

UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA



EDNAN RAFFAEL GONZAGA

DEGRADAÇÃO TÉRMICA DE FLUIDO DE PERFURAÇÃO

UBERLÂNDIA 2023

EDNAN RAFFAEL GONZAGA

DEGRADAÇÃO TÉRMICA DE FLUIDO DE PERFURAÇÃO

Monografia de graduação apresentada a Universidade Federal de Uberlândia como parte dos requisitos necessários para a aprovação na disciplina trabalho de conclusão de curso, do curso de Engenharia Química.

Professor: Dr. Claudio Roberto Duarte

UBERLÂNDIA 2023

RESUMO

O objetivo desse trabalho foi estudar a degradação térmica do fluido de perfuração tratado termicamente. Para isso foi utilizada uma unidade experimental com sistema de controle e aquisição de dados. Os experimentos serão executados envelhecendo o fluido por 168 horas à 5 bar e 150°C. Os métodos que serão utilizados para analisar a estabilidade de emulsão serão análise de densidade, análise reológica, análise termogravimétrica e uma análise de formação de sobrenadante por meio de um algoritmo de tratamento de imagem. Os experimentos visam envelhecer termicamente o fluido de perfuração e posteriormente analisar a estabilidade da emulsão. Com a finalidade de determinar o seu ponto de falha, que é quando o fluido perde a emulsão e suas características reológicas, características essas que garantem a eficiência e a segurança durante a perfuração de um poço, tanto onshore quanto offshore. Os resultados obtidos neste trabalho indicam satisfatoriamente a condição de falha do fluido tratado termicamente, nota-se que as propriedades reológicas e a massa específica do fluido sofreram pequenas alterações, a análise termogravimétrica aponta diferentes composições mássicas em alíquotas retiradas de diferentes posições em relação a proveta de amostragem, e o algoritmo desenvolvido conseguiu com sucesso monitorar a variação da formação de sobrenadante ao longo do tempo.

Palavras-chave: DEGRADAÇÃO TÉRMICA, FLUIDO DE PERFURAÇÃO, OFFSHORE, OLEFINAS, ESTABILIDADE, EMULSÃO, SOFTWARE.

ABSTRACT

The objective of this work was to study the thermal manipulation of heat-treated drilling fluid. For this, an experimental unit with a control and data acquisition system was used. The experiments will be carried out by aging the fluid for 168 hours at 5 bar and 150°C. The methods that will be used to analyze emulsion stability will be density analysis, rheological analysis, thermo-gravimetric analysis, and a supernatant formation analysis using an image processing algorithm. The experiments aim to thermally age the drainage fluid and subsequently analyze the stability of the emulsion. To determine its point of failure, which is when the fluid loses its emulsion and its rheological characteristics, characteristics that guarantee efficiency and safety during the drilling of a well, both onshore and offshore. The results obtained in this work satisfactorily indicate the failure condition of the heat-treated fluid, noting that the rheological properties and the specific mass of the fluid underwent small changes, the thermogravimetric analysis indicates different mass compositions in aliquots taken from different positions in relation to sampling-proof, and the successfully developed algorithm monitors the variation of supernatant formation over time.

Keywords: THERMAL DEGRADATION, DRILLING FLUID, OFFSHORE, OLEFINS, STABILITY, EMULSION, SOFTWARE.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Modelos e equações para caracterização reológica de fluidos	11
Tabela 2 - Dados de massa para a calibração do picnômetro	25
Tabela 3 – Parâmetros do modelo de Herchel-Bulckley	34

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Curvas de fluxo características dos modelos matemáticos 11
Figura 2 - Representação esquemática da geometria de cilindros concêntricos 12
Figura 3 - Agitador de mistura14
Figura 4 - Unidade experimental de envelhecimento térmico para fluidos de
perfuração14
Figura 5 - Sistema de controle e aquisição de dados para unidade experimental
de envelhecimento térmico15
Figura 6 - Fluido de perfuração pós-tratamento térmico
Figura 7 - Balança analítica com precisão de 5 casas decimais 17
Figura 8 - Picnômetro 17
Figura 9 - Unidade experimental para aquisição de imagens
Figura 10 - Imagens da variação do volume de sobrenadante ao longo do tempo
Figura 11 - Agitador de mistura com hélice de 3 pás21
Figura 12 - Analisador termogravimétrico21
Figura 13 - Banho térmico TC-602 e Reômetro Brookfield®
Figura 14 - Curva termogravimétrica (TGA) da fase de olefina observada na
proveta27
Figura 15 - Curva termogravimétrica derivada (DTG) da fase de olefina observada
na proveta27
Figura 16 - Curva termogravimétrica (TGA) da fase aquosa observada na proveta
Figura 17 - Curva termogravimétrica derivada (DTG) da fase aquosa observada
na proveta
Figura 18 - Curva termogravimétrica (TGA) da fase de sedimentos observada na
proveta
Figura 19 - Curva termogravimétrica derivada (DTG) da fase de sedimentos
observada na proveta

Figura 20 - Gráfico de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento
para o fluido original
Figura 21 - Gráfico de viscosidade em função da taxa de cisalhamento para o
fluido original
Figura 22 - Gráfico de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento
para o fluido tratado
Figura 23 - Gráfico de viscosidade em função da taxa de cisalhamento para o
fluido tratado
Figura 24 - Leitura do sobrenadante utilizando software
Figura 25 - Variação do volume de sobrenadante ao longo do tempo

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
Flu	ido de Perfuração	1
1.1	Objetivos	3
2	Revisão Bibliográfica	5
2.1	Emulsão	5
2.2	Mecanismos de Desestabilização de Emulsão	6
2.3 Pei	Mecanismos de Envelhecimento Térmico em Fluidos de rfuração	Poços de 7
2.4	Análise da Densidade Utilizando Picnômetro	8
2.5	Análise Termogravimétrica	9
2.6	Análise Reológica	9
3	MATERIAL E MÉTODOS	13
3.1	Teste de Envelhecimento	13
3.1	.1 Materiais Utilizados	13
3.1	.2 Procedimento experimental	15
3.2	Teste de Densidade	
3.2	.1 Materiais Utilizados	
3.2	.2 Procedimento experimental	
3.3	Teste de Proveta	
3.3	.1 Materiais Utilizados	
3.3	.2 Procedimento experimental	
3.4	Análise Termogravimétrica	
3.4	.1 Materiais Utilizados	
3.4	.2 Procedimento experimental	21

3.4	.3 Pr	rocedimento experimental	22
3.5	Aná	lise Reológica	22
3.5	.1 Ma	ateriais Utilizados	23
3.5	.2 Pr	rocedimento experimental	24
4	Result	tados e Discussão	25
4.1	Test	te de densidade	25
4.2	Aná	lise Termogravimétrica	26
4.3	Aná	lise Reológica	31
4.4	Test	te de Proveta	34
5	Conclu	usão	37
6	REFE	RÊNCIAS	39

1 INTRODUÇÃO

Fluido de Perfuração

A utilização de fluidos na perfuração de poços de petróleo e gás, tem início logo quando o primeiro poço foi perfurado em 1859 na cidade de Titusville, no estado da Pensilvânia nos Estados Unidos utilizando fluido a base de água salgada. Desde então, houve uma evolução significativa desses fluidos, com avanços tecnológicos e científicos que possibilitaram a criação de fluidos mais eficientes e seguros ao longo dos anos (YER-GIN, 1991).

Dentre os fluidos de perfuração utilizados estão os fluidos a base de água, a base de óleo, e pode ser utilizado gás em algumas situações especificas, cada um atendendo a peculiaridades de perfurações de poços com diferentes geologias e condições naturais. Os fluidos a base de água são economicamente e ambientalmente mais viáveis, são utilizados sempre que possível, porém em algumas situações apresentam instabilidade durante uma perfuração de poços artesianos, como por exemplo em uma perfuração no pré-sal, onde o fluido pode solubilizar as paredes do poço formadas de sal, a presença de água também pode causar inchamento de argilas, dificultando a perfuração e sendo necessário o uso do fluido a base de olefinas. O fluido a base de olefinas apresenta maior estabilidade em perfurações a altas temperaturas e pressão.

Os fluidos a base de água são compostos principalmente de água, aditivos químicos e materiais sólidos suspensos. Os aditivos químicos adicionados ao fluido à base de água são projetados para melhorar suas propriedades físicas e químicas. Por exemplo, um polímero pode ser adicionado para aumentar a viscosidade da lama, ajudando a transportar os detritos para a superfície. Outros aditivos podem ser adicionados para reduzir a fricção e o desgaste da broca, prevenir a corrosão do equipamento, controlar a formação de espuma e prevenir a formação de depósitos sólidos. Já os materiais sólidos suspensos na lama de perfuração à base de água podem incluir argila, calcário, sílica e outros minerais. Esses materiais ajudam a manter a estabilidade e evitar o desabamento das paredes do poço, formando um reboco nas paredes porosas, assim evitando a infiltração de fluido nas cavidades porosas e assegurando a integridade das paredes do poço durante a perfuração (J.J. AZAR, 1937).

Os fluidos a base de óleo são compostos principalmente de alcenos, aditivos químicos e materiais sólidos suspensos. A principal diferença em relação ao fluido de perfuração à base de água é que o fluido a base de óleo é uma emulsão em que que a fase contínua é composta por olefinas, enquanto um fluido a base de água apresenta a fase contínua composta por água. O óleo mineral na lama de perfuração à base de óleo é adicionado para melhorar a capacidade de transporte dos detritos e aumentar a eficiência da perfuração, uma vez que é menos viscoso que a água. Os aditivos químicos adicionados ao fluido de perfuração à base de óleo têm as mesmas finalidades que no fluido à base de água, como aumentar a viscosidade, controlar a formação de espuma, prevenir a corrosão e controlar a atividade biológica no poço. Os materiais sólidos suspensos na lama de perfuração à base de óleo são semelhantes aos da lama à base de água, incluindo argila, calcário, sílica e outros minerais.

A lama de perfuração à base de óleo é mais eficiente na perfuração de formações geológicas específicas, como rochas calcárias, onde a água pode causar problemas de instabilidade do poço, pois formações rochosas compostas por argilominerais absorvem água do fluido, inchando e obstruindo o poço durante a perfuração, isso pode ser evitado através da adição de cátions mais estáveis ou de polímeros catiônicos (KCI por exemplo) para inibir a absorção de água por esse tipo de formação rochosa (NASCIMENTO, 2009).

Funções de um fluido durante a perfuração:

- Remover e sustentar cascalhos durante a perfuração do poço, trazendo os cascalhos a superfície por meio de suspensão.
- Controlar as pressões das formações, ou seja, gerar uma pressão hidrostática que tem que ser maior que a pressão da formação, evitando problemas de kick (influxo indesejável de fluidos na formação do poço) e um possível blowout no poço.
- Selar formações permeáveis e minimizar o dano as formações (arenitos e carbonatos, rochas presentes na parede dos poços com alta porosidade) com partículas sólidas presentes no fluído, formando um reboco que impede que o

fluido penetre direto dentro das rochas, contaminando o meio e comprometendo a integridade das paredes do poço.

- Resfriar e lubrificar a broca de perfuração, evitando desgaste excessivo da broca e danos à formação rochosa.
- Suportar a coluna de perfuração, à medida que a broca adentra o solo, uma coluna com anilhas de metal com 9 metros de comprimento vai sendo formada para exercer força sobre a broca, o fluido deve ser capaz sustentar essa coluna.
- Garantir a avaliação adequada da formação, sendo possível após a perfuração realizar a perfilagem geológica do poço, identificando toda a formação rochosa e a localização de jazidas de petróleo.
- Facilitar a cimentação e a complementação do poço, logo após a perfuração e antes de iniciar a extração do petróleo é realizada a cimentação e fixação de sapatas de metal na parede do poço.
- Minimizar o impacto ambiental, não contaminando o meio ambiente ao redor do poço.

Algumas propriedades do fluido como densidade, parâmetros reológicos, forças géis, parâmetros de filtração, teor de sólidos e reatividade são algumas das propriedades dos fluidos que devem ser monitoradas frequentemente nas sondas durante a perfuração de poços para garantir a eficiência e a segurança da operação (DARLEY & GRAY, 1988).

Para um fluido exercer tais funções, ao longo das décadas cientistas vem trabalhando e aprimorando os fluidos de perfuração para garantir sua estabilidade e eficiência durante perfurações de poços de petróleo.

1.1 Objetivos

Neste trabalho, o objetivo é analisar a estabilidade da emulsão em condições específicas, através da realização de estudos de reologia e tratamento de imagem. Foi desenvolvido um algoritmo no software C++ que possibilitou observar e quantificar a formação de sobrenadante de olefina no fluido tratado termicamente, sobrenadante esse que está relacionando com a estabilidade da emulsão. A análise termogravimétrica e a análise reológica permitiram avaliar a composição e os parâmetros reológicos do fluido, fornecendo informações cruciais para a previsão da estabilidade da emulsão. Assim, é possível analisar a estabilidade do fluido e garantir a eficiência e a segurança de uma perfuração que o utilizará.

Como objetivo específico, destaca-se:

- Criação de um conjunto um algoritmo em C++ que possibilite a identificação da sedimentação dos componentes mais pesados do fluido por meio de tratamento de imagem.
- Monitoramento dos parâmetros reológicos do fluido.
- Identificação da composição do fluido na condição de falha.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Através da análise de artigos, livros e documentários disponíveis na literatura, é possível adquirir conhecimento sobre os fatores que influenciam a emulsão e sua estabilidade, bem como os procedimentos utilizados para avaliar a estabilidade do fluido em estudo. Dessa forma, foi conduzida uma investigação explorando fatores como composição, propriedades físicas e químicas, métodos de preparação e microestrutura, além dos métodos experimentais empregados para medir essa estabilidade.

2.1 Emulsão

Uma emulsão é uma mistura coloidal de dois ou mais líquidos não miscíveis, ou seja, líquidos que em condições normais não se misturam. Essa mistura é obtida com a ajuda de um agente emulsificante que ajuda a estabilizar as gotículas de um líquido na presença do outro líquido. As emulsões são amplamente encontradas em muitos produtos do cotidiano, como molhos de salada, maionese, loções, cremes, tintas, entre outros (ATKINS, 2010).

As emulsões são compostas por duas fases principais:

- Fase dispersa: É a fase que está presente em pequenas gotículas na mistura. Geralmente, é a fase que está presente em menor quantidade. Por exemplo, na maionese, a fase dispersa é a água.
- Fase contínua: É a fase que envolve a fase dispersa e está presente em maior quantidade. No exemplo da maionese, a fase contínua é o óleo.

A característica principal do emulsificante é a de possuir na mesma molécula partes hidrofílicas e hidrofóbicas separando-as e, impedindo que os glóbulos da fase interna coalesçam, o que resulta em quebra da emulsão. Emulsificantes mais polares são mais úteis na formação e na estabilidade de emulsões do tipo O/A (ARAÚJO, 2001).

Dentre as olefinas, aquelas de viscosidade elevada são as que produzem as emulsões mais estáveis. A elevada viscosidade dificulta ou impede a difusão de água e de substâncias solúveis na água entre as fases aquosas interna e externa do sistema múltiplo e as alterações na emulsão ocorrem significativamente mais devagar. (KUMAR, 2012).

2.2 Mecanismos de Desestabilização de Emulsão

A estabilidade da emulsão é um conceito cinético. Numa emulsão estável, não há alteração perceptível no número, distribuição de tamanho e disposição espacial das gostas dentro da escala de tempo experimental. Esta escala de tempo pode variar de alguns segundos até anos, o que implica que estabilidade também é um conceito relativo. A instabilidade da emulsão pode envolver vários processos que ocorrem simultaneamente ou consecutivamente, dependendo das condições. As quatro principais maneiras pelas quais a emulsão pode se tornar instável são a formação de creme (ou sedimentação), floculação, a coalescência e o amadurecimento de Ostwald (BINKS, B. P, 1998).

A estabilidade das emulsões é governada por princípios termodinâmicos e, em termos absolutos, todas são instáveis em relação a suas fases. Contudo, existem processos que podem prevenir ou retardar essa desestabilização como a utilização de agentes emulsificantes e fornecendo altas taxas de cisalhamento (DARLING, 1987).

- Formação de Creme: Em uma emulsão aquosa, a formação de creme é o movimento das gotas de óleo sob a gravidade ou em uma centrífuga para formar uma camada concentrada no topo da amostra, mas sem nenhuma alteração na distribuição do tamanho das gotas. Inicialmente, um gradiente de concentração de gotas se desenvolve na direção vertical, muitas vezes seguido pelo aparecimento de um limite distinto entre uma camada superior de creme e uma camada inferior de emulsão esgotada.
- Sedimentação: Em uma emulsão inversa, o fenômeno equivalente a formação de creme ocorre e é chamado de sedimentação. As gotas de uma fase mais densa podem sedimentar-se no fundo da emulsão se a densidade da fase contínua for maior do que a densidade da fase dispersa. Isso leva à separação das fases.

- Coalescência: A coalescência ocorre quando as gotas de uma fase se fundem umas com as outras, formando gotas maiores e, eventualmente, separando-se da fase contínua. Isso pode acontecer devido a choque mecânico ou variações na temperatura.
- Amadurecimento de Ostwald: referido como destilação isotérmica ou difusão molecular em alguns textos, é o resultado das diferenças de solubilidade de óleo contido em gotas de tamanhos diferentes. Esse processo ocorre devido à difusão de espécies dissolvidas nas partículas coloidais. As gotículas menores tendem a ter uma alta taxa de solubilidade, permitindo que os solutos se dissolvam nelas. À medida que as gotículas menores perdem soluto, elas diminuem de tamanho, enquanto as partículas maiores, que possuem uma área de superfície menor em relação ao volume, experimentam uma menor taxa de solubilidade e ganham soluto, aumentando de tamanho. Pequenas gotas, por exemplo, com raio *r*₁ terão maior solubilidade do que gotas maiores com raio *r*₂. Isso pode ser reconhecido pela equação de Kelvin (Equação (1)), que relaciona a solubilidade de uma gota S(r) com a de uma gota com raio infinito S (∞) (TADROS, 2016):

$$S(r) = S(\infty) e^{\left(\frac{2\gamma V_m}{rRT}\right)}$$
(1)

em que γ é a tensão interfacial líquido/líquido, V_m é o volume molar da fase dispersa, R é a constante universal dos gases e T é a temperatura absoluta.

A concentração dos emulsionantes também afeta a estabilidade dos sistemas emulsionados. Quantidades muito pequenas podem resultar em sistemas instáveis, e muito elevadas podem ser tóxicas e desestabilizadores do sistema. (KUMAR, 2012).

2.3 Mecanismos de Envelhecimento Térmico em Fluidos de Poços de Perfuração

A temperatura atua indiretamente na estabilidade da emulsão por alterar a tensão interfacial, a adsorção de emulsificantes e a viscosidade. Devido a tensão interfacial e a

viscosidade diminuírem com o aumento da temperatura, torna-se favorável a formação da emulsão, entretanto, o modo como a temperatura aumenta ou diminui pode causar a coagulação das partículas, desestabilizando a emulsão (CHEN, 2004).

A estabilidade térmica dos fluidos de perfuração está totalmente relacionada com a suas propriedades reológicas em alta temperatura junto com sólido ativo intrusão (partículas de cascalhos em suspensão), que são os principais problemas frequentemente encontrados durante operações de perfuração geotérmica. Além disso, mudanças físicoquímicas na estrutura do fluido de perfuração durante uma perfuração à altas temperaturas resultam em danos à formação e problemas de gelificação (ABDUO, 2015).

2.4 Análise da Densidade Utilizando Picnômetro

Massa específica é uma importante grandeza física metrológica, definida como a relação entre a massa e o volume, a uma determinada temperatura. Para medir a massa específica, existem muitos métodos, como por exemplo, densímetros de vidro, densímetros digitais, picnômetros e sistema de pesagem hidrostática. O picnômetro pode ser utilizado como padrão de referência na medição de massa específica. A partir dele, é dada rastreabilidade para outros instrumentos, tais como os densímetros digitais (ISO 3507, 1999).

O teste de densidade utilizando um picnômetro é uma técnica comum para determinar a densidade de sólidos ou líquidos. O picnômetro é um recipiente de vidro com um volume conhecido e uma tampa hermética que permite medir com precisão a densidade de um material (ERDEY, 2008).

Para utilizar o picnômetro de maneira eficaz é necessário que se conheça a densidade do líquido de referência uma determinada temperatura e a massa do picnômetro vazio, para se fazer a calibração da vidraria, a densidade será calculada em unidades de massa por unidade de volume (SKOOG, D. A, 2013).

2.5 Análise Termogravimétrica

A análise termogravimétrica (TGA) é uma técnica analítica quantitativa que monitora a massa de uma amostra à medida que a temperatura do forno aumenta até 1600 °C, sob um fluxo de gás estável ou variável. Na engenharia química moderna, os pesquisadores aplicam a técnica para derivar conversões, cinética e mecanismos para qualquer processo com mudança de massa, por métodos isotérmicos, monitoramento da massa a temperatura constante, não isotérmicos, monitoramento da massa a com variação de temperatura e quase isotérmicos, monitoramento da massa com variação de temperatura. A massa diminui à medida que a amostra se decompõe, os compostos voláteis evaporam ou o estado de oxidação diminui, enquanto em ambientes reativos (com O2, por exemplo), a massa dos metais de transição pode aumentar (SAADATKHAH N, 2020).

De acordo com a Confederação Internacional de Análise Térmica e Calorimetria (ICTAC) define-se análise térmica (AT) como um grupo de técnicas que monitoram mudanças nas propriedades físicas ou químicas de uma amostra ao longo do tempo, à medida que ela é submetida a um aumento de temperatura. Os analisadores termogravimétricos (TGA) monitoram e registram a massa, o tempo e a temperatura da amostra. O programa de temperatura pode incluir aquecimento, resfriamento, retenção isotérmica ou uma combinação deles (S. VYAZOVKIN, 2011). O analisador consiste em uma micro balança precisa conectada a um recipiente de amostra dentro de um forno com um programador e controlador de temperatura (termo balança). A balança pesa a amostra em um forno fechado (R. B. PRIME, 2009).

2.6 Análise Reológica

Reologia é a ciência que estuda como a matéria se deforma ou escoa, quando está submetida a esforços originados por forças externas. O escoamento de um fluido, líquido ou gás, é caracterizado por leis que descrevem a variação contínua da taxa ou grau de deformação em função das forças ou tensões aplicadas (MACHADO, 2002).

A tensão de cisalhamento é a força necessária para manter o escoamento do fluido, dividida pela área cisalhante, Equação (2). Em paralelo, a taxa de cisalhamento representa a taxa de deformação ou movimento que um material sofre em resposta a essa tensão, Equação (3). Também é conhecida como grau de deformação ou gradiente de velocidade.

$$\tau = F/_A \tag{2}$$

$$\gamma = \frac{dv}{dx} \tag{3}$$

Quanto à relação entre a taxa e a tensão de cisalhamento, os fluidos se dividem em duas categorias principais: os Newtonianos, nos quais a viscosidade permanece constante, e os não Newtonianos, nos quais essa relação não é constante. Nos fluidos não Newtonianos, a relação entre a taxa de deformação e a tensão de cisalhamento varia.

O comportamento de fluxo de um fluido é definido pelos parâmetros reológicos. Estes são determinados considerando um modelo matemático particular, o qual influência diretamente no cálculo das perdas de carga na tubulação e velocidade de transporte dos cascalhos na região anular. Os modelos mais usuais são o de Newton, de Bingham ou plástico ideal, Ostwald de Waale ou de potência e o de Herschel-Bulkley ou potência modificado (MACHADO, 2002). A Figura 1 exibe as curvas de fluxo características correspondentes a cada modelo matemático, enquanto a Tabela 1 apresenta as equações que representam esses modelos matemáticos.



Figura 1 - Curvas de fluxo características dos modelos matemáticos

Fonte: Autoria Própria (2023).

Tabela 1 - Modelos e equações para caracterização reológica de fluidos

Modelo Matemático	Equação do Modelo	
Newtoniano	$ au=\mu\dot{\gamma}$	
Peseudo-plástico (Ostwald Waale ou Modelo de Potência)	$\tau = K \dot{\gamma}^n$	
Dilatante	$ au = K\dot{\gamma}^n$	
Bingham	$ au= au_0+\mu\dot{\gamma}$	
Plástico (Herschel-Bulkley)	$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}$	
Plástico (Casson)	$\tau = \sqrt[n]{\tau_0^n + (\dot{\gamma}\eta_p)^n}$	

Fonte: Machado (2002).

Os estudos de reologia envolvem várias abordagens e métodos para compreender o comportamento dos materiais, especialmente fluidos e sólidos deformáveis, sob tensão e fluxo. Neste trabalho o método de estudo será por meio de testes de tensão e deformação utilizando um reômetro do tipo que utiliza cilindros coaxiais.

Reometria é uma técnica científica e de engenharia usada para medir as propriedades de fluxo e deformação de materiais, especialmente fluidos complexos como polímeros, géis, entre outros. A reometria envolve o uso de um reômetro, que é um instrumento projetado para aplicar tensão ou deformação controlada a um material e medir sua resposta.

Os reômetros com geometrias do tipo cilindros coaxiais são reômetros rotacionais que promovem a deformação por cisalhamento do material por meio da rotação de um elemento sensor no interior ou exterior da amostra, observado na Figura 2. Este tipo de configuração é utilizado para determinação de propriedades reológicas de materiais de baixa e média viscosidade, tais como soluções, solventes, suspensões e emulsões (POSSA, 2004).

Figura 2 - Representação esquemática da geometria de cilindros concêntricos



Fonte: Mezger (1998).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Teste de Envelhecimento

Nesta primeira etapa, o fluido de perfuração é preparado em laboratório como apresentado na Figura 3, e em seguida são realizados experimentos de envelhecimento térmico, para isso é utilizada uma unidade experimental de envelhecimento de fluidos apresentada na Figura 4, onde é possível submeter a condições de temperatura e pressão desejadas através de um sistema de controle como apresentado na Figura 5.

3.1.1 Materiais Utilizados

- 1. Fluido de Perfuração
- 2. Emulsificante
- 3. Agitador
- 4. Unidade experimental de envelhecimento térmico
- 5. Sistema de controle e segurança da unidade
- 6. Becker de 1000 mL
- 7. Reatores da unidade experimental

Figura 3 - Agitador de mistura



Fonte: Autoria Própria (2023).



Figura 4 - Unidade experimental de envelhecimento térmico para fluidos de perfuração

Fonte: Autoria Própria (2023).



Figura 5 - Sistema de controle e aquisição de dados para unidade experimental de envelhecimento térmico

Fonte: Autoria Própria (2023).

3.1.2 Procedimento experimental

Para a realização do procedimento estudado, primeiro o fluido de perfuração foi preparado de acordo com sua formulação original utilizando 1-Hexadeceno, emulsificante primário e secundário, salmoura e cal. Após o fluido ser formulado ele é emulsificado utilizando um agitador, posteriormente ele é inserido no reator e tratado termicamente na unidade experimental. Após o tratamento térmico o fluido é retirado dos reatores e imediatamente foram realizados os experimentos do trabalho.

A temperatura e a pressão do reator foram controladas pelo sistema de controle e segurança, garantindo confiabilidade nos dados que serão tratados posteriormente a partir desse experimento.

O tempo total de tratamento térmico foi de 168 horas, mantendo a temperatura em 150°C e a pressão em 5 bar, importante ressaltar que a pressão foi mantida a 5 bar para que a água presente não volatilizasse. O fluido pós-tratamento pode ser observado na Figura 6.



Figura 6 - Fluido de perfuração pós-tratamento térmico

Fonte: Autoria Própria (2023).

3.2 Teste de Densidade

Após o fluido ser envelhecido termicamente ele passa por alguns testes experimentais que avaliarão algumas propriedades consideradas importantes, como densidade, reologia, formação de sobrenadante e análises da composição. O primeiro teste a ser realizado é o teste de densidade, para isso é utilizado uma balança analítica como mostra a Figura 7 e um picnômetro como apresentado na Figura 8.

3.2.1 Materiais Utilizados

- 1. Picnômetro
- 2. Fluido de perfuração sem tratamento
- 3. Fluido de perfuração tratado
- 4. Água destilada
- 5. Balança

Figura 7 - Balança analítica com precisão de 5 casas decimais

Fonte: Autoria Própria (2023).

Figura 8 - Picnômetro



Fonte: Autoria Própria (2023).

3.2.2 Procedimento experimental

A densidade do fluido foi analisada utilizando picnometria líquida em triplicata. Para tal propósito foi utilizado um picnômetro de 25 mL e água destilada como líquido de referência. A calibração e as análises foram conduzidas em temperatura ambiente.

3.3 Teste de Proveta

O teste de proveta tem como finalidade monitorar a estabilidade da emulsão do fluido de perfuração através da análise de imagem, que por meio dela é possível visualizar quantitativamente a formação de sobrenadante, que é um indicador do mecanismo de desestabilização de emulsão determinado coalescência, e com um algoritmo é possível fazer a análise de imagem ao longo do tempo e determinar a variação do volume de sobrenadante. O aumento do volume de sobrenadante indica que a olefina (fase contínua) presente no fluido quebrou a emulsão e por possuir menor densidade entre os compostos da emulsão, se aglomerou no topo. Apresentado na Figura 9 a unidade experimental e na Figura 10 a formação de sobrenadante ao longo do tempo.

3.3.1 Materiais Utilizados

- 1. Fluido tratado
- 2. Proveta
- 3. Câmera
- 4. Desktop com software em C++
- 5. Unidade experimental para aquisição de imagens



Figura 9 - Unidade experimental para aquisição de imagens

Fonte: Autoria Própria (2023).



Figura 10 - Imagens da variação do volume de sobrenadante ao longo do tempo

Fonte: Autoria Própria (2023).

3.3.2 Procedimento experimental

A unidade experimental consiste em uma caixa com uma fita de LED dentro, que possibilita a iluminação adequada do experimento, um furo na porta que é por onde foi gravado o vídeo para tratamento de imagem. Um suporte na porta que é utilizado para apoiar e manter estática a câmera, nesse experimento foi utilizado um celular iPhone XR com câmera de alta resolução.

Após sair do reator o fluido foi homogeneizado para retirar a amostra, foi inserido na proveta e durante 9 horas foi filmado. As imagens obtidas nesse experimento foram tratadas em um algoritmo de tratamento de imagem programado em C++.

3.4 Análise Termogravimétrica

O teste de Análise Termogravimétrica tem como finalidade identificar a composição das alíquotas retiradas amostra de fluido tratado, visualizando dados que indiquem a quebra de emulsão, com a análise de decaimento de massa é possível identificar compostos do fluido que presentes em cada alíquota de amostra, monitorando o decaimento de massa na temperatura de ebulição do composto puro. Para isso foi utilizado um homogeneizador como apresentado na Figura 11 e uma analisador termogravimétrico apresentado na Figura 12.

3.4.1 Materiais Utilizados

- 1. Agitador de mistura com hélice de 3 pás
- 2. Analisador termogravimétrico com unidade de aquisição de dados
- 3. Fluido tratado
- 4. Vidrarias

3.4.2 Procedimento experimental

Figura 11 - Agitador de mistura com hélice de 3 pás



Fonte: Autoria Própria (2023).





Fonte: Autoria Própria (2023).

3.4.3 Procedimento experimental

As amostras do fluido de perfuração, antes e após os testes de envelhecimento, bem como seus principais constituintes, foram caracterizadas termicamente em um analisador termogravimétrico modelo TGA/DTG-60H, marca Shimadzu, sob fluxo contínuo de atmosfera inerte de nitrogênio gasoso de alta pureza 99,999%; a taxa de 50 mL/min. Para este estudo, utilizou-se uma massa de amostra inicial de aproximadamente 12 ±1mg. Cada amostra foi colocada em uma panela de platina tarada previamente e foi aquecida a 500°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min. O analisador termogravimétrico (TGA) registra diretamente dados de perda de massa como função de temperatura e tempo.

Para a Análise Termogravimétrica, o fluido de perfuração tratado é homogeneizado com o agitador, de 250 RPM por 1 minuto e 36 segundos, totalizando 400 rotações, foram recolhidas 3 alíquotas de amostra em posições distintas em altura e distância com relação a parede da proveta.

3.5 Análise Reológica

A análise reológica do fluido foi conduzida empregando um reômetro Brookfield®, modelo R/S Plus, equipado com spindle CC3-40 e um banho térmico acoplado (Brookfield®, modelo TC-602), assegurando a realização de todas as análises a uma temperatura de 30°C. A taxa de cisalhamento foi investigada no intervalo de 0 a 1000 s^{-1} possibilitando a determinação da viscosidade do fluido como apresentado na Figura 13.

Para descrever o comportamento reológico do fluido o modelo de Herschel-Bulckley, descrito pela Equação (4), foi ajustado aos dados experimentais por meio de regressão não linear (HERSCHEL; BULKLEY, 1926).

$$\tau = \tau_Y + K(\dot{\gamma})^n \tag{4}$$

em que τ é a tensão de cisalhamento (*Pa*), representa a força tangencial por unidade de área que o fluido exerce sob a aplicação de uma taxa de deformação. *K* é o índice de consistência ou viscosidade aparente do fluido ($Pa \cdot s^{-1}$), reflete a resistência do fluido ao fluxo quando a taxa de deformação é aplicada. τ_Y é a tensão limite ou tensão de cisalhamento inicial (Pa), indica a tensão mínima necessária para iniciar o escoamento do fluido. $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento ou taxa de deformação (s^{-1}), indica a taxa de mudança da deformação do fluido ao longo do tempo, n é o índice da lei de potência ou índice de comportamento do fluido, determina a natureza do comportamento do fluido, se n<1 o fluido é pseudoplástico, o que significa que sua viscosidade diminui com o aumento da taxa de cisalhamento, se n>1 o fluido é dilatante, indicando que a viscosidade aumenta com a taxa de cisalhamento, e quando n=1 o fluido exibe comportamento newtoniano.

3.5.1 Materiais Utilizados

- 1. Reômetro de cilindros Coaxiais
- 2. Banho termostático
- 3. Unidade de aquisição de dados
- 4. Fluido tratado termicamente
- 5. Fluido não tratado



Figura 13 - Banho térmico TC-602 e Reômetro Brookfield®

Fonte: Autoria Própria (2023).

3.5.2 Procedimento experimental

O fluido tratado foi disposto na capsula cilíndrica exterior do reômetro, que é encaixada posteriormente no equipamento, o teste foi realizado a 30°C, para isso utilizouse um banho térmico, após o reômetro estar montado e pronto para uso, aguardou-se 5 minutos para que a temperatura se estabilizasse. Após esse tempo são realizados os testes reológicos, onde os dados foram adquiridos no computador ao lado do equipamento.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O presente capítulo mostra os resultados dos ensaios de reologia, teste de densidade, Análises Termogravimétricas e tratamento de imagem.

4.1 Teste de densidade

Na Tabela 2 estão apresentados os resultados para a calibração do picnômetro.

Massa Picnômetro Vazio	Massa Picnômetro com água 26,8°C		
(g)	(g)		
16,44555 ± 0,00049	40,925292 ± 0,03519		
Fonto: Autoria Dránzia (2022)			

Tabela 2 - Dados de massa para a calibração do picnômetro

Fonte: Autoria Própria (2023).

De acordo com a ABNT a massa específica da água a 26,8°C é 0,99669 g/cm³, com o valor médio da massa do picnômetro que é de 16,44555 gramas e com o valor médio da massa do picnômetro com água que é de 40,92529 gramas, foi encontrado a massa média de água destilada que é de 24,47974 gramas, com o valor de massa específica encontrada na tabela da ABNT, foi calculado o volume calibrado do picnômetro, que foi de 24,56104 cm³.

Com o picnômetro devidamente calibrado, foi medido a massa do picnômetro com fluido tratado, a fim de se encontrar a massa específica do mesmo, o valor encontrado foi de $46,05559 \pm 0,02318$ gramas.

Com a massa média do picnômetro vazio, que é de 16,44555 gramas, e, a massa média do picnômetro com fluido tratado, que é de 46,05559 gramas, foi encontrada a massa média do fluido tratado que é de 29,61004 gramas. Com o volume calibrado do picnômetro encontramos a massa específica do fluido tratado, que é de 1,20557 g/cm³.

Comparando a massa específica do fluido tratado com a massa específica do fluido não tratado que é cerca de 1,19 g/cm³, nota-se que, embora a reologia do fluido tenha sido modificada, a relação entre massa e volume permaneceu praticamente inalterada, mantendo-se em valores próximos a 1,2 g/ cm³, indicando que durante o envelhecimento térmico não houve a perca de massa, ou seja, não houve nenhum vazamento de gás do reator utilizado para a o envelhecimento térmico, isso é um indicativo que a unidade experimental está trabalhando de forma correta.

4.2 Análise Termogravimétrica

Durante o teste de proveta observou-se a formação de três fases, a hipótese de quebra de emulsão foi levantada, visualmente foi possível observar a quebra de fases com a formação de sobrenadante, apresentado na Figura 10. De maneira a identificar o conteúdo das fases, realizou-se a análise termogravimétrica das fases, sendo utilizado como base de comparação os componentes do fluido de perfuração separados.

De acordo com YIN *et al.* (2015) a olefina original, quando pura, possui faixa de evaporação entre 90 e 210°C, o que está de acordo com dados obtidos nas análises termogravimétricas.

A Figura 14 apresenta a curva termogravimétrica (TGA) e a Figura 15 apresenta a curva termogravimétrica derivada (DTG) da fase de sobrenadante observada no teste de proveta, o experimento foi realizado em réplica.



Figura 14 - Curva termogravimétrica (TGA) da fase de olefina observada na proveta



Figura 15 - Curva termogravimétrica derivada (DTG) da fase de olefina observada na proveta



Fonte: Autoria Própria (2023).

Esse resultado sugere que, o sobrenadante apresentou comportamento semelhante a olefina pura, tendo um decaimento de massa acentuado entre 100 e 220°C como pode ser observado na Figura 15, e pode ser observado que 90% da massa total da amostra decaiu até 220°C, e o restante da massa presente da amostra permaneceu quase constante até os 500°C como pode ser observado na Figura 14. A olefina, devido à sua menor densidade em comparação com outros componentes do fluido, tende a se concentrar principalmente na parte superior da amostra.

Na Figura 16, são exibidos os resultados da análise termogravimétrica da fase aquosa da amostra, de acordo com GHADERI & DARGAZANY, 2022, a faixa de evaporação para a água está entre 24 e 115°C, os dados da análise termogravimétrica mostraram um pico de decaimento de massa entre nesta mesma faixa de temperatura, o que indica evaporação da água presente na salmoura, e a Figura 17 apresenta a curva termogravimétrica derivada (DTG) da fase aquosa, o experimento foi realizado em réplica.



Figura 16 - Curva termogravimétrica (TGA) da fase aquosa observada na proveta

Fonte: Autoria Própria (2023).





Fonte: Autoria Própria (2023).

Esse resultado sugere que, a fase intermediaria apresentou comportamento semelhante à da salmoura, tendo um decaimento de massa acentuado entre 70 e 120°C, como pode ser observado na Figura 17, e pode ser observado que 70% da massa total da amostra decaiu até 120°C, observado na Figura 16. Após a quebra da emulsão, a salmoura, devido à sua densidade ser maior que a da olefina e menor que a dos sólidos utilizados na formulação, tende a se concentrar principalmente na parte intermediária do fluido com relação a proveta.

Na Figura 18, são exibidos os resultados da análise termogravimétrica da fase de sedimentos da amostra, e a Figura 19 apresenta a curva termogravimétrica derivada (DTG), de acordo com estudos já realizados por GHADERI & DARGAZANY, 2022, compostos orgânicos típicos se degradam entre 100°C e 500°C, o experimento foi realizado em réplica.



Figura 18 - Curva termogravimétrica (TGA) da fase de sedimentos observada na proveta



Figura 19 - Curva termogravimétrica derivada (DTG) da fase de sedimentos observada na proveta



Fonte: Autoria Própria (2023).

Analisando a Figura 19 é possível observar que a massa dos componentes decai acentuadamente até 200°C, também é possível observar que cerca de 45% da massa decai até 200°C. De 200 a 500°C é possível observar um decaimento de massa de 5% e, após essa temperatura ainda temos 50% de massa presente na amostra, indicando que ainda há compostos menos voláteis presentes na amostra. Esse resultado sugere que, após a quebra da emulsão, temos salmoura e olefina presente no fundo da amostra, como observado na Figura 18, porém em menor fração mássica quando comparado com as amostras da fase aquosa e sobrenadante, a massa da amostra possui composição de sólidos orgânicos e cristais de sais da salmoura, que irão perder massa a temperaturas superiores à 500°C.

4.3 Análise Reológica

A reologia do fluido submetido a degradação foi comparada com a reologia do fluido de perfuração original. A influência da taxa de cisalhamento na tensão de cisalhamento é apresentada nas Figuras 20 e 22, para o fluido original e tratado respectivamente. Já a influência da taxa de cisalhamento na viscosidade desse fluido é apresentada nas Figuras 21 e 23, para o fluido original e tratado respectivamente. As amostras do fluido original e fluido tratado foram analisadas em tréplica.





Fonte: Autoria Própria (2023).

Figura 21 - Gráfico de viscosidade em função da taxa de cisalhamento para o fluido original



Fonte: Autoria Própria (2023).



Figura 22 - Gráfico de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento para o fluido tratado

Fonte: Autoria Própria (2023).

Figura 23 - Gráfico de viscosidade em função da taxa de cisalhamento para o fluido tratado



Fonte: Autoria Própria (2023).

Utilizando o modelo de modelo de Herschel-Bulckley os dados obtidos foram tratados. Na Tabela 3 estão apresentados os parâmetros da regressão não linear para o fluido original e tratado.

	К (Ра∙ <i>s</i> ⁻¹)	n	$oldsymbol{ au}_{y}$ (Pa)	<i>R</i> ²
Original	0,0562 ± 0,0071	0,8908 ± 0,0165	1,5206 ± 0,1659	0,9985 ± 0,0005
Tratado	0,2018 ± 0,2096	0,7981 ± 0,1363	1,9783 ± 1,5282	0,9916 ± 0,0107
Fonte: Autoria Própria (2023).				

Tabela 3 – Parâmetros do modelo de Herchel-Bulckley

Foi realizado o teste t de Student para verificar se houve diferença estaticamente significativa entre os dois grupos, com uma significância de 95%, os valores de P tanto para uni-caudal quanto para bi-caudal apresentaram valores maiores que 0,05, indicando que não há diferença estatisticamente significativa entre as médias entre os parâmetros do fluido original e tratado.

Pode-se observar analisando a Tabela 3 que o índice de consistência (K) e a tensão limite (τ_y) aumentaram para o fluido tratado, esse aumento indica que na condição de falha o fluido adotou um comportamento mais pseudoplástico, sendo necessária uma maior taxa de cisalhamento para o fluido começar a escoar e um aumentando de resistência do fluido ao fluxo quando a taxa de deformação é aplicada.

4.4 Teste de Proveta

Os resultados do teste de estabilidade na proveta ficaram em formato de vídeo, o vídeo foi tratado com um algoritmo de tratamento de imagem programado em C++. A ideia principal do algoritmo é calcular a variação do volume de sobrenadante ao longo do tempo, para tal foi utilizada a biblioteca opencv. Foi utilizada a escala de vermelho para diferenciar a proveta vazia, o sobrenadante e o restante do fluido.

Foram medidas as dimensões da proveta para calibrar o algoritmo, fazendo uma relação de centímetros e pixels de imagem:

- Altura de líquido:10,4 cm
- Volume de líquido: 60 cm³
- Diâmetro interno da proveta :2,7 cm
- Altura de olefina ao final do experimento: 1,7 cm

A Figura 24 demonstra como o software fez a leitura de volume de sobrenadante ao longo do tempo.



Figura 24 - Leitura do sobrenadante utilizando software

Fonte: Autoria Própria (2023).

Após 9 horas de captura de imagens os dados foram tratados, capturou-se e analisou 1 frame de imagem por minuto e gerou-se a Figura 25, que indica a variação do volume de sobrenadante ao longo do tempo.





Fonte: Autoria Própria (2023).

Os resultados apresentados na Figura 25 indicam que há sedimentação de sólidos, onde há formação de gotas maiores com a fase contínua de olefina que preferencialmente por sua menor densidade entre os compostos da emulsão se concentra no topo da proveta, indicando quebra de emulsão. É possível observar o volume de sobrenadante variando ao longo do tempo de maneira logarítmica, ao se comparar com o volume final observado no laboratório de 9,7334 cm³ obtivemos um resultado muito satisfatório.

Apresenta na Equação (5), foi ajustado um modelo matemático para a curva da Figura 25 a fim de se estipular um tempo de tratamento de imagem mais adequado para o fenômeno observado.

$$V = 2,1862\ln(t) + 4,3673 \tag{5}$$

onde V é o volume em cm³ e t é o tempo em horas, a equação possui o coeficiente de correlação de Pearson (R²) de 0,9362.

5 CONCLUSÃO

Neste capítulo estão apresentadas as conclusões acerca dos experimentos realizados.

- No teste de densidade, observou-se que, embora a reologia do fluido tenha sido modificada, a relação entre massa e volume permaneceu praticamente inalterada, mantendo-se em valores próximos a 1,2 g/ cm³, indicando que durante o envelhecimento térmico não houve a perca de massa, ou seja não houve nenhum vazamento de gás do reator utilizado para a o envelhecimento térmico, isso é um indicativo que a unidade experimental está trabalhando de forma correta.
- No teste de reologia é possível observar que os parâmetros da regressão não linear do modelo de Herschel-Bulckley não apresentaram diferença estatisca significativa entre o fluido original e tratado. Ao analisar o índice de consistência (K) e a tensão limite (τ_y), nota-se um aumento para o fluido tratado, esse aumento indica que na condição de falha o fluido adotou um comportamento mais pseudoplástico, sendo necessária uma maior taxa de cisalhamento para o fluido começar a escoar e um aumentando de resistência do fluido ao fluxo quando a taxa de deformação é aplicada.
- A partir das análises termogravimétricas, pode-se constatar que há uma alta distinção na composição do fluido tratado, indicando que houve a quebra de emulsão, com relação a proveta, no topo da amostra encontra-se um maior volume de olefina, na fase intermediaria da amostra encontra-se um maior volume de salmoura, e no fundo da amostra encontra-se majoritariamente sólidos orgânicos.
- No teste de proveta com tratamento de imagem pode-se observar que há o fenômeno de sedimentação, onde há formação de gotas maiores com a fase contínua de olefina que preferencialmente por sua menor densidade entre os compostos da emulsão se concentra no topo da proveta. É possível observar o volume de sobrenadante variando ao longo do tempo de maneira

 logarítmica, ao se comparar com o volume final observado no laboratório de 9,7334 cm³ obtivemos resultados muito satisfatórios. O modelo matemático ajustado nesse trabalho tem como objetivo prever o tempo total gasto para toda a olefina se concentrar na região de sobrenadante, sendo possível deixar indicado para próximos trabalhos, um tempo de tratamento de imagem mais preciso para esse fenômeno.

Sugestões para melhoria do experimento de proveta:

- A fim de mitigar erros de calibração do software, indica-se instalar uma webcam na unidade experimental, de modo a ficar fixa e, também ser possível fazer a análise em tempo real, evitando arquivos de vídeo muito pesados.
- Sugere-se também que dentro da unidade experimental fixe-se uma base com encaixe para a proveta, de modo a ficar sempre encaixada na mesma posição e evitar erros experimentais.
- Aumentar o tempo de tratamento de imagem para se obter um modelo matemático mais preciso do fenômeno estudado, tempo sugerido 168 horas.

REFERÊNCIAS

ABDUO, M. I.; DAHAB, A. S.; ABUSEDA, H.; ABDULAZIZ, A. M.; ELHOSSIENY, M. S.; Comparative study of using Water-Based mud containing Multiwall Carbon Nanotubes versus Oil-Based mud in HPHT fields. Egyptian Journal of Petroleum, 2015.

AMORIM, Luciana Viana; et al. P&D em emulsões e fluidos de perfuração olefínicos e avaliação da sua contaminação por sólidos finos e evaporitos. Relatório Técnico Parcial N° 07. Universidade Federal de Campina Grande, Paraíba, 2021.

APOSTOLIDOU, Christina; SARRIS, Ernestos; GEORGAKOPOULOS, Andreas. Dynamic thermal aging of water-based drilling fluids with different types of low-rank coals as environmental friendly shear thinning additives. Journal of Petroleum Science and Engineering. School of Geology, Department of Minerology-Petrology-Economic Geology, Aristotle University of Thessaloniki (AUTH), Greece, 2021.

ARAÚJO, J.M.A. Química de Alimentos – Teoria e Prática. 2ª ed Viçosa: UFV, 2001. ATKINS, P., & JONES, L. (2010). Princípios de Química (5ª ed.). Porto Alegre: Bookman.

BINKS, B. P. Modern Aspects of Emulsion Science. Department of chemistry, University of hull, UK.

CHEN, G.; TAO, D. An experimental study of stability of oil - water emulsion. Fuel Processing Technology, v. 86, p. 499-508, 2004.

DARLEY, H. C. H.; GRAY, G. R. Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids. 5. ed. USA: Butterworth-Heinemann, 1988.

ERDEY, Lásló; KOLTAI, András. Encyclopedia of Analytical Chemistry: Applications, Theory and Instrumentation. 2008, John Wiley & Sons.

GHADERI, Aref; DARGAZANY, Roozbeh. Modeling the burning of polymer matrix:training collocation physics-informed neural network. 2022, Columbus: [s.n.], 2022.

HERSCHEL, Winslow H.; BULKLEY, Ronald. Konsistenzmessungen von Gummi Benzollösungen. *Kolloid-Zeitschrift*, v. 39, n. 4, p. 291–300, ago. 1926. Disponível em: http://link.springer.com/10.1007/BF01432034>.

ISO 3507. Pyknometer. Laboratory Glassware, 1999.

J.J. AZAR & G. ROBELLO SAMUEL. Drilling Engineering. PennWell Corporation, Tulsa University ,1937.

KUMAR, R.; KUMAR, M.S.; MAHADEVAN, N. Multiple Emulsions: A Review. International Journal of Recent Advances in Pharmaceutical Research, 2012.LUMMUS, J. L.; AZAR, J. J. Drilling fluids optimization: a practical field approach. PennWell Pub. Co., 1986.

MACHADO, J. C. V. Reologia e Escoamento de Fluidos – Ênfase na Indústria do Petróleo, ed. Interciência, 2002^a.

MEZGER, T. A little course in rheology, Stuttgart, Physica, 1998.

NASCIMENTO, R.C.A.M. et al. Avaliação da eficiência de inibidores de argilas expansivas para uso em fluidos de perfuração. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.4, n.2, p.12-19, 2009.

POSSA, M. V. Reologia no tratamento de minérios. In: Luz, A. B., Sampaio, J. A. e Almeida, S. L. M. (Ed.). Tratamento de minérios. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004, p.535-568.

R. B. PRIME; J. D. MENCZEL; H. E. BAIR; S. VYAZOVKIN; P. K. GALLAGHER A. Riga, in Thermal Analysis of Polymers: Fundamentals and Applications (Eds: J. D. Menczel, R. B. Prime), Wiley, Hoboken, NJ 2009, p. 241

S. VYAZOVKIN; A. K. BURNHAM, J. M. Criado, L. A. PérezMaqueda, C. Popescu, N. Sbirrazzuoli, Thermochim. Acta 2011, 520, 1.

SAADATKHAH N; CARILLO Garcia A; ACKERMANN S; et al. Experimental methods in chemical engineering: Thermogravimetric analysis—TGA. Can J Chem Eng. 2020;98:34–43. <u>https://doi.org/10.1002/cjce. 23673</u>

SANTOS, Jéssica Marina dos; *Otimização do processo em batelada de descontaminação de cascalho de perfuração via aquecimento por micro-ondas*.2018. 110p. Tese de Doutorado - Universidade Federal de Uberlândia, Minas Gerais.

SKOOG, D. A.; WEST, D. M.; HOLLER F. J.; CROUCH S. R. Fundamentals of Analytical Chemistry. 2013, Cengage Learning.

TADROS, F. Thawat. Emulsions Formation, Stability, Industrial Applications. Deutsche Nationalbibliothek, 2016.

YERGIN, Daniel. The Prize: The Epic Quest for Oil, Money and Power. Simon & Schuster; Universidade de Michigan, 1991.

YIN, Dezhong *et al.* Microencapsulation of hexadecane by surface-initiated atom transfer radical polymerization on a Pickering stabilizer. *New Journal of Chemistry*, v. 39, n. 1, p. 85–89, 2015. Disponível em: http://xlink.rsc.org/?DOI=C4NJ01533A>.