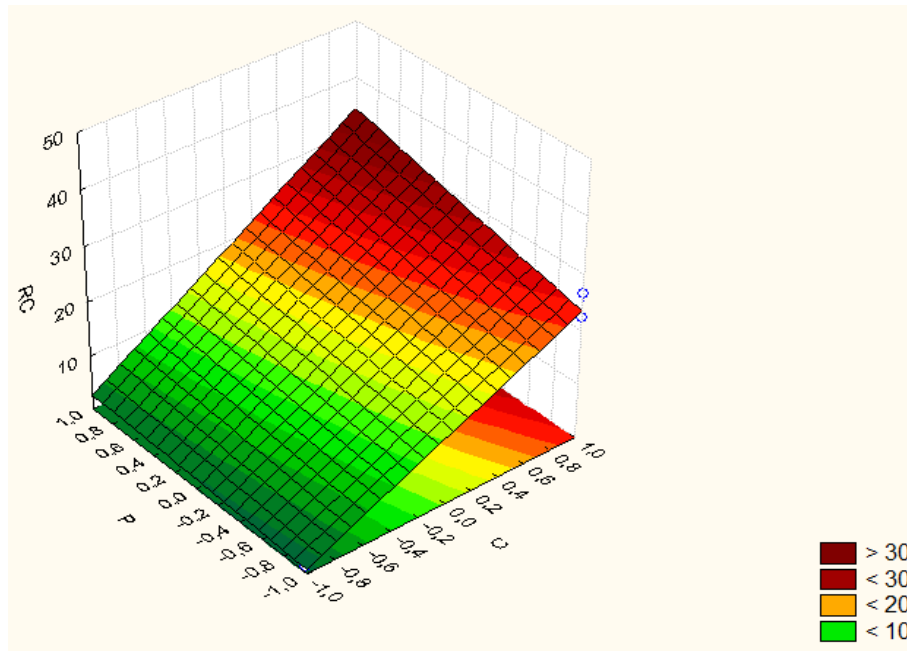
Fonte de variação	Soma Quadrática	Nº de G. L.	Média Quadrática	F cal
Regressão	1471,4950	1	1471,4950	$F_1 = 65,8584$
Resíduos	201,0900	9	22,3433	
Falta de ajuste	192,1250	7	27,4464	$F_2 = 6,1230$
Erro puro	8,9650	2	4,4825	
Total	1672,5850	10		

Fonte: o Autor.

O modelo encontrado foi significativo, pois  $F_1$  calculado ficou maior que  $F_{1,9}$  ( $65,8584/5,12 > 1$ ) e preditivo, pois  $F_2$  calculado ficou inferior a  $F_{7,2}$  ( $6,1230/19,35 < 1$ ). O coeficiente de determinação foi o mais baixo das três variáveis-resposta e seu valor foi 0,8798.

A superfície de resposta para a resistência à compressão uniaxial se encontra na Figura 4.20.

Figura 4.20 – Superfície de resposta para resistência à compressão uniaxial, RC (T = 900 °C).



Fonte: o Autor.

A superfície de resposta mostra o comportamento linear da resistência à compressão uniaxial com a variação da concentração de argila e pressão de compactação, onde valores mais altos destes fatores promoveram valores mais elevados de resistência ao esforço.

O arenito sintético AS 10 apresentou maior resistência do que os demais (39,212 MPa) e permeabilidade (2,672 mD) semelhante ao do arenito Berea (2,43 mD). Por causa disto, ele foi o escolhido para os ensaios de recuperação convencional de petróleo. Afim de analisar a reprodutibilidade dos ensaios das propriedades petrofísicas do AS 10, foram feitos mais 7 experimentos para que fossem obtidas as médias dos resultados e seus desvios. A Tabela 14 mostra estes resultados.

Tabela 14 – Ensaios de porosidade e permeabilidade do AS 10.

<b>Ensaio</b>	<b><math>\Phi</math> (%)</b>	<b>k (mD)</b>
1	50,998	2,672
2	47,025	2,643
3	48,233	3,365
4	48,401	2,690
5	50,883	2,212
6	51,113	2,509
7	50,883	2,419
8	53,343	2,777
Média	50,110	2,661
Desvio	2,049	0,337

Fonte: o Autor.

Como os desvios para as propriedades petrofísicas dos arenitos sintéticos foram baixos, pode-se dizer que os ensaios apresentam boa reprodutibilidade.

#### 4.5 – Recuperações convencionais

Os ensaios de recuperações convencionais foram realizados com as quatro soluções de petróleo para avaliar o efeito da viscosidade e °API do óleo no fator de recuperação. Os resultados são mostrados na Tabela 15.

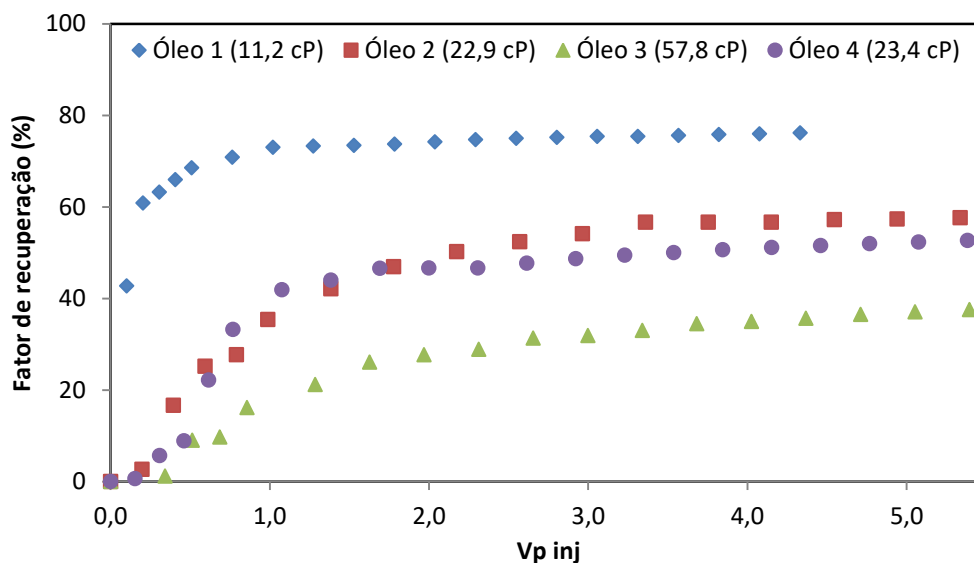
Tabela 15 – Dados dos ensaios de recuperações convencionais.

<b>Parâmetro</b>	<b>Ensaio 1 (óleo 1)</b>	<b>Ensaio 2 (óleo 2)</b>	<b>Ensaio 3 (óleo 3)</b>	<b>Ensaio 4 (óleo 4)</b>
Viscosidade do óleo (cP)	11,20	22,90	57,80	23,40
°API do óleo	33,50	30,30	26,90	30,00
$S_{wi}$ (%)	61,57	48,80	42,62	36,56
$S_{oi}$ (%)	38,43	51,20	57,38	63,44
$V_p$ inj	4,69	5,34	5,40	5,38
% OOIP convencional	76,17	57,62	37,56	52,70

Fonte: o Autor.

Observa-se que quanto mais pesada é a solução de petróleo, menor é o fator de recuperação (% OOIP convencional). Isto ocorre porque óleos mais pesados apresentam maior diferença de viscosidade em relação à solução salina, fazendo com que caminhos preferenciais sejam formados no reservatório (*plug*), reduzindo assim a eficiência do varrido. A Figura 4.21 apresenta o fator de recuperação obtido em função do volume poroso injetado.

Figura 4.21 – Fatores de recuperação de diferentes óleos.



Fonte: o Autor.

É possível notar que há uma convergência mais rápida para o valor do fator de recuperação final nas soluções de petróleo mais leves, ou seja, em ensaios com estas soluções uma menor quantidade de solução salina precisa ser injetada para a obtenção de um fator de recuperação próximo ao final. Os valores da quantidade de volumes porosos injetados necessários para se obter 95% do fator de recuperação final foram de 0,94; 3,31 (em média); e 4,36 para as soluções de petróleo de 400, 500 e 600 g/L, respectivamente. Estes valores podem ser adotados como referências para ensaios de recuperação avançada de petróleo com o arenito sintético AS 10 e que utilizam petróleo com as mesmas características de viscosidade.

Os ensaios 2 e 4 foram realizados com óleos de viscosidades semelhantes e seus fatores de recuperação ficaram próximos: a diferença destes fatores foi de apenas 4,92 %, o que revela boa reprodutibilidade dos ensaios de recuperação convencional com os arenitos sintéticos.

Alguns fatores de recuperações convencionais da literatura são apresentados na Tabela 16.

Tabela 16 – Fatores de recuperações convencionais.

<b>Rocha</b>	<b>Referência</b>	<b>Solução aquosa injetada</b>	<b>Viscosidade do óleo (cP)</b>	<b>°API do óleo</b>	<b>% OOIP convencional</b>
Arenito Botucatu	Firmino (2016)	KCl 2,0 %	19,04 (30 °C)	32,14	42 a 55
Arenito Botucatu	Souza (2013)	KCl 2,0 %	15,696	33,23	56,7 a 62,1
Arenito Botucatu	Paulino (2007)	Água do mar	32,0 (20 °C)	31,07	58,47 e 72,47
Arenito Açu	Paulino (2007)	Água do mar	32,0 (20 °C)	31,07	47,03 e 63,08
Arenito Botucatu	Ribeiro Neto (2007)	Água do mar	32,0 (20 °C)	NI	43,99 a 50,18

NI – Não informado.

Fonte: o Autor.

Observa-se, de forma geral, grande disparidade nos fatores de recuperações convencionais com os arenitos naturais em ensaios realizados pelo mesmo pesquisador, o que pode comprometer a interpretação de seus dados e mascarar resultados nas recuperações avançadas.

A solução de petróleo de 400 g/L apresentou menor viscosidade do que os óleos utilizados na literatura e, por esta causa, seu fator de recuperação ficou mais alto do que eles (76,17%). As de 500 g/L ficaram com viscosidades mais próximas das apresentadas na Tabela 16 e seus fatores de recuperação ficaram muito próximos ou dentro da faixa apresentada pelos autores. Por fim, a de 600 g/L (que teve maior viscosidade) apresentou o menor fator de recuperação convencional, pois neste sistema a razão de mobilidade da água em relação ao óleo é maior e, conseqüentemente, mais caminhos preferenciais são formados no arenito sintético.

---

## **CAPÍTULO 5 – CONCLUSÃO**

---

## 5. Conclusões

Este trabalho foi elaborado com o objetivo de desenvolver uma metodologia para o preparo de arenitos sintéticos que possam ser usados em ensaios de recuperação avançada de petróleo e suas conclusões foram:

1 – Os arenitos sintéticos AS 8 e AS 18, os quais foram preparados com mesma concentração de argila cerâmica e pressão de compactação mas com temperaturas de sinterização diferentes, apresentaram composições semelhantes, diferindo pelo surgimento da fase hematita do AS 18;

2 – Os comportamentos reológicos apresentados mostram que os fluidos são newtonianos e que o aumento da temperatura promove a redução da viscosidade dos mesmos. Ao aumentar-se a concentração de petróleo (em sua diluição em querosene), as soluções de petróleo ficaram mais viscosas e mais pesadas, apresentando maior resistência ao escoamento;

3 – Foram observados comportamentos lineares entre as variáveis-resposta e a concentração de argila;

4 – Aumentos na pressão de compactação, concentração de argila e a redução da temperatura causam redução da porosidade e permeabilidade e aumento na resistência à compressão uniaxial;

5 – O planejamento fatorial  $2^3$  com triplicata no ponto central mostrou ser satisfatório na avaliação das variáveis em questão. Os valores de  $R^2$  (0,9986 para porosidade; 0,9835 para permeabilidade; 0,8798 para resistência à compressão uniaxial) foram elevados, sinalizando que os modelos adotados foram adequados para descrever o conjunto de dados. E a avaliação estatística mostrou que a concentração de argila foi o fator que mais influenciou nos resultados das grandezas-resposta;

6 – As faixas de porosidade e permeabilidade dos arenitos sintéticos são semelhantes às encontradas em rochas naturais que são comumente usadas em ensaios de recuperação avançada de petróleo, o que torna favorável o uso dos arenitos sintéticos nesses ensaios;

7 – Os desvios calculados para a porosidade e permeabilidade do AS 10 foram baixos: 2,049 % para porosidade, 0,337 mD para a permeabilidade. Isto mostra satisfatória reprodutibilidade dos ensaios;

8 – O arenito AS 10 foi escolhido para os ensaios de recuperação convencional de petróleo por apresentar maior resistência à compressão uniaxial e por ter permeabilidade semelhante à do arenito Berea, o mais usado em ensaios de recuperação avançada em todo o mundo;

9 – Os ensaios de recuperações convencionais mostraram a eficácia do uso do arenito sintético e relação inversa entre a viscosidade do petróleo e o fator de recuperação: Quanto mais viscoso o petróleo, menor quantidade de óleo é recuperada. Além disso, os fatores de recuperações convencionais com o AS 10 ficaram próximos aos de ensaios com arenitos naturais que usaram petróleo com viscosidade semelhante.

---

**REFERÊNCIAS  
BIBLIOGRÁFICAS**

---

## Referências Bibliográficas

ALBUQUERQUE, H. S. *Obtenção e aplicação de sistemas microemulsionados na recuperação avançada de petróleo*. 2008. 100 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Centro de Ciências Exatas e da Terra, Instituto de Química, Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

AQUINO, R. R. *Avaliação da radioatividade natural em areias das praias da Grande Vitória, Espírito Santo*. 2010. 79f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear - Aplicações) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP.

ARAÚJO, J. F. *A influência da adição de caulim, quartzo e feldspato potássico na formulação de massas cerâmicas para telhas: Modelo estatístico*. 2008. 86f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Mecânica, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

BARILLAS, J. L. M. *Estudo da recuperação de óleo por drenagem gravitacional assistida por injeção de vapor*. 2008. 165 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. *Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria*. Campinas, SP: Editora UNICAMP, 2001.

BELL, F. G.; CULSHAW, M. G. Petrographic and engineering properties of sandstone from the Sneinton Formation, Nottinghamshire, England. *Q J Eng Geol*, v. 31, p.5 – 21, 1998.

BERA, A.; KUMAR, T.; OJHA, K.; MANDAL, A. Screening of microemulsion properties for application in enhanced oil recovery. *Fuel*, v. 121, p. 198 – 207, 2014.

BUSETTI, S.; MISH, K.; RECHES, Z. Damage and plastic deformation of reservoir rocks: Part 1. Damage fracturing. *AAPG Bulletin*, v. 96, n. 9, p. 1687–1709, 2012.

CASTRO DANTAS, T. N.; SOARES, A. P. J.; WANDERLEY NETO, A. O.; DANTAS NETO, A. A.; BARROS NETO, E. L. Implementing New Microemulsion Systems in Wettability Inversion and Oil Recovery from Carbonate Reservoirs. *Energy Fuels*, v. 28, p. 6749–6759, 2014.

CARDOSO, O. R. *Entendendo as propriedades do arenito Botucatu e sua utilização como meio poroso para estudos envolvendo o deslocamento de fluidos poliméricos*. 2014. 103 f. Tese (Doutorado em Química) – Centro de Ciências Exatas e da Terra, Instituto de Química, Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

CARDOSO, O. R., BALABAN, R. D. C. Comparative study between Botucatu and Berea sandstone properties. *Journal of South American Earth Sciences*, v. 62, p. 58-69, 2015.

COELHO, C. D. *Influência dos parâmetros de preparação de amostras na análise química elementar de minerais por fluorescência de raios X*. 2001. 59 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Tecnologia, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Curso de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia dos Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC.

CURBELO, F. D. S. Recuperação avançada de petróleo utilizando tensoativos. 2006. 217f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

DEN BROKE, S. W. J.; DAVID, C.; BERNAB, Y. Preparation of synthetic sandstones with variable cementation for studying the physical properties of granular rocks. *Earth & Planetary Sciences*, v. 325, p.487-492, 1997.

FAHY, M. P.; GUCCIONE, M. J. Estimating strength of sandstone using petrographic thin-section data. *Bull Assoc Eng Geol*, v.4, p. 467–85 (XVI), 1979.

FATTAHPOUR, V.; BAUDET, B. A.; MOOSAVI, M.; MEHRANPOUR, M.; ASHKEZARI, A. Effect of grain characteristics and cement content on the unconfined compressive strength of artificial sandstones. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences*, v. 72, p. 109–116, 2014.

FERREIRA, G. B. P. *Estudo da sinterização de eletrólito sólido de céria dopada com gadolínia*. 2012. 105 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Tecnologia, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

FIRMINO, P. C. O. S. Influência de sistemas microemulsionados na molhabilidade de arenito e na recuperação de petróleo. 2016. 93f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

FOX, R.W.; McDONALD, A. T. *Introdução à Mecânica dos Fluidos*. 7ª ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2011.

GOMES, C.F. *A argila: “o que são e para que servem”*. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1986.

GOMES, U. U. *Tecnologia dos Pós: Fundamentos e Aplicações*. Natal, RN: Editora Universitária da UFRN, 1995.

GOODMAN, R. E. *Introduction to Rock Mechanics*. 2ed. Singapore: John Wiley & Sons, 1989.

HOLT, R.M.; KJØLAAS, J.; LARSEN, I.; LI, L.; GOTUSSO PILLITTERI, A. ; SØNSTEBØ, E.F. Comparison between controlled laboratory experiments and discrete particle simulations of the mechanical behaviour of rock. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences*, v. 42, p. 985–995, 2005.

KO, K. M.; CHON, B. H.; JANG, S. B.; JANG, H. Y. Surfactant flooding characteristics of dodecyl alkyl sulfate for enhanced oil recovery. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, v. 20, p. 228 – 233, 2014.

LI, Q.; KANG, C.; WANG, H.; LIU, C.; ZHANG, C. Application of microbial enhanced oil recovery technique to Daqing Oilfield. *Biochemical Engineering Journal*, v. 11, p. 197 – 199, 2002.

LOUIS, L.; ROBION, P.; DAVID, C. A single method for the inversion of anisotropic data sets with application to structural studies. *Journal of Structural Geology*, v. 26, p. 2065 – 2072, 2004.

LU, J.; LIYANAGE, P. J.; SOLAIRAJ, S.; ADKINS, S.; ARACHCHILAGE, G. P.; KIM, D. H.; BRITTON, C.; WEERASOORIYA, U.; POPE, G. A. New surfactant developments for chemical enhanced oil recovery. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, v. 120, p. 94 – 101, 2014.

MAGHZI, A.; KHARRAT, R.; MOHEBBI, A.; GHAZANFARI, M. H. The impact of silica nanoparticles on the performance of polymer solution in presence of salts in polymer flooding for heavy oil recovery. *Fuel*, v. 123, p. 123–132, 2014.

MANTOVANI, I. F. *Microtomografia e nanotomografia de raios x aplicada à caracterização multiescalar de sistemas porosos carbonáticos*. 2013. 168 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro Tecnológico, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, SC.

MARQUES, L. C.; APPOLONI, C. R.; FERNANDES, C. P. Porosity Study of Synthetic Sandstones by Non-Destructive Nuclear Techniques. *Materials Research*, v.14(3), p.394-402, 2011.

NEDJHIOUI, M.; MOULAI-MOSTEFA, N.; MORSLI, A.; BENSMAILI, A. Combined effects of polymer/surfactant/oil/alkali on physical chemical properties. *Desalination*, v.185, p. 543-550, 2005.

OLAJIRE, A. A. Review of ASP EOR (alkaline surfactant polymer enhanced oil recovery) technology in the petroleum industry: Prospects and challenges. *Energy*, v. 77, p. 963 – 982, 2014.

PALCHIK, V. Influence of porosity and elastic modulus on uniaxial compressive strength in soft brittle porous sandstones. *Rock Mech Rock Eng*, v. 32, p. 303–309, 1999.

PASSOS, R. H. D. dos. *Síntese e caracterização de pós  $Ba_{(x)}Sr_{(1-x)}Co_{0,8}Fe_{0,2}O_{3-\delta}$  através do método de coprecipitação via oxalato*. 2012. 65 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

PAULINO, L. C. *Estudo de sistemas microemulsionados utilizando água do mar na recuperação avançada de petróleo*. 2007. 98f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

RIBEIRO NETO, V. C. *Desenvolvimento de Sistemas a Base de Tensoativo para Recuperação Avançada de Petróleo*. 2007. 84f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

ROSA, A. J.; CARVALHO, R. S.; XAVIER, J. A. D. *Engenharia de reservatórios de petróleo*. Rio de Janeiro, RJ: Editora Interciência, 2011.

ROSENBRAND, E.; HAUGWITZ, C.; JACOBSEN, P.S.M.; KJØLLER, C.; FABRICIUS, I.L. *Geothermics*, v. 50, p. 155–166, 2014.

RUTTER, E. H.; GLOVER, C. T. The deformation of porous sandstones; are Byerlee friction and the critical state line equivalent? *Journal of Structural Geology*, v. 44, p. 129 -140, 2012.

SANTANNA, V. C.; SILVA, A. C. M.; LOPES, H. M.; SAMPAIO NETO, F. A. Microemulsion flow in porous médium for enhanced oil recovery. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, v. 105, p. 116–120, 2013.

SANTOS, F. K. G. *Avaliação do comportamento de fluidos micelares na recuperação avançada de petróleo*. 2009. 116f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

SANTOS, J. B. *Estudo experimental dos mecanismos de produção de areia empregando tomografia computadorizada de Raios-X*. 2004. 142f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Departamento de Engenharia Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ.

SANTOS, J. S. C. *Avaliação de sistemas constituídos por polímeros/ tensoativo/ EDTA na recuperação avançada de petróleo*. 2015. 99f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

SANTOS, O. C. *Formulação de bloco intertravado cerâmico com adição de resíduos urbanos e industriais*. 2013. 177f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Tecnologia, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

SAIDI, F.; BERNABÉ, Y.; REUSCHLÉ, T. The mechanical behaviour of synthetic, poorly consolidated granular rock under uniaxial compression. *Tectonophysics*, v. 370, p. 105– 120, 2003.

SILVA JÚNIOR, J. F. da. *Estudo da síntese e sinterização de pós compósitos do sistema Ta-Cu*. 2008. 74 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Tecnologia, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

SINGH, S. K. Relationship among fatigue strength, mean grain size and compressive strength of a rock. *Rock Mech Rock Eng*, v. 21, p. 271–276, 1988.

SOARES, A. P. J. *Aplicação de microemulsão na recuperação de petróleo de reservatórios carbonáticos*. 2012. 177f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

SOARES, G. A. *Fundição: Mercado, Processos e Metalurgia*. Rio de Janeiro, RJ: COPPE/UFRJ, 2000.

SOARES, J. A. *Um estudo da estabilidade mecânica de poços a partir de perfis geofísicos em formações pouco consolidadas*. 1992. 114 f. Dissertação (Mestrado em Geofísica) – Centro de Geociências, Departamento de Geofísica, Programa de Pós-Graduação em Geofísica, Universidade Federal do Pará, Belém, PA.

SOUZA, T. T. C. *Nanoemulsões aplicadas à recuperação avançada de petróleo*. 2013. 98f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN.

SUBHASH, C. A.; DANDINA, N. R. Multiphase flow and wettability effects of surfactants in porous media. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, v. 241, p. 313–322, 2004.

SUGUIO, K. *Rochas sedimentares: propriedades, gênese, importância econômica*. São Paulo, SP: Edgard Blücher, 1980.

THOMAS, J. E. *Fundamentos de Engenharia de Petróleo*. Rio de Janeiro, RJ: Editora Interciência, 2001.

VERÇOZA, E. J. *Materiais de Construção I*. 3ª ed. Porto Alegre, RS: Sagra, 1987.

YOUNESSI, A.; RASOULI, V.; WU, B. Sand production simulation under true-triaxial stress conditions. *International Journal of Rock Mechanics & Mining Sciences*, v.61, p. 130–140, 2013.

YUAN, F. Q.; CHENG, Y. Q. ; WANG, H. Y. ; XU, Z. C.; ZHANG, L.; ZHANG, L.; ZHAO, S. Effect of organic alkali on interfacial tensions of surfactant solutions against crude oils. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, v. 470, p.171–178, 2015.

ZACARIAS, C. M. *Classificação de maciços rochosos da mina do córrego do meio aplicada às operações de perfuração*. 2013. 123f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas). Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal De Minas Gerais, Belo Horizonte, MG.

ZAMPIERI, M. F. *Injeção contínua e alternada de água e de polímeros para a recuperação de petróleo*. 2012. 105f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Petróleo). Faculdade de Engenharia Mecânica e Geociências, Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Petróleo, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP.