

# **METODOLOGIA / PLANEJAMENTO DE MONTAGEM DE LABORATÓRI**

# **Livros Grátis**

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

**METODOLOGIA / PLANEJAMENTO DE MONTAGEM DE  
LABORATÓRIO PARA DETERMINAÇÃO DO DANO DE FORMAÇÃO  
EM SISTEMAS SOB INJEÇÃO DE ÁGUA**

**FILIPE AUGUSTO TORRES**

Tese apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Reservatório e de Exploração.

Orientadora: Themis Carageorgos, Ph.D.

**MACAÉ - RJ  
FEVEREIRO – 2006**

**METODOLOGIA / PLANEJAMENTO DE MONTAGEM DE  
LABORATÓRIO PARA DETERMINAÇÃO DO DANO DE FORMAÇÃO  
EM SISTEMAS SOB INJEÇÃO DE ÁGUA**

**FILIPE AUGUSTO TORRES**

Tese apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Reservatório e de Exploração.

Aprovada em 08 de Fevereiro de 2006

Comissão Examinadora:

---

Fátima Maria Zanon Zotin (D.Sc., Engenharia Química – UERJ)

---

Adolfo Puime Pires (D.Sc., Engenharia de Petróleo - LENEP/CCT/UENF)

---

Luiz Geraldo Loures (D.Sc., Geofísica - LENEP/CCT/UENF)

---

Themis Carageorgos (Ph.D, Hidrometalurgia - LENEP/CCT/UENF) (orientador)

Esta Dissertação é dedicada a José Rubens Torres,  
Maria de Maris Sarmiento Torres e  
Antônio Carlos Torres.

# A Deus, por tudo.

†

! " #  
\$ % \$ & ! " '  
( ) \* +  
# ! # , % - . ! "  
- ( / & # \$0 # / '  
# - 1 # ! & \$ #! " , # ( 1  
( \$ / ) / ( )  
\* ' )2! 1 " 3 1 , # # 4  
,

# \* ( & - 5 5. 6

# ( # ! % - ' ,  
7 1

# 2 \$ 8 &

# \$ 8 & 6

# 6 6 ! !

## SUMÁRIO

Capítulo 1 - <b>Introdução e objetivos</b> .....	1
Capítulo 2 - <b>Revisão bibliográfica e conceitos básicos</b> .....	8
2.1. Perda de Injetividade.....	8
2.1.1. Modelos de perda de injetividade .....	20
2.1.2. Resumo da revisão sobre perda de injetividade .....	22
2.2. <b>Incrustação</b> .....	24
2.2.1. Modelos para previsão de incrustação .....	33
2.2.2. Resumo da Incrustação.....	36
2.3. Metodologia de contagem de partículas.....	39
2.3.1. Variáveis m	

4.7. Conclusões do Capítulo 4 .....	62
Capítulo 5 - <b>Calibração do contador de partículas</b> .....	64
5.1. Materiais.....	65
5.1.1. Água ultrapura MilliQ .....	65
5.1.2. Cloreto de sódio ( NaCl) .....	65
5.1.3. Preparação da Salmoura.....	65
5.1.4. Testes no contador de partículas .....	66
5.2. Resultados e discussões dos testes no contador de partículas .....	67
5.3. Conclusões do Capítulo 5 .....	70
Capítulo 6 - <b>Considerações finais</b> .....	71
Capítulo 7 - <b>Recomendações Futuras</b> .....	73
Capítulo 8 - <b>Referências Bibliográficas</b> .....	74
Apêndice A - <b>Descrição dos equipamentos adquiridos</b> .....	79
Apêndice B - <b>Instalação e montagem do transdutor de pressão</b> .....	95
Apêndice C - <b>Seleção do diafragma e torque dos parafusos do transdutor</b> .....	103
Apêndice D - <b>Calibração do indicador digital de pressão</b> .....	105
Apêndice E - <b>Passo a passo de operação do contador de partículas</b> ..	107
Apêndice F - <b>Operando o coletor de frações</b> .....	125
Apêndice G - <b>Componentes e procedimento de operação do Milli-Q</b> ..	148
Apêndice H - <b>Resultados de todos os testes de contagem de partículas</b> .....	152



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Formação do reboco externo no meio poroso pela penetração das partículas em suspensão. ....	9
Figura 2. Formação do reboco externo devido à penetração de partículas em suspensão na água de injeção. ....	10
Figura 3. Penetração de partículas finas no meio poroso gerando o dano profundo (figura modificada de da Silva, 2003, tese de mestrado). ....	11
Figura 4. Ilustração das pontes formadas pelas partículas em suspensão quando penetradas profundamente no meio poroso (figura modificada de da Silva, 2003, tese de mestrado). ....	11
Figura 5. Esboço da célula de confinamento utilizada com as saídas para os transdutores para se obter medidas das pressões de entrada e em pontos da amostra de rocha (figura modificada de da Silva, 2003). ....	12
Figura 6. Sistema montado para estudo da deposição de partículas em meio poroso simulado por membrana (figura modificada de Ramachandran e Fogler, 1998). ....	13
Figura 7. Célula de fluxo em amostra de rocha com face de entrada, amostra de arenito e indicação da localização de 04 pontos da amostra para medição da variação de pressão (figura modificada de Van den Broek, et al., 1999). ....	15
Figura 8. Principais equipamentos utilizados por Rey, et al., 2000, para estudos de perda de injetividade em filtros de membrana (figura modificada de Rey, et al., 2000). ....	16
Figura 9. Sistema de injeção para fluidos de perfuração contendo célula de confinamento com saída para 05 transdutores de pressão (figura modificada de Argillier, et al., 1999). ....	17
Figura 10. Esquema do aparato experimental para estudo da migração de finos (figura modificada de Valdy e Fogler, 1992). ....	19
Figura 11. Esquema do sistema de injeção para estudos de incrustação (figura de Lopes Jr., 2002). ....	25
Figura 12. Sistema para estudo de dano devido a forças mecânicas (figura modificada de Bennion, et al., 1991). ....	28

Figura 13. Sistema de escoamento em meio poroso para estudo de incrustações em amostras de rocha (figura modificada de Bennion, et al., 1991).....a

Figura 34. Milli-Q.....	93
Figura 35. Bomba de vácuo.....	94
Figura 36. Arranjo típico de válvulas do transdutor de pressão.....	97
Figura 37. Protetor de cabo amarrado ao escudo do conector.....	99
Figura 38. Ícone da área de trabalho do windows do programa do contador de partículas. ....	107
Figura 39. Janela principal do programa do contador de partículas. ....	107
Figura 40. Janela de entrada de senha do programa do contador de partículas. ....	108
Figura 41. Janela de senha com a senha do programa do contador de partículas. ....	108
Figura 42. Janela principal do programa do contador de partículas com ícone para configuração aberto. ....	109
Figura 43. Janela de configuração dos procedimentos do programa do contador de partículas ....	109
Figura 44. Janela de configuração de procedimentos com ícone de <i>Setup</i> aberto.....	110
Figura 45. Janela de configuração do <i>Hardware</i> do programa do contador de partículas. ....	110
Figura 46. Janela de configuração de procedimento com ícone de <i>Setup</i> aberto.....	111
Figura 47. Janela de configuração de amostras do programa do contador de partículas. ....	112
Figura 48. Janela de configuração de procedimento com ícone de <i>Setup</i> aberto.....	113
Figura 49. Janela de configuração de identificação de amostra do programa do contador de partículas.....	114
Figura 50. Janela de configuração dos procedimentos do programa do contador de partículas com dados preenchidos.....	114
Figura 51. Janela principal do programa do contador de partículas. ....	115
Figura 52. Pré-janela antes de identificar a amostra. ....	116
Figura 53. Janela de exibição dos resultados das corridas de contagem de partículas. ....	116
Figura 54. Janela exibida quando termina a contagem de partículas. ....	117

Figura 55. Janela para aumentar a espessura das linhas do gráfico de distribuição por tamanho.....	117
Figura 56. Janela para escolha das unidades de contagem de partículas.	118
Figura 57. Janela para escolha dos modos de exibição dos gráficos e alteração das estatísticas entre amostras.....	118
Figura 58. Janela para escolha dos dados a serem impressos.....	119
Figura 59. Janela para salvar os dados obtidos das corridas de contagem de partículas. ....	119
Figura 60. Janela principal do programa do contador de partículas. ....	120
Figura 61. Janela de busca dos dados salvos do programa do contador de partículas. ....	120
Figura 62. Janela para exportar dados para serem abertos pelo excel. ....	121
Figura 63. Janela do excel para abrir arquivos.....	122
Figura 64. Janela da etapa 1 de 3 de importação de dados do excel. ....	122
Figura 65. Janela da etapa 2 de 3 de importação de dados do excel. ....	123
Figura 66. Janela da etapa 3 de 3 de importação de dados do excel. ....	124
Figura 67. Figura esquemática do painel do coletor de frações Foxy Jr....	125
Figura 68. Sistema de purificação de água do Milli-Q com componentes.	149
Figura 69. Sistema completo de purificação de água.....	151

## ÍNDICE DE TABELAS E GRÁFICOS

Tabela 1 - Comparação entre duas precisões – obtidas pela requisição técnica e de aparelho – mostra que os aparelhos satisfazem os requerimentos técnicos da precisão.....	53
Gráfico 1 - Percentagem por tamanho versus tamanho das partículas em micrômetros de todas as amostras diluídas. ....	68
Gráfico 2 - Percentagem por tamanho versus tamanho das partículas em micrômetros de todas as amostras sem diluição.....	69

## Resumo

O declínio da injetividade durante a injeção de água do mar ou re-injeção de água produzida, devido à presença de partículas sólidas e líquidas na água injetada e a queda de produtividade causada pelas incrustações de sulfatos são desastres crônicos na exploração de reservatórios submetidos à injeção de água (*waterflooding*) para recuperação do petróleo. Esses fenômenos de dano à formação prejudicam, significativamente, a economia desses projetos de injeção de água em reservatórios em águas profundas.

A decisão sobre prevenção, remoção de dano a formação e sobre a estimulação de poços é baseada nas previsões do dano à formação. Uma previsão confiável do dano a formação deve ser realizada por meio de modelagem matemática com a determinação de coeficientes de transporte das espécies no meio poroso, de captura de partículas e de reação química no meio poroso. Atualmente, por falta de dados experimentais sobre a injeção de partículas em rochas e sobre a cinética de precipitação de sais de sulfato em meio poroso, não é possível fazer um planejamento sobre a estratégia de gerenciamento da água, com base em uma previsão confiável do dano de formação por modelagem matemática.

A presente tese contém o desenvolvimento e montagem de um sistema laboratorial para estudos sistemáticos de perda de injetividade e incrustação de sais de sulfato. O objetivo é propor um sistema laboratorial para testes que permitam o cálculo de coeficientes para injeção de suspensões em reservatórios e para formação de incrustações de sulfato, a fim de aplicar modelagem matemática baseada em dados confiáveis obtidos em laboratório.

A montagem consistiu em simular o reservatório de petróleo, colocando-se um testemunho de rocha em um suporte de amostras que pode ser submetido a pressões de confinamento e altas temperaturas. As pressões serão medidas por transdutores, uma estufa fornecerá a temperatura adequada e um PC fará a aquisição de dados dos testes realizados. Uma característica particular da montagem é o uso de duas bombas de vazão constante que bombearão simultaneamente soluções simulando a água de formação e a de injeção,

respectivamente, permitindo estudos sobre a compatibilidade dessas águas no meio do testemunho. O suporte do testemunho poss

## Abstract

Injectivity decline during seawater injection or produced water re-injection due to solid and liquid particles presented in the injected water along with productivity decline caused by sulphate scaling are chronic disasters for exploitation of offshore reservoirs submitted to water flooding. These formation damage phenomena significantly impair the economics of offshore waterflood projects.

The decision making on prevention and removal of well impairment and on well stimulation is based on prediction of formation damage. The reliable prediction of injection and production well impairment must be performed by means of mathematical modelling with well-known transport, particle capture and chemical reaction coefficients.

Presently, the lack of experimental data on suspension injection into rocks and on kinetics of sulphate salts deposition in porous media does not allow to plan and design a water management strategy based on reliable formation damage prediction by mathematical modelling.

The presented thesis contains planning and design of laboratory setup for systematic studies of injectivity impairment and sulphate scaling. The objective is to mount the setup for laboratory tests that allows determination of coefficients for suspensions injection into reservoirs and for sulphate scaling in order to perform mathematical modelling with reliable laboratory-based data.

The setup consisting of core and coreholder with confining pressure, pumps with pressure transducers, oven and PC was designed and mounted. The particular features of the setup are two separate pumps for seawater and formation water allowing for compatibility tests, well in the middle of the core to measure intermediate point pressure and to apply 3-point-pressure method for damage characterisation, particle counter to measure particle effluent concentration. Some examples for treatment of laboratory data on injectivity damage and sulphate scaling are presented.



The particle counter that is one of principle parts of the setup was calibrated, and several tests with synthetic xxx Red Sea xxx waters have been performed. The data on particle size distributions at the core inlet and outlet can be used to characterise micro scale models for suspension transport in porous media.

The setup is recommended for application in systematic studies of formation damage during offshore waterflooding under conditions of Campos Basin:

- to determine injectivity damage coefficients from coreflood tests using seawater for prediction of injectivity decline;
- to characterise the injectivity damage system with solid and oily particles and predict re-injection of produced water and its combination with seawater injection;
- to determine transport and capture coefficients for oily water and predict propagation of contaminants during produced water disposal in aquifers;
- to determine sulphate scaling damage coefficients and predict productivity decline due to water incompatibility;
- to perform laboratory-based prediction of injectivity/productivity decline and use the corresponding growing with time skin factors in reservoir simulation.

## Nomenclatura

<i>Letras Latinas</i>		
Símbolos	Descrições	Unidades
<i>c</i>	concentração das partículas em suspensão	ppm
<i>J</i>	impedância	
<i>k</i>	permeabilidade	mD
<i>K</i>	função do dano de formação	

## CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

---

Na Bacia de Campos, situada no leste do estado do Rio de Janeiro, vem aumentando o uso do método de injeção de água do mar para recuperação secundária em reservatórios de petróleo. O problema de tratamento e de utilização e descarte de água produzida é um problema importante de injeção de água em reservatórios de petróleo.

Atualmente, no mundo, para cada barril de óleo são produzidos três barris de água, e na Bacia de Campos essa relação é 1:1. Isso significa que breve haverá aumento abrupto de produção de água na Bacia de Campos, igualando a média no mundo. A utilização e descarte de água produzida será um grande desafio para a produção de petróleo na Bacia de Campos.

Hoje, água do mar é injetada na maioria dos reservatórios da Bacia de Campos. Adotando a política “descarte zero”, toda a água produzida será injetada nos reservatórios ou descartada em aquíferos. Geralmente a água do mar e a água produzida em plataformas em alto mar recebem um tratamento antes de serem descartadas no mar. Por razões relacionadas à poluição ambiental, o descarte no mar vem dando lugar a utilização dessa água em processos de re-injeção para manutenção da pressão do reservatório ou para descarte em aquíferos.

Podemos distinguir dois grandes problemas de injeção de água do mar em reservatórios de óleo : 1- perda de injetividade causada pela captura das partículas sólidas pelo meio poroso com criação de reboco interno, formação de reboco

externo por essas partículas, erosão de reboco e preenchimento da coluna de poço pelos produtos de erosão, 2- perda da produtividade dos poços causada pela incrustação de sais ao redor dos poços produtores causada pela incompatibilidade das águas do mar e de formação e precipitação dos sulfatos (sais insolúveis).

Os dois problemas mencionados acima, perda de injetividade por causa da injeção de água de baixa qualidade (com muitas impurezas e partículas em suspensão), e perda da produtividade causada pela precipitação de sais insolúveis, são conhecidos como fenômenos de dano à formação.

O primeiro processo de dano de formação discutido nessa tese é perda da injetividade. Esse fenômeno foi mencionado na literatura para reservatórios do Golfo do México, Mar do Norte, e também para a Bacia de Campos.

O principal problema da injeção de água de mar e de re-injeção de água é a perda de injetividade causada pela presença de partículas sólidas, líquidas ou a combinação de ambas nessas águas. Incrustação (precipitação de sulfatos) ao redor dos poços injetores pode acontecer durante a injeção simultânea de água do mar e produzida, se a água do mar não for dessalinizada e se a água produzida contiver íons bário.

Na prática industrial, os problemas de perda de injetividade têm sido resolvidos usando-se processos físicos e químicos, como filtração da água e/ou separação de óleo/água em separadores mecânicos, dessalinização da água, dessulfatação da água do mar e uso de inibidores de incrustação. As tecnologias modernas de separação de óleo e água produzida permitem que esta separação seja realizada nas plataformas, no fundo do mar e nos poços produtores.

Ainda assim, em muitos poços, as partículas que não ficaram retidas nos processos de tratamento podem entupir o meio poroso (reservatório), causando queda na injetividade, que significa diminuição da produção de óleo (petróleo) e, portanto, prejuízos para a empresa produtora. Se houver entupimento do poço, operações de intervenção, ou seja, parada na injeção precisam ser feitas para fraturamento do poço, acidificação, remoção do dano ou outros métodos de

estimulação de poço. Essas operações envolvem altos custos, além de prejuízo de parada na injeção.

A estratégia básica

poço injetor para o poço produtor. O comprimento da zona de mistura não excede 10 a 20 metros. Por causa do movimento contínuo da zona estreita de mistura o precipitante não acumula nos reservatórios. Porém, perto dos poços produtores a velocidade é duas ordens de magnitude maior que nos reservatórios. Por causa disso, a difusividade e a taxa de reação química perto dos poços produtores também são duas ordens de magnitude maiores que no reservatório. Como a precipitação perto dos produtores é muito mais intensa que no reservatório, há acumulação do depósito de sais. Outro mecanismo de mistura entre água do mar e da formação, perto dos produtores, é o diferente tamanho das linhas de fluxo. A heterogeneidade das linhas de fluxo no campo é causada pela heterogeneidade de reservatórios, pela presença de múltiplas camadas e pela localização dos poços. Por isso, só há mistura das águas do mar e de formação, preferencialmente, no poço produtor, causando precipitação dos sulfatos e declínio de produtividade de poços.

Diversos autores estudaram esses problemas da perda de injetividade e de produtividade e diversos métodos tem sido propostos para minimizar, prevenir ou remover o dano de formação em poços injetores e produtores.

Várias tecnologias de estimulação de poço diminuem ou previnem o dano de formação em produtores e injetores. Faturamento hidráulico de poços produtores e injetores significativamente aumentam a superfície do poço causando crescimento do índice de injetividade – produtividade. Diversos métodos de remoção do dano têm sido aplicados em reservatórios da Bacia de Campos. O método mais importante é acidificação de poços e remoção de reboco interno e externo em poços injetores. Várias técnicas também são usadas para prevenção e remoção de incrustação, como por exemplo, inibidores de incrustação, solventes para sulfatos sólidos, dessalinização da água do mar antes da injeção simultânea com a água produzida.

Naturalmente os poços horizontais têm índices de injetividade e de produtividade muito mais altos do que os poços verticais. Portanto, perda da injetividade por causa da injeção de água com partículas e de incrustação dos sulfatos não causam grandes problemas em poços horizontais. Mas dano de

formação, mesmo que em menor escala, em poços horizontais, também diminui a produção de petróleo.

*Gravel pack* e telas de contenção de areia também aumentam os índices de injetividade e de produtividade, diminui os efeitos da injetividade de água com partículas e de incrustação dos sulfatos. Porém, quando ocorre o entupimento do *gravel pack* de injetores por partículas sólidas e líquidas, há perda de injetividade, e quando ocorre incrustação no *gravel pack* de produtores ocorre perda da produtividade.

O fraturamento hidráulico de poços resolve os problemas de perda da injetividade e produtividade. Mas, filtrações profundas das partículas e formação de reboco na parede de fraturas podem causar crescimento de fratura incontrolável, causando um dano ainda maior. A incrustação pode causar perda da produtividade no poço fraturado.

As decisões sobre aplicação de métodos de estimulação de poço, de prevenção e remoção de dano são feitas com base na previsão da perda de injetividade e produtividade, durante a injeção de águas de baixa qualidade e de injeção de água do mar que seja incompatível com a água produzida. A previsão da perda de injetividade e de produtividade está baseada em modelos matemáticos e em simulação, pela resolução de problemas diretos de modelagem. Atualmente, esses modelos estão bem desenvolvidos e consideram muitos efeitos físicos e químicos tais como difusão, dispersão, exclusão de partículas pelo tamanho, adsorção, reações químicas etc. Os métodos numéricos efetivos para simulação da perda de injetividade / produtividade estão desenvolvidos e disponíveis na literatura e vários *softwares*, para simulação, estão disponíveis no mercado. A precisão da previsão dada pela simulação é determinada pela precisão dos coeficientes empíricos obtidos para os modelos.

Para se fazer uma previsão dos danos à formação pela modelagem matemática é necessário conhecer os parâmetros de modelos que só podem ser obtidos em experimentos de laboratório.

Infelizmente, a falta de informação sobre coeficientes de



laboratorial para determinação dos coeficientes de transporte, de captura e de reação química para águas injetadas, produzidas e de formação, em meios porosos.

Para se proceder ao dimensionamento do sistema para o laboratório do LENEP/UENF, foi consultada bibliografia que resultou na análise dos sistemas de dano de formação usados por outros pesquisadores ao redor do mundo. O modelo de reservatório (testemunho de rocha) pode ser usado para injeção de água do mar e água produzida, em estudos de perda de injetividade. Medidas de concentração na saída do testemunho e medidas de queda de pressão ao longo do testemunho ou em parte dele permitem determinar os parâmetros de filtração profunda das partículas em meios porosos e de formação de reboco na parede do poço. Esses coeficientes permitem uma modelagem de reservatório confiável, considerando fenômenos de perda de injetividade.

A inclusão de contador de partículas (calibrado no presente estudo) no sistema para testes de injetividade permite o estudo na escala micro. Medidas de distribuição de partículas pelo tamanho, n

## **CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA E CONCEITOS BÁSICOS**

---

Nesse capítulo serão analisados os principais trabalhos realizados nos últimos anos, visando principalmente montagens laboratoriais de sistemas de escoamento em meio poroso para testes de perda de injetividade e formação de incrustações, que é o principal objetivo dessa dissertação.

A revisão está dividida em duas partes. A seção 2.1 tratará do dano causado pela perda de injetividade e a seção 2.2 tratará do dano causado pela incrustação.

### **2.1. Perda de Injetividade**

Esse subitem apresenta os trabalhos revistos sobre dano à formação causado por perda de injetividade.

A perda de injetividade é causada pela presença de partículas sólidas e líquidas ou a combinação de ambas no fluxo em meio poroso (rocha reservatório de petróleo). O fenômeno perda de injetividade está associado à presença das partículas acima mencionadas, em suspensão na água injetada (água injetada no reservatório de petróleo com a finalidade de “empurrar” o petróleo quando cai a pressão normal de confinamento que naturalmente leva o petróleo à superfície). As partículas líquidas são hidrocarbonetos, na forma de gotas de óleo, emulsões ou

partículas semi-sólidas contendo parafinas ou asfaltenos. As partículas sólidas são geralmente produto de corrosão nas tubulações. Essas partículas são capturadas pelo meio poroso, resultando no entupimento interno (fechamento de poros da rocha) e externo (formação de reboco) do meio poroso, com dano à formação e conseqüente perda de injetividade.

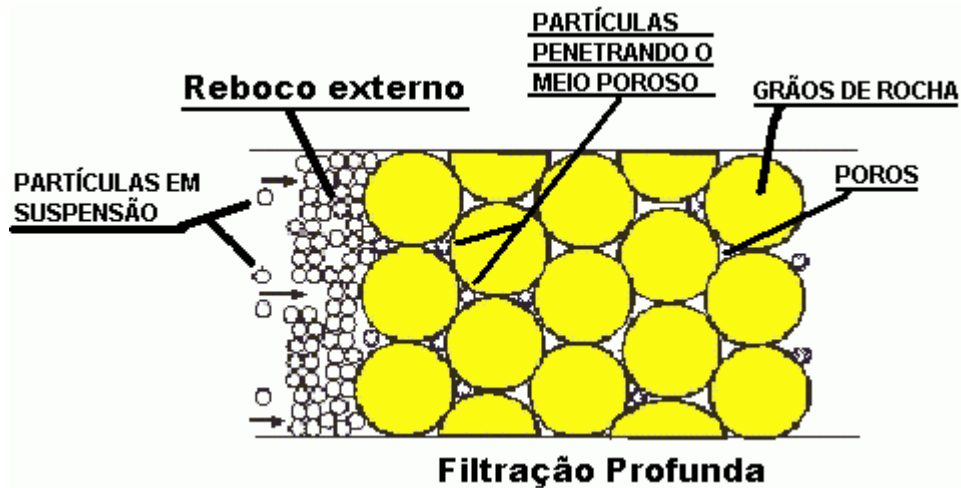


Figura 1. Formação do reboco externo no meio poroso pela penetração das partículas em suspensão.

Ochi et al, 1999 definiram o problema da perda de injetividade por reinjeção de água como: “A reinjeção da água produzida, contaminada com óleo, nos reservatórios para manutenção da pressão tem se tornado cada vez mais atrativa na indústria, desde as novas regulamentações para descarte de águas no mar, rios, ou aquíferos profundos. Porém, a maior dificuldade da reinjeção é a previsão do impacto da qualidade da água produzida na injetividade dos poços. Essa dificuldade se deve ao pouco conhecimento dos mecanismos de dano à formação causado por partículas sólidas e gotículas de óleo”.

Também podem causar dano à formação partículas finas, constituintes naturais da própria rocha ou formadas pela sua dissolução que podem migrar pelo meio poroso e ficarem retidas nas gargantas dos poros, da mesma forma que partículas presentes na água injetada (Milanez e Daher, 2000).

De acordo com Barkman e Davidson, 1972, quatro mecanismos são causadores de dano por captura de partículas, a saber,  $0.88347 \times 10^{-6} \text{ Td}$ ,  $0.88347 \times 10^{-7} \text{ Td}$ ,  $6.24368 \times 10^{-6} \text{ Td}$  (a)

quanto externamente no meio poroso, sendo que, no último caso, elas iniciam a formação do reboco externo.

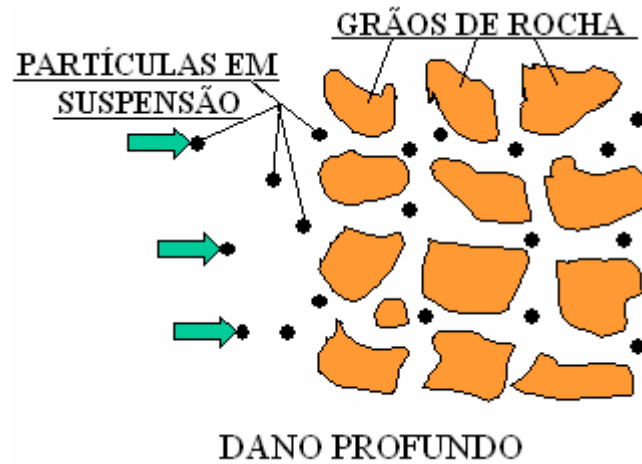


Figura 3. Penetração de partículas finas no meio poroso gerando o dano profundo (figura modificada de da Silva, 2003, tese de mestrado).

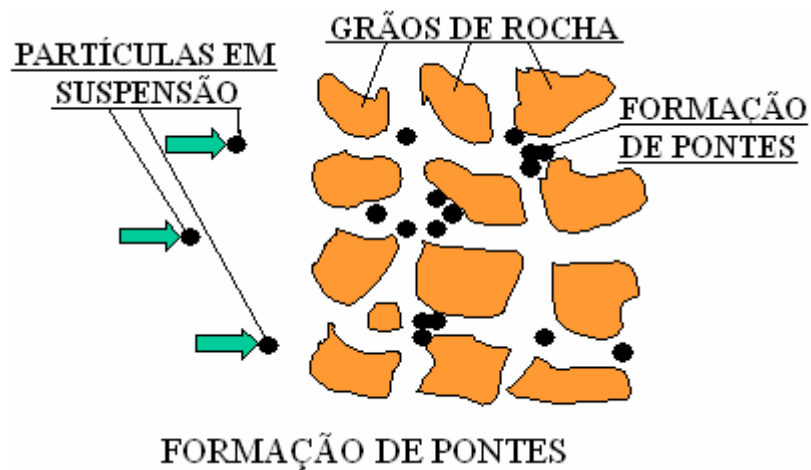


Figura 4. Ilustração das pontes formadas pelas partículas em suspensão quando penetradas profundamente no meio poroso (figura modificada de da Silva, 2003, tese de mestrado).

Segundo da Silva, 2003, os principais parâmetros de perda de injetividade são: 1) o coeficiente de dano à formação ( $\beta$ ), 2) o coeficiente de filtração ( $\lambda$ ), 3) a permeabilidade do reboco ( $k$ ) e a 4) porosidade ( $\Phi$ ), e podem ser calculados a partir de testes de injeção em meios porosos, em laboratório.

da Silva, 2003, citou que esses parâmetros puderam ser obtidos a partir de dados de laboratório apresentados por Bruim, et al, 1998 e Trank, et al, 1998, no aparato experimental mostrado na Figura 5.

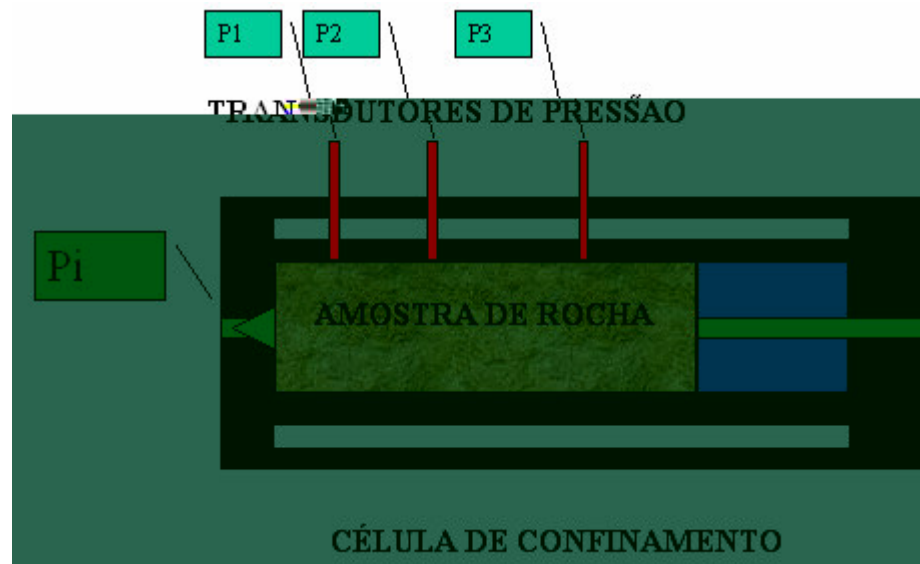


Figura 5. Esboço da célula de confinamento utilizada com as saídas para os transdutores para se obter medidas das pressões de entrada e em pontos da amostra de rocha (figura modificada de da Silva, 2003).

A amostra em análise tinha sua pressão medida em 5 pontos ao longo da amostra. Os parâmetros efetivamente obtidos dos testes em laboratório foram a pressão ( $P$ ) e a variação de pressão ( $\Delta P$  – diferença entre dois pontos da amostra). As permeabilidades e impedâncias puderam ser calculadas pela técnica básica desenvolvida por Bedrikovetsky, et al, 2000, e denominada “Método dos Três

Pontos” (Bedrikovetsky, et al, 2000, Bedrikovetsky, et al, 2001 a, Bedrikovetsky, et al, 2001b, Rodrigues, 2001, Bedrikovetsky, et al, 2002).

Ramachandram e Fogler, 1998, apresentaram uma montagem experimental de escoamento de partículas em meio poroso para estudar a taxa de deposição das partículas e deposição espacial das partículas depositadas. Essa montagem é dirigida a estudos dos efeitos microscópios, diferentemente da montagem apresentada por da Silva, 2003.

A montagem de Ramachandram e Fogler, 1998, é mostrada na Figura 6.

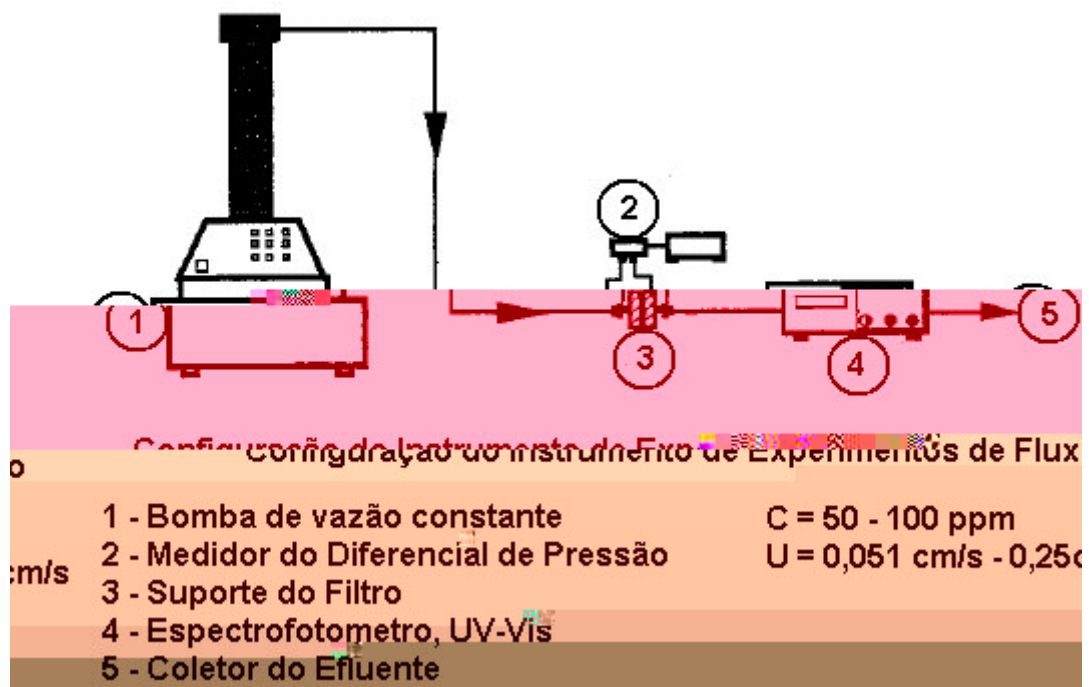


Figura 6. Sistema montado para estudo da deposição de partículas em meio poroso simulado por membrana (figura modificada de Ramachandran e Fogler, 1998).

A retenção de partículas no meio poroso (membrana) utilizado foi monitorado como no experimento de da Silva, 2003, pela queda de pressão através da membrana. Um transdutor diferencial sensível capaz de medir pressões da ordem

de 10 Pa foi usado. O bombeio foi feito através de bomba, que possibilitou injeção de partículas em suspensão com vazão constante.

da Silva, 2003, em seus estudos para caracterização de dano causado por injeção de água com partículas em suspensão, mencionam a mesma montagem laboratorial feita por Van den Broek, et al., 1999. Segundo os autores, o sistema de injeção é composto de manômetros, transdutores de pressão e suporte de amostra com o testemunho de rocha.

A metodologia de da Silva, 2003, consistiu da injeção de fluídos em uma taxa fixada. O fluido atravessa o testemunho e sai na outra extremidade. O suporte de amostra é fornecido com um número de linhas de pressão que permite medidas de pressão em dois diferentes pontos do testemunho de rocha. Há um espaço anular entre a camisa que envolve o testemunho e as paredes do suporte de amostra, o qual é preenchido com óleo. O óleo exerce uma pressão de confinamento através da camisa sobre o testemunho de rocha. As linhas contendo o fluido são conectadas aos transdutores que medem as diferenças de pressão nos intervalos do testemunho.

O comprimento dos testemunhos testados foi de 7,62 e 2,54 cm de diâmetro. O arranjo experimental pode operar com quedas de pressão de até 4000000 Pa, em temperaturas entre 200 °C e 700 °C, e em uma taxa de injeção de fluidos entre 50 L/h.

A distribuição de tamanho das partículas sólidas foi determinada usando um medidor de tamanho de partículas.

Van den Broek, et al, 1999, realizaram experimentos laboratoriais sobre injeção de água produzida contendo gotículas de óleo e partículas sólidas (artificiais) e avaliaram os resultados do dano à formação, a fim de entender os fenômenos que acontecem durante a injeção de partículas. O aparato experimental consistiu da montagem mostrada na Figura 7.





testemunho. Ainda nesse trabalho os autores mencionam que através da substituição dos dados disponíveis, tais como, taxa de escoamento, diferença de pressão, comprimento da seção do testemunho, valor conhecido da viscosidade dinâmica da água na lei de Darcy, possibilitou o cálculo das permeabilidades em diferentes seções do testemunho.

Rey, et al, 2000, estudaram a perda de injetividade de filtros de membrana devido ao escoamento de emulsões estáveis de óleo em água. Os principais componentes do sistema experimental usados para os testes de escoamento estão mostrado na Figura 8.

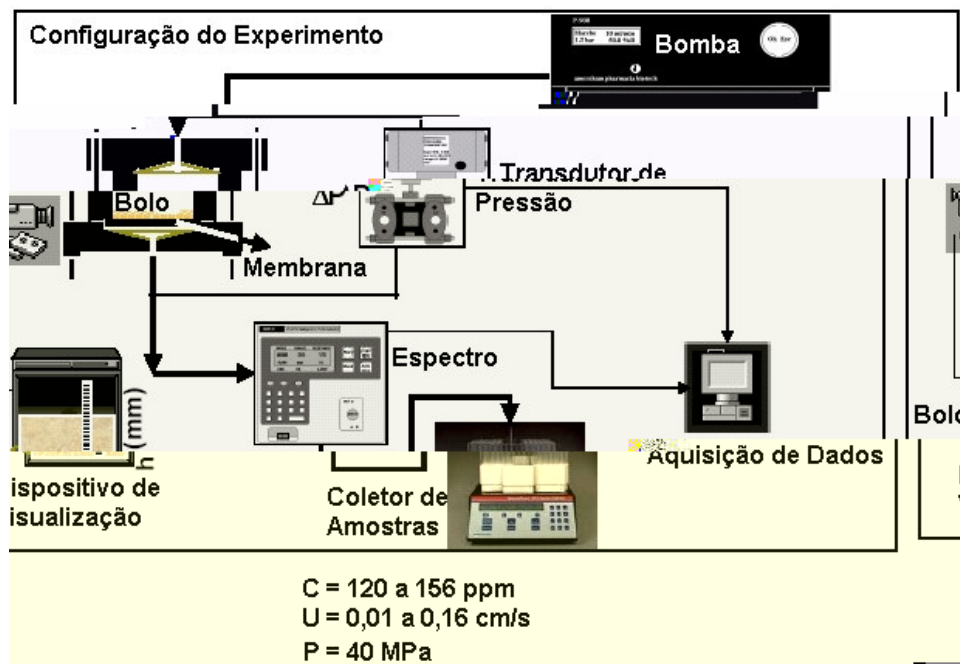


Figura 8. Principais equipamentos utilizados por Rey, et al., 2000, para estudos de perda de injetividade em filtros de membrana (figura modificada de Rey, et al., 2000).

A célula para filtração desse sistema é constituída de um cilindro de material sintético transparente do qual o fundo é feito de tal modo que permite que se insira uma membrana ou um suporte de testemunho. O diâmetro da célula de filtração foi de 0,8 cm e a altura de 2,5 cm, para evitar turbulência na entrada do meio filtrante.

Foi utilizado também transdutor para medidas de queda de pressão, um espectrofotômetro para medidas de turbidez em tempo real, um coletor de frações para análise de granulometria no efluente e um aparelho de visualização para medida da espessura externa do reboco, com uma capacidade de medida do reboco de até 0,1 mm.

Argillier, et al, 1999 montaram um sistema de escoamento para avaliar o dano à formação causado pela infiltração na rocha dos novos fluidos de perfuração de base água (fluidos menos poluentes que tem a água como base em suas formulações ao invés de óleo). O esquema do sistema usado pelos autores pode ser visto na Figura 9.

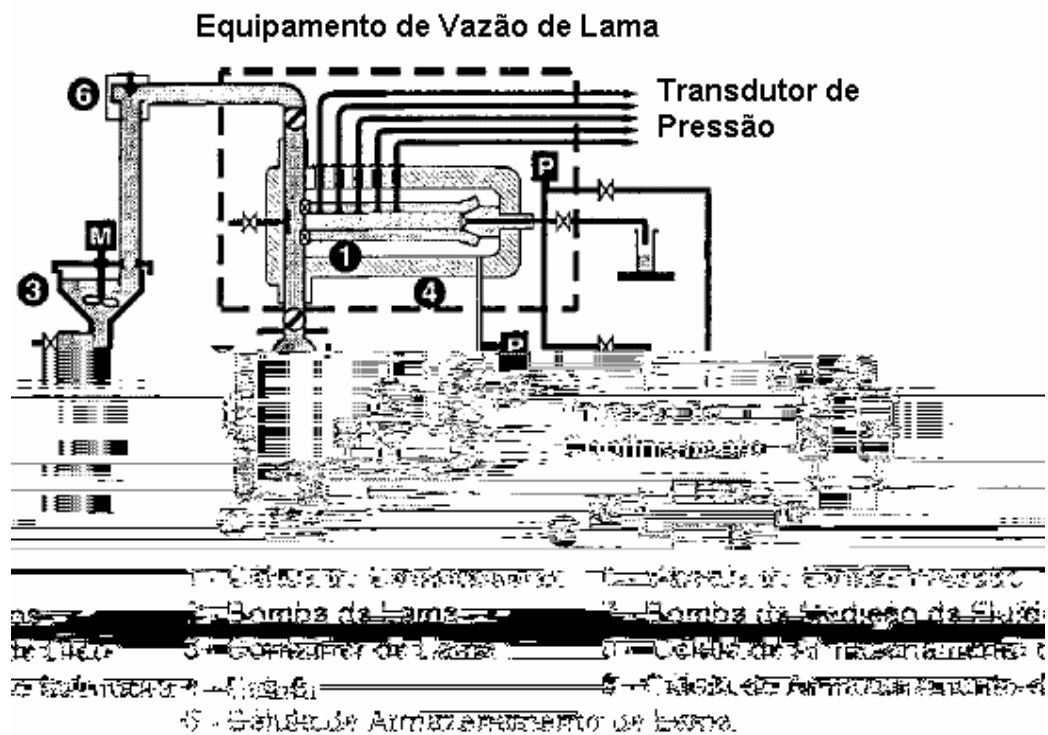


Figura 9. Sistema de injeção para fluidos de perfuração contendo célula de confinamento com saída para 05 transdutores de pressão (figura modificada de Argillier, et al., 1999).

Amostras longas de testemunhos cilíndricos (40 cm de comprimento e 5 cm de diâmetro) foram usadas para simular o processo total de invasão dos fluidos na formação. Um suporte de testemunho foi equipado com 05 transdutores de pressão distribuídos ao longo da amostra de testemunho de rocha, localizados a 5, 10, 15, 20 e 25 cm da face de entrada do testemunho. Essa montagem permite monitorar as quedas de pressão em 06 seções da amostra de testemunho de rocha durante invasão de lama (fluido de perfuração a base de água). O dano à formação pode ser quantificado como uma função da distância da face de injeção

Ochi, et al., 1999, disseram que estudos sobre o mecanismo de dano à formação durante a injeção de água produzida são limitados na literatura disponível. Assim, eles focaram seu trabalho nesse aspecto e estudaram o crescimento do reboco externo e propriedades de escoamento, que eles acreditam ter grande impacto na injetividade do poço ao longo de toda sua vida útil.

O trabalho experimental feito por eles envolveu a preparação de emulsões sintéticas (misturas de óleo e água). Para a preparação foi usado óleo cru com densidade 0,9 e uma viscosidade de 16 cP a 20 °C que foi dispersado por um surfactante (Sellig O167) em uma salmoura de concentração 100 g/L. O tamanho desejado para as gotículas de óleo na emulsão é alcançado pela mistura constante em uma velocidade e duração constantes. O tamanho das gotículas de óleo foi medido com um Malvern Master Sizer (medidor de tamanho de partículas). Para os experimentos de escoamento, foram utilizadas concentrações de óleo de 200 a 1000 ppm com tamanho das gotículas constante de cerca de 10 µm. Esses números se referem, na prática, a uma água produzida depois de um tratamento mínimo de separação. As membranas usadas para simular o meio poroso tinham um tamanho de poro de 8 µm. O tamanho médio do poro foi escolhido próximo ao tamanho da gotícula, para aparecimento de um reboco externo e permitir que parte da emulsão fluísse através do filtro. Além disso, a escolha desse tamanho de poro corresponde a média das gargantas de poro de reservatório arenosos de cerca de 100 – 200 mD. Amostras de filtrado foram analisadas para quantificar a evolução com o tempo da concentração de óleo e do tamanho médio das gotículas deixando o meio filtrante. Segundo os autores, esse é o único método prático que permite, sem qualquer

interpretação, definir exatamente a qualidade da água que entra no poro da rocha, o qual é um parâmetro inicial fundamental do dano interno.

Valdya e Fogler, 1992, também montaram um sistema de escoamento em meio poroso para estudar a influência do pH e da troca iônica na migração de finos, produzindo dano à formação. A Figura 10 mostra um esquema da montagem. Foram usadas 02 bombas de vazão constante, um suporte de amostra, eletrodos para medir pH e condutividade, transdutores de pressão, e sistema de aquisição de dados (ligado a um PC).

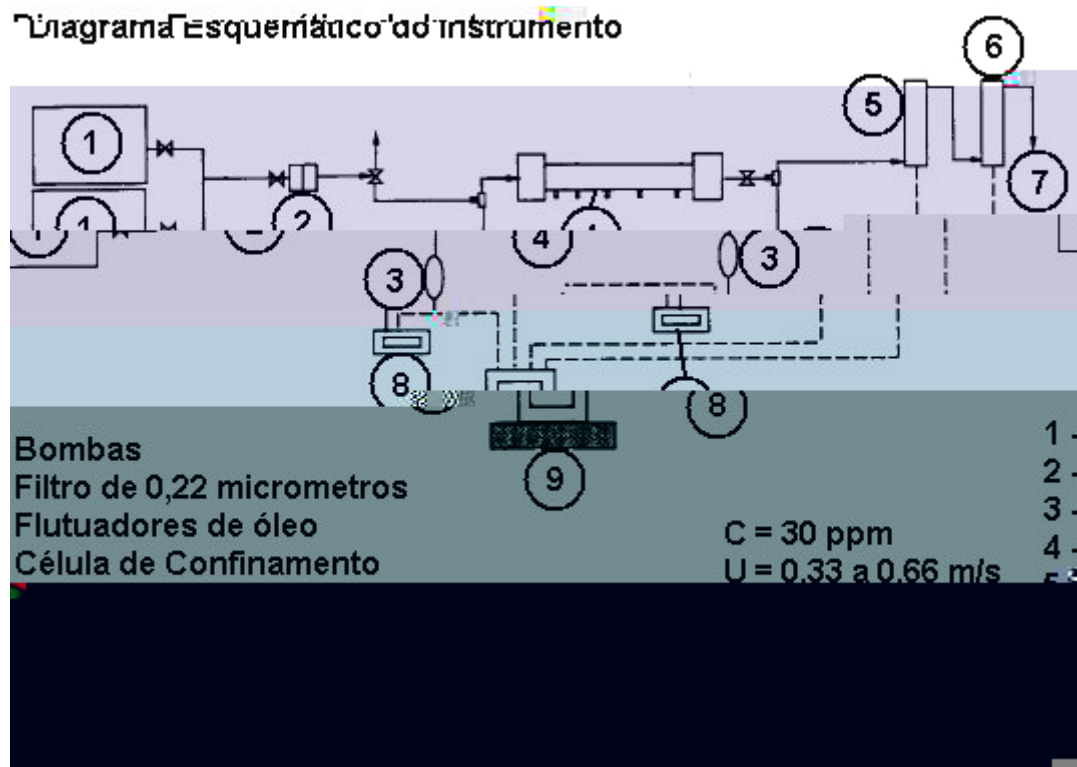


Figura 10. Esquema do aparato experimental para estudo da migração de finos (figura modificada de Valdya e Fogler, 1992).

Os autores mencionaram que o procedimento experimental consistiu basicamente em saturar a vácuo uma amostra padrão de arenito (Berea) de 2,54 cm de diâmetro e 5,08 cm de comprimento com uma salmoura de concentração 0,51 M

NaCl, que foi colocada no suporte de amostra. Depois, eles injetaram uma salmoura acidificada (pH entre 2 a 3 e 1 M NaCl) para remover a maior parte dos carbonatos (exemplo, a calcita); a seguir, o testemunho foi submetido a um fluxo de aproximadamente de 150 volumes porosos de salmoura 0,51 M NaCl em pH neutro, para restaurar o testemunho para um estado de saturação com sódio. Esse testemunho saturado com salmoura, chamado de testemunho condicionado com salmoura, foi usado para os experimentos posteriores.

Segundo os autores, a permeabilidade do testemunho pode ser calculada em qualquer tempo pelo monitoramento da queda de pressão através do testemunho em uma taxa de injeção constante (as taxas de escoamento típicas foram 1,0 a 2,0 mL/min ou 33 a 66 cm/s). O fluido injetado passou através de um filtro de 0,22  $\mu\text{m}$  para remover os sólidos suspensos antes de entrar no testemunho.

### **2.1.1. Modelos de perda de injetividade**

Iwasaki, 1937 na década de 30 estudou os problemas de perda de injetividade e hoje há diversos modelos para explicar o comportamento da injetividade.

da Silva, 2003, mencionou que após compilação de diversos modelos de perda de injetividade, quatro modelos se destacaram:

**Modelos Estocásticos:** O fluxo de partículas no meio poroso é descrito de maneira probabilística, possuindo dois parâmetros que podem ser determinados a partir de dados experimentais, um deles é a probabilidade de ocorrência de evento de nascimento (desbloqueio de poro) e outro de morte (bloqueio de poro), em ambos os casos em uma unidade do volume poroso. Estes modelos têm a desvantagem desconsiderar a distribuição de tamanho de partículas, a morfologia do meio poroso ou a concentração das partículas no efluente (Siqueira, 2000 e Rodrigues, 2001).

**Modelos de Rede:** Esses Modelos representam o meio poroso por intermédio de ligações e nós, gerados pelo método de Monte Carlo e dispostos de maneira a representarem malhas tridimensionais ou bidimensionais, onde os poros são representados pelos nós e as gargantas pelas ligações. A permeabilidade é calculada pela determinação da resistência ao fluxo dos elementos da rede, a partir de uma vazão constante ou diferença de pressão constante e pelo balanço de massa em cada nó. Os modelos de rede tentam incorporar as heterogeneidades do meio poroso, porém o grau de semelhança com um reservatório real irá depender muito das considerações adotadas e as soluções são obtidas a partir de métodos numéricos (Siqueira, 2000).

**Modelos de Análise de Trajetórias:** Estudam o fluxo de partículas no meio poroso, como se as mesmas estivessem no interior de coletores com um tubo com restrições. Geralmente estes modelos não consideram a captura por exclusão de tamanho. A partícula se deposita caso seu percurso entre em uma região entre a superfície do coletor e uma trajetória limite, podendo incluir todas as forças e momentos que agem sobre uma partícula (forças gravitacionais, Van de Waals, hidrodinâmicas ou iônicas). Como o balanço destas forças é geralmente complexo, as soluções são numéricas. A queda de permeabilidade é obtida através da estimativa do coeficiente de filtração e cálculo da queda de pressão ao longo do coletor (Siqueira, 2000).

**Modelos Fenomenológicos:** Nestes modelos o meio poroso é tratado como um sistema fechado em uma escala muito maior que a das partículas injetadas ou dos poros. Não existe preocupação com os detalhes microscópicos do meio poroso, mas somente com seus efeitos macroscópicos como por exemplo o coeficiente de filtração  $\lambda(1/m)$ . O comportamento das concentrações de partículas em suspensão  $c(\text{ppm})$  e a massa das partículas precipitadas  $\sigma(\text{kg}/\text{m}^3)$  são consideradas funções contínuas e suaves ao longo do tempo. Os volumes estudados devem ser suficientemente grandes para poder representar as propriedades médias do meio poroso microscópico (Siqueira, 2000).

### 2.1.2. Resumo da revisão sobre perda de injetividade

Da análise dos trabalhos acima mencionados, pode-se resumir as principais informações como:

#### 1) Causas da perda de injetividade

Diversos dos autores citados anteriormente apontam como principais causas da perda de injetividade, a presença de partículas sólidas (produtos de corrosão, bactérias, finos constituintes naturais da própria rocha) e partículas líquidas (óleo) na água de injeção.

#### 2) Mecanismos causadores do dano à formação

Os principais mecanismos causadores do dano à formação citados na literatura (Barkman e Davidson, 1972; Ramachandram e Fogler, 1998) são:

1- formação de reboco externo; 2- invasão profunda das partículas; 3- fechamento dos poros; e 4- fechamento dos canhoneados.

#### 4) Parâmetros dos modelos propostos para previsão da perda de injetividade

Os parâmetros mais importantes para previsão da perda de injetividade foram sugeridos por da Silva, 2003, Barkman e Davidson, 1972, Bedrikovetsky et al, 2001a, Bedrikovetsky et al, 2001b, Bedrikovetsky, 2002 e podem ser calculados a partir de testes de injeção em meio poroso, em laboratório e são apresentados a seguir:

1- coeficiente de dano à formação ( $\beta$ ); 2- coeficiente de filtração ( $\lambda$ ); 3- permeabilidade do reboco ( $k$ ); e 4- fração de porosidade crítica ( $\Phi$ ).

5) Sistemas de escoamento de escala laboratorial para estudos de perda de injetividade:



Foram apresentados na revisão da literatura diversos sistemas, Ramachandram e Fogler, 1998, Van den Broek, et al., 1999, Argillier, et al., 1999, Valdya e Fogler, 1992, Rey, et al., 2000, da Silva, 2003, cujos equipamentos mais importantes são:

1- Suporte de amostra de rocha – alguns autores utilizaram uma membrana como meio poroso e, portanto, não precisaram do suporte de testemunhos. Os pesquisadores (Valdya e Fogler, 1992, van den Broek, et al., 1999, Argillier, et al., 1999) que usaram testemunho de rocha como meio poroso nos experimentos, utilizaram um suporte similar, do tipo mostrado na Figura 5 (página 12) O número de furos ao longo do testemunho variou de acordo com a necessidade de cada pesquisa e estão entre 02 e 05 furos para tomada da pressão. O diâmetro das amostras de rocha utilizadas por esses autores variou entre 2,5 cm a 5 cm e o comprimento entre 2,5 cm a 40 cm.

2- Bombas de vazão constante – todos os autores revisados na literatura usaram bombas de vazão constante para injeção de fluídos no meio poroso para garantir fluxo constante.

3- Transdutores de pressão – são utilizados para monitoramento da pressão através do meio poroso e foram utilizados em todos as montagens laboratoriais revisadas e suas faixas de pressão variaram entre 10 Pa e 4000000 Pa.

4- Manômetros – foram utilizados para medir a pressão no suporte de testemunho, que tem como função simular a pressão do reservatório. As faixas das pressões medidas pelos autores da revisão da literatura variaram entre 1500000 Pa 7000000 Pa, dependendo do objetivo que cada trabalho.

5- Estufa – os trabalhos revisados utilizaram estufa para simular a temperatura do reservatório, nesses casos o suporte de amostra foi montado dentro da estufa. A faixa de temperatura variou entre 200 °C e 700 °C dependendo do objetivo da pesquisa.

6- Bomba de vácuo – todos os autores revisados utilizaram bomba de vácuo para fazer a saturação das amostras de rocha com os fluidos estudados.

7- Medidor do número e do tamanho de partículas – esse equipamento foi utilizado por diversos pesquisadores (da Silva, 2003, Van den Broek, 1999) para saber a distribuição do tamanho das partículas sólidas nos fluídos injetados e nos fluídos efluentes. A faixa de tamanho detectada por esses medidores esteve normalmente entre 8 a 30  $\mu\text{m}$ .

8- Coletor de amostras – esse equipamento foi utilizado por alguns pesquisadores para fazer a amostragem dos fluídos efluente do testemunho nos testes de injeção de forma automatizada. Esse equipamento é normalmente programado para coletar amostras em determinados períodos de tempo.

## **2.2. Incrustação**

Nesse sub-item da revisão da literatura serão apresentados os trabalhos revisados que tratam das montagens laboratoriais de sistemas de escoamento em meio poroso, visando o estudo da precipitação de sulfato de bário em projetos de injeção de água para manutenção da pressão nos reservatórios de petróleo.

A incrustação de sais insolúveis, principalmente o sulfato de bário, ocorre pela mistura entre a água de formação (água que se encontra junto com o petróleo no reservatório, rica em íons bário) e a água de injeção (rica em íons sulfato). Essa interação entre as águas causa a precipitação do sal (sulfato de bário), o qual entope os poros da rocha na região em torno do poço produtor, provocando decréscimo na produção de óleo.

Como mencionado acima, a incrustação de sulfato de bário nas vizinhanças dos poços produtores se dá pela incompatibilidade das águas de formação, ricas em  $\text{Ba}^{++}$  com as águas do mar, ricas em  $\text{SO}_4^{--}$ , que ao serem colocadas em contato precipitam o  $\text{BaSO}_4$  que é um sal insolúvel e assim obstrui os poros da rocha,

diminuindo a produtividade do óleo. A taxa da reação  $Ba^{++} + SO_4 \rightarrow BaSO_4$  é descrita pela fórmula: taxa de reação química =  $K[Ba^{2+}][SO_4^{2-}]$ , onde K é conhecido com coeficiente da taxa de reação química. O valor desse coeficiente em reações em meio poroso precisa ser determinado experimentalmente para ao ser substituído na fórmula, quantifique a velocidade de formação do precipitado.

Diversos pesquisadores estudaram essa problemática da formação da incrustação e seus trabalhos foram revisados como a seguir:

Bedrikovetsky, et al., 2003, e Lopes Jr., 2002 propuseram uma metodologia para determinação do coeficiente da taxa de reação química da precipitação do sulfato de bário para condições de escoamento no meio poroso. O aparato experimental consistiu de 01 suporte de amostra com sistema de confinamento, 02 bombas de vazão constante e 02 transdutores de pressão. Um esquema da montagem pode ser observado na Figura 11.

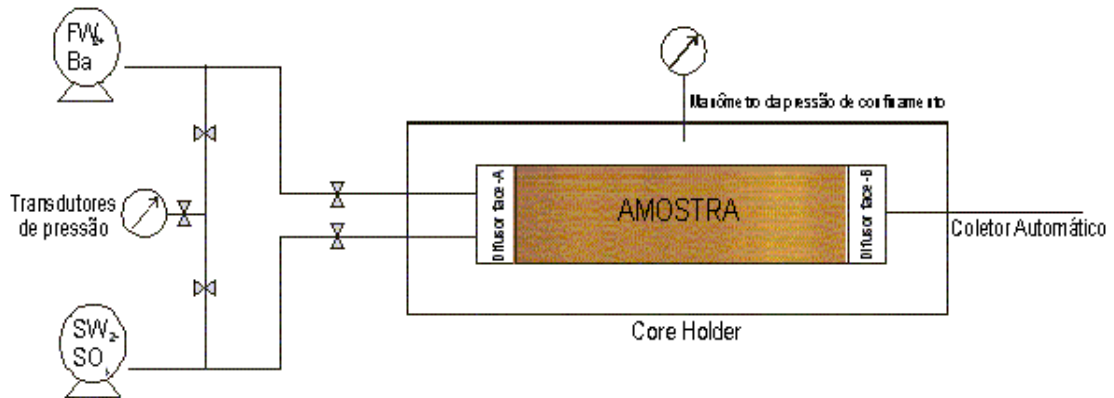


Figura 11. Esquema do sistema de injeção para estudos de incrustação (figura de Lopes Jr., 2002).

Os autores usaram a seguinte seqüência de injeção para determinação da constante da taxa de reação:

1- Testes de difusão — preencheram o testemunho com água de formação sintética e injetaram água do mar sintética sem ânions  $\text{SO}_4^{2-}$  em uma mesma velocidade constante. No segundo experimento injetaram a água de formação em outra velocidade diferente do primeiro teste. E no terceiro experimento fizeram injeções alternadas de água de formação e água do mar em diferentes velocidades.

O objetivo desses testes foi determinar o coeficiente de difusão versus velocidade de escoamento. Os autores mencionaram que 03 volumes porosos foram injetados durante cada teste de difusão a fim de garantir o deslocamento total e que marcadores inertes (Ba e Mg) tiveram suas concentrações medidas na saída.

2- Testes em regime permanente — nesses testes os autores injetaram simultaneamente águas de formação e do mar na mesma velocidade e depois injetaram águas de formação e do mar com velocidades diferentes. A concentração de bário na saída foi medida para ser feito o balanço de massa entre a quantidade que entrou no sistema e a que ficou retida na forma de incrustação. As concentrações na saída tendem ao valor do regime permanente durante a injeção. Os autores mencionaram também que foram injetados 10 volumes porosos durante cada teste a fim de garantir um escoamento em regime permanente e condições de reação. O objetivo dos autores com a realização desses testes foi determinar a dependência “taxa de reação química constante versus velocidade”.

3- Testes em regime transiente — os autores preencheram o testemunho de rocha com água de formação sintética, então injetaram água do mar sintética numa determinada velocidade. Injetaram a água de formação sintética em outra velocidade. Fizeram injeções alternativas posteriores de águas do mar e de formação sintéticas em velocidade diferentes. Esses testes foram feitos para verificar especificamente a dependência “taxa de reação química versus velocidade” como obtidos nos testes em regime permanente.

Mc Elhiney, et al., 2001, observaram a precipitação *in situ* de  $\text{BaSO}_4$  durante experimentos de escoamento em meio poroso conduzidos em um testemunho de arenito padrão Berea. O precipitado foi observado durante o estudo laboratorial

sobre transporte dos íons sulfato contidos na água de injeção que deslocava uma água de formação sintética contendo íons bário.

Dois testemunhos separados foram 100% saturados com água de formação similar a encontrada em reservatórios em alto mar na África Ocidental (240 ppm de bário e 230 ppm de estrôncio) e depois injetaram uma água do mar sintética de baixa concentração em sulfato (dessulfatada), contendo 36 ppm de sulfato.

Os autores mediram e compararam os perfis de concentração dos íons sulfato, bário, estrôncio, etc. no efluente e os resultados indicaram que sulfato de bário precipitou *in situ* durante a injeção. Eles mencionaram também que no caso de injeção de água do mar, aproximadamente 27% de bário, que estavam na água de formação residente no testemunho, foram precipitados. No caso da água com baixa concentração de sulfato, onde a propensão de precipitação de bário era pequena, houve incertezas na quantificação da precipitação. Eles citaram que só aproximadamente 10% do bário foram precipitados.

Ainda, segundo os pesquisadores, as condições de temperatura e pressão foram, temperatura ambiente ( $\pm 70$  °C) e pressão atmosférica. O tamanho dos testemunhos Berea utilizados foram, 15,2 cm de comprimento e 5,08 cm de diâmetro. A permeabilidade média foi de 112 md e a porosidade 17,5%. Os autores mencionaram também que os experimentos foram conduzidos numa velocidade de injeção de 0,31 m/dia (velocidade de Darcy) e descreveram o aparato experimental como sendo composto por uma bomba que deslocava os fluidos através do testemunho pressurizados numa célula do tipo Hassler (com camisa de borracha ao redor do testemunho). A face de injeção dos fluidos do testemunho possuía um disco de metal que distribuía uniformemente o fluido injetado no testemunho. O testemunho foi inicialmente aquecido e seco na preparação para a instalação no suporte e em seguida foi submetido a vácuo durante uma noite para remover todo ar nele contido. Amostras de 2,5 mL do efluente foram tomadas automaticamente com um amostrador automático.

Bennion, et al., 1991, apresentaram diversas montagens experimentais para escoamento em meio poroso para avaliar os principais problemas de dano à formação.

Para dano causado por forças mecânicas (altas pressões de injeção, água de injeção de água do mar com partículas) eles sugerem a montagem mostrada na Figura 12, onde o testemunho de amostra pode ser visto encapsulado em teflon e colocado em uma camisa de viton. O encapsulamento do testemunho em teflon assegura que não haverá deslização de fluido entre a camisa e o testemunho e evitar contato direto do fluido com a camisa. A ductibilidade da camisa permite que uma sobrecarga de confinamento seja transferida ao testemunho para simular a pressão de reservatório. O testemunho, montado dentro da camisa é colocado dentro do suporte de amostra, o qual é capaz de simular pressões de reservatório da ordem de 68,9 MPa (10.000 psi  $\approx$  680 atm). Segundo os autores, essa pressão é aplicada através do preenchimento dos espaços anulares entre a camisa de viton e o suporte de amostra (aço) com óleo leve e então comprimindo o óleo com uma bomba hidráulica para obter a pressão de sobrecarga desejada.

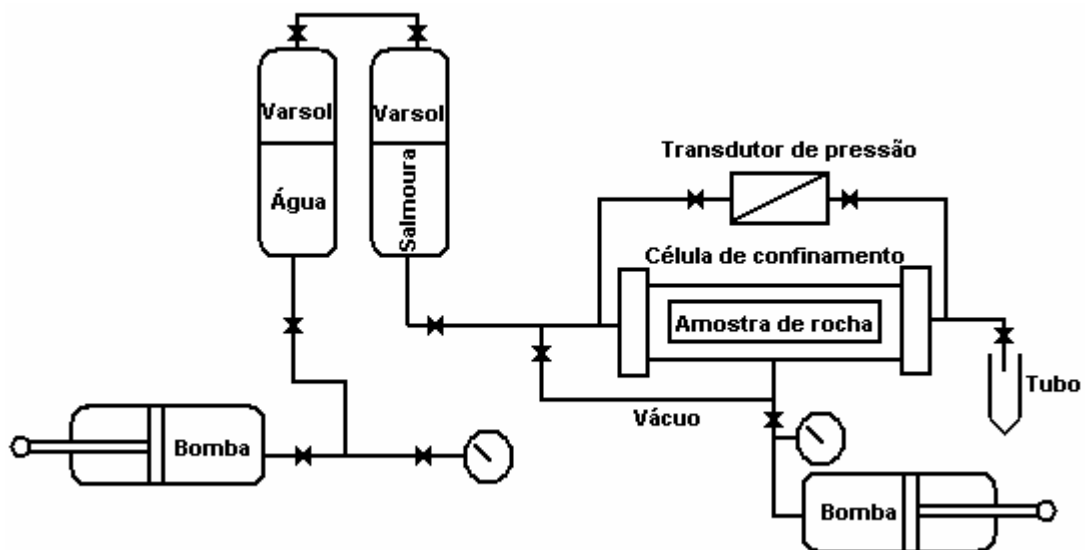


Figura 12. Sistema para estudo de dano devido a forças mecânicas (figura modificada de Bennion, et al., 1991).

O suporte de amostra (do testemunho) usado pelos autores continha duas linhas na entrada e na saída. Uma dessas linhas foi usada para injeção e produção do fluido e a segunda para medidas de pressão. As partes do suporte de amostra diretamente adjacentes aos terminais de injeção e produção do testemunho foram equipadas com discos de distribuição radial para assegurar distribuição uniforme do fluxo de fluido para dentro e para fora do testemunho e eliminar áreas de alta velocidade localizadas.

Os autores também usaram transdutores de pressão para medir o diferencial de pressão no testemunho estudado. O transdutor foi montado diretamente através do testemunho e a diferença de pressão entre os terminais de injeção e produção foi medida. A faixa de pressão do transdutor depende da permeabilidade do testemunho que está sendo avaliado. O sinal do transdutor de pressão estava diretamente conectado a um registrador que fornecia um perfil contínuo da pressão durante o teste.

Ainda, segundo os autores, foi usada uma bomba de deslocamento positivo para injetar os fluidos no testemunho. A bomba era capaz de injetar em taxas de 1,00 cm<sup>3</sup>/h até 8,24 cm<sup>3</sup>/h em pressões até 68,9 MPa (680 atm), com uma acuracidade de  $\pm 0,01$  cm<sup>3</sup>. A bomba foi preenchida com água destilada a qual deslocava varsol (solvente de óleos em geral) Esse solvente então deslocava a salmoura a ser usada no testemunho do teste. Esse arranjo foi usado para evitar colocar a salmoura corrosiva diretamente dentro da bomba. As bombas de deslocamento positivo, tais como a usada nesse trabalho, fornecem uma ação de deslocamento muito leve que elimina choques de pressão no testemunho e assegura uma vazão constante.

O sistema como um todo, ficava dentro de uma estufa com controle de temperatura que simulava com precisão as condições de temperatura do reservatório e eliminava complicações de análise de dados devido às flutuações na temperatura ambiente externa. O uso da temperatura correta do reservatório também assegura que a viscosidade correta dos fluidos que aparecem no reservatório, estarão simuladas apropriadamente.

Para o estudo do dano causado pela incompatibilidade entre a água da formação e água do mar, formando precipitados de íons divalentes tais como  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Mg}^{++}$ ,  $\text{Ba}^{++}$  e  $\text{Sr}^{++}$ , os autores propõe a montagem mostrada na Figura 13. Para esses estudos os autores sugerem testes de longo prazo, conduzidos usando co-injeção para quantificar os efeitos de exposição de longo prazo do reservatório à presença de precipitados. Nessa montagem experimental, volumes iguais de salmoura em equilíbrio com a formação e de água de injeção, são simultaneamente deslocados através do testemunho de rocha. As duas salmouras juntam-se diretamente na face de injeção da amostra, permitindo formação de precipitado *in situ*. A co-injeção pode continuar por um período grande de tempo (geralmente várias centenas de volumes porosos) para observar o efeito de longo prazo da deposição de precipitados na permeabilidade da rocha.

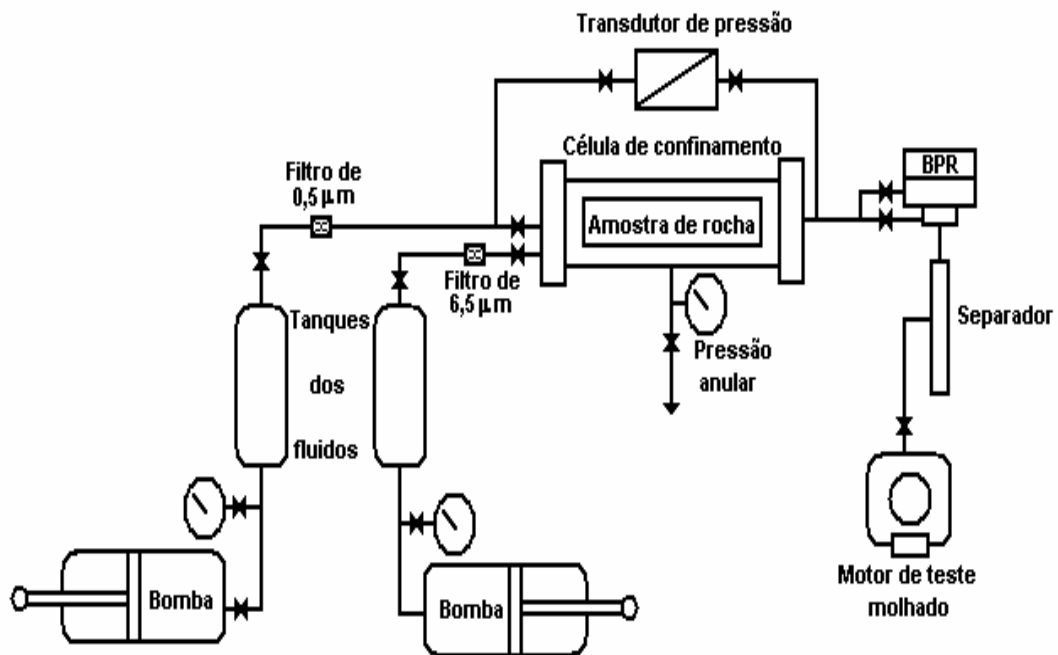


Figura 13. Sistema de escoamento em meio poroso para estudo de incrustações em amostras de rocha (figura modificada de Bennion, et al., 1991).

Read e Ringen, 1982, avaliaram problemas de incrustação no Mar do Norte durante a injeção de água através de testes de laboratório. Os autores fizeram testes



de precipitação de sais em reator de vidro e no meio poroso, e ressaltaram que os testes foram concebidos para avaliar a extensão do dano de formação que pode resultar de incrustações formadas dentro da rocha porosa. O equipamento experimental usado para os testes em meio poroso com testemunho de alumínio sintético é mostrado nas Figuras 14 e 15. Os autores descrevem que os testemunhos de alumínio sintético mediam 4" (10,16 cm) de comprimento e 1 1/2" (3,81 cm) de diâmetro e eram estáveis com relação a temperatura e pressão. A porosidade era cerca de 34% e a permeabilidade entre 2750 md e 3250 md, com um tamanho médio de poro de 35  $\mu\text{m}$ .

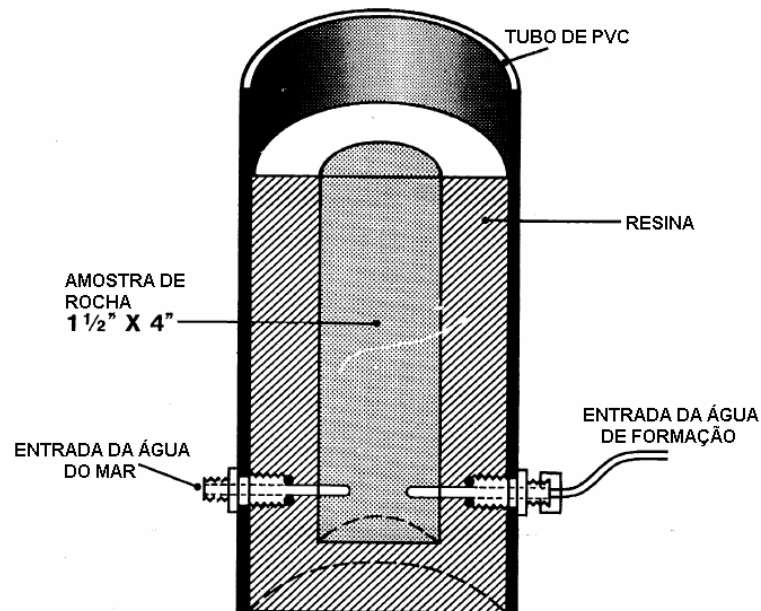


Figura 14. Célula de confinamento montada com entradas para a água de formação e água do mar em amostras de rocha (figura modificada de Read e Ringen, 1982).



que para alguns testes, essa quantidade não pode ser alcançada devido a severo bloqueio nos testemunhos.

### **2.2.1. Modelos para previsão de incrustação**

Em virtude do grande interesse na previsão e prevenção dos gravíssimos problemas provocados pela formação de incrustação tanto no reservatório, nas proximidades dos poços injetores e produtores, como em poços e equipamentos, vários estudos objetivando a modelagem deste fenômeno, ou pelo menos parte dele, foram realizados, sendo de fundamental importância a modelagem das interações rocha-fluido anteriormente construídas.

A primeira estratégia de previsão foi baseada no equilíbrio termodinâmico, tendo como exemplo, Bertero, 1986. Devido a grande velocidade do fluxo nas proximidades dos poços, onde acredita-se que o problema é mais grave (Araque-Martines e Lake, 1999), não há tempo de residência suficiente para que o equilíbrio termodinâmico seja atingido, fato que invalida esta modelagem, pelo menos nestas regiões.

Uma forma de avaliar a predominância cinética ou termodinâmica em determinada região é feita pelo número de Dankholer, que confronta a velocidade de escoamento com a velocidade da reação. Quanto maior o número de Dankholer, maior o predomínio do equilíbrio local, ou seja, maior o domínio cinético. Quando este parâmetro tem seu valor próximo de zero, a reação pode ser negligenciada na modelagem composicional do sistema (Lake, 1989). Mackay, 2002 utiliza este adimensional para situar regiões onde o modelo desenvolvido é capaz de determinar adequadamente a composição da fase aquosa.

O trabalho de Araque-Martines e Lake, 1999, utiliza taxas de precipitação e dissolução baseadas na já citada teoria do estado de transição, mascarada por termos referentes a superfícies de dissolução e precipitação. É assumida a hipótese de “não equilíbrio termodinâmico local”, que surpreendentemente provê soluções

próximas às obtidas pela hipótese de “equilíbrio local”, quando as taxas de reação são altas. O cálculo de Steelfel e Cappellen, 1990, prevê a supersaturação crítica

de diagrama X (distância) x T (tempo), onde observa-se as ondas de precipitação e dissolução dos sais presentes.

A precipitação de sais em meio poroso foi observada por Read e Ringen, 1982, tanto em meio poroso formado por *plug* de alumina sintética como em pacote de esferas de vidro de 4mm de diâmetro. Foi observada severa perda de permeabilidade em todas as proporções de injeção de águas de formação e injetada, porém as concentrações de saída não foram medidas ou reportadas. Também se realizou teste em reator, onde a massa precipitada ficou de acordo com as previsões termodinâmicas.

A formação da solução sólida dos sulfatos de bário e estrôncio, causada pela co-precipitação destes sais, que sempre ocorre caso os dois existam em condições incompatíveis com a concentração de sulfato da água injetada foi estudada em temperatura ambiente (Todd e Yuan, 1988) e a 70 °C (Todd e Yuan, 1992). Tanto as concentrações de saída, que mantiveram-se constantes, quanto a permeabilidade foram medidas durante a injeção simultânea de águas ricas em bário e estrôncio, e sulfato, porém não foi estudado o comportamento da constante reacional, mas sim o declínio de permeabilidade.

A precipitação *in situ* de sulfato de bário em teste de deslocamento de soluções incompatíveis foi realizada por McElhiney et al., 2001. Os perfis de concentração do efluente são fornecidos, porém a injeção de 1,0 mL de solução inerte antes da injeção de solução reativa, para prevenir precipitação no difusor, prejudica a modelagem e a aplicação dos resultados para casos práticos.

O efeito da taxa de injeção na redução de permeabilidade foi investigado por Moghadasi et al., 2002. Observou-se um efeito diferente do que o reportado para tubulações – à medida que a taxa de injeção aumenta, a taxa da queda de pressão também aumenta. Em outras palavras, o aumento da taxa de injeção no meio poroso leva a uma mais rápida e severa redução da permeabilidade.

Wat et al., 1992, realizaram testes tanto em *sandpacks* (pacotes de areia) como em reator. Nos testes de reator, a precipitação foi iniciada por adição de areia,

crístais de barita ou ambos, entretanto somente no caso da nucleação em barita adicionada é que pôde-se determinar uma constante reacional. No teste dinâmico, a concentração de saída do  $Ba^{2+}$  foi de 3,5 mg/L ao longo

temperatura e as condições de mistura, controlam a quantidade e morfologia dos cristais precipitados e influenciam o tamanho do dano.

3) Parâmetros dos modelos propostos para previsão da formação de incrustação.

Os parâmetros mais importantes para previsão da incrustação foram sugeridos por Mackay, 2002, Bedrikovetsky et al, 2003, etc., e podem ser calculados a partir de testes de injeção simultânea de água de formação e do mar, em meio poroso, em laboratório e são apresentados a seguir:

- a) Constante cinética da reação química de precipitação  $\lambda$ ;
- b) Atividade (força iônica) dos íons envolvidos na reação de precipitação;
- c) Solubilidade dos precipitados formados em água;
- d) Índice de saturação;
- e) Coeficiente de dano de formação  $\beta$ .

4) Sistemas de escoamento de escala laboratorial para estudos de incrustações de sais.

Foram apresentados na revisão da literatura diversos sistemas (Lopes Jr., 2002, Read e Ringen, 1982), cujos equipamentos mais importantes são:

1- Suporte de amostra de rocha – a maioria dos autores usou suportes de amostra feitos com aço inox, com sistema de confinamento (simula pressão do reservatório), similares as células Hassler. Alguns autores citam colocação de duas linhas de entrada e de saída, sendo uma delas usada para medida das pressões. Os autores revisados mencionam também o uso de disco de distribuição radial na face de injeção dos fluidos para assegurar uma distribuição uniforme dos mesmos no meio poroso.

2- Bombas de vazão constante – todos os autores revisados na literatura usaram bombas de vazão constante para injeção de fluídos no meio poroso para garantir fluxo constante. A vazão dos fluidos ficou entre 0,31 m/dia e 7,32 m/dia.

3- Transdutores de pressão – são utilizados para monitoramento da pressão através do meio poroso e foram utilizados em todos as montagens laboratoriais revisadas.

4- Manômetros – foram utilizados para medir a pressão no suporte de testemunho, que tem como função simular a pressão do reservatório. As faixas de pressão medidas pelos autores revisados foram as mesmas mencionadas para os estudos de injetividade (ver página 22).

5- Estufa – os trabalhos revisados utilizaram estufa para simular a temperatura do reservatório, nesses casos o suporte de amostra foi montado dentro da estufa. A faixa de temperatura variou entre 25 °C e 70 °C dependendo da pesquisa.

6- Bomba de vácuo – todos os autores revisados utilizaram bomba de vácuo para fazer a saturação das amostras de rocha com os fluidos estudados.

7- Coletor automático de amostras – esse equipamento foi utilizado por alguns pesquisadores para fazer a amostragem dos fluidos efluente do testemunho nos testes de incrustação. Esse equipamento é normalmente programado para coletar amostras em determinados períodos de tempo.

## 5) Materiais

1– Amostras de rocha – a maioria dos autores menciona o uso de testemunho padrão Berea para simular o meio poroso, porem em um trabalho, foi usado um testemunho de alumínio, preenchido por oxido de alumínio para o mesmo fim. A permeabilidades das amostras estudas nos trabalhos revisados variou desde 112md ate valores entre 2750 e 3250 md. A porosidade entre 17,5% e 34%.



2– Soluções que simulam as águas de formação e do mar – a maioria dos autores pesquisados, usam soluções sintéticas, preparadas a partir de sais analíticos (com alta pureza) em concentrações similares as encontradas nos reservatórios onde se realizam os estudos.

3– Soluções efluentes – as soluções de sais, efluentes dos testes, foram analisada quimicamente para determinação da concentração dos íons de sais presentes, para se fazer o balanço de massa entre soluções injetadas e soluções efluentes.

### **2.3. Metodologia de contagem de partículas**

A contagem de partículas é um método novo para monitorar os processos de tratamento de água, e ainda não alcançou seu potencial total nesses processos (Hargesheimer e Lewis, 1990).

A contagem de partículas é feita através de equipamentos que utilizam a técnica de atenuação por partícula de feixe de laser como princípio de medida para monitorar a qualidade dos fluidos de injeção e de completação. Os contadores de partículas contam e medem partículas quando elas fluem numa zona sensível, e operam por: (1) instrumentos de zona sensível elétrica, (2) bloqueio de luz e luz difundida (Hargesheimer e Lewis, 1990).

1- Instrumentos de Zona Sensível Elétrica (ESZ) — este método é baseado em uma corrente elétrica fluindo entre dois eletrodos através de uma solução eletricamente condutora. O trajeto dessa corrente passa em uma zona sensível. As partículas passam através dessa zona sensível e o volume da solução condutora nesta zona diminui, causando um aumento na resistência à passagem da corrente elétrica, e um pulso de tensão é gerado. Este pulso é comparado ao pulso produzido por bolinhas de látex (com medida padrão). A partir dessa comparação obtém as medidas das partículas.

2- Instrumentos que usam bloqueio de luz (para partículas  $> 1 \mu\text{m}$ ) e luz difundida (para partículas  $< 1 \mu\text{m}$ ). Nesses instrumentos, uma fonte de luz passa através de uma zona sensível em um fotodetector. O fluxo de amostra passa através da zona perpendicular no trajeto da luz, e as partículas contidas dentro do fluxo se dispersam e absorvem a luz. Como a luz é dispersa ou absorvida, a intensidade no fotodetector é diminuída e um pulso de voltagem é gerado (Figura 16).

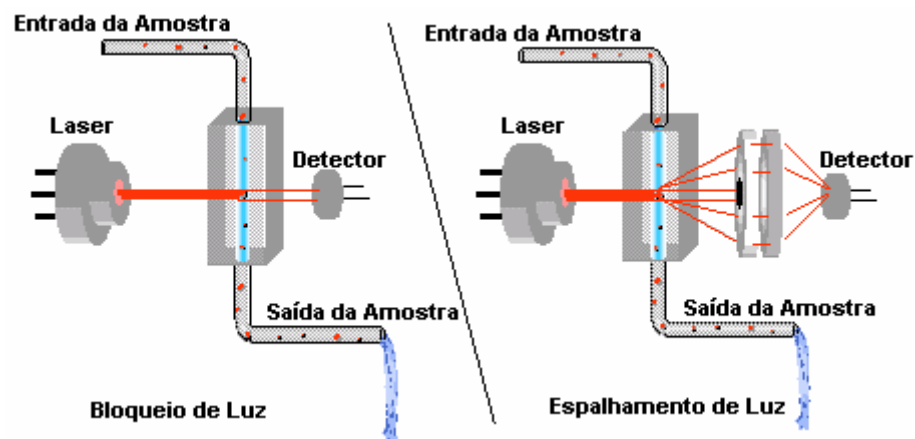


Figura 16.Exemplo do laser óptico com bloqueio e espalhamento de luz.

Fonte: [http://www.particle.com/whitepapers\\_hiac/particularly.htm](http://www.particle.com/whitepapers_hiac/particularly.htm)

Em amostras de água floculada não é recomendado esse método porque delicados flocos se rompem durante a análise (Hargesheimer e Lewis, 1990).

Há no mercado diversos tipos de contadores. É necessário um conhecimento das especificações dos contadores de partículas como: o tipo de sensor, o volume de amostra necessário, etc, para se fazer a escolha do equipamento mais adequado.

Ribeiro, (2002) em seus estudos com água do mar para reinjeção, mencionou que os três tipos de sensores empregados nos contadores de partículas usadas na indústria de tratamento de água são:

- Espalhamento de luz;
- Obstrução de luz;
- Sensores elétricos.

A amostragem da solução a ser analisada pode ser feita em:

- a) Batelada – a amostra é retirada no local remoto (plataforma) e armazenada em recipientes especiais para ser medida em laboratórios em terra;
- b) On-line – a medida é feita pela instalação do sensor num ponto da tubulação do sistema de injeção no caso de plataforma em alto mar;
- c) Batelada / on-line – a amostra é retirada num ponto da tubulação do sistema de injeção na plataforma, armazenada e medida no contador na própria plataforma.

O contador de partículas adotado no sistema do LENEPI/UENF será descrito mais adiante junto com os outros equipamentos que compõem o sistema proposto nessa dissertação.

### **2.3.1. Variáveis mais importantes na contagem de partículas**

Dentre as variáveis que tem influência na contagem de partículas nesse subitem da dissertação serão apresentadas apenas as mais importantes.

- a) Temperatura — Diversos autores estudaram a influência da temperatura na armazenagem das amostras até o momento da medida. Ribeiro (2002), concluiu que ao armazenar a amostra coletada, em baixa temperatura (10°C) e mantê-la em pH constante, haverá uma diminuição na contagem das partículas. Testes realizados por Chowdhury et al. (1998), indicam que o resfriamento

ajuda a preservar as amostras para as contagens de partículas e deve ser incluído em todo o protocolo da preservação da amostra. Segundo esses autores deve-se evitar o congelamento da mesma.

- b) Acidez da amostra — a armazenagem da amostra em pH baixo (pH = 2), praticamente não ocasionou mudança na contagem de partículas na ausência de ferro, isto é, a acidez parece influenciar apenas as amostras que contém ferro (Ribeiro, 2002).
- c) Tempo de armazenamento da amostra — um tempo de armazenamento de até 7 (sete) dias sem resfriamento, gera um aumento no número de partículas contadas (Ribeiro, 2002), provavelmente pelo crescimento de bactérias.
- d) Materiais de referência (a) (b) (c) (d) (e) (f) (g) (h) (i) (j) (k) (l) (m) (n) (o) (p) (q) (r) (s) (t) (u) (v) (w) (x) (y) (z) (aa) (ab) (ac) (ad) (ae) (af) (ag) (ah) (ai) (aj) (ak) (al) (am) (an) (ao) (ap) (aq) (ar) (as) (at) (au) (av) (aw) (ax) (ay) (az) (ba) (bb) (bc) (bd) (be) (bf) (bg) (bh) (bi) (bj) (bk) (bl) (bm) (bn) (bo) (bp) (bq) (br) (bs) (bt) (bu) (bv) (bw) (bx) (by) (bz) (ca) (cb) (cc) (cd) (ce) (cf) (cg) (ch) (ci) (cj) (ck) (cl) (cm) (cn) (co) (cp) (cq) (cr) (cs) (ct) (cu) (cv) (cw) (cx) (cy) (cz) (da) (db) (dc) (dd) (de) (df) (dg) (dh) (di) (dj) (dk) (dl) (dm) (dn) (do) (dp) (dq) (dr) (ds) (dt) (du) (dv) (dw) (dx) (dy) (dz) (ea) (eb) (ec) (ed) (ee) (ef) (eg) (eh) (ei) (ej) (ek) (el) (em) (en) (eo) (ep) (eq) (er) (es) (et) (eu) (ev) (ew) (ex) (ey) (ez) (fa) (fb) (fc) (fd) (fe) (ff) (fg) (fh) (fi) (fj) (fk) (fl) (fm) (fn) (fo) (fp) (fq) (fr) (fs) (ft) (fu) (fv) (fw) (fx) (fy) (fz) (ga) (gb) (gc) (gd) (ge) (gf) (gg) (gh) (gi) (gj) (gk) (gl) (gm) (gn) (go) (gp) (gq) (gr) (gs) (gt) (gu) (gv) (gw) (gx) (gy) (gz) (ha) (hb) (hc) (hd) (he) (hf) (hg) (hh) (hi) (hj) (hk) (hl) (hm) (hn) (ho) (hp) (hq) (hr) (hs) (ht) (hu) (hv) (hw) (hx) (hy) (hz) (ia) (ib) (ic) (id) (ie) (if) (ig) (ih) (ii) (ij) (ik) (il) (im) (in) (io) (ip) (iq) (ir) (is) (it) (iu) (iv) (iw) (ix) (iy) (iz) (ja) (jb) (jc) (jd) (je) (jf) (jg) (jh) (ji) (jj) (jk) (jl) (jm) (jn) (jo) (jp) (jq) (jr) (js) (jt) (ju) (jv) (jw) (jx) (jy) (jz) (ka) (kb) (kc) (kd) (ke) (kf) (kg) (kh) (ki) (kj) (kk) (kl) (km) (kn) (ko) (kp) (kq) (kr) (ks) (kt) (ku) (kv) (kw) (kx) (ky) (kz) (la) (lb) (lc) (ld) (le) (lf) (lg) (lh) (li) (lj) (lk) (ll) (lm) (ln) (lo) (lp) (lq) (lr) (ls) (lt) (lu) (lv) (lw) (lx) (ly) (lz) (ma) (mb) (mc) (md) (me) (mf) (mg) (mh) (mi) (mj) (mk) (ml) (mm) (mn) (mo) (mp) (mq) (mr) (ms) (mt) (mu) (mv) (mw) (mx) (my) (mz) (na) (nb) (nc) (nd) (ne) (nf) (ng) (nh) (ni) (nj) (nk) (nl) (nm) (nn) (no) (np) (nq) (nr) (ns) (nt) (nu) (nv) (nw) (nx) (ny) (nz) (oa) (ob) (oc) (od) (oe) (of) (og) (oh) (oi) (oj) (ok) (ol) (om) (on) (oo) (op) (oq) (or) (os) (ot) (ou) (ov) (ow) (ox) (oy) (oz) (pa) (pb) (pc) (pd) (pe) (pf) (pg) (ph) (pi) (pj) (pk) (pl) (pm) (pn) (po) (pp) (pq) (pr) (ps) (pt) (pu) (pv) (pw) (px) (py) (pz) (qa) (qb) (qc) (qd) (qe) (qf) (qg) (qh) (qi) (qj) (qk) (ql) (qm) (qn) (qo) (qp) (qq) (qr) (qs) (qt) (qu) (qv) (qw) (qx) (qy) (qz) (ra) (rb) (rc) (rd) (re) (rf) (rg) (rh) (ri) (rj) (rk) (rl) (rm) (rn) (ro) (rp) (rq) (rr) (rs) (rt) (ru) (rv) (rw) (rx) (ry) (rz) (sa) (sb) (sc) (sd) (se) (sf) (sg) (sh) (si) (sj) (sk) (sl) (sm) (sn) (so) (sp) (sq) (sr) (ss) (st) (su) (sv) (sw) (sx) (sy) (sz) (ta) (tb) (tc) (td) (te) (tf) (tg) (th) (ti) (tj) (tk) (tl) (tm) (tn) (to) (tp) (tq) (tr) (ts) (tt) (tu) (tv) (tw) (tx) (ty) (tz) (ua) (ub) (uc) (ud) (ue) (uf) (ug) (uh) (ui) (uj) (uk) (ul) (um) (un) (uo) (up) (uq) (ur) (us) (ut) (uu) (uv) (uw) (ux) (uy) (uz) (va) (vb) (vc) (vd) (ve) (vf) (vg) (vh) (vi) (vj) (vk) (vl) (vm) (vn) (vo) (vp) (vq) (vr) (vs) (vt) (vu) (vv) (vw) (vx) (vy) (vz) (wa) (wb) (wc) (wd) (we) (wf) (wg) (wh) (wi) (wj) (wk) (wl) (wm) (wn) (wo) (wp) (wq) (wr) (ws) (wt) (wu) (wv) (ww) (wx) (wy) (wz) (xa) (xb) (xc) (xd) (xe) (xf) (xg) (xh) (xi) (xj) (xk) (xl) (xm) (xn) (xo) (xp) (xq) (xr) (xs) (xt) (xu) (xv) (xw) (xx) (xy) (xz) (ya) (yb) (yc) (yd) (ye) (yf) (yg) (yh) (yi) (yj) (yk) (yl) (ym) (yn) (yo) (yp) (yq) (yr) (ys) (yt) (yu) (yv) (yw) (yx) (yy) (yz) (za) (zb) (zc) (zd) (ze) (zf) (zg) (zh) (zi) (zj) (zk) (zl) (zm) (zn) (zo) (zp) (zq) (zr) (zs) (zt) (zu) (zv) (zw) (zx) (zy) (zz)

existe sistema para estudo de dano de formação para as condições da Bacia de Campos. A literatura oferece dois sistemas laboratoriais separados para estudar a perda de injetividade ou para a incrustação.

A perda de injetividade pode acontecer por causa da incrustação, quando água produzida que contém bário é injetada simultaneamente com água do mar. Sulfato de bário precipita por causa da mistura de águas incompatíveis. Isso mostra a importância da criação de sistema que seja capaz de estudar os dois fenômenos.

Os sistemas para estudos da perda de injetividade e dano pela incrustação contem muitos elementos comuns: suporte de amostra para o testemunho de rocha, bombas, transdutores de pressão. A caracterização completa de dois sistemas pode ser feita a partir de medidas de pressão. Isso faz viável criar um sistema que sirva aos dois objetivos.

Então, o objetivo principal dessa dissertação é o desenvolvimento e montagem de um sistema laboratorial que seja capaz de estudar perda de injetividade e perda de produtividade.

Objetivos específicos dessa tese são:

- Planejamento dos principais elementos do sistema;
- Dimensionamento de bombas, de transdutores de pressão, de suporte de amostra, de estufa, de contador de partículas, de amostrador automático, etc, a partir de análise da precisão dos equipamentos que compõe o sistema e de cálculos hidráulicos;
  - Escolha dos principais componentes do sistema disponíveis no mercado, a partir das especificações e do dimensionamento desses componentes;
  - Calibração do contador de partículas;
  - Planejamento de testes laboratoriais sobre perda de injetividade e dano pela incrustação usando o sistema desenvolvido, através de exemplos de tratamento de dados.

## **CAPÍTULO 3 - ANÁLISE DOS PARÂMETROS DA BACIA DE CAMPOS**

---

Nesse capítulo, serão abordados os parâmetros físico-químicos da Bacia de Campos e a sua relação com o dimensionamento da escala do sistema de escoamento em meio poroso proposto nesse trabalho.

### **3.1. Parâmetros da Bacia de Campos importantes para análise dos sistemas**

Através de dados característicos dos reservatórios da Bacia de Campos, pode-se estimar os valores da variação de pressão ( $\Delta P$ ) e temperatura ( $T$ ) do reservatório e determinar uma vazão de fluxo ( $q$ ) para o sistema a ser montado no laboratório do LENEP/UENF.

Com o gradiente geotérmico ( $GG$ ) variando de  $2^\circ$  a  $5^\circ\text{C}$  a cada 100 m, a profundidade média ( $P_m$ ) de um reservatório da Bacia de Campos de 3000 m aproximadamente, e temperatura ambiente média de  $30^\circ\text{C}$  e tomando-se os extremos  $2^\circ\text{C}/100\text{ m}$  e  $5^\circ\text{C}/100\text{ m}$  do gradiente geotérmico, temos:

$$T_1 = T_{\text{atmosfera}} + GG_{\text{mín}} * (P_m/100) \therefore T_1 \cong 90^\circ\text{C} \text{ a};$$

$$T_2 = T_{\text{atmosfera}} + GG_{\text{máx}} * (P_m/100) \therefore T_2 \cong 180^\circ\text{C}.$$

Assim, o sistema a ser montado deve poder simular temperaturas entre 90°C e 180°C.

A velocidade de injeção (U) de fluidos normalmente usada nos poços da Bacia de Campos varia entre  $10^{-4}$  a  $10^{-3}$  m/s, a viscosidade ( $\mu$ ) dos fluidos injetados na Bacia de Campos está entre 0,7 a 1,2 cp e o testemunho de rocha a ser usado nos testes deve ter como dimensões o diâmetro ( $d$ )  $\leq 0,04$  m, o comprimento (L) entre 0,05 e 0,30 m, e a permeabilidade (k) entre 300 e 1000 md.

Com esses dados, e pela Lei de Darcy pode-se calcular a variação de pressão ( $\Delta P$ ) no testemunho e com isso dimensionar os transdutores de pressão a serem usados no sistema proposto.

$$U = \frac{K \times \Delta P}{\mu \times L} \quad \therefore \quad \Delta P_{\min} = \frac{U_{\min} \times \mu_{\min} \times L_{\min}}{K_{\max}} \quad (1)$$

Para  $K_{\max} = 1000 \text{ md} \cong 1000 * 10^{-15} \text{ 1/m}^2$ ,  $\mu_{\min} = 0,7 \text{ cp} \cong 0,7 * 10^{-3} \text{ Pa*s/cp}$ ,  $L_{\min} = 0,05\text{m}$  e  $U_{\min} = 10^{-4} \text{ m/s}$ , encontra-se:

$$\Delta P_{\min} = 3500 \text{ Pa} \cong 0,035\text{Bar} \cong 0,51\text{psi}$$

Para o valor mínimo de leitura do transdutor, ou seja, o diferencial de pressão com a atmosfera:

$$P_{\min} = \Delta P_{\min} + 14,7 \text{ psi (atmosfera)} \quad (2)$$

$$P_{\min} = 15,21 \text{ psi (leitura mínima do transdutor diferencial de pressão)}$$

Novamente pela Lei de Darcy:

$$U = \frac{K \times \Delta P}{\mu \times L} \quad \therefore \quad \Delta P_{\max} = \frac{U_{\max} \times \mu_{\max} \times L_{\max}}{K_{\min}}$$

Para  $K_{\text{mín}} = 300 \text{ md} \cong 300 * 10^{-15} \text{ 1/m}^2$ ,  $\mu_{\text{máx}} = 1,2 \text{ cp} \cong 1,2 * 10^{-3} \text{ Pa*s/cp}$ ,  $L_{\text{máx}} = 0,30\text{m}$  e  $U_{\text{máx}} = 10^{-3} \text{ m/s}$ , encontra-se:

$$\Delta P_{\text{máx}} = 1200000 \text{ Pa} \cong 12 \text{ Bar} \cong 174 \text{ psi}$$

Para o valor máximo de leitura do transdutor, ou seja, o diferencial de pressão com a atmosfera:

$$P_{\text{máx}} = \Delta P_{\text{máx}} + 14,7\text{psi (atmosfera)}$$

$$P_{\text{máx}} = 188,7\text{psi}$$

Assim, uma  $P_{\text{máx}} = 188,7 \text{ psi}$  será a leitura máxima do transdutor de pressão a ser adquirido. A faixa de sensibilidade do transdutor deve, portanto, estar entre 15,21psi e 188,7psi. A precisão desses transdutores é expressa em décimos, centésimos e milésimos, porém, em reservatórios de petróleo é comum ocorrerem variações de pressão o que não torna necessário essas precisões. No mercado, as membranas utilizadas nos transdutores diferenciais têm leituras padrão de pressão que incluem 12,5 psi; 125 psi; 200 psi; 500 psi, etc (ver Apêndice C). Sendo assim, a membrana utilizada deve corresponder 12,5 psi para o valor mínimo e 200 psi para o valor máximo nos testes no LENEP.

Para se obter os dados de vazão do sistema em uma amostra de rocha com diâmetro de 4cm, aplicamos a seguinte fórmula:

$$q = \frac{U \times \pi \times d^2}{4} \quad (m^3 / s) \quad (3)$$

Obtemos a seguinte variação de vazão:

$$q = 1,26 * 10^{-7} m^3/s \cong 7,56 \text{ mL/min}$$

$$q = 1,26 * 10^{-6} m^3/s \cong 75,6 \text{ mL/min}$$



Portanto, as bombas de vazão constante a serem adquiridas devem fornecer vazões na faixa entre 7,56 mL/min e 75,6 mL/min.

### **3.2. Conclusões do Capítulo 3**

A análise de sistemas laboratoriais para dano de injetividade e perda de produtividade permitiu as seguintes conclusões:

- Todos os sistemas contem suporte de amostra para testemunho, recipientes para água do mar, de formação, produzida, etc. ; b.36108 0 Td ( )Tj 3.7222 0 Td (p)

## **CAPÍTULO 4 - SISTEMA EXPERIMENTAL PROPOSTO PARA OS TESTES DE INJEÇÃO NO LENEP/UENF**

---

Com base em todos os aspectos abordados nos capítulos precedentes, sugere-se o sistema de escoamento em meio poroso apresentado nesse capítulo. Esse sistema poderá ser usado para investigar processos de injeção de água e incrustação de sais insolúveis em meio poroso.

### **4.1. Componentes que constituem o sistema experimental proposto**

O sistema laboratorial de escoamento em meios porosos com retenção de partículas ou precipitação de sais é mostrado na Figura 17.

O sistema deverá consistir de:

- 02 reservatórios Erlenmeyer de 2000 mL;
- 02 bombas de deslocamento positivo da marca Jasco modelo PU-2080i em *Peek*;
- Válvulas e conexões da marca Detroit;
- Linhas de fluxo em *Peek*;
- 03 Transdutores de pressão da marca Validyne modelo DP15 e DP55 com membranas de 12,5; 50; 100; 500 psi;
- 01 Bomba de vácuo da marca Deltech modelo V-1000 serial;

- 01 Célula de confinamento produzida pela LabConte de acordo com especificações dos experimentos;
- 01 Estufa da marca Nova Ética modelo LBC 400-5nde, com adptações para abrigar a célula de confinamento em seu interior;
- 01 Coletor de amostras da marca Isco modelo Foxy Jr.
- 01 Contador de partículas da Hiac Royco 8000A;
- 01 Software da National Instruments — Labview 7.0;
- 01 Placa de aquisição de dados da National Instruments modelo: NI PCI-6070E (PCI-MIO-16E-1);
- 01 PC com impressora de rede compartilhada. (Figura 17).



Figura 17. Sistema a ser montado no laboratório de fluidos do LENEP/UENF.

#### 4.2. Sistema a ser utilizado quando forem feitos testes de injetividade

Para experimentos de injeção de partículas deve-se modificar os seguintes itens da Figura 17:

- Retirar uma bomba de deslocamento positivo;
- Trocar a membrana dos transdutores para pressões que simulem o processo de injeção em reservatório.

Nesses experimentos só interessa a injeção de partículas em suspensão e não a mistura de águas incompatíveis. A troca de membrana do transdutor se faz necessária para que seja possível obter a pressão desses testes. Nesse caso será mais baixa que nos experimentos de incrustação (Figura 18).

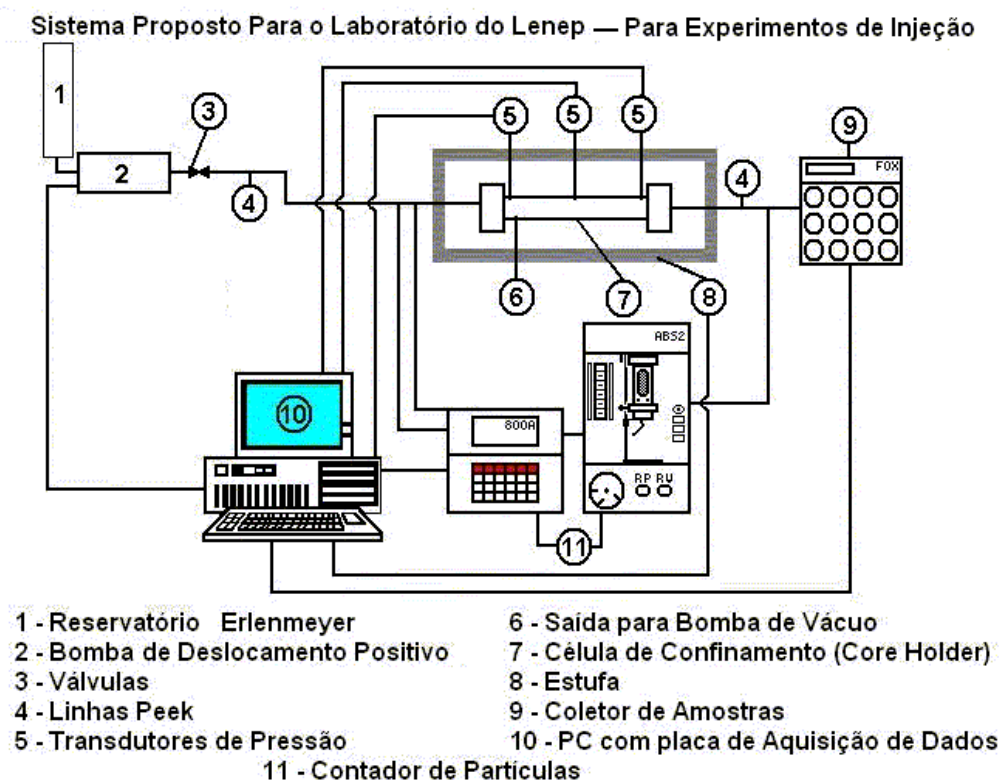


Figura 18. Sistema a ser montado no laboratório de fluidos do LENEP/UENF para testes de injeção de partículas.

### 4.3. Sistema a ser utilizado quando forem feitos testes de incrustação

Para experimentos de incrustação (Figura 19) deve-se modificar os seguintes itens da Figura 17:

- Retirar o contador de partículas (as concentrações dos íons de bário e sulfato serão medidas por análise química em espectrofotômetro de absorção atômica);
- Trocar a membrana dos transdutores para pressões que simulem o processo de incrustação em reservatório.

Esse procedimento é necessário porque nos experimentos de incrustação de sulfato de bário as pressões utilizadas são altas devido ao próprio dano que é gerado no *plug* de rocha. A troca de membrana é necessária para que o transdutor consiga ler as variações de pressão sem danificar seu diafragma. O contador não se faz necessário como já foi dito acima.

Sistema Proposto Para o Laboratório do Lenep — Para Experimentos de Incrustação

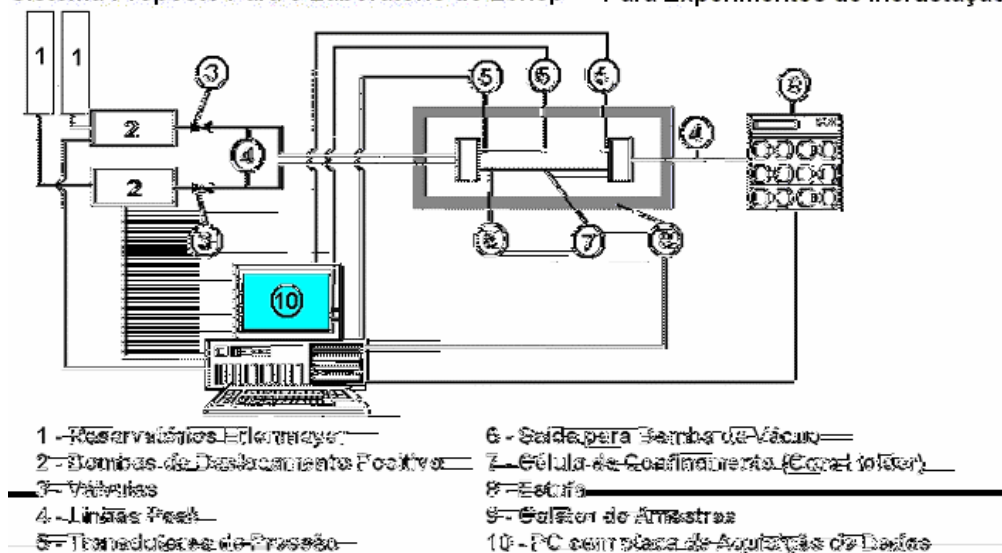


Figura 19. Sistema a ser montado para testes de incrustação.

#### 4.4. Análise da precisão dos equipamentos

Nessa seção analisamos precisão das medidas nos diversos equipamentos e comparamos a precisão requerida com a fornecida pelo equipamento.

A temperatura dos reservatórios na Bacia de Campos varia entre 80 °C e 120 °C. A temperatura não afeta a cinética de captura de partículas pelo meio poroso, porém afeta a cinética de precipitação dos sais de sulfato. A variação mínima da temperatura que pode alterar a constante da cinética é entre 3 °C e 5 °C. Portanto, a precisão requerida nas medidas de temperatura é de 3 °C.

Além do gradiente geotérmico, um outro fator que afeta as temperaturas nos campos, é a temperatura da água do mar. Ao contrário do gradiente geotérmico, o gradiente de temperatura da água do mar é negativo, isto é, quanto maior a profundidade mais fria é a água. Vários campos profundos na Bacia de Campos estão localizados perto do fundo do mar, e a temperatura nesses reservatórios é menor do que a prevista pelo gradiente geotérmico.

Assumindo que pressão típica dos reservatórios da Bacia de Campos é 300 bar e que variação de 10% não afeta a deformação de rocha, definimos 30 bar como precisão da medida de pressão de confinamento.

Velocidade típica na vizinhança do poço onde ocorre a precipitação causada perda da produtividade é 10<sup>-12</sup> m/s. 107.2697 9-56680.69626970676 (0) 06059.920 (re-0) 36 25019992 115723970mT0 (0) 03000

Esse valor pode aumentar 100 vezes durante a acumulação do dano à permeabilidade, assim, foi fixada em 0,3 bar a precisão requerida para a medida de pressão nos transdutores.

Vazão de fluidos através do testemunho é:

$$q = \pi R^2 U = 3,14 * 0,01^2 * 10^{-4} = 3,14 * 10^{-8} \text{ m}^3 / \text{s}$$

Portanto, definimos a precisão de fluxo requerida como:  $0,4 * 10^{-7} = 1 \text{ ml/min}$ .

O valor típico das baixas concentrações na saída do testemunho é 0,1 ppm. Fixando uma velocidade de escoamento mínima  $U=0,5 * 10^{-4} \text{ m/s}$ , nós calculamos a precisão da taxa de escoamento requerida como:

$$\pi R^2 U = 3 * (0,01)^2 * 0,5 * 10^{-4} \frac{\text{m}^3}{\text{s}} = 1,5 * 10^{-8} \frac{\text{m}^3}{\text{s}} = 1 \frac{\text{ml}}{\text{min}}$$

Tabela 1 — Comparação entre duas precisões – obtidas pela requisição técnica e de aparelho – mostra que os aparelhos satisfazem os requerimentos técnicos da precisão.

<b>Medidas</b>	<b>Precisão requerida</b>	<b>Precisão fornecida pelo equipamento</b>
Temperatura	3 <sup>0</sup> C	até 200 <sup>0</sup> C ± 3 <sup>o</sup> C
Pressão de confinamento	30 bar	413 bar ± 30 bar
Pressão no testemunho	0,3 bar	0,3 bar ± 0,1 bar
Vazão das bombas	1 ml/min	1 ml/min ± 0,6 ml/min
Concentração das partículas	0,01 ppm	0,01 ppm

#### 4.5. Determinação dos parâmetros de transporte de partículas em suspensão a partir de testes laboratoriais

Seguindo os trabalhos de Sharma *et al.*, 1997 e Pang e Sharma, 1994, é apresentado o método para determinação dos coeficientes de filtração e de dano de formação a partir da concentração das partículas na saída de testemunho e do crescimento do gradiente de pressão no testemunho.

Naturalmente, a concentração das partículas versus tempo na saída do testemunho e a queda de pressão no mesmo são parâmetros medidos durante testes laboratoriais de fluxo de água com partículas.

O modelo da filtração profunda foi deduzido nos trabalhos de Sharma *et al.*, 1997 e Pang e Sharma, 1994. No caso de o coeficiente de filtração ser constante, a equação básica para concentração de partículas em suspensão é linear. Nesse caso, a equação pode ser resolvida usando o método das características. A distribuição da concentração de partículas em suspensão, atrás da frente de concentração, é permanente. A fórmula exata pode ser encontrada em Sharma et al. 1997 e Pang e Sharma, 1994. Conseqüentemente, a concentração das partículas na saída é constante.

$$c(L,t) = c^0 \exp(-\lambda L) \quad (4)$$

Isso permite determinar o coeficiente de filtração a partir da concentração das partículas na saída do testemunho

$$\lambda = -\frac{1}{L} \ln\left(\frac{c(L,t)}{c^0}\right) \quad (5)$$

O gráfico que representa a fórmula (5) está na Figura 20. No eixo das abscissas encontra-se a razão entre a concentração de partículas em suspensão na saída e a concentração de partículas na entrada do testemunho (concentração na



saída normalizada). No eixo das ordenadas colocamos o coeficiente da filtração adimensional.

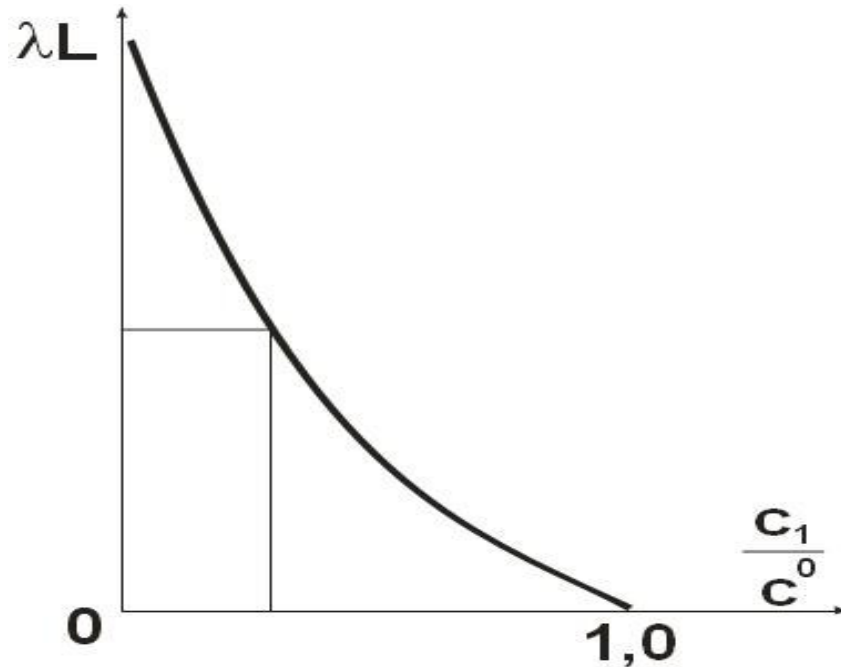


Figura 20. Dependência do coeficiente de filtração adimensional de concentração de partículas na saída normalizada.

A dependência  $\lambda L$  de  $c(L,t)/c_0$  é monótona decrescente. Analisando o significado físico dessa dependência, conclui-se que:

O coeficiente de filtração é a probabilidade da partícula ser capturada durante o escoamento, por unidade de comprimento. Se a probabilidade de captura é alta, a concentração na saída é muito menor do que a concentração na entrada. Na realidade, se  $c(L,t)/c_0$  tende a zero, o coeficiente de filtração adimensional  $\lambda L$  tende para infinito. Se a probabilidade de captura é baixa, poucas partículas são capturadas no caminho entre a entrada e a saída do testemunho. Porém, a concentração na saída é apenas um pouco menor do que a concentração na entrada. E se  $c(L,t)/c_0$  tende para unidade, o coeficiente de filtração adimensional  $\lambda L$  tende para zero.

Essas especulações vêm da dependência do coeficiente de filtração obtido, a partir de teste laboratorial, com a concentração das partículas na saída do testemunho.

Como exemplo, observar-se que com uma concentração de partículas na saída do testemunho de 90 ppm, o coeficiente de filtração será:

$$\lambda = -\frac{1}{0,1} \ln\left(\frac{90}{100}\right) = -101 \ln(0,9) = 1,054 \text{ m}^{-1}$$

Se houver um aumento na pressão de 11 vezes, o  $\beta$  atingiria um valor de:

$$\beta = \frac{11-1}{0,2 \times 100 \times 10^{-6} \times 0,05 \times 1000} = 10^4$$

O modelo da filtração profunda contém a lei de Darcy que leva em consideração a queda da permeabilidade durante a retenção de partículas. Quando precipita  $\sigma$  partículas, a permeabilidade  $(1+\beta\sigma)$  vezes. A constante  $\beta$  se chama coeficiente de dano de formação.

Se os coeficientes de filtração e de dano à formação são constantes, e a vazão é constante também, a razão entre a queda de pressão no final e no início da injeção cresce linearmente com o tempo:

$$\frac{\Delta p(t)}{\Delta p(t=0)} = 1 + \beta \phi c^0 [1 - \exp(-\lambda L)] \frac{Ut}{\phi L} \quad (6)$$

O gráfico que representa a fórmula (6) está na Figura 21. No eixo das ordenadas está a queda de pressão normalizada durante a injeção (razão entre a queda de pressão no testemunho no momento  $t$  e a queda de pressão no testemunho no início da injeção). No eixo das abscissas está o tempo adimensional medido em volumes porosos injetados.

A fórmula (6) mostra a dependência linear da queda de pressão normalizada versus tempo adimensional. A tangente da inclinação da linha reta “m” na Figura 21 é:

$$m = \beta \phi^0 (1 - e^{(-\lambda L)}) \quad (7)$$

A tangente “m” é proporcional ao coeficiente de dano de formação  $\beta$ . Obviamente, no início da injeção a queda de pressão normalizada iguala a unidade. Realmente, a ordenada do ponto da linha reta, no eixo das ordenadas, iguala a unidade.

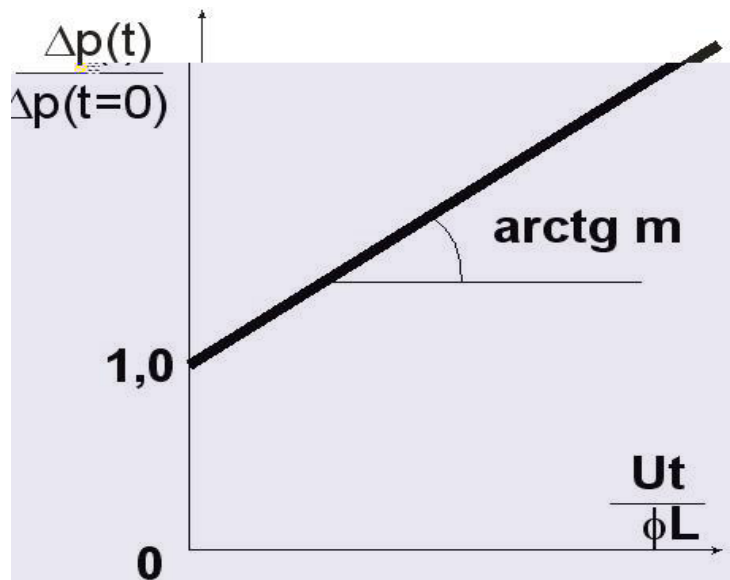


Figura 21. Crescimento da queda de pressão normalizada durante a injeção.

O coeficiente de dano à formação mostra como a permeabilidade da rocha decresce durante a retenção de partículas. Quanto maior é o coeficiente de dano de formação, maior também será a inclinação “m” da tangente c

A fórmula (6) permite de calcular o coeficiente de dano à formação a partir do crescimento da queda de pressão:

$$\beta = \frac{\frac{\Delta p(t)}{\Delta p(t=0)} - 1}{\phi c^0 [1 - \exp(-\lambda L)] \frac{Ut}{\phi L}} \quad (8)$$

Vamos calcular um exemplo com dados típicos para injeção de partículas pequenas em reservatórios com permeabilidade baixa. A concentração das partículas na saída de testemunho é 95 ppm e concentração das partículas injetadas é 100 ppm. Comprimento de testemunho é 0,1 m. O coeficiente de filtração é:

$$\lambda = -\frac{1}{0.1} \ln\left(\frac{95}{100}\right) = -10 \ln(0.95) = -10 * 0.05 = 5 m^{-1}$$

Durante a injeção de 1000 volumes porosos, a queda da pressão cresce 6 vezes. A porosidade é 0,2, ou seja, 20%.

O coeficiente de dano à formação é:

$$\beta = \frac{6-1}{0.2 * 100 * 10^{-6} * 0.05 * 1000} = 5 * 10^3$$

#### **4.6. Cálculo da constante da cinética de reação química ( $\lambda_q$ ) e do coeficiente de dano de formação ( $\beta$ ) para incrustação dos sulfatos a partir de teste laboratorial de fluxo simultâneo dos águas de formação e do mar**

Seguindo os trabalhos de Bedrikovetsky, et al., 2002, e Bedrikovetsky, et al., 2003 será apresentado o método para determinação de constante cinética de reação química ( $\lambda_q$ ) e do coeficiente de dano à formação ( $\beta$ ), a partir da concentração de íons de bário na saída de testemunho e da variação da pressão na testemunho.

Naturalmente, histórias de concentração de íons de bário na saída de testemunho e de queda de pressão na testemunha são parâmetros medidos durante de teste laboratorial com fluxo simultâneo das águas de formação e do mar.

O sistema de equações básicas para fluxo simultâneo de água do mar e de água de formação inclui balanço de massa para cátions de bário, ânions de sulfato e do sal sulfato de bário. Essas três equações contêm o termo de taxa de reação química entre bário e sulfato e à velocidade de fluxo. O coeficiente de proporcionalidade se chama “constante cinética da reação,  $\lambda_q$ ”. Essa constante caracteriza a intensidade da reação química. O valor dessa constante determina a variação das concentrações dos reagentes e assim, a dimensão de dano. O coeficiente de reação pode ser determinado a partir da diferença entre concentração de bário na saída e na entrada do testemunho.

Apesar do sistema de equações ser não-linear, ele pode ser resolvido pelo método das características. A solução permanente atrás da frente de concentração. Então, as concentrações dos reagentes são funções da coordenada adimensional  $X=x/L$ , isto é, a coordenada  $X$  varia entre zero e um.

As fórmulas para os perfis das concentrações de íons de bário e de sulfato são:

$$C(X) = \frac{(1-\alpha)e^{-\varepsilon_k(1-\alpha)X}}{1-\alpha e^{-\varepsilon_k(1-\alpha)X}} \quad (9)$$

$$Y(X) = \alpha \left[ \frac{(1-\alpha)e^{-\varepsilon_k(1-\alpha)X}}{1-\alpha e^{-\varepsilon_k(1-\alpha)X}} \right] + 1 - \alpha \quad (10)$$

onde  $\alpha$  é razão das concentrações de bário e de sulfato na entrada de testemunho:

$$\alpha = \frac{c_{Ba}^0}{c_{SO_4}^0} \quad (11)$$

A concentração de bário na saída é constante:

$$C(1) = \frac{(1-\alpha)e^{-\varepsilon_k(1-\alpha)}}{1-\alpha e^{-\varepsilon_k(1-\alpha)}} \quad (12)$$

onde  $\varepsilon_k$  é numero cinético adimensional:

$$\varepsilon_k = \lambda_q Lc_{SO_4}^0 \quad (13)$$

Isso permite determinar o numero cinético  $\varepsilon_k$  a partir da concentração  $C(X=1)$  na saída do testemunho resolvendo a equação para  $C(1)$  com  $\varepsilon_k$  como incógnito:

$$\varepsilon_k = \frac{1}{(1-\alpha)} \ln \left( \frac{C(1)\alpha + (1-\alpha)}{C(1)} \right) \quad (14)$$

Se os coeficientes de filtração e de dano de formação são constantes, e a vazão é constante também, a razão entre a queda de pressão no final e no início da injeção cresce linearmente com tempo:

$$\frac{\Delta p(t)}{\Delta p(t=0)} = 1 + m \frac{Ut}{\phi L} \quad (15)$$

onde a inclinação ( $m$ ) é determinada pelo formula:

$$m = \beta \lambda_q Lc_{SO_4}^0 c_{Ba}^0 \frac{M_{BaSO_4}}{\rho_{BaSO_4}} \left[ \frac{(1-\alpha)e^{\lambda_q Lc_{SO_4}^0}}{(\alpha e^{\alpha \lambda_q Lc_{SO_4}^0} - e^{\lambda_q Lc_{SO_4}^0}) \alpha \lambda_q Lc_{SO_4}^0} + \frac{1}{\alpha \lambda_q Lc_{SO_4}^0} \right] \quad (16)$$

onde  $M$  e  $\rho$  são o peso molecular e densidade de deposito, respectivamente.

Isso permite calcular o coeficiente de dano à formação  $\beta$  a partir do crescimento da queda de pressão:

$$\beta = \frac{\frac{\Delta p(t)}{\Delta p(t=0)} - 1}{\lambda_q L c_{SO_4}^0 c_{Ba}^0 \frac{M_{BaSO_4}}{\rho_{BaSO_4}} \left[ \frac{(1-\alpha) e^{\lambda_q L c_{SO_4}^0}}{(\alpha e^{\alpha \lambda_q L c_{SO_4}^0} - e^{\lambda_q L c_{SO_4}^0}) \alpha \lambda_q L c_{SO_4}^0} + \frac{1}{\alpha \lambda_q L c_{SO_4}^0} \right] \frac{Ut}{\phi L}} \quad (17)$$

Vamos calcular um exemplo com dados típicos de testes laboratoriais com fluxo simultâneo das águas, de formação e do mar.

A concentração de bário na saída de testemunho é 3,5 ppm e a concentração de bário na entrada é de 200 ppm. Comprimento de testemunho é 0,1 m. A concentração de sulfato é 2990 ppm,  $\alpha = 0,047$ . O peso molecular do sulfato de bário é  $M_{BaSO_4} = 0,2339$  kg/mol e sua densidade é de 4193 kg/m<sup>3</sup>.

Conseqüentemente, o numero cinético  $\varepsilon_k$  como calculado pela fórmula (14) explícita acima é 4,2.

A constante da cinética é calculada a partir de valor de  $\varepsilon_k$ :

$$\lambda_q = 1351 / (Molar * m)$$

Durante a injeção de 100 volumes porosos, a queda da pressão cresce 4 vezes. A inclinação é:

$$m = \frac{\frac{\Delta p(t)}{\Delta p(t=0)} - 1}{\frac{Ut}{\phi L}} = 0.03 \quad (18)$$

A porosidade é 0,3, ou seja, 30 %.

O coeficiente de dano de formação também é calculado pela fórmula explícita acima:

$$\beta = 376$$

Os testes laboratoriais e dados de campo mostram que o coeficiente de dano de formação ( $\beta$ ) varia entre 0,5 e 5000. O valor 376 corresponde a um dano moderado. Pode-se imaginar que os dendritos de sulfato de bário crescem durante a deposição. As colunas de dendritos atravessam sessões transversais de poros e assim a permeabilidade diminui significativamente.

O valor do coeficiente de dano de formação obtido para incrustação é significativamente menor do que o valor do coeficiente de dano de formação obtido para retenção de partículas. O valor 5000 corresponde ao preenchimento do poro por linhas de micro partículas. As forças elétricas juntam as partículas em linhas. Uma linha fina composta por poucas partículas causa um grande crescimento na resistividade hidráulica do poro e queda de permeabilidade.

#### **4.7. Conclusões do Capítulo 4**

O planejamento de sistema laboratorial para estudos de dano de formação em poços injetores e de sistemas de incrustação para montagem no LENEP permite as seguintes conclusões:

- O teste laboratorial para a perda de injetividade deve ser realizado pela injeção contínua de água injetada similar a de campo de petróleo, em amostra de rocha, fazendo-se medidas de diferença de pressão entre a entrada e a saída do testemunho, entre a entrada do testemunho e um ponto intermediário do testemunho. A concentração das partículas, na entrada e na saída, tão bem como a distribuição de partículas por tamanho deve ser medida pelo contador de partículas;



- As formulas explicitas para concentração de partículas em suspensão e da distribuição de pressão durante a injeção de água do mar em testemunho permite determinar o coeficiente de filtração a partir da concentração das partículas na saída do testemunho e o coeficiente de dano de formação a partir de queda da injetividade no testemunho;
- O teste laboratorial para a incrustação deve ser realizado pela injeção simultânea de água do mar e água de formação no testemunho, com medidas de concentração de bário na saída do testemunho e pela diferença de pressão na entrada e saída;
- As fórmulas explicitas para determinação da concentração de bário em solução e da distribuição de pressão durante a injeção de águas no testemunho, permite determinar a constante cinética da reação química de precipitação de íons de bário e sulfato, a partir da concentração de bário na saída do testemunho e, o coeficiente de dano de formação, a partir da queda de injetividade no testemunho;

## **CAPÍTULO 5 - CALIBRAÇÃO DO CONTADOR DE PARTÍCULAS**

---

Esse capítulo descreve a metodologia aplicada nos testes realizados para a calibração do contador de partículas. A calibração do contador de partículas se faz necessária para se obter com precisão a medida obtida desse equipamento, é utilizada água ultrapura (Tipo 1) que é isenta de partículas e muito utilizada em laboratórios para diversos fins.

O processo de calibração é bastante simples, porém longo, pois se deve ter total cuidado na preparação da salmoura (água do mar sintética) para evitar a contaminação da mesma durante o manuseio. Para que esse tipo de problema não ocorra, todos os materiais devem ser bem lavados com água ultrapura, bem como o contador de partículas, pois podem se desenvolver bactérias e fungos em suas linhas quando não operado por certo período de tempo. As linhas que levam os fluidos também precisam ser conservadas livres de partículas da salmoura que se acumula entre as contagens e pode mascarar os resultados.

Para calibrar o contador você primeiramente deve circular bastante água ultrapura em suas linhas, até que quase nenhuma partícula acima de 3  $\mu\text{m}$  seja registrada em 06 corridas. Então, você poderá fazer a primeira contagem de partículas da amostra de salmoura. Após ter feita a medição desta, você deve limpar novamente as linhas do contador de partículas para remover qualquer partícula que tenha ficado presa no sistema e assim evitar uma leitura falsa na contagem da amostra seguinte (esse procedimento deve ser feito também ao final do ensaio). O

procedimento de limpeza das linhas deve ser repetido a cada nova medida e no final dos testes para que não se desenvolvam bactérias durante o período inativo.

A certeza da calibração será discutida mais adiante ainda nesse capítulo.

## **5.1. Materiais**

### **5.1.1. Água ultrapura MilliQ**

A água ultra pura (Tipo 1) foi utilizada não só na preparação das soluções de salmoura mas também como padrão para “zerar” o contador de partículas. A água Tipo 1 apresenta 0,1 a 0,7 partículas  $\leq 3 \mu\text{m}$  (aproximadamente) e portanto, serve para tal propósito.

### **5.1.2. Cloreto de sódio ( NaCl)**

O sal NaCl usado para preparação da salmoura é da marca *Redsea Fish Pharm*, o qual é amplamente utilizado na preparação de água do mar.

### **5.1.3. Preparação da Salmoura**

Foram preparados 4 L de salmoura para simular água do mar sintética com 33000 mg/L de NaCl. Essa concentração expressa em molaridade equivale a 0,56 M.

Para preparar essa solução de 0,56 M, pesou-se 132 g do sal *Redsea Fish Pharm* em balança analítica da marca *Bel Engineering*.

O sal foi transferido para um balão volumétrico com auxílio de uma pincete com água ultrapura. A mistura foi homogeneizada com auxílio de um agitador magnético FANEM até completa dissolução do sal. Após a homogeneização, completou-se o volume do balão para a marca de 4 L.

Como a solução apresentou partículas sólidas em suspensão (impurezas do sal marinho), foi filtrada em papel de filtro de 28  $\mu\text{m}$  e só então armazenada para uso posterior.

#### **5.1.4. Testes no contador de partículas**

Como não se tinha conhecimento prévio do número de partículas por mL na solução de salmoura 0,56 M, foi feita uma diluição dessa solução de 10 x para que a leitura no contador não ultrapassasse 10.000 partículas/ mL, que é a máxima detectada pelo contador.

Com a solução preparada, foram feitas as medidas de contagem de partícula da água do mar sintética:

- ajuste do programa do contador de partículas em cada contagem de partículas;
- limpeza do sensor com água ultrapura até obter uma média em 6 corridas por amostras de 0,1 a 0,6 partículas  $\leq 3 \mu\text{m}$  ou menos. Essa limpeza foi realizada antes da primeira medida e entre cada medida com a água do mar sintética. Esses resultados estão mostrados no Apêndice H;
- para cada contagem as amostras foram submetidas a vácuo por 30 segundos para evitar bolhas de ar na amostra que podem mascarar as leituras do sensor;

- conversão dos dados de cada contagem de partículas em uma planilha do Excel.

## 5.2. Resultados e discussões dos testes no contador de partículas

Antes de analisarmos os dados obtidos no contador de partículas, deve-se lembrar alguns conceitos básicos como:

- a) Média ( $\bar{x}$ ) — é a medida aritmética dos valores medidos, ou seja:

$$\bar{x} = \frac{\sum (x_1 + x_2 + \dots + x_n)}{n} \quad (19)$$

b) Desvio padrão (S) — é a medida de dispersão mais empregada em análise estatística, pois leva em consideração todos os valores da variável em estudo. O desvio padrão baseia-se nos desvios em torno da média aritmética e sua fórmula pode ser assim descrita:

$$S = \sqrt{\frac{(x_i - \bar{x})^2}{n}} \quad (20)$$

Uma informação útil é que para qualquer conjunto de dados, pelo menos 75% deles devem ficar a uma distância de 2 desvios padrão da média, por exemplo:  $\bar{x} - 2S$  e  $\bar{x} + 2S$ .

Essas medidas podem ser observadas no Apêndice G, no final dessa dissertação.

Os gráficos 1 e 2 mostram uma distribuição percentual por tamanho, das partículas em suspensão, em água do mar sintética.

No gráfico 1 estão os resultados das mediadas feitas em todas as amostras de salmoura sintética, diluídas de 1/10, em 03 dias seguidos de medidas. Vale salientar que o contador mediu seis vezes consecutivas cada amostra. As curvas praticamente sobrepostas indicam que o contador está bem calibrado e há reprodutibilidades nas medidas. O pequeno desacordo na coincidência das curvas se deve provavelmente aos resultados das amostras medidas após 02 e 03 da preparação da salmoura, pois, provavelmente, houve crescimento de bactérias que se comportam como partículas. Não há partículas acima de 30  $\mu\text{m}$  porque a salmoura foi passada em um filtro de 28  $\mu\text{m}$ .

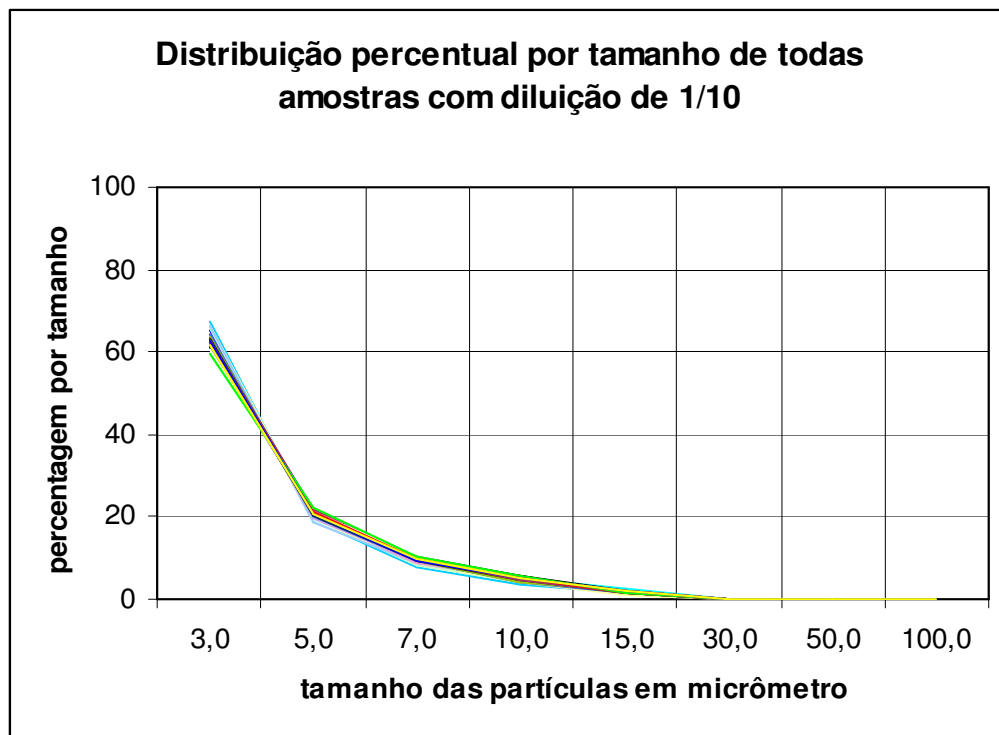


Gráfico 1 — Percentagem por tamanho versus tamanho das partículas em micrômetros de todas as amostras diluídas.

O Gráfico 2 mostra a distribuição por tamanho de todas as amostras de salmoura sintética, preparada sem diluição, e medidas em 03 dias seguidos após a preparação. Esse conjunto de curvas apresenta superposição reforçando a boa

reprodutibilidade obtida nas contagens. Aqui também vale salientar que o contador mediu seis vezes consecutivas cada amostra. Essas amostras, por serem concentradas, provavelmente desenvolveram mais bactérias nos dias de repouso e, portanto, a leve discrepância observada no gráfico 1 se repete aqui com mais evidência.

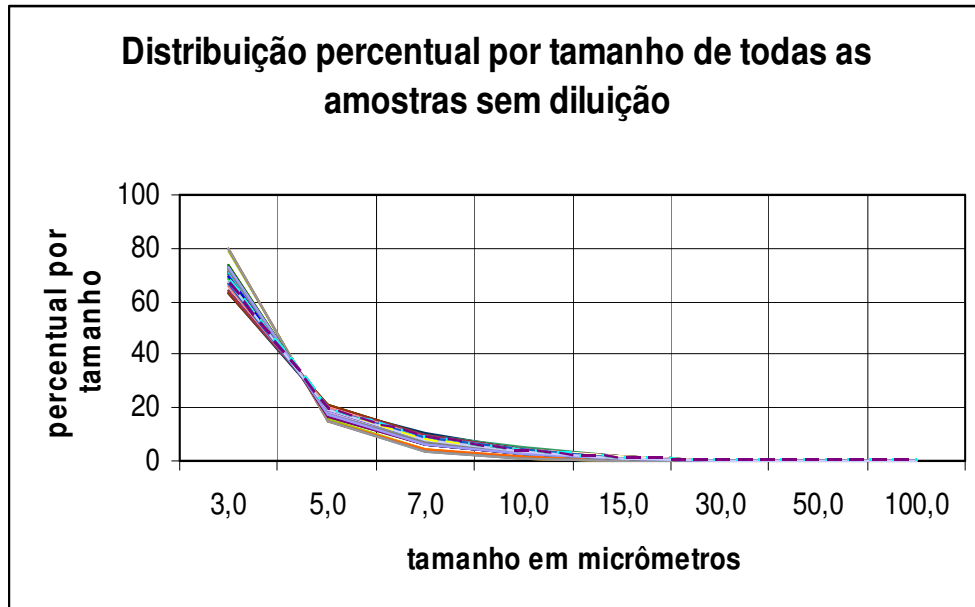


Gráfico 2 — Percentagem por tamanho versus tamanho das partículas em micrômetros de todas as amostras sem diluição.

O Gráfico 2 mostra as medidas obtidas das amostras diluídas (1/10) medidas somente no primeiro dia, a curva é bem mais definida que o Gráfico 1, isso ocorre devido ao fato das amostras medidas no primeiro dia terem seus valores bem próximos em cada amostragem e um pouco diferentes dos valores medidos para mesma amostra após um dia de repouso, as amostras do segundo dia tiveram um leve aumento nos valores de suas contagens (Gráfico 3). Ainda sobre o Gráfico 2, pode-se observar que os valores são muito próximos que não é possível ver cada corrida separadamente no gráfico, comprovando mais uma vez que o contador está perfeitamente calibrado e opera muito bem com água ultrapura (Tipo 1) utilizada para limpeza e preparação da salmoura.

### 5.3. Conclusões do Capítulo 5

Sobre o processo de calibração pode-se obter a seguinte conclusão do equipamento adquirido e utilizado no sistema de fluxo em meio poroso:

- o contador de partículas escolhido pode ser “zerado”, quando água ultrapura (MilliQ) for usada como padrão.
- o contador de partículas apresentou reprodutibilidade na leitura de água do mar sintética (sal *RED SEA*) usada para simular a salmoura.
- o contador está devidamente calibrado e pronto para o uso em quaisquer testes de contagem.



## CAPÍTULO 6 - CONSIDERAÇÕES FINAIS

---

Um sistema laboratorial de escoamento em meio poroso, que permite estudos de dano à formação, foi dimensionado para os parâmetros característicos da Bacia de Campos e está sendo montado no Laboratório de Fluidos e Mecânica das Rochas do LENEP/UENF.

O sistema desenvolvido serve para 02 objetivos: 1- estudo da perda de injetividade; 2- incrustação de sulfatos. Esses dois mecanismos físicos de dano de formação são fenômenos mais comuns e causam os piores danos à formação na Bacia de Campos.

O sistema proposto pode ser utilizado para avaliação de dano à formação em processos tecnológicos usados na Bacia de Campos na escala industrial com: a) injeção de água do mar; b) reinjeção de água produzida; c) reinjeção de misturas (água do mar e água produzida); d) descarte de água produzida em aquíferos; e e) alta concentração de bário na água produzida.

O sistema poderá determinar os seguintes parâmetros da perda de injetividade: a) coeficiente de filtração ( $\lambda$ ); b) coeficiente de dano à formação ( $\beta$ ); c) fração de porosidade crítica ( $\alpha$ ); d) permeabilidade do reboco ( $k$ ) e e) coeficiente de reação química ou constante cinética para reações de formação de sulfatos de bário e estrôncio.

As diferenças entre o sistema desenvolvido para ser mont

## CAPÍTULO 7 - RECOMENDAÇÕES FUTURAS

---

- 1) Usar o sistema para determinação de parâmetros de perda de injetividade, usando simultaneamente contagem de partículas e medidas de pressão em três pontos do testemunho. Estudar mecanismos de exclusão pelo tamanho de partículas em rochas
- 2) Estudar propriedades de filtração da água do mar em rochas da Bacia de Campos. Prever o comportamento de poços a partir de dados laboratoriais.
- 3) Determinar o coeficiente de reação química entre o sulfato e o bário (estrôncio) a partir do teste de escoamento simultâneo de água injetada e água de formação.
- 4) Utilizando o sistema montado, estudar o escoamento de água oleosa em rochas e determinar os coeficientes de filtração típicos. A partir desses dados prever a propagação de água descartada em aquíferos.
- 5) Elaborar testes de contagem de partículas da água do mar incluindo outros parâmetros (variáveis), tais como: presença de ferro, mudanças de temperatura, acidez da água, etc. Através desses testes estudar um método estatístico para verificar a influência das variáveis na contagem.

## CAPÍTULO 8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

Allaga, D.A., Wu, G., Sharma, M.M, Lake, L.W., 1992. Barium and Calcium Sulphate Precipitation and Migration inside Sandpacks, SPE FE, March.

Argillier, J. F., Audibert, A., Longeron, D., Performance evaluation and formation damage potential of new water-based drilling formulation, SPE Drilling & Completion, vol. 14, n° 4, pp. 266-274, Dec. 1999.

Araque-Martinez, A., Lake, L. W., 1999. A Simplified Approach to Geochemical Modelling and its Effect on Well Impairment, SPE paper 56678 presented at the 1999 SPE Annual Technical Conference and Exhibition held in Houston, TX, 3-6 October.

Barkmam, J.H. and Davidson D.H., 1972, Measuring Water Quality and Predicting Well Impairment, J.Pet. technol, 865-875.

Bedrikovetsky, P, et al, 2000, Injectivity Decline Caused By Injection of Sea/Produced Water, IBP 43300, Rio Oil and Gas Expo end Conference, Rio de Janeiro.

Bedrikovetsky, P., Marchesin, D., Shecaira, F., Souza, A. L., Marchesin, A., Rezende, E., Hime G., 2001a. Well Impairment During Sea/Produced Water Flooding: Treatment of Laboratory Data, SPE 69546, 7<sup>th</sup> Latin American and Caribbean Petroleum Engineering Conference.

Bedrikovetsky, P., Marchesin, D., Shecaira, F., Souza, A. L., Milanez, P., Rezende, E. R., 2001b. Characterisation of deep bed filtration system from laboratory pressure drop measurements, *Journal of Petroleum Science and Engineering*, accepted for publication.

Bedrikovetsky, P., Tran, T. K., Van den Broek, Marchesin, D., Rezende, E. R., Shecaira, F., Souza, A. L. S., 2002, Treatment of laboratory data on deep bed filtration, UENF, Petrobras, Brazil, Delft University of Technology, The Netherlands SPE paper submitted at SPE Formation Damage Conference, New Orleans, USA.

Bedrikovetsky, P., van den Broek, W.M.G.T., Tran, T.K., Marchesin, D. Rezende, E. , A. Siqueira, Serra, A. L., Shecaira, F., 2003 Damage Characterization of Deep Bed Filtration from Pressure Measurements. *Journal SPE PF*, 2003, No 3.

Bennion, D. B., Thomas, F. B., Bennion, D. W., 1991, Effective Laboratory coreflood tests to evaluate and minimize formation damage in horizontal wells. Prepared for presentation at the Third International Conference on Horizontal Well Technology, November 12-14, 1991, Houston Texas.

Bertero, L., Chierici, G.L., Gottardi, G., Mesini, E. and Mormino, G., 1986, Chemical Equilibrium Models: Their Use in Simulating the Injection of Incompatible Waters, SPE paper 14126 presented at the SPE International Meeting on Petroleum Engineering held in Beijing, China 17-20 March.

Bruin, J. N. et al, 1998, Permeability Decline Caused By Simultaneous Invasion Of Solid Particles And Oil Droplets, Thesis, Delft University of Technology, Sub faculty of Applied Earth Sciences, Netherlands.

Chowdhury, Z.K., et. al., 1998, Particle Count Method Development for Concentration Standards and Sample Stabilization. AWWA – Research Foundation and American Water Works Association.

Hargesheimer, E.E. e Lewis, C.M., 1990, Particle Counting: How, Why, Where & What Equipment, Alberta Water & Waste Water Operators Association.

Lake, L.W., 1989, Enhanced Oil Recovery, Prentice Hall, Englewood Cliffs, NY 07632.

Lopes Jr., R.P., 2002. Cinética de Precipitação de Sulfato de Bário em Meio Poroso: Modelagem Matemática e Laboratorial. M.Sc. Tese, Universidade Estadual do Norte Fluminense – LENEP/UENF, Macaé, RJ, Brazil.

Mackay, E.J., 2002. Modelling of In-Situ Scale Deposition: The impact of Reservoir and Well Geometries and Kinetic Reaction Rates, SPE 74683.

McElhiney, J.E., Lintelmann, K. A., Benzel, W.M., Davidson, K. B., 2001. Determination of In-situ Precipitation of Barium Sulphate During Core flooding, SPE 68309.

Milazez P.V.A. and Daher J.S., 2000, Filtro Equivalente – Uma Nova Ferramenta Para o Gerenciamento da Qualidade da Água de Injeção, Rio Oil & Gás Expo and Conferência, Rio de Janeiro.

Ochi J. et al, 1999, External Filter Cake Properties During Injection of Produced Waters, SPE 54773, SPE European Formation Damage Conference, The Hague.

Pang, S. and Sharma, M.M., 1994. A Model for Predicting Injectivity Decline in Water Injection Wells, SPE paper 28489 presented at 69th Annual Technical Conference and Exhibition held in New Orleans, LA, 25-28.

Ramachandran, V., Fogler, H. S., 1998. Multilayer Deposition of Stable Colloidal Particles during Flow within Cylindrical Pores. Vol. 14, pp. 4435-4444, Langmuir.

Read P.A., Ringen J.K., 1982. The Use of Laboratory Tests to Evaluate Scaling Problems During Water Injection, SPE 10593.

Rey, C., Tabary, R., Nabzar, L., Longeron, D., 2000. Injectivity Decline of Membrane Filters Due to Stable Oil-in-Water Emulsion Flow, presented at 3rd EuroConference on Foams, Emulsions and Applications, TUDelft, Delft, The Netherlands, June, 4-8.

Ribeiro, L.M.N., 2002, Metodologia da Contagem de Partículas em Flúidos de Injeção — Projeto de Graduação, Biblioteca do LENEP.

Rocha, A., Frydman, M., Fontoura, S., Rosário, F., Bezerra, M., 2001. Numerical Modeling of Salt Precipitation during Produced Water Reinjection, SPE 68336 presented at 2001 SPE Third International Symposium on Oilfield Scaling, Aberdeen, UK, 30-31 January.

Rodrigues, E. R., 2001, Declínio de Injetividade Devido à Injeção de Água do Mar/Produzida: Estudo Matemático, Laboratorial e de Campo, Tese de mestrado em engenharia de reservatório e exploração de petróleo, Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF-LENEP), Macaé.

Sharma, M.M., Wennberg, K.E., 1997, Determination of the Filtration Coefficient and the Transition Time for Water Injection Wells. *Prepared for the SPE European Formation Damage Control Conference*, SPE 38181, the Hauge, The Netherlands.

Siqueira, A. G., 2000, Modelagem em Rede 3D do Escoamento de Fluidos Particulados em Meios Porosos, Tese (mestrado em Engenharia de Reservatório), Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas.

Steelfel, C.I., Cappellen, P.V., 1990. A New Kinetic Approach to Modelling Water-Rock Interaction: The Role of Nucleation, Precursors, and Ostwald Ripening, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, Vol 54 2657-2677.

Todd, A.C. and Yuan, M.D., 1992. Barium and Strontium Sulphate Solid-Solution Scale Formation at Elevated Temperatures, *SPE Production Engineering*, February, 85-92.

Tood, A.C. and Yuan, M.D., 1988. Barium and Strontium Sulphate Solid-Solution Formation in Relation to North Sea Scaling Problems, SPE 18200.

Trank, T. K., et al, 1998, Permeability Decrease Of Sandstone As A Result Of Oil And Solids Containing Water, Thesis, Delft University of Technology, Sub faculty of Applied Earth Sciences, Netherlands.

Valdya, R. N., Fogler, H. S., 1992. Fines Migration and Formation Damage: Influence of pH and Ion Exchange, SPE Production Engineering, November.

Van den Broek ,M.G.T., et al, Core-flow experiments with oil and solids containing water, SPE 54769, 1999 SPE European Formation Damage Conference, The Hague, 31 May - 1 June.

#### Documentos Eletrônicos:

Pacific Scientific Instruments: The World Leader in Particle Counting. Disponível em: <<http://www.hiac.com>>. Acesso em: 08 ago. 2003.

Malvern Instruments: Innovative Solutions in Particle Characterization. Disponível em: <<http://www.malvern.co.uk>>. Acesso em: 29 ago. 2003.

Spectrex Corporation: Environmental & Analytical Instruments. Disponível em: <<http://www.spectrex.com>>. Acesso em: 05 set. 2003.



## Apêndice A – Descrição dos equipamentos adquiridos

---

Neste apêndice será descrita a técnica de operação dos equipamentos já adquiridos para a montagem do sistema de injeção.

### Bombas de deslocamento positivo

O sistema sugerido ao laboratório de fluidos do LENEP/UENF deverá conter duas bombas volumétricas de deslocamento positivo (Figura 22) que têm como características principais:

- Razão de fluxo entre 1  $\mu\text{L}/\text{min}$  até 10 mL/min;
- RSD (desvio padrão) 0,1% entre 0.2~5.0 mL/min;
- Pressão máxima de operação de até 50 Mpa (7200 psi);
- 10 programas de tempo e 64 passos;
- Auto teste da memória, sensor de pressão e tensão de alimentação;
- Todos os itens em contato direto com os solventes são de rubi, safira, cerâmica, aço inox e polímero de carbonofluorado;
- 100~240V +/- 10% 50/60 Hz.



Figura 22. Bomba de deslocamento positivo Jasco.

As bombas volumétricas ou de deslocamento positivo são aquelas em que a energia é fornecida ao líquido já sob a forma de pressão, não havendo, portanto, a necessidade de transformação como no caso das bombas centrífugas. Assim sendo, a movimentação do líquido é diretamente causada pela movimentação de um órgão mecânico da bomba (pistão), que obriga o líquido a executar o mesmo movimento. O líquido, sucessivamente, enche e depois é expulso de espaços com volume determinado no interior da bomba — daí resultando o nome de bombas volumétricas.

Nessas bombas, as forças transmitidas ao líquido têm a mesma direção do movimento geral do líquido. Uma das características mais importantes destas bombas é o fato de manterem a vazão média praticamente constante, independente do sistema em que elas atuam, desde que mantida a velocidade constante do fluido bombeado, mesmo mantendo a rotação constante.

As bombas alternativas são especificadas para serviços onde se requer cargas elevadas e vazões baixas. Já as bombas rotativas podem operar com vazões mais elevadas. Nas bombas alternativas de pistão, o órgão que produz o movimento do líquido é um pistão que se desloca, com movimento alternativo, dentro de um cilindro.

Em uma análise inicial, assim poderíamos explicar o funcionamento da bomba de pistão (Figura 23):

a) No curso de aspiração, o movimento do pistão tende a produzir vácuo. A pressão do líquido no lado da aspiração faz com que a válvula de admissão se abra e o cilindro se encha; enquanto isso ocorre, a válvula de recalque mantém-se fechada pela própria diferença de pressões.

b) No curso de recalque, o pistão força o líquido, empurrando-o para fora do cilindro, através da válvula de recalque. Mantêm-se, neste curso, fechada a válvula de admissão devido à diferença de pressão.

Pela sucinta explicação dada, pode-se observar que o movimento do líquido é efetivamente causado pelo movimento do pistão, sendo da mesma grandeza e tipo do movimento deste.

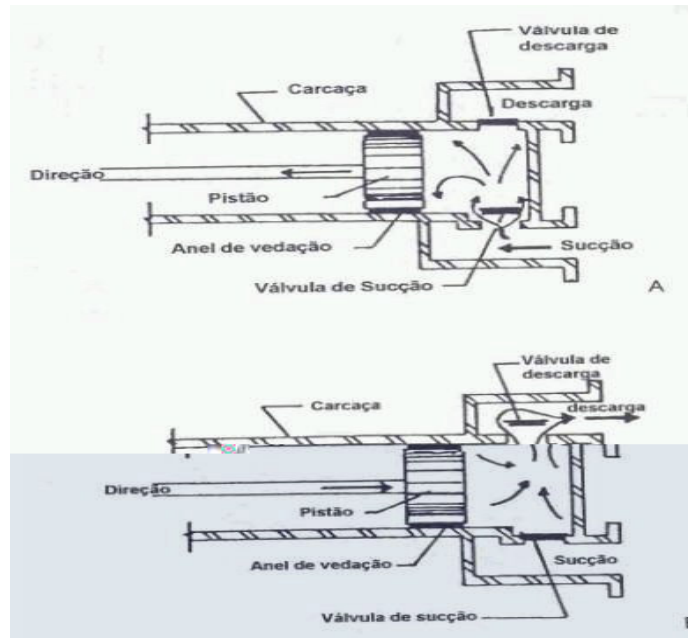


Figura 23. Bomba de pistão. a) admissão, b) compressão.

## Transdutores de pressão

O sistema de escoamento em meio poroso terá três transdutores de pressão diferencial da marca Validyne e série DP (Figura 24).



Figura 24. Transdutor de pressão Validyne.

Fonte: [www.validyne.com](http://www.validyne.com).

Os transdutores tem como especificação de compra:

DP303-36-V-1-S-4-A; DP303-40-V-1-S-4-A e DP303-42-V-1-S-4-A.

Essas letras e números significam:

- DP303 – série de fabricação;
- 36, 40 e 42 – variação de pressão (número do diafragma, ver tabela no apêndice B), respectivamente, 50, 120 e 20psi.
- V – material dos anéis de vedação – Viton-A;
- 1 – conector elétrico – PT02A-10-6P, bendix ou equivalente (padrão);
- S – variação de temperatura – de 0° até +160 °F padrão (-17° até + 71 °C);
- 4 – material do sensor – aço inoxidável tipo 410 (padrão);
- A – opções de porta de pressão – 1/8-27 NPTF (padrão).

Apropriadamente instalado, operado e mantido, o transdutor de pressão diferencial Validyne lhe dará um longo tempo de funcionamento confiável para ajudar a garantir uma operação livre de problemas.

### Capacidades do transdutor:

O transdutor de pressão diferencial Validyne possui diversas vantagens sobre outros transdutores típicos.

1) compatibilidade com gases e líquidos corrosivos. Esse transdutor possui baixos volumes internos simétricos o que possibilita aceitação de líquidos e gases corrosivos. Para evitar danos deve-se manter partículas de sólidos ou líquidos congeláveis fora dessas cavidades.

2) boa resposta dinâmica: o baixo deslocamento volumétrico (a deflexão total do diafragma é de 0,0013") proporciona uma boa resposta dinâmica – para uma melhor resposta dinâmica, você deve acoplar o transdutor próximo a qualquer fonte gasosa de pressão ou se certificar que ele esteja livre de gás ou ar presos à parte líquida.

3) Alta capacidade de sobrecarga: as paredes internas proporcionam uma efetiva barreira de sobrecarga; isto permite altas sobrecargas. Sobre pressões altas podem causar um deslocamento zero permanente ou dano no diafragma.

4) Alto sinal de saída: esse transdutor fornece um alto sinal de saída com baixa suscetibilidade ao ruído elétrico, uma vantagem típica de sistemas carregados, deve-se operar esse transdutor através de um demulador projetado para isso.

5) Diafragma substituível: esse transdutor tem apenas um elemento sensível à pressão – o diafragma – o qual pode ser substituído se necessário. É essencial ler as instruções de substituição do diafragma antes de substituí-lo. Os seguintes modelos de diferenciais de pressão Validyne podem ser desmontados para limpeza e substituição do diafragma: DP 15, DP 22, DP 45, DP 103, DP215, DP 303, DP 360, DP 363.

Para instalação e montagem do transdutor de pressão ver Apêndice B.

## Indicador digital do transdutor de pressão

O indicador de pressão a ser usado acoplado aos transdutores é o CD23-A-1-A-1-C, onde esses números e letras significam:

- CD23 – série de fabricação;
- A – entrada de energia – 105-125 V AC, 50-60 Hz (padrão);
- 1 – conector de entrada do transdutor – PT02A-10-6P, bendix ou equivalente (padrão);
- A – *display* e escala de contagem – tipo 3½ dígitos, escala de contagem completa 1000, e;
- C – localização do ponto decimal – padrão (Exemplo: 100,0).

O CD 23 (Figura 25) é um indicador digital portátil com demulador interno e utilizado para:

- a) mostrar o nível de pressão de entrada;
- b) fornecer saída DC analógica proporcional à entrada.



Figura 25. Indicador digital do transdutor de pressão Validyne.

Para fazer a calibração do indicador digital de pressão ver Apêndice D.

### **Core holder hidrostático para testemunho (célula de confinamento)**

O *core holder* hidrostático (Figura 26 e 27) para testemunho é um corpo em aço inox 316 com:

- componentes em *hasteloy*;
- vedações em *viton*;
- 03 entradas para os transdutores de pressão diferencial;
- conector de linha com rosca 1/8" NPT;
- 02 portas de entrada e 01 porta de saída para fluidos (Figura 26);
- 01 porta de entrada para pressão de confinamento.

Este *holder* trabalha a uma pressão de 6000 psi e temperaturas até 200 °C, serve para confinar o testemunho e submetê-lo aos testes de laboratório conforme as necessidades da pesquisa, simulando um reservatório em bancada com condições reais de pressão e temperatura.

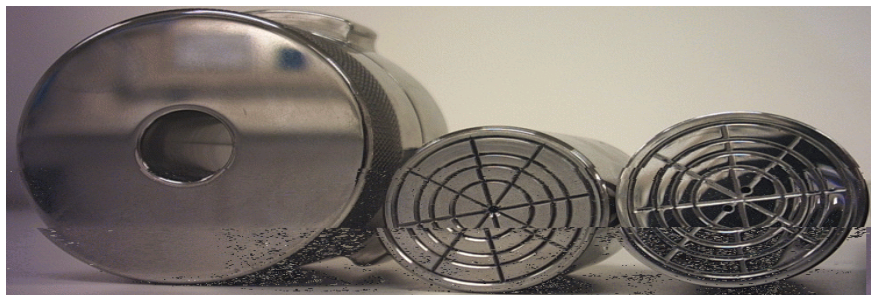


Figura 26. Acessórios do *core holder* hidrostático para testemunho.

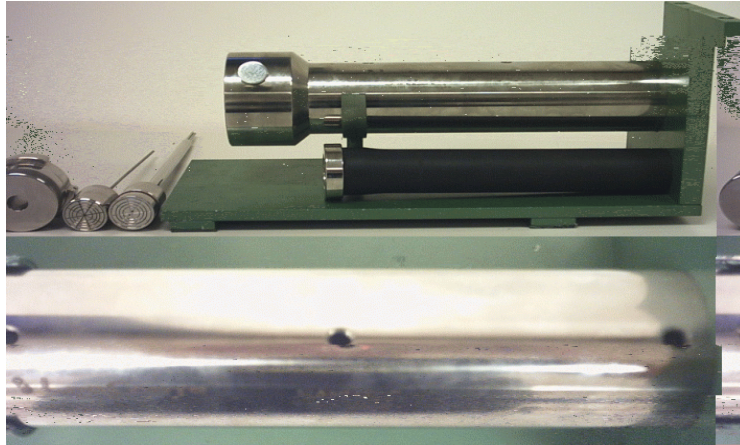


Figura 27. *Core holder* hidrostático para testemunho, com detalhes dos três pontos-pressão.

## Estufa

A estufa (Figura 28) é o equipamento de operação mais simples. Possui um *display* digital que permite ao usuário ajustar a temperatura entre 0°C e 200°C, com precisão decimal.

Produzida pela Nova Ética e adaptada (com furos) para as exigências do sistema de injeção, possui saídas e entradas para as linhas de fluxo, transdutores de pressão e bomba de confinamento.





Figura 28. Estufa Nova Ética.

### Coletor de amostras



Figura 29. Coletor de frações Foxy Jr..

O coletor de amostras (Figura 29) é um equipamento que permite ao usuário coletar frações de amostras líquidas de três formas distintas: de tempos em tempos, quantidade de gotas, ou por volume (mL) de saída em um sistema de fluxo. Separa essas frações de amostra conforme as exigências do operador do sistema.

Para saber como operá-lo passo a passo, ver Apêndice F.

### **Software LabView e placa de aquisição de dados**

O *software Labview* é uma poderosa ferramenta que auxiliará o sistema de escoamento do laboratório de dano à formação junto à placa de aquisição de dados. Esses dois elementos juntos têm como função monitorar e controlar todo o sistema e gerar gráficos de todas as variáveis do mesmo, tais como variações de pressão, tanto das bombas como dos transdutores, variações de fluxo, etc., a placa serve para conectar todos os equipamentos ao sistema, desde que estes possuam saída compatível com a placa.

### **Contador de Partículas**

Esse contador de partículas (Figura 30) pode ser usado com o Amostrador ABS-2 que transporta a amostra para o Sensor HRLD que faz a análise do tamanho e distribuição das partículas por faixa de tamanho. Usa um feixe de laser como fonte e um foto-diodo como detector. Opera pelo princípio de bloqueio de luz.



Figura 30.Hiac Model BR-8

Fonte: <http://www.hiac.com>

Esse foi o escolhido para o nosso trabalho por atender às seguintes exigências:

- flexib

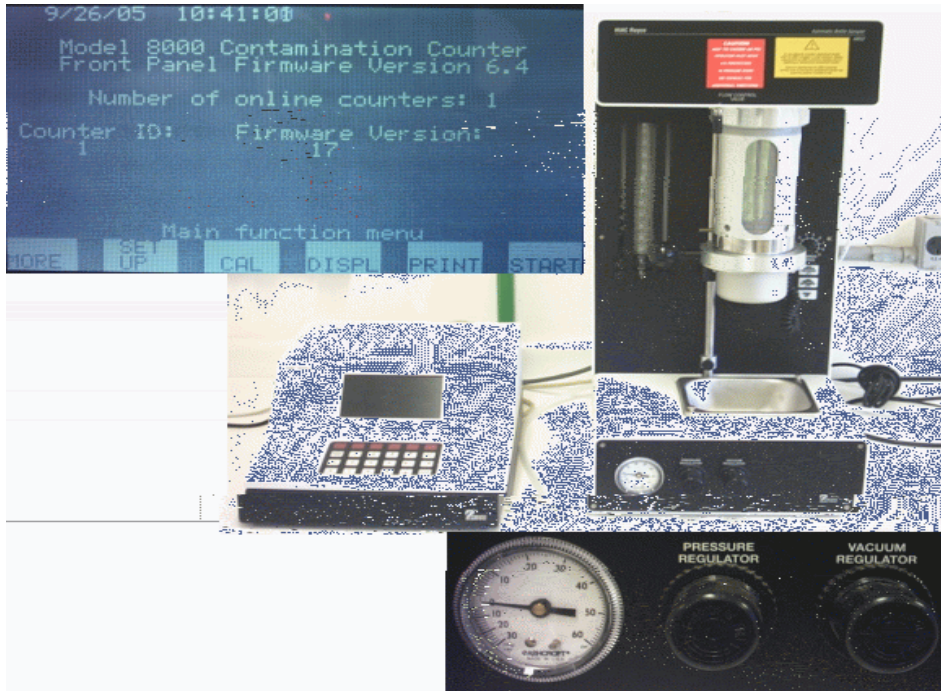


Figura 31. Contador de partículas, com detalhes do *display* e controles de vácuo e pressão.

O Modelo 8000A possui as seguintes conexões externa:

- E/S serial para computador;
- Controle liga/desliga remoto;
- Entrada para sensor (alguns sensores necessitam de fonte remota (RPS-2));
- Saída para alarme;
- E/S serial para Contador 8000S;
- Três entradas para transdutores de ambiente;
- Duas saídas analógicas (Extinção e Espalhamento);
- E/S Amostrador.

Todos os amostradores e sensores da HIAC/ROYCO são compatíveis com o 8000A. O 8000A pode ser usado em sistemas de análises por lotes com as configurações típicas de sensor, amostrador e contador ou como ponto de

processamento focalizado para aplicações com pequenos multi-sensores. Aplicações multi-sensor requerem o uso do contador Modelo 8000S.

O contador Modelo 8000S é o mesmo que o 8000A, mas não tem interface com o operador (teclado, monitor, ou impressora) e tem conexões externas limitadas. O contador 8000S é dependente do 8000A.

Os sistemas de contagem podem ser configurados tanto para aplicações contagem em ar como para líquidos. A aplicação irá determinar o equipamento necessário. Tipicamente, todos os equipamentos necessários para uma aplicação particular são obtidos ao mesmo tempo como um sistema operacional completo, mas isto não é algo obrigatório. Os modelos 8000A e 8000S são compatíveis com equipamentos mais comuns da HIAC/ROYCO.

A contagem de partículas para cada canal (partícula) é o total de todas as contagens que excedem o limite inferior configurado para o canal. A contagem acumulativa no canal 4 de um contador é a soma das partículas maiores que o limite inferior do canal 4.

A contagem diferencial de um canal são as contagens que ficam entre o limite inferior do canal e o limite inferior do canal imediatamente superior. Assim, a contagem diferencial para o canal 4 é o número de partículas maiores que o limite inferior do canal 4, mas menores que o limite inferior do canal 5.

Para qualquer canal a contagem cumulativa será sempre igual à soma das contagens diferenciais do canal mais os canais maiores. A contagem cumulativa no canal 4 será igual à soma das contagens diferenciais dos canais 4, 5, 6, 7 e 8. Para o canal 8 as contagens cumulativas e diferenciais são idênticas.

O ABS 2 (amostrador) pode ser usado conjuntamente com sensores e contadores de partícula da HIAC. O projeto do amostrador fornece meios de medição de um volume conhecido da amostra líquida através de um sensor ao gerar sinais do começo e de batente para um contador. O operador ajusta o volume de leitura do sensor ajustando as posições de detectores fotoelétricos nivelados no tubo

da vista do ABS2. O ABS2 opera-se pressurizando o líquido da amostra para o transporte através do sensor ou evacuando a câmara da amostra (modalidade do vácuo), desgaseificando a amostra antes da análise.

Para facilitar a operação do contador de partículas, foi elaborado um passo a passo para os usuários que se encontra em anexo no Apêndice D.

### **Sistema de purificação de água**

Para se obter uma água ultra pura para utilização nos experimentos laboratoriais do sistema de injeção, utilizamos a água ultra pura (Tipo 1) do laboratório de geoquímica. Esta água passa por um destilador de vidro (Figura 32), que tem como característica principal: as resistências não entram em contato com a água, fazendo com que esta não fique ionizada. Logo após passar pelo destilador, essa água segue para um barrilete (reservatório) (Figura 33) e depois é filtrada pelo Milli-Q.

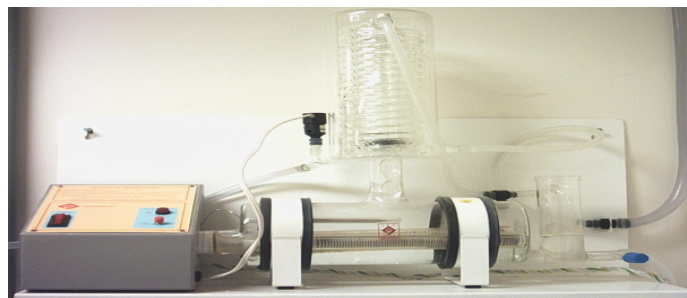


Figura 32. Destilador de vidro com resistências isoladas.



Figura 33. Barrilete de armazenamento de água destilada.

### Milli-Q

O Milli-Q (Figura 34) é um equipamento altamente moderno que nos permite obter água ultra pura, conhecida cientificamente com Água Tipo 1. Essa água praticamente não contém partículas acima de  $0,22 \mu\text{m}$  ( $\leq 1/\text{mL}$ ). É um equipamento ideal para manter um parâmetro de calibração quando houver mais de uma amostra a ser medida. Possui uma vazão de 1,3 a 1,7 litros por minuto, a água tem resistividade mínima de  $18,0 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$  a  $25^\circ\text{C}$  e típica de  $18,2 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}$  a  $25^\circ\text{C}$ .



Figura 34. Milli-Q.

Para saber os procedimentos de operação desse equipamento bem como seus componentes, ver Apêndice E.

## Bomba de vácuo

A bomba de vácuo utilizada no sistema de escoamento em meio poroso do LENEP/UENF é da marca Büchi Switserzland (Figura 35), série Vac V-1000. Essa bomba de vácuo é apropriada para evacuação de equipamentos de laboratório com vácuo  $< 2$  mbar (0,03 psi ou 0,002 atm). Essa bomba será utilizada na saturação de amostras de rocha e para confinamento do *holder* hidrostático (célula de confinamento).



## Apêndice B - Instalação e montagem do transdutor de pressão

---

Esse Apêndice foi retirado do manual do transdutor no site da Valydine ([www.valydine.com](http://www.valydine.com)).

### Instalação:

A correta instalação de um transdutor é vital para seu bom funcionamento. Essa seção contém procedimentos específicos para montagem, instalação de tubos, como fazer as conexões de pressão, ajustamento da porta de sangria e como fazer as conexões elétricas.

### Montagem:

Antes de montar, instalar o encanamento, certifique-se de fazer uma calibração do sistema (ver parte de calibração mais adiante). Transdutores com partes fêmeas 1/8-27NPT geralmente podem ser apoiados por conexões de tubos rígidos, no entanto, transdutores conectados a sistemas de tubos devem ser conectados a um suporte para prevenir fadiga nas conexões de tubos. A seguir estão os passos para montar o transdutor corretamente:

1) Como as maiorias dos transdutores possuem furos no corpo para parafusos, verifique a tabela de tamanho de parafuso.

2) Se a unidade está montada com parafusos no seu corpo, certifique-se que a superfície montada é plana para não causar fadiga no corpo do transdutor. Em transdutores de baixos intervalos de leitura, tal fadiga pode causar pequenos deslocamentos zero que podem se tornar piores devido a pequenas mudanças de temperatura.

3) Se possível monte o transdutor de modo que o diafragma esteja no plano vertical. Montagens verticais devem ser rígidas já que qualquer mudança na

montagem causará um deslocamento zero devido à gravidade. Esse tipo de montagem tem duas vantagens.

Primeiramente, ele proporciona uma deflexão gravitacional zero no diafragma. Adicionalmente, ele permite que partículas e sujeiras se depositem fora da borda da cavidade de pressão, onde elas não prejudicarão o movimento do diafragma.

4) Se você montar o transdutor acima da medição do ponto de pressão, ele captura menos sujeira e o interior permanecerá mais limpo.

5) Quando você montar o transdutor, certifique-se de deixar espaço para o conector elétrico e para o acesso as portas de sangria.

#### Conexões de tubos:

Faça as conexões de tubos que permitam que você remova o transdutor se necessário sem desligar o sistema inteiro.

1) Se você estiver usando o transdutor para medição de pressão (psig) onde uma porta esteja aberta para a atmosfera, instale uma válvula de desligamento simples para o transdutor, cubra a porta aberta para o transdutor com filtro poroso pára prevenir a entrada de poeira; uma tampa plástica com pequeno orifício estofado é suficiente.

2) Se você estiver usando uma unidade para medição de diferencial de pressão através de uma abertura ou filtro, isto requer um esquema de válvulas mais extensivo para ser colocado em funcionamento e também para que seja removido sem dano de sobrepressão, nesse caso use um arranjo de válvulas conforme a figura abaixo:

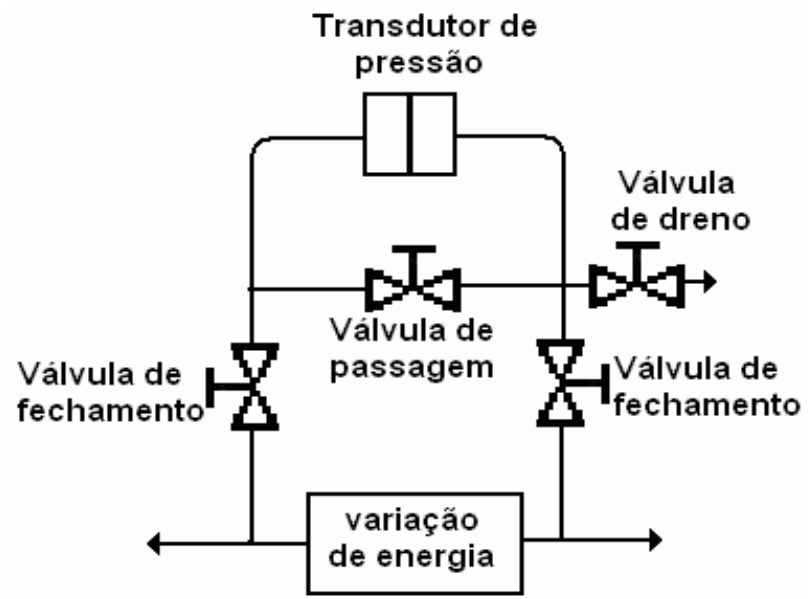


Figura 36. Arranjo típico de válvulas do transdutor de pressão.

3) Para pressurizar o transdutor diferencial de pressão com segurança feche a válvula de dreno e abra a válvula de passagem. Então abra ambas as válvulas de fechamento para aplicar a pressão em ambos os lados do transdutor. Finalmente, feche a válvula de passagem.

4) Para despressurizar o transdutor abra a válvula de passagem feche as válvulas de fechamento e abra as válvulas de dreno.

#### Conexões de pressão:

A parte fêmea de pressão 1/8-27NPT aceita o tubo americano padrão. Para evitar dano a caixa do transdutor, certifique-se de seguir o procedimento abaixo a risca, de outra forma, esforços para fazer o conector encaixar podem causar fadiga na caixa ao redor da porta de pressão.

1) antes de conectar o tubo ao transdutor, certifique-se que o tubo está livre de incrustação interna e verifique se as linhas estão limpas ou danificadas.

2) Envolver o tubo com duas camadas com 1" de largura de fita teflon para tubos (encontrada em qualquer loja de tubos).

3) Ao envolver, estique a fita para que ela se adaptar bem e não ficar frouxa, também envolva na direção da linha. O teflon funciona como lubrificante e selante, minimizando o esfolamento da linha, e torna a desmontagem mais fácil.

4) Para conectar o cano ou ajustar, aperte-o com uma pequena chave até travar, então gire mais meia volta.

#### Sangria do transdutor:

O maior parte dos transdutores da Validyne é equipado com portas de sangria para facilitar a limpeza e preenchimento das cavidades de pressão. Essa porta é fechada por um conjunto de parafusos fabricados para carregar um lavador chato e circular de teflon no seu final interior que funciona como um selo da porta de sangria.

1) Para medir a pressão estática é desnecessário preencher a cavidade do transdutor com ar; qualquer ar ou gás aprisionado transmitira pressão ao diafragma.

2) Quando houver mudanças na resposta a pressão dinâmica, ou quando oscilações em sistemas preenchidos para líquidos forem importantes, certifique-se que a cavidade de pressão e as conexões do transdutor estejam livres de gás. Agindo como uma mola pneumática o gás aprisionado pode reduzir seriamente a resposta freqüencial do sistema de medição.

3) para remover o gás da cavidade de pressão, afrouxe o parafuso de sangria uma ou duas voltas com a pressão do sistema ligado. Para prevenir a perda do limpador teflon, não remova o parafuso da sangria. Depois que o gás interno tenha sido expelido, o liquido sairá ao redor do parafuso. Feche o parafuso com força e enxugue o excesso de liquido.

### Conexões elétricas:

Normalmente o conector elétrico do transdutor é um PT02A-10-6P de seis pinos ou equivalente. Os pinos A e D são para excitação do carregador demulador e o pino B é o sinal de saída. O pino C não é utilizado. O conector macho é um PT06A-10-6S ou equivalente. Conectar o transdutor ao carregador demulador requer um cabo condutor revestido triplo ou quádruplo. O carregador demulador Validyne e caixas e módulos usam conectores PT02A-10-6P para entrada do transdutor, portanto um cabo com conector PT06A-10-6S em cada lado é requerido.

Idealmente, esse cabo deve conter um par revestido para guia de excitação e outro condutor revestido para a guia de sinal. Separar a guia de sinal das guias de excitação minimiza o acoplamento capacitivo entre esses. Valores de capacitância diferentes conectados através de cada transdutor produzem um desbalanço de impedância na ponte do transdutor o que resulta numa saída de deslocamento zero.

Em cabos curtos (10 pés) o efeito desse desbalanço é pequeno, mas em cabos longos (500 pés) isto pode causar um deslocamento zero grande. Para conexões do transdutor, a Validyne adotou o cabo padrão 843 tipo BELDEN, um cabo condutor pré-existente formado de dois pares revestidos. Apesar do quarto condutor ser desnecessário a transdutores de diferencial de pressão, ele pode ser útil em outros equipamentos.

O cabo padrão Validyne é conectado segundo o esquema a seguir:

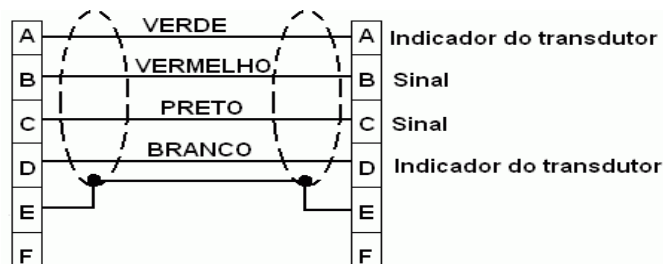


Figura 37. Protetor de cabo amarrado ao escudo do conector.

Para minimizar interferências de linhas ou fontes de energia próximas, sempre use cabos revestidos, também é melhor não correr cabos em tubos que já carreguem cabos de energia de corrente alternada (AC). Isto porque o sinal transdutor de 3 ou 5 KHz pode sofrer um ruído excessivo de 60 Hz.

### Calibração:

Apesar da Validyne ter testado o transdutor, para certi

2) Separe as duas metades da caixa e remova o diafragma cuidadosamente.

3) limpe o diafragma e as metades da caixa com um solvente como freon ou álcool. Certifique-se que nenhuma partícula ou matéria permaneça interferindo na mobilidade do diafragma (a distância entre o diafragma e a caixa é de apenas 0,005” no centro) ou nos anéis.

Se você tiver que trocar o diafragma veja a tabela de seleção do diafragma no Apêndice B.

## B) Remontagem

A Validyne recomenda que você remonte o transdutor enquanto ele estiver conectado ao carregador demulador. Para obter uma referência zero, zere o indicador antes de conectar ao transdutor, o indicador é especialmente útil durante o aperto final dos parafusos do corpo, já que ele mostrará os efeitos dos apertos de cada parafuso. É desnecessário ajustar os parafusos para obter uma saída de zero absoluto, mas ela deve estar entre +/- 0% do total e não ser muito sensível no aperto de cada parafuso.

1) Para remontar, coloque os anéis de borracha em cada metade e o diafragma entre estas metades, se o diafragma for corrugado, coloque a porção corrugada em direção a metade negativa da caixa.

2) Certifique-se que os buracos do diafragma estejam alinhados exatamente com os buracos das metades da caixa, e substitua os parafusos do corpo em um lado do transdutor, aperte os parafusos até eles travarem.

3) Inspeccione os outros buracos dos parafusos do diafragma para ver se eles estão alinhados com os buracos das metades das caixas e substitua os últimos parafusos; aperte todos os parafusos aos valores de torque da tabela de torque de parafusos de corpo no apêndice B. Se uma chave de torque não estiver disponível, aperte os parafusos tanto quanto possível. Certifique-se que as linhas dos parafusos

de corpo não prendam nos buracos do diafragma, e que os anéis de borracha estejam nos seus lugares ou o zero do transdutor pode se deslocar para fora da tolerância.

4) Antes de calibrar, alterne a pressão do transdutor entre 0 e 100% para acomodar o diafragma corretamente. Algumas alterações de temperatura também aumentariam a estabilização.



## Apêndice C – Seleção do diafragma e torque dos parafusos do transdutor

---

Tabela C1 — Escala de pressão para seleção dos diafragmas

Diafragma n°	PSI	IN HG	IN H2O	KPA	MM HG/TORR	CM H2O
10	0.0125	0.026	0.35	0.086	0.65	0.88
12	0.02	0.041	0.55	0.14	1.03	1.4
14	0.032	0.065	0.89	0.22	1.65	2.25
16	0.05	0.102	1.4	0.35	2.58	3.5
18	0.08	0.16	2.22	0.55	4.14	5.6
20	0.125	0.25	3.5	0.86	6.5	8.8
22	0.2	0.41	5.5	1.4	10.3	14

Tabela C2 — Torque do parafuso do corpo do transdutor

Modelo número	Torque final do parafuso
DP 15, DP 215	125 – 130 INCH LB
DP 22, DP 303	150 – 170 INCH LB
DP 45	20 – 25 INCH LB
DP103	30 – 35 INCH LB
DP 360, DP 363	150 – 170 INCH LB
Todos os modelos padrões	Torque do parafuso de sangria: 15 a 20 INCH LB

## Apêndice D – Calibração do indicador digital de pressão

---

Extraído do manual on-line do equipamento (disponível em: [www.valydine.com](http://www.valydine.com)).

O CD 23 (indicador digital de pressão) é um corpo de metal com controles indicadores localizados no painel frontal, a parte traseira contém o cabo de força AC, o conector da entrada elétrica do transdutor e terminais de saída analógico para conexão com computadores.

O CD 23 consiste de um demulador, um indicador digital LEAD com interruptor de intervalo correspondente, controles de zero e intervalos e cabeamento associado. Todos os circuitos são operados através de uma fonte interna regulada. A força primária se origina de uma linha de força de 120 V 60 Hz AC.

O demulador fornece uma voltagem de excitação de 5Vrms e uma onda senoidal de 5 KHz para o transdutor. O transdutor por sua vez fornece um sinal de saída para a entrada do demulador (um conector da entrada do transdutor) onde o sinal é amplificado, demodulado e filtrado. O sinal então emerge como sinal DC que é proporcional a pressão física aplicada ao transdutor.

Esse sinal é fornecido nas conexões de saída analógica localizadas na parte traseira do instrumento e através de uma rede atenuadora ao amostrador digital localizado na parte frontal do instrumento.

Procedimento de calibração:

Antes de qualquer operação calibre o transdutor que deve estar apropriadamente conectado ao CD 23.

a) Ligue o aparelho (*Power*);

b) Coloque o interruptor *RANGE* na posição *LO (LOW)* sem nenhuma pressão aplicada ao transdutor, coloque o controle de ajuste zero até 0,00 no mostrador, depois trave o mostrador na posição.

c) Coloque o interruptor *RANGE* na posição *HI (HIGHT)* aplique 100% de pressão no transdutor ajuste o controle *SPAN* para uma leitura de 100,0% no *display*, trave o *DIAL* e libere a pressão do transdutor.

d) Após a calibração registre as posições dos controles zero e *SPAN* para auxiliar o reajuste do aparelho no caso dele ser inadvertidamente alterado.

#### Procedimento Operacional:

Após calibrar o CD 23 com o transdutor sendo usado e ligado a força, opere o instrumento da seguinte maneira:

a) Ligue o aparelho (*POWER*);

b) Aplique pressão ao transdutor de pressão;

c) Leia o indicador de pressão no medidor digital;

d) Para uma leitura de pressões normais, coloque o interruptor *RANGE* na posição *HI (HIGHT)*. Para medições mais precisas (abaixo de 20% da escala total) coloque o interruptor *RANGE* na posição *LO (LOW)*.

## Apêndice E – Passo a passo de operação do contador de partículas

---

Antes de executar esse passo a passo certifique-se que tenha ligado o amostrador e o sensor do contador de partículas, ambos possuem uma tomada de liga e desliga situada atrás dos mesmos.

Ao entrar no ambiente Windows você terá a seguinte figura na área de trabalho:



Figura 38.Ícone da área de trabalho do windows do programa do contador de partículas.

Clicando nela 2 vezes, a seguinte janela será aberta:

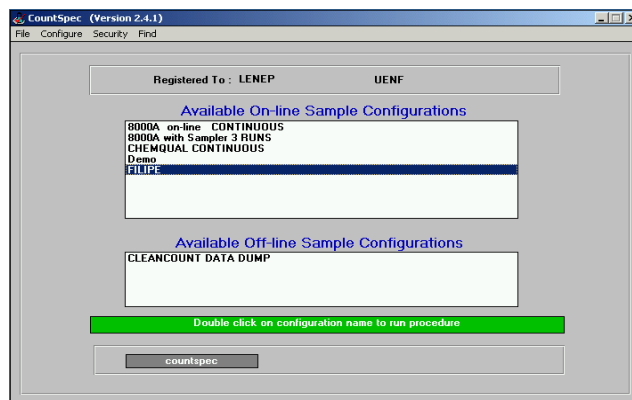
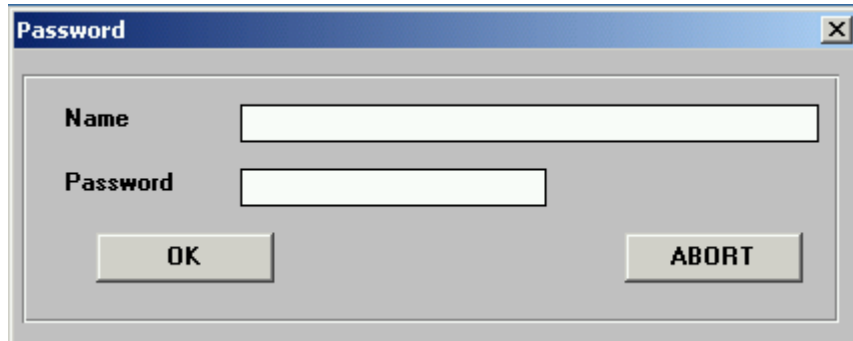


Figura 39.Janela principal do programa do contador de partículas.

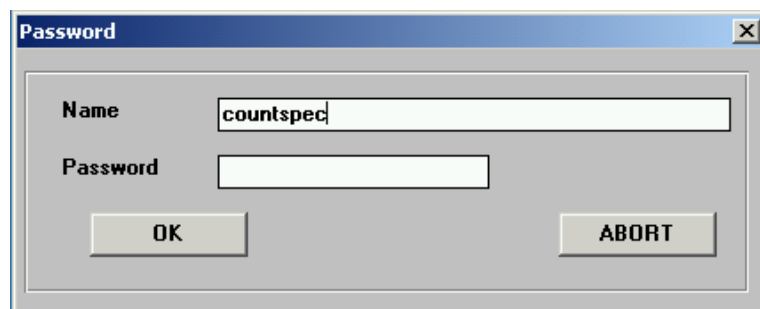
Para começar a usar o software, clique em **SECURITY**, depois em **LOGIN**, a seguinte janela se abrirá:



The image shows a standard Windows-style dialog box titled "Password". It contains two text input fields. The first field is labeled "Name" and the second is labeled "Password". At the bottom of the dialog, there are two buttons: "OK" on the left and "ABORT" on the right. The dialog box has a blue title bar and a close button in the top right corner.

Figura 40. Janela de entrada de senha do programa do contador de partículas.

Digite **countspec** no espaço reservado para **NAME** e o mesmo em **PASSWORD**.



This image shows the same "Password" dialog box as in Figure 40, but with the text "countspec" entered into the "Name" input field. The "Password" input field remains empty. The "OK" and "ABORT" buttons are still present at the bottom of the dialog.

Figura 41. Janela de senha com a senha do programa do contador de partículas.

Retornando à janela abaixo, clique em **CONFIGURE** depois em **CONFIGURE**.

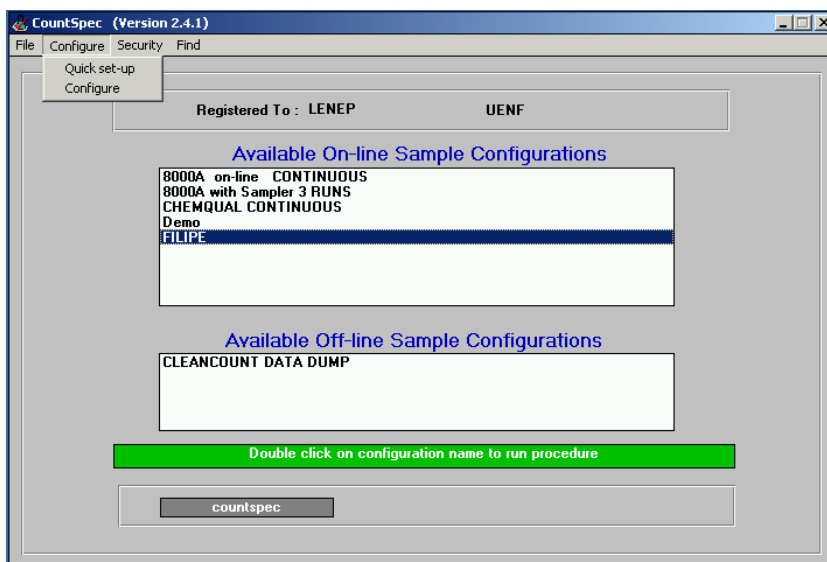


Figura 42. Janela principal do programa do contador de partículas com ícone para configuração aberto.

A seguinte janela irá se abrir:

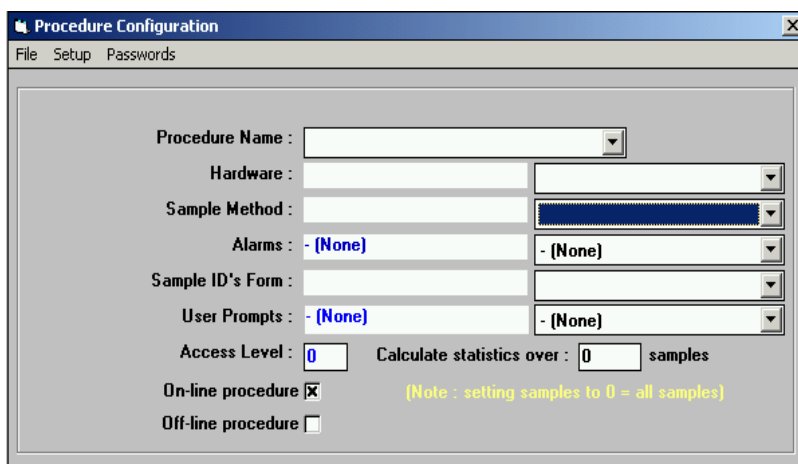


Figura 43. Janela de configuração dos procedimentos do programa do contador de partículas

Agora ou deve ser criado um **PROCEDURE NAME** apenas digitando no campo reservado o nome, ou clique na seta ao lado do espaço reservado e escolha um procedimento. Após ter feito a escolha, se for criar ou escolher um **PROCEDURE NAME** que já exista, configure cada campo dessa janela, clicando em **SETUP**, e por passo a passo, clique em **HARDWARE**.

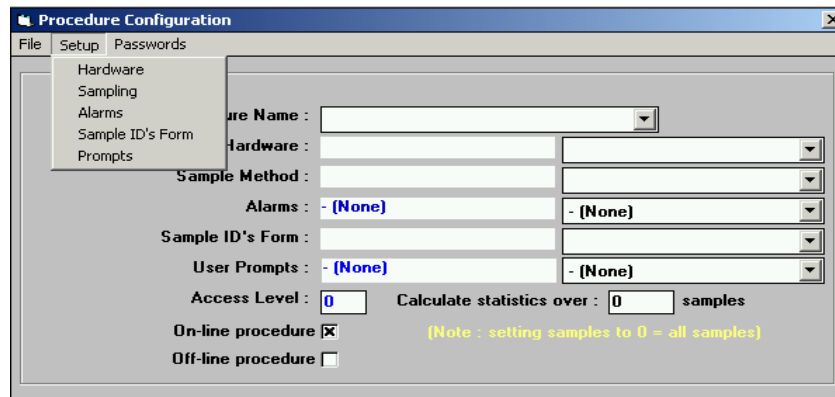


Figura 44. Janela de configuração de procedimentos com ícone de *Setup* aberto.

A janela abaixo então se abrirá, no campo **HARDWARE CONFIGURATION NAME**, crie um nome ou escolha um já existente. Nos campos **COUNTER**, **SAMPLER**, **SENSOR** e **SET-UP**, deixar conforme mos



Só haverá alguma mudança no **SET-UP** se o sensor for calibrado novamente.

No Campo **CHANNELS**, preencher com o tamanho das partículas que você quer contar, esse contador de partículas possui um sensor que tem oito canais de leitura independentes.

Feito todo o procedimento dessa configuração clique em **FILE** e depois em **SAVE**, para salvar as configurações, se não o fizer todas as informações serão perdidas, e feche essa janela.

Agora, a janela abaixo irá aparecer com o nome do **HARDWARE** criado ou selecionado.

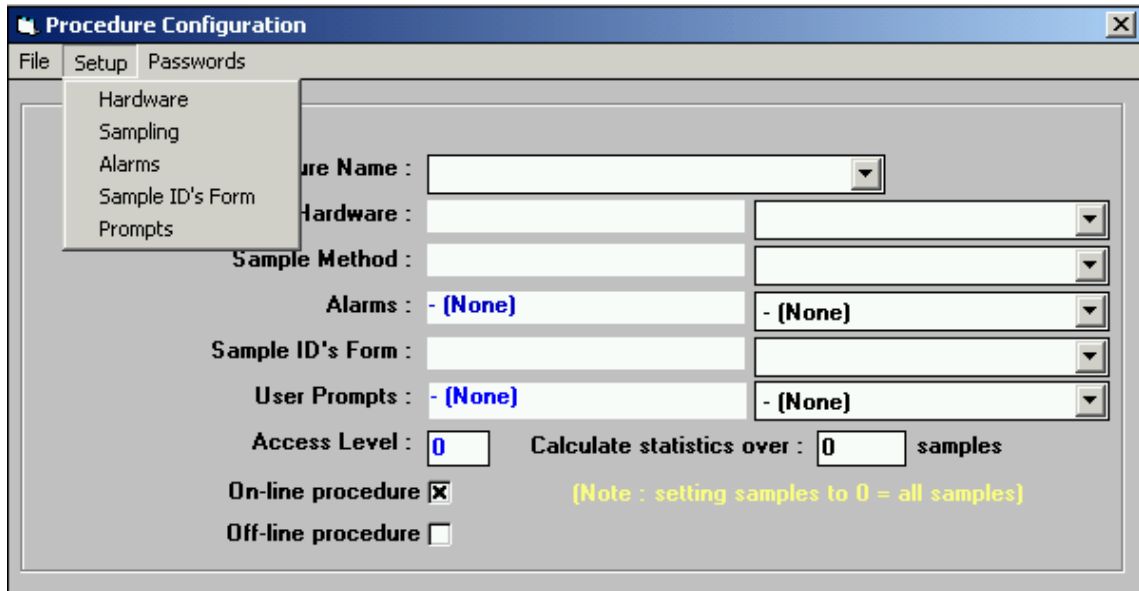


Figura 46. Janela de configuração de procedimento com ícone de *Setup* aberto.

Agora clique em **SET-UP** e depois em **SAMPLING**, para configurar a contagem e a quantidade de amostras a serem lidas pelo equipamento. Aparecerá então a janela abaixo após efetuar o procedimento acima:

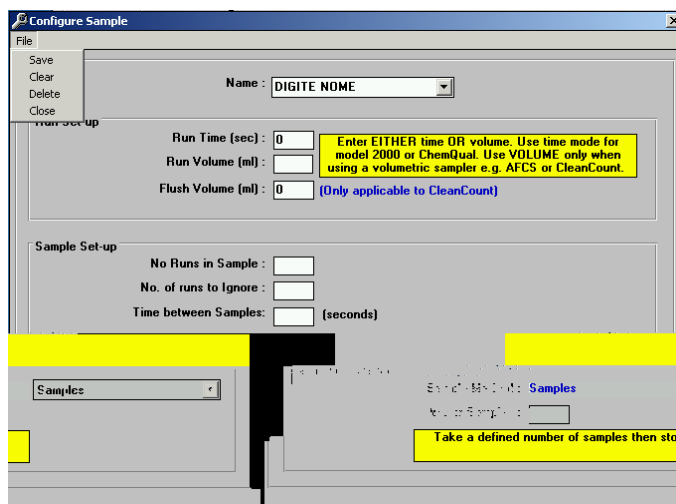


Figura 47. Janela de configuração de amostras do programa do contador de partículas.

No campo **NAME** escolha um nome preexistente ou crie um novo nome, bastando para isso apenas digitar o nome no campo. No campo **RUN SET-UP**, deixe 0 (zero) em **RUN TIME e FLUSH VOLUME**, e no campo **RUN VOLUME** preencha com o volume de amostra que será analisado em cada corrida.

Em **SAMPLE SET-UP**, preencher em **No RUNS IN SAMPLE** o número de corridas em cada amostra, no campo **No OF RUNS TO IGNORE** opta para ignorar um determinado número de corridas, lembrando que ele sempre descartará do primeiro para o último valor. No campo **TIME BETWEEN SAMPLES** escolha um tempo entre uma amostra e outra, deixe entre 180 e 300 segundos (3 a 5 minutos), pois é um tempo mínimo que levará para trocar as amostras e deixá-las novamente em condições de contagem.

E para finalizar a configuração de amostras em **SAMPLING DURATION**, deve ser mantido no campo **SAMPLE METHOD**: **SAMPLES**, conforme a figura anterior. E no **No OF SAMPLES**, escolhe quantas amostras irá contar.

Feito tudo isso clique em **FILE** e depois em **SAVE**, para salvar suas configurações, pois se não o fizer perderá todas as suas informações de amostragem. Após salvar, feche essa janela e novamente voltará para a janela da figura abaixo:

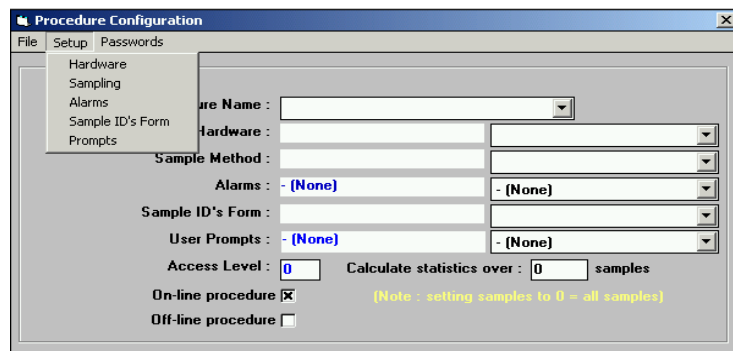


Figura 48. Janela de configuração de procedimento com ícone de *Setup* aberto.

Clique em **SET-UP** novamente e depois em **SAMPLE ID'S FORM**, para alterar as identificações da amostra.

Então a janela da figura abaixo irá aparecer, novamente em **NAME** opta por criar um novo nome ou um que já exista, e nos campos de **1 a 6** escolha como quer identificar a amostra, por exemplo: Nome, data, local de origem, lote, temperatura, etc.

Figura 49. Janela de configuração de identificação de amostra do programa do contador de partículas.

Clique em **File** e depois em **SAVE** para salvar suas configurações, pois se não o fizer perderá suas informações, feche a janela e novamente a janela abaixo aparecerá.

Figura 50. Janela de configuração dos procedimentos do programa do contador de partículas com dados preenchidos.

Os campos **ALARMS e USER PROMPTS**, assim como **ACCESS LEVEL e ON-LINE PROCEDURE** devem permanecer como estão na figura acima, e o campo **CALCULATE STATISTICS OVER** é para o cálculo estatístico das amostras.

Por exemplo, **CALCULATE STATISTICS OVER** = 2, será fornecido estatísticas entre duas corridas (leituras por amostras, se for uma única amostra) ou a estatística entre duas amostras se existirem mais de uma amostra. Quando esta 0 (zero) ele calcula a estatística entre todas as amostras.

Clique em **FILE** e depois em **SAVE** para salvar suas configurações. Feche essa janela e a próxima janela aparecerá **AVAILABLE ON-LINE SAMPLE CONFIGURATIONS**. Para começar a corrida clique duas vezes na configuração escolhida, lembrando que a amostra deverá estar no **ABS2** devidamente preparada, e os equipamentos devem estar ligados.

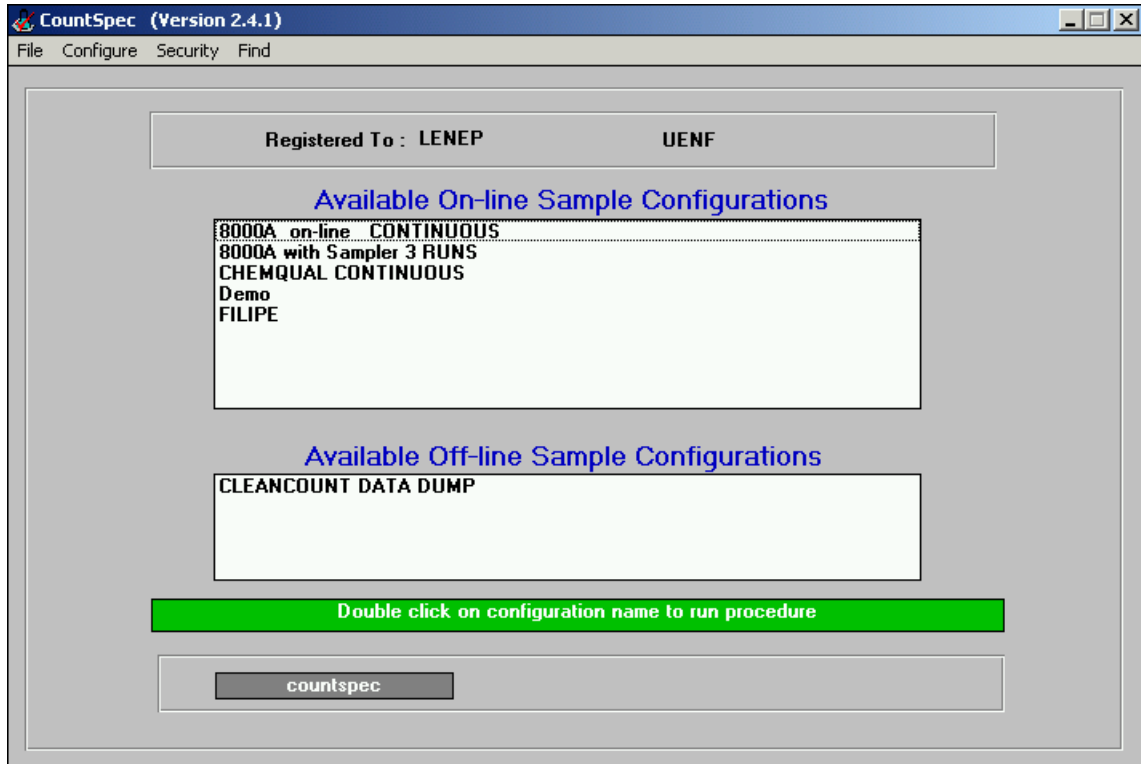


Figura 51. Janela principal do programa do contador de partículas.

Após clicar duas vezes no perfil devidamente configurado a janela seguinte irá se abrir, clique em **Com1** conforme abaixo e depois em **OK**, e a contagem irá começar.

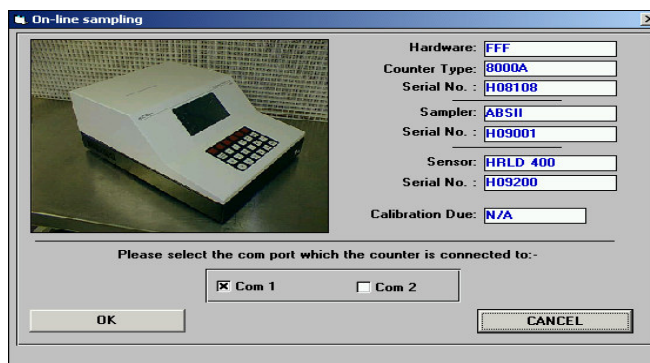


Figura 52. Pré-janela antes de identificar a amostra.

Durante a contagem programada, a seguinte janela irá se abrir:

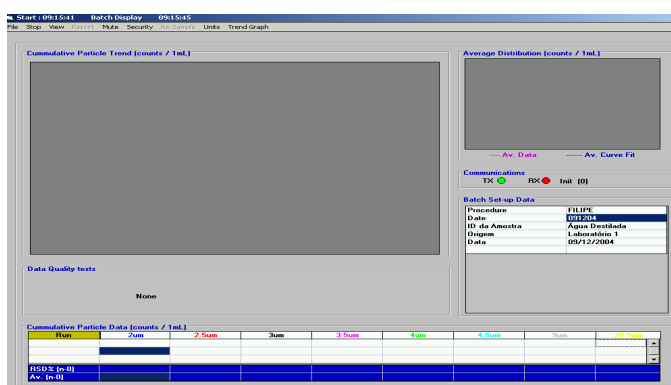


Figura 53. Janela de exibição dos resultados das corridas de contagem de partículas.

Onde **RSD% (n-0)** é o desvio padrão entre as contagens, e **Av (n-0)** é a média da contagem das corridas.

A contagem concluída aparecerá a seguinte mensagem:

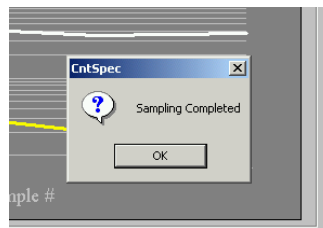


Figura 54. Janela exibida quando termina a contagem de partículas.

Algumas mudanças podem ser feitas nessa janela, como a espessura das linhas e tamanho da escala do gráfico em **TREND GRAPH**:

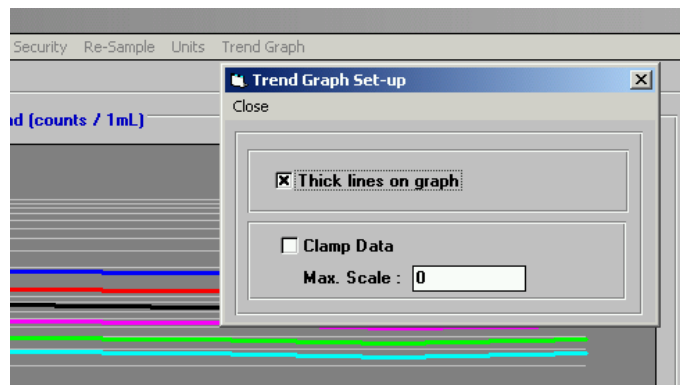


Figura 55. Janela para aumentar a espessura das linhas do gráfico de distribuição por tamanho.

Em **UNITS** pode ser mudada a unidade:

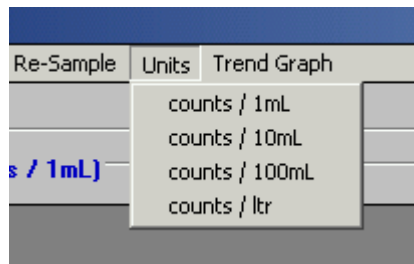


Figura 56. Janela para escolha das unidades de contagem de partículas.

Em **VIEW** pode ser alterado o gráfico para semi-log em **GRAPH LOG/LIN** (conforme figura abaixo) ou um gráfico de linhas em **GRAPH LIN/LIN**, adicionar ou ver um comentário, e trabalhar com estatística entre as corridas em **STATISTICAL SAMPLES**.

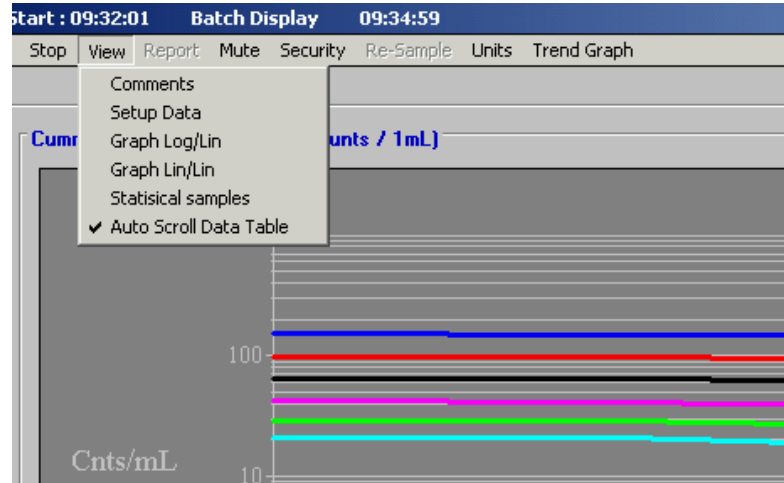


Figura 57. Janela para escolha dos modos de exibição dos gráficos e alteração das estatísticas entre amostras.

**AUTO SCROLL DATA TABLE** manter ativo como mostra acima. E se durante uma corrida clicar em **STOP**, o procedimento todo será interrompido.



Em **REPORT** pode ser escolhido o que deseja imprimir conforme mostra a janela abaixo:

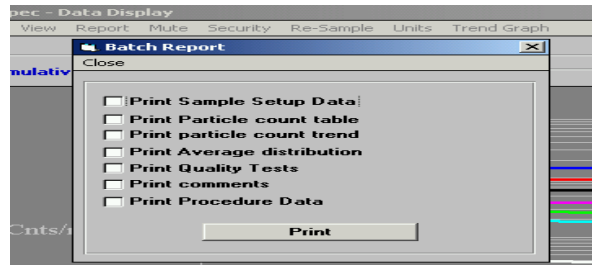


Figura 58. Janela para escolha dos dados a serem impressos.

Em **RE-SAMPLE**, é para refazer a contagem (todo o procedimento configurado) só fica ativo se clicar em **STOP**.

Quando fecha essa janela pode optar por salvar seu teste ou não, aparece a seguinte janela:

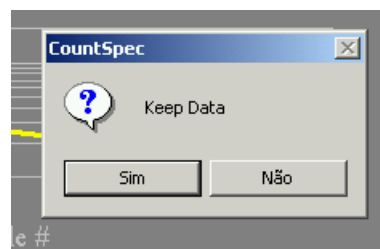


Figura 59. Janela para salvar os dados obtidos das corridas de contagem de partículas.

Após ter feito uma escolha volta na janela inicial:

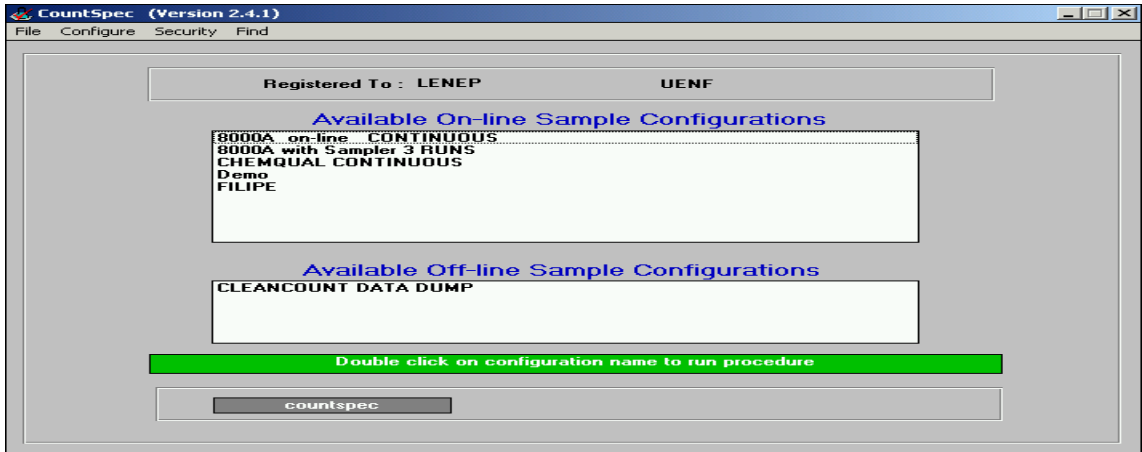


Figura 60. Janela principal do programa do contador de partículas.

Se desejar encontrar alguma contagem feita e salva, pela janela acima clique em **FIND** e a janela seguinte irá se abrir:

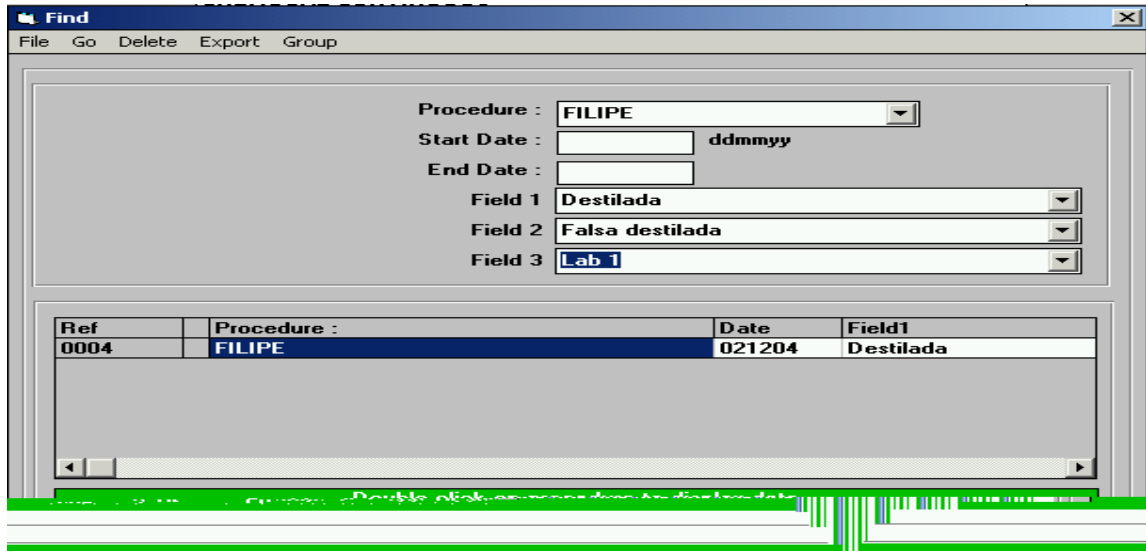


Figura 61. Janela de busca dos dados salvos do programa do contador de partículas.

Pode-se filtrar a busca pelo nome do procedimento (**PROCEDURE NAME**), a data de início (**START DATE**), pela data de término (**END DATE**), ou por diversos dados que pode-se optar em **FIELD 1, 2 ou 3**. Clique em **GO** e obterá os resultados.

Clicando 1 vez no procedimento encontrado, aparecerá um \* no quadrinho antes do nome do procedimento, pode exportar os dados para abrir por exemplo numa planilha de excell, ao clicar em **EXPORT** a seguinte janela então se abrirá:

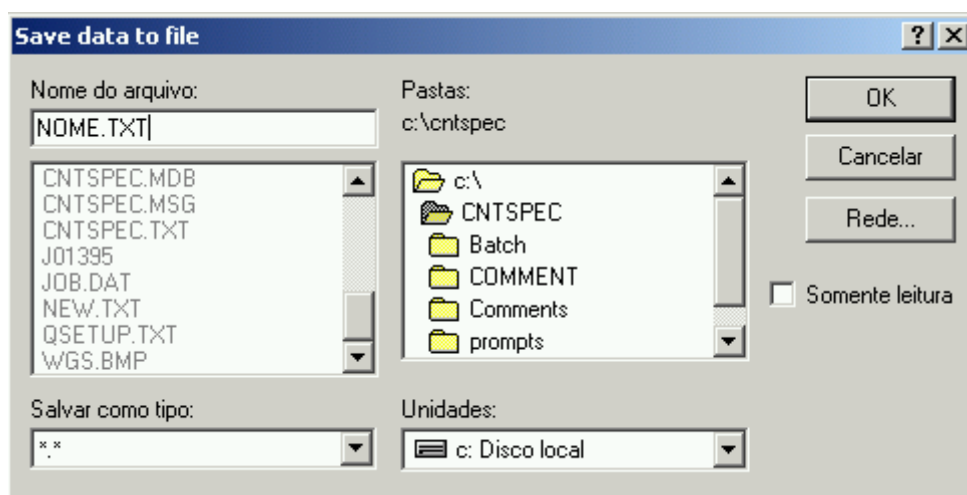


Figura 62. Janela para exportar dados para serem abertos pelo excel.

Salve em uma pasta de preferência com um nome e extensão TXT, conforme mostra acima. O arquivo será salvo e poderá ser trabalhado em excel.

Para abrí-lo no excel, abra o editor de planilhas, escolha arquivo abrir e peça por arquivos de texto, conforme a próxima figura:

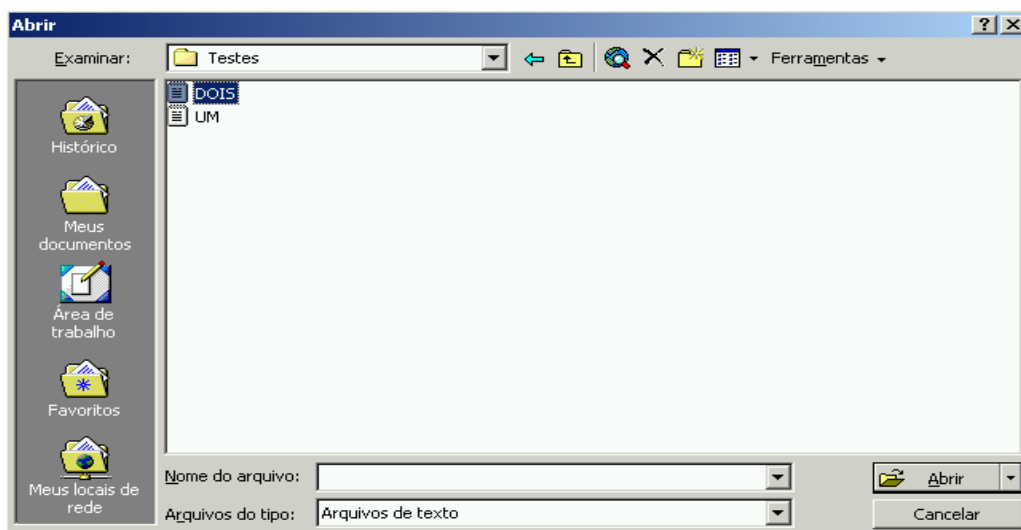


Figura 63. Janela do excel para abrir arquivos.

Então, escolhendo o arquivo criado para ser exportado a seguinte janela se abrirá:

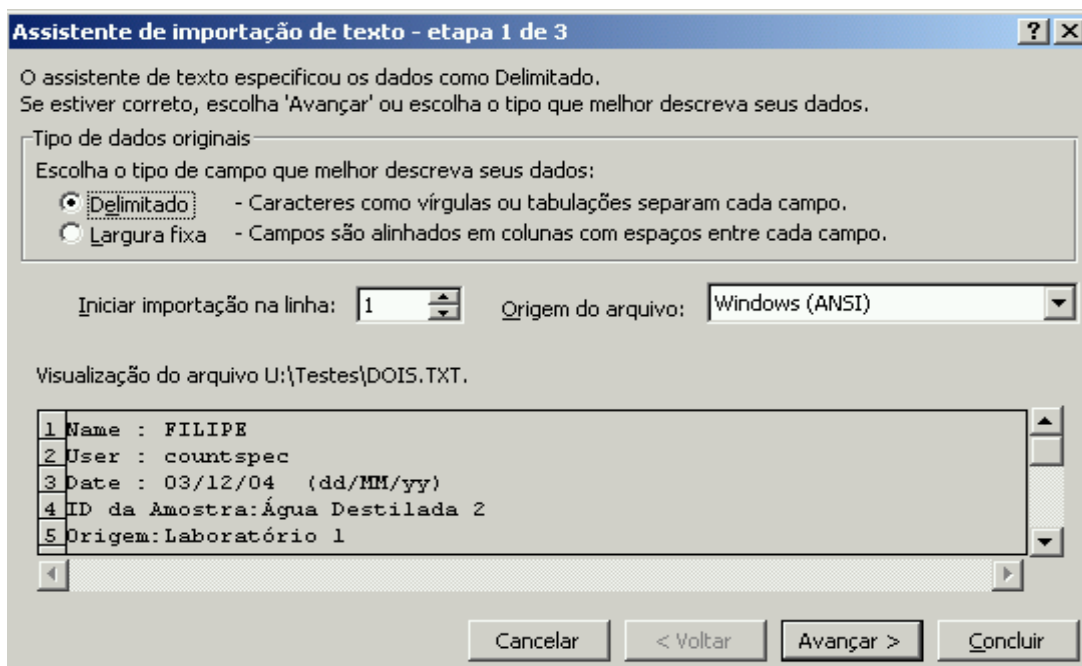


Figura 64. Janela da etapa 1 de 3 de importação de dados do excel.

Certifique-se que ela esteja igual à figura acima, clique em avançar e a janela seguinte se abre:

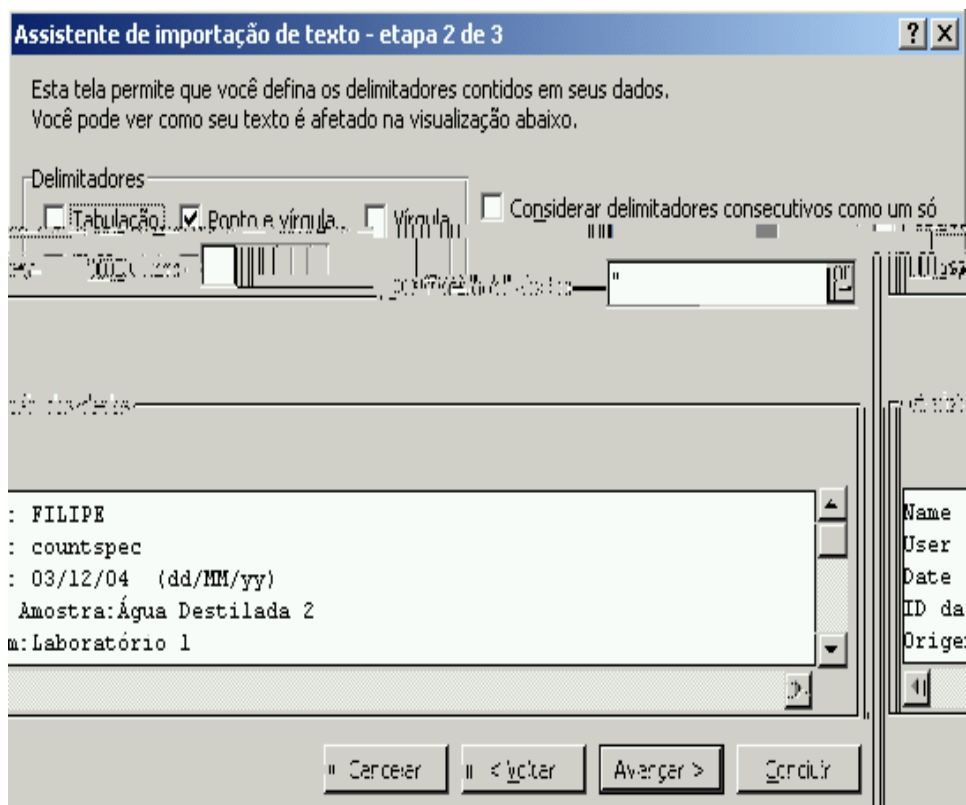


Figura 65.Janela da etapa 2 de 3 de importação de dados do excel.

Lembrando que esta aparecerá com tabulação, desmarque e marque ponto e vírgula, conforme figura acima, clique em avançar e irá para última etapa da exportação:

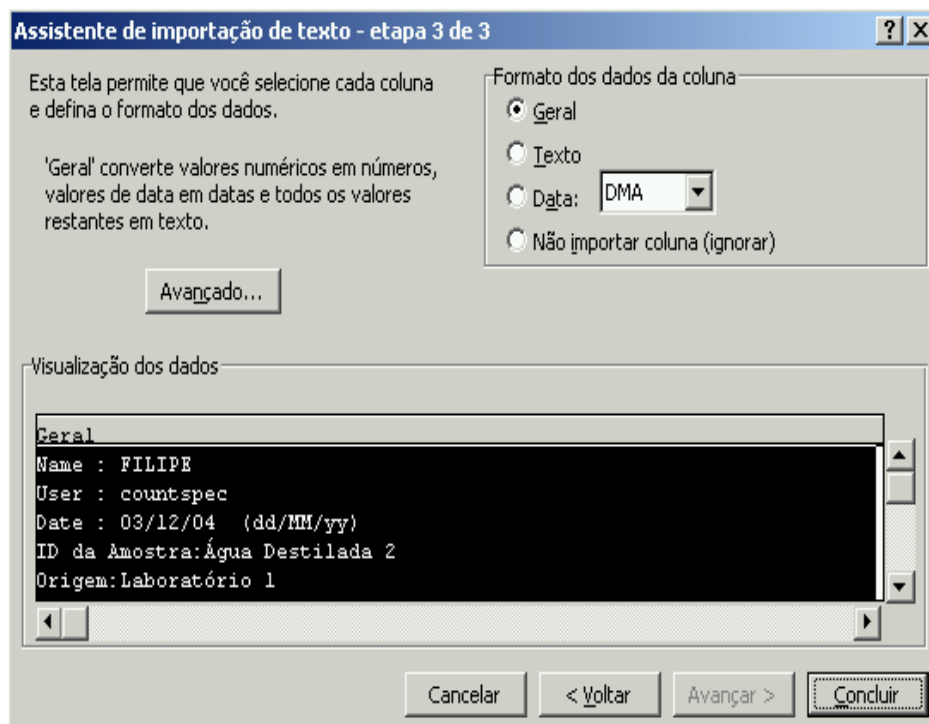


Figura 66. Janela da etapa 3 de 3 de importação de dados do excel.

Deixe conforme esta acima e clique em concluir, então o arquivo será exportado para o excel e poderá trabalhar com os dados conforme escolher.

## Apêndice F — Operando o coletor de frações

---

Esse passo a passo de operação do coletor de frações foi retirado do manual do equipamento e serve como orientação para os usuários do sistema de escoamento em meio poroso proposto nessa dissertação de mestrado e que se encontra no laboratório de fluídos do LENEP/UENF, em Macaé.

Passo 1- Ligue o aparelho na tomada. O display ainda estará desligado.

Passo 2- Pressione a tecla *STANDBY/OPERATE*. O *display*, momentaneamente, mostra a versão do software e, então, exibe a tela principal.

Passo 3- Depois da versão inicial e da tela de direitos autorais, a seguinte tela aparecerá:

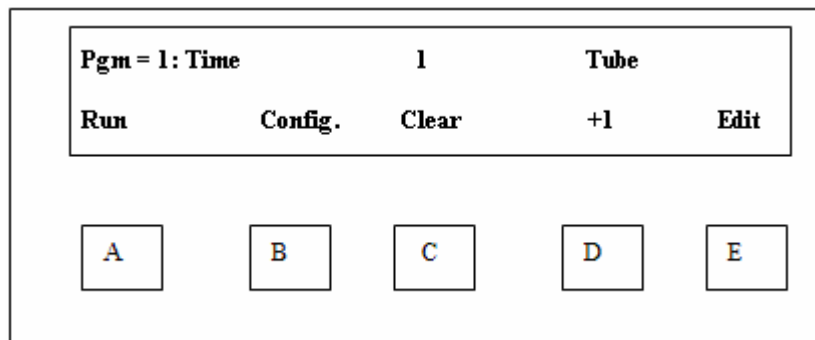


Figura 67. Figura esquemática do painel do coletor de frações Foxy Jr..

Passo 4- Pressione a tecla do número correspondente ao número do programa desejado, ou pressione a tecla D(+1) até que este apareça no canto superior esquerdo da tela.

Passo 5- Pressione a tecla Edit para editar o programa escolhido.

Passo 6- A próxima tela permite que o usuário selecione o modo de coleta. As opções de programas estão expostas abaixo, acompanhadas de uma breve explicação:

1- Simple      Programa de coleta simples

Coletar frações uniformes de amostras de acordo com o tempo, com as gotas ou com a contagem de volume externo.

2-Peak      Peak detection

É usado, com um instrumento de detecção, para controlar os picos de coleta das amostras.

3-Wdws      Time Windows

Permite que você selecione porções do programa baseado no tempo de corrida durante o qual as amostras são coletadas.

4-W+Pk      Windowed peaks

Este programa é uma combinação do Time.

Windows com o Peak detection

5-+etc      Simple + delay etc

É usado para coletar frações uniformes, assim como o tipo simples, mas permite o uso de características avançadas.



Pressione a tecla C ou D (select) até que o modo de coleta desejado apareça no canto superior esquerdo da tela. Quando o programa desejado aparecer, pressione Enter.

A partir desse ponto, siga as instruções abaixo de acordo com tipo de programa escolhido.

#### 1- Simple

Passo 7- Se você escolheu, no passo 6, alguma opção diferente de Simple, os seguintes passos 8 a 13 podem ser desprezados.

Passo 8- A próxima tela permite a seleção do tipo de recipiente de coleta. Pressione as teclas C ou D (Select) para optar por uma das seguintes opções:

12/13 mm tubes	Micro tubes
16 mm tubes	Prep. rack
18 mm tubes	Bottles
17 mm vials	Single beaker
25/28 mm vials	Microplates

Após escolher uma das opções acima pressione Enter.

Passo 9- Na próxima tela deve-se escolher o último tubo da corrida. Digite o número correspondente ao último tubo no teclado numérico ou tecle as teclas +1 e -1, e pressione, então, Enter.

Observação: Se o último tubo escolhido estiver na primeira fileira, desconsidere o passo seguinte. Além disso, o passo 10 também pode ser desprezado se for pré- configurado.

Passo 10- Esta tela permite que você escolha o padrão de enchimento dos tubos. Pressione a tecla Select para escolher entre as seguintes opções:

Standart(Padrão)- O enchimento dos tubos se dá, primeiramente, da esquerda para a direita e na próxima fileira, da direita para esquerda

Left→Right only.

Pressione Enter após escolher a opção desejada.

Passo 11- Pressione também a tecla Select para mostrar o tipo de fração desejada. As opções são:

Time (Tempo), Drops (gotas) e contagem de volumes externos (Ext. counts).

Pressione Enter após aparecer a opção escolhida.

Passo 12- Use as teclas numéricas para escolher o tamanho da fração desejada. Se no item 11 foi selecionado “Time”, o tamanho é exibido em horas, minutos e segundos e pode variar de 00:00:01 a 99:59:59.No entanto, se você selecionou Drops ou Ext.counts no item anterior, você deverá escolher um número entre 1 e 999999.

Pressione, então a tecla Enter. Depois disso, o aparelho retorna a tela principal.

Se você deseja editar um novo programa volte ao passo 4. Senão, vá ao passo 13.

Passo 13- Pressione a tecla Run para começar. A “drop former” irá se mover até o 1° tubo e começará a coleta. No entanto, se você desejar que a corrida comece por qualquer outro tubo, antes de pressionar Run, pressione ADVANCE, o número do tubo, Enter, Tube.

O processo de coleta passará por todos os tubos até chegar ao último tubo, escolhido no passo 9. Enquanto o programa está rodando, a tela exibe informações sobre o status da corrida.

Se desejar que a tela mostre o tempo de corrida tecle RT. O tempo é então mostrado na parte superior da tela. Pressione a tecla Back para retornar à tela principal.

Se desejar parar o programa, tecle Stop. Nesse caso, tanto o tempo de corrida quanto a bomba (se estiver conectada) param quando esta tecla é pressionada. Se desejar continuar o programa tecle Cont. e o programa retornará a partir do ponto em que foi interrompido.

Após isso, a “drop former” irá se mover até a sua posição original e na tela aparecerá a mensagem Run complete. Pressione a tecla End para retornar a tela principal, ou pressione Run para repetir a coleta.

## 2- Peak detection-(Peak)

Passo 7- Se você escolheu, no passo 6, alguma opção diferente de Peak detection, os seguintes passos 8 a 23 podem ser desprezados.

Passo 8- A próxima tela permite a seleção do tipo de recipiente de coleta. Pressione as teclas C ou D (Select) para optar por uma das seguintes opções:

12/13 mm tubes	Micro tubes
16 mm tubes	Prep. rack
18 mm tubes	Bottles
17 mm vials	Single beaker
25/28 mm vials	Microplates

Após escolher uma das opções acima pressione Enter.

Passo 9- Na próxima tela deve-se escolher o último tubo da corrida. Digite o número correspondente ao último tubo no teclado numérico ou tecle as teclas+1 e – 1, e pressione, então, Enter.

Observação: Se o último tubo escolhido estiver na primeira fileira, desconsidere o passo seguinte. Além disso, o passo 10 também pode ser desprezado se for pré-configurado.

Passo 10- Esta tela permite que você escolha o padrão de enchimento dos tubos. Pressione a tecla Select para escolher entre as seguintes opções:

Standart(Padrão)- O enchimento dos tubos se dá, primeiramente, da esquerda para a direita e na próxima fileira, da direita para esquerda

Left→Right only.

Pressione Enter após escolher a opção desejada.

Passo 11- Pressione também a tecla Select para mostrar o tipo de fração desejada. As opções são:

Time (Tempo), Drops (gotas) e contagem de volumes externos (Ext. counts).

Pressione Enter após aparecer a opção escolhida.

Passo 12- Use as teclas numéricas para escolher o tamanho da fração desejada. Se no item 11 foi selecionado “Time” , o tamanho é exibido em horas, minutos e segundos e pode variar de 00:00:01 a 99:59:59.No entanto, se você selecionou Drops ou Ext.counts no item anterior, você deverá escolher um número entre 1 e 999999.

Passo 13- Na próxima tela pode-se escolher o tempo de atraso de fluxo (flow delay time).Para isso digite um número do tempo de atraso do fluxo e pressione Enter.

Passo 14- Neste estágio você deve informar os dados a respeito do detector de pico. Pressione também a tecla Select para escolher uma das seguintes opções: 1V, 100mV, 10mV, ou External. Depois pressione Enter.

Atenção: Este passo pode ser desprezado se for pré-configurado. Se o detector de pico "External" for selecionado, os seguintes passos 15 e 16 podem ser desprezados.

Passo 15- Pressione o teclado numérico ou as teclas +1 e -1 para informar o início do "pico" e depois tecle Enter.

Passo 16- Informe a largura média do pico. Pressione a tecla Select para percorrer através das opções até que a largura do pico desejada seja mostrada na tela. As opções são:

5 seconds    8 minutes  
15 seconds 16 minutes  
30 seconds 32 minutes  
1 minute    1 hour  
2 minutes   no slopedet.  
4 minutes

Ao escolher a opção desejada tecle Enter.

Passo 17- Na próxima tela você pode escolher o que fazer com os efluentes. As opções são: Collect, Divert (desviar), Drain (drenar). Faça sua escolha pelas teclas Select até que a opção desejada apareça. Pressione, então, Enter.

Passo 18- Neste estágio você pode escolher o que o aparelho faria depois que você coletasse frações de múltiplas amostras. As opções são:

None  
Inject, Overlay  
Inject, Skip tube

Time, OverlayTime, Skip tube

Pressionando Select escolha uma das opções acima e tecla Enter.

Ao menos que a opção reinício pelo tempo (restart by time) seja escolhida, o passo 19 deve ser desprezado.

Passo 19- Escolha o tempo de reinicio usando o teclado numérico ou as teclas +1 e -1. Tecla Enter.

Os passos 20 a 22 deverão ser considerados somente se for instalado algum acessório externo de controle.

Passo 20- Este passo permite que você selecione um tipo de evento. Pressione as teclas select até que o tipo desejado seja mostrado na tela. As opções são:

None

Output 1 to 8

Gradient change

Pump speed change

Após escolher, tecla Enter.

Se for selecionado None, os passos 21 e 22 podem ser desprezados.

Passo 21- Se a opção output foi escolhida no item anterior, então pressione Select para ligar ou desligar e depois de escolher, pressione Enter. No entanto, se Gradient change ou Pump speed change foi escolhido, use o teclado numérico ou as teclas +1 e -1 para escolher a porcentagem. Pressione Enter.

Passo 22- Escolha o tempo desejado do evento usando o teclado numérico ou as teclas -1 e +1. Tecla Enter.

Os passos 20 a 22 poderão ser repetidos para mais de 40 eventos acessórios.

Se você deseja editar um novo programa volte ao passo 4. Senão, vá ao passo 23.

Passo 23- Volte agora a tela principal e tecle Run. A “drop former” irá se mover até o 1º tubo e começará a coleta. No entanto, se você desejar que a corrida comece por qualquer outro tubo, antes de pressionar Run, pressione ADVANCE, o número do tubo, Enter, Tube.

Se você programou o reinício da injeção, a tela irá mostrar Awaiting Inject, enquanto o aparelho procura pelo primeiro sinal de injeção.

Enquanto o programa está rodando, a tela exibe informações sobre o status da corrida.

Se desejar parar o programa, tecle Stop. Nesse caso, tanto o tempo de corrida quanto a bomba (se estiver conectada) param quando esta tecla é pressionada. Se desejar continuar o programa tecle Cont.e o programa retornará a partir do ponto em que foi interrompido.

Se desejar que a tela mostre o tempo de corrida tecle RT. O tempo é então mostrado na parte superior da tela. Se você selecionou os eventos acessórios de controle de gradiente, a porcentagem do gradiente de corrente é mostrada no display também. Pressione a tecla Back para retornar à tela principal.

Se desejar obter informações sobre a detecção de pico tecle Peak. Se o programa não usa o detector de pico a tecla Peak não é mostrada. Assim será exibido o nível de corrente e os valores das curvas. Quando o pico é detectado, Peak é mostrado.

Se desejar ver todos os programas escolhidos sendo rodados, pressione a tecla View, em qualquer tempo durante a corrida. Pressione a tecla Next para ver o

próximo programa escolhido na seqüência. Quando o último programa for visto, pressione a tecla Next para voltar à tela de corrida normal. Para voltar à tela principal sem passar por todos os programas escolhidos, pressione a tecla RT ou Wdw duas vezes.

Quando a última tela ou a última janela for fechada, a tela mostrará o tempo completo de corrida. Pressione a tecla Run se desejar repetir a corrida. Pressione End para encerrar o programa e voltar à tela principal.

### 3-Time Windows:

Passo 7- Se você escolheu, no passo 6, alguma opção diferente de Time Windows, os passos 8 a 23 podem ser desprezados.

Passo 8- A próxima tela permite a seleção do tipo de recipiente de coleta. Pressione as teclas C ou D (Select) para optar por uma das seguintes opções:

12/13 mm tubes	Micro tubes
16 mm tubes	Prep. rack
18 mm tubes	Bottles
17 mm vials	Single beaker
25/28 mm vials	Microplates

Após escolher uma das opções acima pressione Enter.

Passo 9- Na próxima tela deve-se escolher o último tubo da corrida. Digite o número correspondente ao último tubo no teclado numérico ou tecla as teclas+1 e – 1, e pressione, então, Enter.

Observação: Se o último tubo escolhido estiver na primeira fileira, desconsidere o passo seguinte. Além disso, o passo 10 também pode ser desprezado se for pré- configurado



Passo 10- Esta tela permite que você escolha o padrão de enchimento dos tubos. Pressione a tecla Select para escolher dentre as seguintes opções:

Standart(Padrão)- O enchimento dos tubos se dá, primeiramente, da esquerda para a direita e na próxima fileira, da direita para esquerda

Left→Right only.

Pressione Enter após escolher a opção desejada.

Passo 11- Pressione também a tecla Select para mostrar o tipo de fração desejada. As opções são:

Time (Tempo), Drops (gotas) e contagem de volumes externos (Ext. counts).

Pressione Enter após aparecer a opção escolhida.

Passo 12- Use as teclas numéricas para escolher o tamanho da fração desejada. Se no item 11 for selecionado “Time” , o tamanho é exibido em horas, minutos e segundos e pode variar de 00:00:01 a 99:59:59.No entanto, se você selecionou Drops ou Ext.counts no item anterior, você deverá escolher um número entre 1 e 999999.

Passo 13- Na próxima tela pode-se escolher o tempo de atraso de fluxo (flow delay time).Para isso digite um número do tempo de atraso do fluxo e pressione Enter.

Passo 14- Entre com o tempo inicial, usando o teclado numérico ou as teclas +1 e -1, e pressione Enter.

Atenção: As janelas de tempo devem estar em ordem cronológica.

Passo 15- Usando o teclado numérico ou as teclas +1 e -1, forneça o tempo final e pressione Enter.

Atenção: O tempo final não deve ser igual a 0:00 nem igual ao tempo inicial.

Passo 16- Repita os passos 14 e 15 para as demais janelas. Quando atingir o número desejado de janelas teclie Enter.

Passo 17- Na próxima tela você pode escolher o que fazer com os efluentes. As opções são: Collect, Divert (desviar), Drain (drenar). Faça sua escolha pelas teclas Select até que a opção desejada apareça. Pressione, então, Enter.

Passo 18- Neste estágio você pode escolher o que o aparelho faria depois que você coletasse frações de múltiplas amostras. As opções são:

None

Inject, Overlay

Inject, Skip tube

Time, OverlayTime, Skip tube

Pressionando Select escolha uma das opções acima e teclie Enter.

Ao menos que a opção reinício pelo tempo (restart by time) seja escolhida, o passo 19 deve ser desprezado.

Passo 19- Escolha o tempo de reinício usando o teclado numérico ou as teclas +1 e -1. Teclie Enter.

Os passos 20 a 22 deverão ser considerados somente se for instalado algum acessório externo de controle.

Passo 20- Este passo permite que você selecione um tipo de evento. Pressione as teclas select até que o tipo desejado seja mostrado na tela. As opções são:

None

Output 1 to 8

Gradient change  
Pump speed change  
Após escolher, tecle Enter.

Se for selecionado None, os passos 21 e 22 podem ser desprezados.

Passo 21- Se a opção output foi escolhida no item anterior, então pressione Select para ligar ou desligar e depois de escolher, pressione Enter. No entanto, se Gradient change ou Pump speed change foi escolhido, use o teclado numérico ou as teclas +1 e -1 para escolher a porcentagem. Pressione Enter.

Passo 22- Escolha o tempo desejado do evento usando o teclado numérico ou as teclas -1 e +1. Tecle Enter.

Os passos 20 a 22 poderão ser repetidos para mais de 40 eventos acessórios.

Se você deseja editar um novo programa volte ao passo 4. Senão, vá ao passo 23.

Passo 23- Volte agora a tela principal e tecle Run. A “drop former” irá se mover até o 1º tubo e começará a coleta. No entanto, se você desejar que a corrida comece por qualquer outro tubo, antes de pressionar Run, pressione ADVANCE, o número do tubo, Enter, Tube.

Se você programou o reinício da injeção, a tela irá mostrar Awaiting Inject, enquanto o aparelho procura pelo primeiro sinal de injeção.

Enquanto o programa está rodando, a tela exibe informações sobre o status da corrida.

Se desejar parar o programa, tecle Stop. Nesse caso, tanto o tempo de corrida quanto a bomba (se estiver conectada) param quando esta tecla é

pressionada. Se desejar continuar o programa tecla Cont.e o programa retornará a partir do ponto em que foi interrompido.

Se desejar que a tela mostre o tempo de corrida tecla Wdw. O tempo é então mostrado na parte superior da tela. Se você selecionou os eventos acessórios de controle de gradiente, a porcentagem do gradiente de corrente é mostrada no display também. Pressione a tecla Back para retornar à tela principal.

Se desejar obter informações sobre a detecção de pico tecla Peak. Se o programa não usa o detector de pico a tecla Peak não é mostrada. Assim será exibido o nível de corrente e os valores das curva k k k

16 mm tubes	Prep. rack
18 mm tubes	Bottles
17 mm vials	Single beaker
25/28 mm vials	Microplates

Após escolher uma das opções acima pressione Enter.

Passo 9- Na próxima tela deve-se escolher o último tubo da corrida. Digite o número correspondente ao último tubo no teclado numérico ou tecle as teclas+1 e – 1, e pressione, então, Enter.

Observação: Se o ultimo tubo escolhido estiver na primeira fileira, desconsidere o passo seguinte. Além disso, o passo 10 também pode ser desprezado se for pré- configurado.

Passo 10- Esta tela permite que você escolha o padrão de enchimento dos tubos. Pressione a tecla Select para escolher entre as seguintes opções:

Standart(Padrão)- O enchimento dos tubos se dá, primeiramente, da esquerda para a direita e na próxima fileira, da direita para esquerda

Left→Right only.

Pressione Enter após escolher a opção desejada.

Passo 11- Pressione também a tecla Select para mostrar o tipo de fração desejada. As opções são:

Time (Tempo), Drops (gotas) e contagem de volumes externos (Ext. counts).

Pressione Enter após aparecer a opção escolhida.

Passo 12- Use as teclas numéricas para escolher o tamanho da fração desejada. Se no item 11 for selecionado “Time” , o tamanho é exibido em horas, minutos e segundos e pode variar de 00:00:01 a 99:59:59.No entanto, se você selecionou Drops ou Ext.counts no item anterior, você deverá escolher um número entre 1 e 999999.

Passo 13- Na próxima tela pode-se escolher o tempo de atraso de fluxo (flow delay time).Para isso digite um número do tempo de atraso do fluxo e pressione Enter.

Passo 14- Neste estágio você deve informar os dados a respeito do detector de pico. Pressione também a tecla Select para escolher uma das seguintes opções: 1V, 100mV, 10mV, ou External. Depois pressione Enter.

Atenção: Este passo pode ser desprezado se for pré-configurado. Se o detector de pico “External” for selecionado, os seguintes passos 15 e 16 podem ser desprezados.

Passo 15- Pressione o teclado numérico ou as teclas +1 e -1para informar o início do “pico” e depois tecle Enter.

Passo 16- Informe a largura média do pico. Pressione a tecla Select para percorrer através das opções até que a largura do pico desejada seja mostrada na tela. As opções são:

5 seconds    8 minutes  
15 seconds 16 minutes  
30 seconds 32 minutes  
1 minute    1 hour  
2 minutes    no slopedet.  
4 minutes

Passo 17- Entre com o tempo inicial, usando o teclado numérico ou as teclas +1 e -1, e pressione Enter.

Atenção: As janelas de tempo devem estar em ordem cronológica.

Passo 18- Usando o teclado numérico ou as teclas +1 e -1, forneça o tempo final e pressione Enter.

Atenção: O tempo final não deve ser igual a 0:00 nem igual ao tempo inicial.

Passo 19- Repita os passos 17 e 18 para as demais janelas. Depois de fazer isso para as dez janelas, tecla Enter.

Passo 20- Na próxima tela você pode escolher o que fazer com os efluentes. As opções são: Collect, Divert (desviar), Drain (drenar).Faça sua escolha pelas teclas Select até que a opção desejada apareça. Pressione, então, Enter.

Passo 21- Neste estágio você pode escolher o que o aparelho faria depois que você coletasse frações de múltiplas amostras. As opções são:

None

Inject, Overlay

Inject, Skip tube

Time, OverlayTime, Skip tube

Pressionando Select escolha uma das opções acima e tecla Enter.

Ao menos que a opção reinício pelo tempo (restart by time) seja escolhida, o passo 22 deve ser desprezado.

Passo 22- Escolha o tempo de reinicio usando o teclado numérico ou as teclas +1 e -1. Tecla Enter.

Os passos 23 a 25 deverão ser considerados somente se for instalado algum acessório externo de controle.

Passo 23- Este passo permite que você selecione um tipo de evento. Pressione as teclas select até que o tipo desejado seja mostrado na tela. As opções são:

None

Output 1 a 8

Gradient change

Pump speed change

Após escolher, tecle Enter.

Se for selecionado None, os passos 24e 25 podem ser desprezados.

Passo 24- Se a opção output foi escolhida no item anterior, então pressione Select para ligar ou desligar e depois de escolher, pressione Enter. No entanto, se Gradient change ou Pump speed change foi escolhido, use o teclado numérico ou as teclas +1 e -1 para escolher a porcentagem. Pressione Enter.

Passo 25- Escolha o tempo desejado do evento usando o teclado numérico ou as teclas -1 e +1. Tecle Enter.

Os passos 23 a 25 poderão ser repetidos para mais de 40 eventos acessórios.

Se você deseja editar um novo programa volte ao passo 4. Senão, vá ao passo 26.

Passo 26- Volte agora a tela principal e tecle Run. A “drop former” irá se mover até o 1º tubo e começará a coleta. No entanto, se você desejar que a corrida comece por qualquer outro tubo, antes de pressionar Run, pressione ADVANCE, o número do tubo, Enter, Tube.

Se você programou o reinício da injeção, a tela irá mostrar Awaiting Inject, enquanto o aparelho procura pelo primeiro sinal de injeção.



Enquanto o programa está rodando, a tela exibe informações sobre o status da corrida.

Se desejar parar o programa, tecle Stop. Nesse caso, tanto o tempo de corrida quanto a bomba (se estiver conectada) param quando esta tecla é pressionada. Se desejar continuar o programa tecle Cont.e o programa retornará a partir do ponto em que foi interrompido.

Se desejar que a tela mostre o tempo de corrida tecle RT/Wdw. O tempo é então mostrado na parte superior da tela. Se você selecionou os eventos acessórios de controle de gradiente, a porcentagem do gradiente de corrente é mostrada no display também. Pressione a tecla Back para retornar à tela principal.

Se desejar obter informações sobre a detecção de pico tecle Peak. Se o programa não usa o detector de pico a tecla Peak não é mostrada. Assim será exibido o nível de corrente e os valores das curvas. Quando o pico é detectado, Peak é mostrado.

Se desejar ver todos os programas escolhidos sendo rodados, pressione a tecla View, em qualquer tempo durante a corrida. Pressione a tecla Next para ver o próximo programa escolhido na seqüência. Quando o último programa for visto, pressione a tecla Next para voltar à tela de corrida normal. Para voltar à tela principal sem passar por todos os programas escolhidos, pressione a tecla RT/Wdw duas vezes.

Quando a última tela ou a última janela for fechada, a tela mostrará o tempo completo de corrida. Pressione a tecla Run se desejar repetir a corrida. Pressione End para encerrar o programa e voltar à tela principal.

5- Simple + delay etc (+etc):

Passo 7- Se você escolheu, no passo 6, alguma opção diferente de Simple + delay etc , os seguintes passos 8 a 20 podem ser desprezados.

Passo 8- A próxima tela permite a seleção do tipo de recipiente de coleta. Pressione as teclas C ou D (Select) para optar por uma das seguintes opções:

12/13 mm tubes	Micro tubes
16 mm tubes	Prep. rack
18 mm tubes	Bottles
17 mm vials	Single beaker
25/28 mm vials	Microplates

Após escolher uma das opções acima pressione Enter.

Passo 9- Na próxima tela deve-se escolher o último tubo da corrida. Digite o número correspondente ao último tubo no teclado numérico ou tecle as teclas +1 e -1, e pressione, então, Enter.

Observação- Se o último tubo escolhido estiver na primeira fileira, desconsidere o passo seguinte. Além disso, o passo 10 também pode ser desprezado se for pré- configurado

Passo 10- Esta tela permite que você escolha o padrão de enchimento dos tubos. Pressione a tecla Select para escolher entre as seguintes opções:

Standart(Padrão)- O enchimento dos tubos se dá, primeiramente, da esquerda para a direita e na próxima fileira, da direita para esquerda

Left→Right only.

Pressione Enter após escolher a opção desejada.

Passo 11- Pressione também a tecla Select para mostrar o tipo de fração desejada. As opções são:

Time (Tempo), Drops (gotas) e contagem de volumes externos (Ext. counts).

Pressione Enter após aparecer a opção escolhida.

Passo 12- Use as teclas numéricas para escolher o tamanho da fr

Passo 17- Este passo permite que você selecione um tipo de evento. Pressione as teclas select até que o tipo desejado seja mostrado na tela. As opções são:

None  
Output 1 a 8  
Gradient change  
Pump speed change

Após escolher, tecle Enter.

Se for selecionado None, os passos 18e 19 podem ser desprezados.

Passo 18- Se a opção output foi escolhida no item anterior, então pressione Select para ligar ou desligar e depois de escolher, pressione Enter. No entanto, se Gradient change ou Pump speed change foi escolhido, use o teclado numérico ou as teclas +1 e -1 para escolher a porcentagem. Pressione Enter.

Passo 19- Escolha o tempo desejado do evento usando o teclado numérico ou as teclas -1 e +1. Tecle Enter.

Os passos 17 a 19 poderão ser repetidos para mais de 40 eventos acessórios.

Se você deseja editar um novo programa volte ao passo 4. Senão, vá ao passo 20.

Passo 20- Volte agora a tela principal e tecle Run. A “drop former” irá se mover até o 1º tubo e começará a coleta. No entanto, se você desejar que a corrida comece por qualquer outro tubo, antes de pressionar Run, pressione ADVANCE, o número do tubo, Enter, Tube.

Se você programou o reinício da injeção, a tela irá mostrar Awaiting Inject, enquanto o aparelho procura pelo primeiro sinal de injeção.

Enquanto o programa está rodando, a tela exibe informações sobre o status da corrida.

Se desejar parar o programa, tecle Stop. Nesse caso, tanto o tempo de corrida quanto a bomba (se estiver conectada) param quando esta tecla é pressionada. Se desejar continuar o programa tecle Cont.e o programa retornará a partir do ponto em que foi interrompido.

Se desejar que a tela mostre o tempo de corrida tecle RT. O tempo é então mostrado na parte superior da tela. Se você selecionou os eventos acessórios de controle de gradiente, a porcentagem do gradiente de corrente é mostrada no display também. Pressione a tecla Back para retornar à tela principal.

Se desejar obter informações sobre a detecção de pico tecle Peak. Se o programa não usa o detector de pico a tecla Peak não é mostrada. Assim será exibido o nível de corrente e os valores das curvas. Quando o pico é detectado, Peak é mostrado.

Se desejar ver todos os programas escolhidos sendo rodados, pressione a tecla View, em qualquer tempo durante a corrida. Pressione a tecla Next para ver o próximo programa escolhido na seqüência. Quando o último programa for visto, pressione a tecla Next para voltar à tela de corrida normal. Para voltar à tela principal sem passar por todos os programas escolhidos, pressione a tecla RT/Wdw duas vezes.

Quando a última tela ou a última janela for fechada, a tela mostrará o tempo completo de corrida. Pressione a tecla Run se desejar repetir a corrida. Pressione End para encerrar o programa e voltar à tela principal.

## Apêndice G – Componentes e procedimento de operação do Milli-Q

---

Esse apêndice foi extraído do Manual de Operações do Milli-Q.

O Milli-Q tem como principais componentes:

- Válvula solenóide de entrada — utilizada para controlar a vazão de água de alimentação num Sistema Milli-Q.
- Válvula de alívio de pressão — tem como finalidade o desvio de qualquer fluxo de água que apresente pressão maior que 0,75 bar (11 psi), evitando assim, o acúmulo de pressão no interior do Sistema Milli-Q durante o modo de Recirculação.
- Bomba — utilizada para trazer água ao Milli-Q e a partir daí envia-la através dos diversos componentes tais como o módulo de purificação Q-Gard e o cartucho de ultrapurificação Quantum.
- Q-Gard — utilizado para remover íons e moléculas orgânicas da água de alimentação. O utilizado no Sistema Milli-Q do LENEP/UENF é o Q-Gard 1, que é usado quando a água de alimentação é proveniente de um sistema de osmose reversa, destilação ou eletrodeionização, no caso o Sistema Milli-Q do LENEP/UENF é alimentado por água destilada.
- Lâmpada UV — tem duplo comprimento de onda que emite luz em 185nm (para taxa de redução de TOC – Carbono Orgânico Total) e 254nm (ação germicida), esta lâmpada é utilizada para matar bactérias e para reduzir os níveis de moléculas orgânicas no fluxo de água compreendido entre o Módulo Q-Gard e o Cartucho Quantum.
- Quantum — é usado para remover íons e moléculas orgânicas a níveis de traços. O cartucho Quantum utilizado no Sistema Milli-Q do LENEP/UENF é o Quantum EX, este contém resinas de troca iônica e carvão sintético, esses meios de purificação são usados quando a água purificada pelo Milli-Q precisa apresentar níveis de traços tanto de íons como de espécies orgânicas.
- Sensor de resistividade — o sensor de resistividade é usado pra medir a resistividade elétrica da água purificada pelo Milli-Q, além disso, esse sensor possui um termistor (sensor de temperatura) acoplado.

- Válvula de ponto de uso (POU) — possui internamente uma válvula de 2 vias, a válvula esta fechada quando o gatilho do dispensador POU está voltado para cima, isto também coloca o Milli-Q em pré-operação após 90 segundos. Quando o gatilho do POU é empurrado para baixo, a válvula elétrica é acionada, isto permite a dispensação de água a partir do Milli-Q em vez de ficar recirculando internamente de volta para a bomba (Ver figura 68).

- MilliPak — o filtro final MilliPak é um filtro de membrana que remove todas as partículas e bactérias com tamanho maior que 0,22  $\mu\text{m}$ , retendo-os em sua superfície. O MilliPak utilizado no Sistema Milli-Q do LENEPU/UFPA é o MilliPak 40 Estéril que geralmente é utilizado em algumas aplicações em Ciências da Vida.

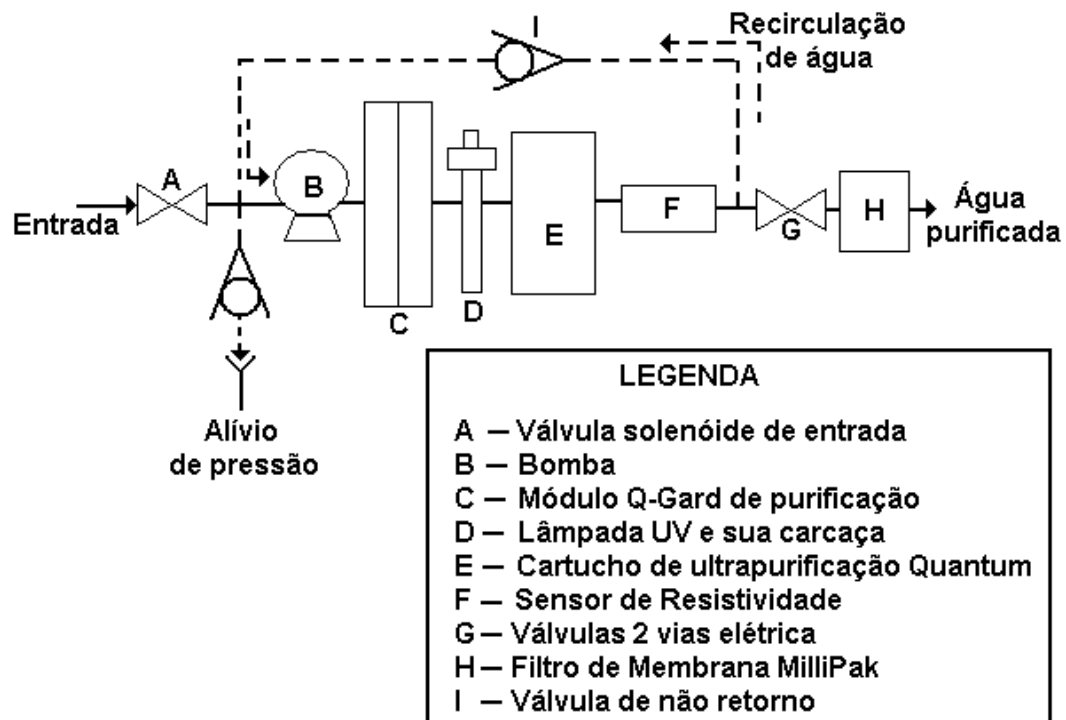


Figura 68. Sistema de purificação de água do Milli-Q com componentes.

A seguir é apresentado detalhadamente como usar o Milli-Q passo a passo:

1- Ligar o Milli-Q na tomada.

2- Verificar se há no reservatório a quantidade de água necessária.

3- Abrir a torneira do reservatório, que está ligada ao Milli-Q.

4- Ligar o Botão na parte de traz do Milli-Q, deverá aparecer na tela: 'STANDBY'.

5- Apertar o botão OPERATE/STANDBY por aproximadamente 2s, após ter feito isso deverá aparecer na tela: 'PRÉ-OPERAÇÃO'.

6- Mova o gatilho Dispersador para frente para que comece a produção de água. Durante a produção a tela devera mostrar a resistividade da água purificada pelo Milli-Q.

7- Para fazer a leitura da temperatura basta apertar o botão MEASURE enquanto o Milli-Q estiver no modo produção.

8- Para cessar a produção de água basta retornar com o gatilho do dispersador para trás (posição inicial). Depois de 90s o Milli-Q entrará automaticamente no modo PRÉ-OPERAÇÃO.

OBS: É recomendável que descarte os primeiros 200ml de água produzidos no Milli-Q.

Abaixo temos a Figura 69 que ilustra o sistema completo de produção de água ultra pura.





Figura 69. Sistema completo de purificação de água.

### Apêndice H – Resultados de todos os testes de contagem de partículas

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :01								
Diluição : :1/10								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:18	204.2	69.9	32.1	17.2	7.4	0.0	0.0	0.0
16:18	193.8	58.8	28.5	14.8	6.0	0.4	0.0	0.0
16:19	203.2	63.1	29.2	16.0	7.9	0.2	0.0	0.0
16:19	193.7	61.1	28.1	13.5	5.6	0.2	0.0	0.0
16:20	199.8	64.6	29.0	15.8	6.9	0.1	0.1	0.0
16:20	195.3	60.8	28.3	15.4	6.5	0.2	0.0	0.0

Média	198.3	63.1	29.2	15.5	6.7	0.2	0.0	0.0
-------	-------	------	------	------	-----	-----	-----	-----

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :01 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:25	2.4	0.6	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
16:25	0.5	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
16:26	0.5	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
16:26	0.6	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:27	1.4	0.3	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
16:27	2.0	0.7	0.4	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0

Média	1.2	0.3	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
-------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :02 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:31	3.9	1.7	0.9	0.8	0.4	0.0	0.0	0.0
16:32	5.4	2.6	1.0	0.5	0.0	0.0	0.0	0.0
16:32	5.2	1.9	0.6	0.5	0.1	0.0	0.0	0.0
16:33	6.4	2.6	1.0	0.5	0.1	0.0	0.0	0.0
16:33	5.2	2.9	1.3	0.6	0.2	0.0	0.0	0.0
16:33	6.7	2.4	1.2	0.7	0.3	0.0	0.0	0.0

Média	5.5	2.4	1.0	0.6	0.2	0.0	0.0	0.0
-------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :03 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:38	0.9	0.5	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:38	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:39	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:39	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:40	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
16:40	0.4	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.4	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :04 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:44	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:44	0.6	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:45	1.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:45	0.5	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:46	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:46	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :05 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:50	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:50	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:51	0.4	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:51	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:52	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:52	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :02								
Diluição : :1/10								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:55	133.7	41.3	17.7	8.7	3.3	0.3	0.0	0.0
16:55	134.0	38.6	15.6	7.7	2.9	0.0	0.0	0.0
16:56	139.7	40.8	18.4	9.6	3.3	0.0	0.0	0.0
16:56	127.0	37.8	16.0	7.5	2.7	0.1	0.0	0.0
16:57	131.0	38.9	17.4	7.9	2.2	0.2	0.0	0.0
16:57	136.3	38.5	17.9	9.5	3.4	0.3	0.0	0.0

Média	133.6	39.3	17.2	8.5	3.0	0.2	0.0	0.0
-------	-------	------	------	-----	-----	-----	-----	-----

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :06 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
17:02	1.0	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:02	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
17:03	0.2	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:03	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:04	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:04	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Média	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
-------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :07 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
17:08	0.3	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
17:08	0.4	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
17:09	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
17:09	0.5	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:10	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:10	0.8	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Média	0.4	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
-------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :08 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
17:18	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:18	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:18	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:19	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:19	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:20	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :03								
Diluição : :1/10								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
17:23	151.2	47.1	20.5	12.0	4.7	0.0	0.0	0.0
17:23	147.3	45.8	22.0	11.1	3.9	0.1	0.1	0.0
17:24	155.2	50.2	24.9	12.2	4.4	0.2	0.0	0.0
17:24	147.7	46.5	21.1	10.0	3.9	0.0	0.0	0.0
17:24	155.5	50.2	24.2	11.9	3.9	0.1	0.0	0.0
17:25	158.4	51.2	22.8	10.9	4.5	0.3	0.0	0.0
Média	152.6	48.5	22.6	11.4	4.2	0.1	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :09 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
17:30	46.3	16.0	7.9	4.7	2.3	0.1	0.0	0.0
17:30	43.2	15.2	8.1	5.7	2.9	0.1	0.0	0.0
17:31	43.8	16.0	8.1	4.8	2.4	0.0	0.0	0.0
17:31	42.1	14.0	7.9	5.2	2.5	0.1	0.0	0.0
17:31	43.8	15.3	8.2	4.2	2.0	0.1	0.0	0.0
17:32	42.4	13.8	7.0	4.6	1.7	0.1	0.0	0.0
Média	43.6	15.1	7.9	4.9	2.3	0.1	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :10 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
17:35	60.7	22.5	12.0	6.7	3.1	0.0	0.0	0.0
17:35	61.3	21.2	10.4	6.1	3.0	0.1	0.0	0.0
17:35	61.1	22.7	12.0	7.8	4.2	0.3	0.1	0.0
17:36	64.9	23.2	11.1	7.1	3.5	0.4	0.1	0.0
17:36	65.4	21.0	11.2	7.2	3.2	0.0	0.0	0.0
17:37	63.5	21.9	12.5	6.9	3.6	0.0	0.0	0.0
Média	62.8	22.1	11.5	7.0	3.4	0.1	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :11 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
17:41	0.7	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:42	0.5	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:42	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:43	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:43	0.3	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
17:44	0.4	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.4	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n°: :12 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
17:48	0.7	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
17:49	1.2	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:49	1.0	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:49	0.7	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:50	1.4	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:50	0.8	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	1.0	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n° :13 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
17:56	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:56	0.8	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
17:56	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:57	0.4	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
17:57	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
17:58	0.6	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.4	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n° :14 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
18:03	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
18:04	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18:04	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18:04	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18:05	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18:05	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::30/08/2005								
Contagem n° :15 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
18:09	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18:10	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18:10	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18:11	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18:11	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
18:11	0.8	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0





Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :05								
Diluição : :1/10								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:22	227.3	79.7	36.5	19.3	8.0	0.4	0.0	0.0
14:22	226.9	76.4	39.1	20.8	6.7	0.3	0.1	0.0
14:23	223.0	74.7	32.9	15.8	5.0	0.3	0.1	0.0
14:23	227.8	75.7	34.8	17.1	6.6	0.3	0.0	0.0
14:23	229.1	79.2	35.3	17.7	5.5	0.1	0.0	0.0
14:24	230.5	77.4	37.4	19.2	6.9	0.5	0.2	0.0
Média	227.4	77.2	36.0	18.3	6.5	0.3	0.1	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :18 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:29	1.0	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
14:30	0.4	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
14:30	0.4	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:30	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:31	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:31	0.6	0.5	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0
Média	0.5	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :19 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:35	0.3	0.2	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:35	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:36	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:36	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:36	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:37	0.3	0.3	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0
Média	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água MilliQ								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :20 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:50	0.5	0.3	0.3	0.3	0.2	0.1	0.1	0.1
14:50	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:51	0.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:51	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:51	0.5	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:52	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.4	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água MilliQ								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :21 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:56	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:56	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:57	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:57	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:58	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:58	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :06								
Diluição : :1/10								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
15:00	212.9	71.6	34.7	18.9	6.9	0.5	0.1	0.0
15:01	218.4	76.8	36.6	19.1	7.6	0.9	0.2	0.0
15:01	213.9	73.1	33.6	17.1	5.4	0.1	0.0	0.0
15:02	219.5	81.4	38.1	21.6	6.5	0.6	0.2	0.0
15:02	216.0	70.6	32.8	17.9	7.2	0.2	0.0	0.0
15:02	210.2	71.3	34.4	18.5	6.8	0.5	0.1	0.1
Média	215.2	74.1	35.0	18.9	6.7	0.5	0.1	0.0





Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :08								
Diluição : :1/1								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
15:53	898.7	227.6	88.8	33.9	8.3	0.0	0.0	0.0
15:53	892.1	224.7	85.0	29.4	8.3	0.2	0.0	0.0
15:54	890.1	228.2	89.3	36.3	9.3	0.2	0.0	0.0
15:54	867.1	217.2	84.6	33.5	8.5	0.3	0.0	0.0
15:54	887.9	223.1	81.2	33.0	8.4	0.1	0.0	0.0
15:55	897.5	230.8	87.2	29.9	7.9	0.3	0.0	0.0
Média	888.9	225.3	86.0	32.7	8.5	0.2	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :27 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:00	3.7	1.0	0.3	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0
16:01	0.3	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:01	0.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:02	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:02	0.4	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
16:02	0.5	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	1.0	0.3	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :28 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:11	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:12	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:12	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:12	0.4	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:13	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:13	0.8	0.4	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :29 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:18	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:19	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:19	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:19	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:20	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:20	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :09								
Diluição : :1/1								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:24	818.7	197.9	74.2	24.9	5.2	0.0	0.0	0.0
16:24	799.6	193.1	70.9	25.0	6.1	0.0	0.0	0.0
16:25	816.0	205.6	76.4	29.6	6.7	0.0	0.0	0.0
16:25	817.2	190.2	67.7	24.7	5.7	0.0	0.0	0.0
16:26	811.6	200.9	72.6	28.1	6.1	0.0	0.0	0.0
16:26	805.8	197.5	68.1	25.1	5.4	0.1	0.0	0.0
Média	811.5	197.5	71.7	26.2	5.9	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :30 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:32	4.4	1.1	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:32	2.8	0.7	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
16:33	2.3	0.3	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:33	1.7	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:33	1.8	0.7	0.3	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0
16:34	3.7	0.9	0.3	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	2.8	0.6	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :31 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:43	0.5	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:43	0.3	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
16:44	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:44	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:44	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:45	0.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::31/08/2005								
Contagem n°: :32 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:49	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:49	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:50	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:50	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:50	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:51	0.5	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :10								
Diluição : :1/1								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
12:25	613.1	119.5	30.9	8.0	1.1	0.0	0.0	0.0
12:25	609.8	112.8	31.8	9.6	1.1	0.0	0.0	0.0
12:26	607.1	116.0	31.3	8.7	1.0	0.0	0.0	0.0
12:26	611.3	115.2	30.5	10.3	1.4	0.1	0.0	0.0
12:26	600.9	114.2	28.7	7.3	1.3	0.1	0.0	0.0
12:27	614.0	114.7	30.1	8.5	1.1	0.0	0.0	0.0
Média	609.4	115.4	30.6	8.7	1.2	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :33 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
12:32	2.3	0.8	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
12:33	0.4	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
12:33	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
12:33	0.6	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
12:34	0.3	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
12:34	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.7	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :34 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
12:45	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
12:45	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
12:46	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
12:46	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
12:46	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
12:47	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :11								
Diluição : :1/1								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
12:50	832.8	267.0	132.8	61.4	20.7	0.4	0.0	0.0
12:51	831.0	274.1	127.6	65.2	21.3	1.3	0.1	0.0
12:51	853.4	268.6	128.1	59.5	19.0	1.4	0.4	0.0
12:52	834.9	279.0	132.9	61.5	17.5	0.6	0.1	0.0
12:52	830.6	272.8	129.9	60.1	21.4	0.6	0.0	0.0
12:52	829.9	263.0	126.4	59.5	20.7	0.8	0.1	0.0
Média	835.4	270.8	129.6	61.2	20.1	0.9	0.1	0.0



Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :35 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
13:00	3.2	0.6	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:00	0.6	0.3	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:01	0.8	0.3	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:01	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:02	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:02	0.8	0.3	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Média	1.0	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
-------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :36 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
13:06	0.8	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:06	1.7	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:07	1.5	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:07	1.8	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:08	2.1	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:08	2.0	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0

Média	1.7	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
-------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :37 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
13:12	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
13:13	0.3	0.2	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0
13:13	0.3	0.2	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:13	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
13:14	0.4	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
13:14	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Média	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
-------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data : :01/09/2005								
Contagem n°: :12								
Diluição : :1/1								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:00	1540.9	434.7	170.7	75.3	19.2	0.2	0.0	0.0
14:01	1526.2	424.8	165.2	72.2	18.6	0.3	0.0	0.0
14:01	1535.2	420.1	168.5	75.7	18.6	0.3	0.0	0.0
14:01	1518.5	415.6	165.9	73.4	20.0	0.3	0.0	0.0
14:02	1532.4	428.4	176.5	76.3	19.3	0.3	0.0	0.0
14:02	1527.3	419.1	168.8	74.6	16.9	0.2	0.1	0.0
Média	1530.1	423.8	169.3	74.6	18.8	0.3	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água MilliQ								
Data : :01/09/2005								
Contagem n°: :38 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:09	6.3	2.4	1.1	0.4	0.2	0.0	0.0	0.0
14:09	4.4	1.4	0.5	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0
14:10	3.9	1.1	0.5	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0
14:10	2.8	0.6	0.3	0.2	0.2	0.0	0.0	0.0
14:10	3.5	0.9	0.4	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0
14:11	2.6	0.6	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0
Média	3.9	1.2	0.5	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água MilliQ								
Data : :01/09/2005								
Contagem n°: :39 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:21	0.8	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:21	1.0	0.7	0.3	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0
14:22	0.7	0.6	0.5	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0
14:22	0.5	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:22	1.2	0.4	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:23	1.6	0.6	0.4	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0
Média	1.0	0.4	0.3	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :40 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:28	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
14:28	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:28	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:29	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:29	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:30	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :13								
Diluição : :1/1								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:33	1265.5	293.6	112.1	49.4	12.7	0.1	0.0	0.0
14:34	1250.3	306.4	111.5	46.1	11.8	0.2	0.0	0.0
14:34	1258.2	295.6	112.7	45.0	10.2	0.2	0.0	0.0
14:35	1262.2	291.9	106.5	43.4	10.1	0.1	0.0	0.0
14:35	1259.8	294.1	105.0	45.4	10.3	0.0	0.0	0.0
14:35	1250.0	299.2	109.9	44.7	11.4	0.2	0.0	0.0
Média	1257.7	296.8	109.6	45.7	11.1	0.1	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :41 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:42	4.4	1.3	0.7	0.5	0.1	0.0	0.0	0.0
14:42	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:43	0.7	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:43	0.3	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:43	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:44	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	1.0	0.3	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :42 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:47	0.8	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:48	0.6	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
14:48	0.6	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:49	0.6	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
14:49	0.7	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
14:49	0.6	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.7	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :43 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:54	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:54	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
14:55	0.3	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:55	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:55	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
14:56	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :14								
Diluição : :1/1								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
14:59	1245.0	295.7	115.2	50.3	10.9	0.2	0.0	0.0
14:59	1259.4	293.3	108.9	48.3	11.9	0.2	0.0	0.0
15:00	1258.7	309.0	116.2	51.7	14.9	0.3	0.0	0.0
15:00	1250.5	298.3	113.4	46.9	12.3	0.1	0.0	0.0
15:01	1243.8	300.8	114.1	47.6	12.7	0.1	0.0	0.0
15:01	1242.3	295.2	109.6	47.1	11.8	0.1	0.0	0.0
Média	1250.0	298.7	112.9	48.7	12.4	0.2	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água MilliQ								
Data :01/09/2005								
Contagem n° :44 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
15:07	4.4	1.0	0.3	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0
15:07	0.3	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
15:07	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:08	0.4	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:08	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
15:09	0.9	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Méd

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :15								
Diluição : :1/1								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
15:26	865.0	258.9	114.3	54.6	16.9	0.6	0.2	0.0
15:27	847.9	253.8	111.8	53.4	17.0	0.2	0.0	0.0
15:27	859.5	252.5	116.0	52.5	15.6	0.2	0.1	0.0
15:27	838.1	245.8	108.5	53.1	16.2	0.5	0.0	0.0
15:28	855.8	260.6	116.0	56.2	16.4	0.3	0.0	0.0
15:28	854.0	248.7	109.5	51.2	14.4	0.4	0.0	0.0
Média	853.4	253.4	112.7	53.5	16.1	0.4	0.1	0.0

Tipo de Amostra: :Água milliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :47 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
15:34	3.1	1.3	0.9	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0
15:34	0.5	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:35	0.4	0.2	0.2	0.2	0.2	0.0	0.0	0.0
15:35	0.2	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:35	0.8	0.4	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
15:36	0.6	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.9	0.4	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :48 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
15:40	0.4	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
15:41	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:41	0.5	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:41	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:42	0.7	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
15:42	1.4	0.5	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
Média	0.6	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :49 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
15:46	0.4	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:47	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
15:47	0.7	0.3	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
15:47	0.7	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
15:48	0.4	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
15:48	0.3	0.2	0.2	0.2	0.2	0.0	0.0	0.0
Média	0.5	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água MilliQ								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :50 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
15:52	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:52	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:53	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:53	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:54	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
15:54	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do Mar Sintética								
Data ::01/09/2005								
Contagem n°: :16								
Diluição : :1/1								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
15:59	830.0	239.0	99.5	42.6	11.3	0.1	0.0	0.0
16:00	821.9	237.1	104.2	45.9	11.2	0.2	0.0	0.0
16:00	816.6	236.9	100.9	44.4	10.8	0.0	0.0	0.0
16:01	815.5	232.7	98.8	42.4	11.0	0.3	0.0	0.0
16:01	822.2	233.7	103.2	44.8	11.1	0.1	0.0	0.0
16:01	808.3	237.1	105.3	46.7	11.1	0.2	0.0	0.0
Média	819.1	236.1	102.0	44.5	11.1	0.2	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data : :01/09/2005								
Contagem n°: :51 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:07	3.3	0.8	0.5	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0
16:08	0.7	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:08	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:08	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:09	0.7	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:09	1.1	0.5	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	1.1	0.3	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data : :01/09/2005								
Contagem n°: :52 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:13	0.4	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0
16:14	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:14	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
16:14	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:15	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:15	0.3	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.3	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data : :01/09/2005								
Contagem n°: :53 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:19	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0
16:20	0.3	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:20	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:21	0.4	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:21	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:21	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.3	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0



Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data : :01/09/2005								
Contagem n°: :54 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:25	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:26	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:26	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:26	0.8	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:27	0.6	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:27	0.7	0.3	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.5	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data : :01/09/2005								
Contagem n°: :55 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:32	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:32	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:33	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:33	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:33	0.3	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
16:34	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data : :01/09/2005								
Contagem n°: :56 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:38	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:38	0.3	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:38	0.2	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:39	0.5	0.3	0.3	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0
16:39	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:40	0.6	0.3	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.3	0.2	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0

Tipo de Amostra: :Água do MilliQ								
Data : :01/09/2005								
Contagem n°: :57 a								
Diluição : :nenhuma								
Hora	3 µm	5 µm	7 µm	10 µm	15 µm	30 µm	50 µm	100 µm
16:47	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:48	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:48	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:48	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
16:49	0.2	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0
16:49	0.2	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Média	0.2	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

# Livros Grátis

( <http://www.livrosgratis.com.br> )

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)  
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)  
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)  
[Baixar livros de Matemática](#)  
[Baixar livros de Medicina](#)  
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)  
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)  
[Baixar livros de Meteorologia](#)  
[Baixar Monografias e TCC](#)  
[Baixar livros Multidisciplinar](#)  
[Baixar livros de Música](#)  
[Baixar livros de Psicologia](#)  
[Baixar livros de Química](#)  
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)  
[Baixar livros de Serviço Social](#)  
[Baixar livros de Sociologia](#)  
[Baixar livros de Teologia](#)  
[Baixar livros de Trabalho](#)  
[Baixar livros de Turismo](#)