



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA**  
**FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA**  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



**ESTUDO DA ESTABILIDADE DE FLUIDO DE PERFURAÇÃO DE  
BASE OLEFÍNICA EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE  
TEMPERATURA E TEMPO DE ENVELHECIMENTO**

GABRIEL REIS SIMPLÍCIO DE SOUZA

Uberlândia - MG

2024



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA**  
**FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA**  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



**ESTUDO DA ESTABILIDADE DE FLUIDO DE PERFURAÇÃO DE  
BASE OLEFÍNICA EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE  
TEMPERATURA E TEMPO DE ENVELHECIMENTO**

Gabriel Reis Simplício de Souza

Orientador: Prof. Dr. Claudio Roberto Duarte

Coorientadora: Profa. Dra. Marina Seixas Pereira

Dissertação submetida ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química;

Uberlândia - MG

2024

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

---

S729e  
2024 Souza, Gabriel Reis Simplicio de, 1998-  
Estudo da estabilidade de fluido de perfuração de base olefínica em diferentes condições de temperatura e tempo de envelhecimento [recurso eletrônico] / Gabriel Reis Simplicio de Souza. - 2024.

Orientador: Cláudio Roberto Duarte.

Coorientadora: Marina Seixas Pereira.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-graduação em Engenharia Química.

Modo de acesso: Internet.

Disponível em: <http://doi.org/10.14393/ufu.di.2024.5091>

Inclui bibliografia.

Inclui ilustrações.

1. Engenharia Química. I. Duarte, Cláudio Roberto, 1975-, (Orient.). II. Pereira, Marina Seixas, 1985-, (Coorient.). III. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-graduação em Engenharia Química. IV. Título.

---

CDU: 66.0

André Carlos Francisco  
Bibliotecário Documentalista - CRB-6/3408



## UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química  
Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1K, Sala 206 - Bairro Santa Mônica, Uberlândia-MG, CEP 38400-902  
Telefone: (34)3239-4249 - www.ppgeq.feq.ufu.br - secppgeq@feq.ufu.br



### ATA DE DEFESA - PÓS-GRADUAÇÃO

Programa de Pós-graduação em:	Engenharia Química				
Defesa de:	Mestrado Acadêmico, 4/2024, PPGEQ				
Data:	12 de julho de 2024	Hora de início:	8:30	Hora de encerramento:	10:40
Matrícula do Discente:	12222EQU005				
Nome do Discente:	Gabriel Reis Simplicio de Souza				
Título do Trabalho:	Estudo da estabilidade de fluido de perfuração de base olefínica em diferentes condições de temperatura e tempo de envelhecimento				
Área de concentração:	Desenvolvimento de Processos Químicos				
Linha de pesquisa:	Processos de Separação				
Projeto de Pesquisa de vinculação:	Desenvolvimento e análises de fluidos de perfuração de poços de petróleo e gás				
ODS-ONU:	ODS 9 – Indústria, Inovação e Infraestrutura				

Reuniu-se por meio de webconferência, a Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, assim composta: Doutor: Heitor Otacílio Nogueira Altino - PPD/FEQUI/UFU e Professores Doutores: Irineu Petri Júnior - PPGEQ/UFLA, Fábio de Oliveira Arouca - PPGEQ/UFU, Marcos Antônio de Souza Barrozo - PPGEQ/UFU, Marina Seixas Pereira - PPGEQ/UFU, coorientadora, e Cláudio Roberto Duarte - PPGEQ/UFU, orientador do candidato.

Iniciando os trabalhos o presidente da mesa, Prof. Dr. Cláudio Roberto Duarte, apresentou a Comissão Examinadora e o candidato, agradeceu a presença do público, e concedeu ao discente a palavra para a exposição do seu trabalho. A duração da apresentação do discente e o tempo de arguição e resposta foram conforme as normas do Programa.

A seguir, o presidente concedeu a palavra, pela ordem sucessivamente aos examinadores, que passaram a arguir o candidato. Ultimada a arguição, que se desenvolveu dentro dos termos regimentais, a Banca, em sessão secreta, atribuiu o resultado final, considerando o candidato:

Aprovado

Esta defesa faz parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre.

O competente diploma será expedido após cumprimento dos demais requisitos, conforme as normas do Programa, a legislação pertinente e a regulamentação interna da UFU.

Nada mais havendo a tratar foram encerrados os trabalhos. Foi lavrada a presente ata que após lida e achada conforme foi assinada pela Banca Examinadora.



Documento assinado eletronicamente por **Claudio Roberto Duarte, Professor(a) do Magistério Superior**, em 12/07/2024, às 10:44, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---



Documento assinado eletronicamente por **Marcos Antonio de Souza Barrozo, Professor(a) do Magistério Superior**, em 12/07/2024, às 10:44, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---



Documento assinado eletronicamente por **Marina Seixas Pereira, Professor(a) do Magistério Superior**, em 12/07/2024, às 10:45, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---



Documento assinado eletronicamente por **Fabio de Oliveira Arouca, Professor(a) do Magistério Superior**, em 12/07/2024, às 10:46, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---



Documento assinado eletronicamente por **Heitor Otacílio Nogueira Altino, Usuário Externo**, em 12/07/2024, às 10:47, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---



Documento assinado eletronicamente por **Irineu Petri Júnior, Usuário Externo**, em 12/07/2024, às 10:48, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).

---



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://www.sei.ufu.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://www.sei.ufu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **5526645** e o código CRC **2ED5397D**.

---

Dedico este trabalho aos meus pais, Ilza e Elias,  
e aos meus irmãos, Johnathas e Darah.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus pelo dom da vida e por sua graça que me alcançou. E reconheço que a Ele seja a glória: *Soli Deo Glória*.

Aos meus pais, Elias Simplício de Souza e Ilza Maria dos Reis Simplício, e aos meus irmãos, Johnathas Reis Simplício de Souza e Darah Hemily Reis de Souza, pelo constante suporte, amor e orações.

Ao meu orientador, Prof. Claudio Roberto Duarte, por sua orientação, apoio e palavras de encorajamento fundamentais para a conclusão deste trabalho.

À minha coorientadora, Profa. Marina Seixas Pereira, que sempre esteve presente quando precisei de ajuda e foi fundamental para meu crescimento acadêmico.

Ao meu amigo e colega de laboratório, Heitor Otacílio Nogueira Altino, pelo apoio, orientação e contribuição essencial para a execução deste trabalho, assim como à sua esposa, Sarah Arvelos Altino, por incentivar meu ingresso no programa de pós-graduação e sua orientação durante a graduação.

Aos demais professores que colaboraram para a finalização deste trabalho, em especial ao Prof. Marcos Antônio Barrozo pelo suporte e ao Prof. Fábio de Oliveira por ter permitido o uso de seu laboratório.

Um agradecimento especial aos amigos e colegas Flávia Marques Fagundes, Ana Gabriela Bueno Alves, Victor Borges Zema Rosa e José Alair Santana Júnior pelo auxílio durante o desenvolvimento deste trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e empresa Petróleo Brasileiro S.A. (Petrobras®) por todo apoio financeiro e técnico durante o desenvolvimento deste trabalho.

*“O universo é como um amendoim no bolso de Deus.  
Não é nada comparado ao Seu valor e Glória infinita.”*

(John Piper)



## RESUMO

Um aspecto crucial no processo de perfuração é o uso do fluido de perfuração, que desempenha funções essenciais para a execução eficaz desse processo. Em determinadas circunstâncias, o fluido pode permanecer estático sob diversas condições de temperatura, pressão e tempo, como durante manutenções, armazenamento e condições de confinamento. No entanto, essas condições podem comprometer suas propriedades fundamentais. Avaliar o impacto dessas diferentes condições nas propriedades do fluido é crucial para garantir a segurança e eficiência das operações de perfuração. Este trabalho teve como objetivo realizar testes de envelhecimento acelerado em um fluido de base olefínica, formulado como emulsão inversa, para avaliar suas alterações em altas temperaturas (até 150 °C) e períodos prolongados de envelhecimento (até 168 horas). Para isso, foi desenvolvido um equipamento específico para executar esses testes, incluindo um misturador de baixa rotação e um aparato de aquisição de imagens, que contribuíram para o estudo. As análises realizadas abrangeram reologia, densidade, estabilidade e volume de filtrado do fluido após o envelhecimento. Os resultados indicaram que o equipamento desenvolvido permitiu a condução satisfatória dos testes de envelhecimento. Foi observado que o aumento da temperatura e do tempo de envelhecimento impactaram significativamente as propriedades reológicas, reduzindo a tensão limite de escoamento e o índice da lei de potência, enquanto o índice de consistência e a viscosidade aparente aumentaram consideravelmente, sendo a temperatura o fator mais influente em todos os casos. Além disso, condições como 150 °C por 96 horas e 142,7 °C por 45 e 147 horas foram suficientes para causar a quebra da emulsão. A quebra da emulsão pode estar associada à degradação térmica dos emulsificantes. O aparato de aquisição de imagens conseguiu, de forma satisfatória, indicar que o envelhecimento acelerado contribui para a separação da olefina da emulsão mais rapidamente do que quando não envelhecido. A temperatura e o tempo também influenciaram o volume de filtrado, com a temperatura reduzindo e o tempo aumentando esse volume. Concluiu-se ainda que a mistura pós-envelhecimento impacta significativamente nas análises, destacando a importância da homogeneização a baixas rotações e baixo cisalhamento para a caracterização da estabilidade da emulsão. Por fim, os resultados demonstraram que certas condições podem levar à necessidade de substituição ou adequação desse fluido em casos reais de perfuração.

**Palavras-chave:** Envelhecimento térmico estático; Fluido de Perfuração Sintético; Reologia; Emulsão Inversa.

## ABSTRACT

A crucial aspect of the drilling process is the use of drilling fluid, which performs essential functions for the effective execution of this process. Under certain circumstances, the fluid may remain static under various conditions of temperature, pressure, and time, such as during maintenance, storage, and confinement conditions. However, these conditions can compromise its fundamental properties. Evaluating the impact of these different conditions on the fluid's properties is crucial to ensuring the safety and efficiency of drilling operations. This study aimed to conduct accelerated aging tests on an olefin-based fluid, formulated as an inverse emulsion, to evaluate its changes at high temperatures (up to 150 °C) and prolonged aging periods (up to 168 hours). For this purpose, specific equipment was developed to carry out these tests, including a low-speed mixer and an image acquisition device, which contributed to the study. The analyses covered rheology, density, stability, and filtrate volume of the fluid after aging. The results indicated that the developed equipment allowed for satisfactory aging tests. It was observed that the increase in temperature and aging time significantly impacted the rheological properties, reducing the yield stress and the power law index, while the consistency index and apparent viscosity increased considerably, with temperature being the most influential factor in all cases. Additionally, conditions such as 150 °C for 96 hours and 142.7 °C for 45 and 147 hours were sufficient to cause emulsion breakdown. The emulsion breakdown may be associated with the thermal degradation of the emulsifiers. The image acquisition device was able, in a satisfactory manner, to indicate that accelerated aging contributes to the separation of olefin from the emulsion more quickly than when not aged. Temperature and time also influenced the filtrate volume, with temperature reducing and time increasing this volume. It was also concluded that post-aging mixing significantly impacts the analyses, highlighting the importance of homogenization at low rotations and low shear for characterizing the emulsion's stability. Finally, the results demonstrated that certain conditions might lead to the need for replacement or adjustment of this fluid in real drilling cases.

**Keywords:** Static thermal aging; Synthetic Drilling Fluid; Rheology; Reverse emulsion

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Estrutura, divisão e interligação entre os capítulos da dissertação. ....	18
Figura 2.1 – Sistema de circulação de fluidos de perfuração em uma plataforma terrestre. ....	15
Figura 2.2 – Funções básicas do fluido de perfuração. ....	17
Figura 2.3 – Composição de fluidos de perfuração à base de água em porcentagem mássica. ....	18
Figura 2.4 – Classificação dos fluidos de perfuração à base de água. ....	19
Figura 2.5 – Composição de fluidos de perfuração de base não aquosa em porcentagem mássica. ....	20
Figura 2.6 – Comportamento das micelas em um fluido pseudoplásticos. ....	23
Figura 2.7 – Perda de Circulação (a) Sem aditivo (b) Com aditivo ....	25
Figura 2.8 – Classificação das emulsões (a) óleo/água (b) água/óleo (c) água/óleo/água (d) óleo/água/óleo. ....	29
Figura 2.9 – Mecanismos de desestabilização de emulsões (a) cremação, (b) sedimentação, (c) floculação, (d) inversão de fases, (e) amadurecimento de Ostwald e (f) coalescência. ....	31
Figura 2.10 – Janela de Operação de uma perfuração. ....	33
Figura 2.11 – Ilustração esquemática do fluxo unidirecional de cisalhamento simples. ....	37
Figura 2.12 – Perfil de Fluxo: (a) Laminar e (b) Turbulento. ....	38
Figura 2.13 – Tipos de regimes de escoamento: (a) fluxo empistonado, (b) zona de transição, (c) fluxo laminar, (d) fluxo turbulento. ....	39
Figura 2.14 – Curvas de consistência ideais para modelos de fluxo comuns. ....	39
Figura 2.15 – Curvas de consistência pelo modelo de Power Law (a) fluido pseudoplastico e (b) fluido dilatante. ....	42
Figura 2.16 – Curva de consistência pelo modelo de Herschel-Bulkley. ....	43
Figura 2.17 – Classificação das diferentes condições de temperatura e pressão de um poço. ....	44
Figura 3.1 – Projeto da Unidade de Envelhecimento de Fluidos de Perfuração. ....	50
Figura 3.2 – Reator para envelhecimento de fluidos de perfuração. ....	50
Figura 3.3 – Supervisório da unidade de envelhecimento de fluidos de perfuração. ....	51
Figura 3.4 – Foto da Unidade de Envelhecimento de Fluidos de Perfuração. ....	52
Figura 3.5 – Teste de comportamento de Pressão e Temperatura ao longo do tempo para água. ....	53
Figura 3.6 – Fluxograma de fabricação do fluido de perfuração. ....	55
Figura 3.7 – Fluxograma da metodologia adotada nos pré-testes. ....	56

Figura 3.8 – (a) Reômetro Brookfield R/S Plus em conjunto com banho termostático TC-602	
(b) Spindle coaxial CC-40. ....	56
Figura 3.9 – Termogravímetro DTG-60H. ....	57
Figura 3.10 – Comportamento da temperatura ao longo do tempo de teste. ....	58
Figura 3.11 – Comportamento da pressão ao longo do tempo de teste. ....	59
Figura 3.12 – Influência da temperatura de envelhecimento nas fases observadas depois da centrifugação do fluido envelhecido. ....	60
Figura 3.13 – Curvas termogravimétrica (TGA) (a) e termogravimétrica derivada (DTG) (b) da fase (a) observada na Figura 3.12. ....	61
Figura 3.14 – Curvas termogravimétrica (TGA) (a) e termogravimétrica derivada (DTG) (b) da fase (c) observada na Figura 3.12. ....	62
Figura 3.15 – Curvas termogravimétrica (TGA) (a) e termogravimétrica derivada (DTG) (b) do fluido de perfuração envelhecido em diferentes temperaturas durante 48 h de teste. ....	63
Figura 3.16 – Curvas termogravimétrica (TGA) (a) e termogravimétrica derivada (DTG) (b) dos principais reagentes utilizados na preparação do fluido de perfuração. ....	64
Figura 3.17 – Influência da temperatura de envelhecimento no comportamento reológico do fluido de perfuração. ....	66
Figura 3.18 – Influência do envelhecimento acelerado em diferentes condições na viscosidade aparente a altas taxas de cisalhamento do fluido de perfuração. ....	68
Figura 3.19 – Influência do envelhecimento acelerado em diferentes condições na densidade do fluido de perfuração. ....	68
Figura 4.1 – Fluxograma de análises pós envelhecimento. ....	70
Figura 4.2 – Fluxograma de fabricação do fluido de perfuração com a adição de alto cisalhamento na etapa final. ....	71
Figura 4.3 – Presença de sal no fluido após fabricação. ....	72
Figura 4.4 – Foto durante a fabricação do fluido imerso em um banho térmico. ....	72
Figura 4.5 – Curvas de consistência do fluido de perfuração original com a adição de emulsificantes em excesso: (a) Tensão de Cisalhamento e (b) Viscosidade Aparente. ....	73
Figura 4.6 – Fluido envelhecido na temperatura de 142,7 °C durante 147 horas: (a) vista superior do reator, (b) esquema de fluido desestabilizado. ....	75
Figura 4.7 – Misturador de Fluido de Perfuração Envelhecido. ....	76
Figura 4.8 – Amostragem do Fluido Envelhecido. ....	77
Figura 4.9 – Curvas de Termogravimetria (TGA) das amostras após a mistura com diferentes números de giros. ....	79

Figura 4.10 – Balança de Lama. ....	80
Figura 4.11 – (a) Parte exterior do aparato (b) Parte interior. ....	81
Figura 4.12 – Filtro HTHP OFITE. ....	82
Figura 4.13 – Vista superior do reator com acúmulo da fase orgânica na flange após ensaio de envelhecimento. ....	85
Figura 4.14 – Influência das diferentes condições de tempo e temperatura no aspecto do fluido de perfuração. ....	86
Figura 4.15 – Réplicas das curvas de consistência do Experimento 3 (142,7 °C durante 45 horas). ....	87
Figura 4.16 – Sedimentação de sólidos durante a caracterização da reologia do fluido envelhecido: (a) antes da análise, (b) após as análises, (c) fundo do copo do reômetro após as análises. ....	88
Figura 4.17 – Curvas de consistência dos fluidos de perfuração envelhecidos sob diferentes condições de temperatura e tempo de envelhecimento. ....	89
Figura 4.18 – Superfícies de resposta para: (a) Tensão Limite de escoamento (b) Índice de Consistência (c) e Índice da Lei de Potência. ....	93
Figura 4.19 – Superfície de Resposta para a viscosidade aparente. ....	98
Figura 4.20 – Influência da temperatura e do tempo de envelhecimento na densidade do fluido de perfuração. ....	99
Figura 4.21 – Volume de olefina do fluido original ao longo do tempo. ....	99
Figura 4.22 – Volume de olefina ao longo do tempo pós envelhecimento a 125 °C e diferentes tempos. ....	101
Figura 4.23 – Volume de olefina ao longo do tempo pós envelhecimento durante 96 horas em diferentes temperaturas. ....	102
Figura 4.24 – Superfície de resposta dos testes de proveta em função da temperatura e tempo de envelhecimento. ....	105
Figura 4.25 – Imagens de estabilidade antes e após 12 horas de teste para: (a) Exp. 6 [150 °C   96 h] e (b) Exp. 1 [107,3 °C   45 h] ....	106
Figura 4.26 – Influência da temperatura e tempo de envelhecimento no aparecimento de salmoura após ensaio de estabilidade. ....	107
Figura 4.27 – Superfície de resposta do volume de filtrado em função da temperatura e tempo de envelhecimento. ....	110
Figura A.1 – Projeto da Pá de Mistura ....	126
Figura B.1 – Diagrama esquemático do Misturador de baixa rotação ....	127

Figura E.1 – Gráficos da aquisição de dados de temperatura e pressão da unidade de envelhecimento durante os ensaios do planejamento experimental. ....	136
Figura F.1 – Curvas de Viscosidade em diferentes Temperaturas e Tempos de Envelhecimento. ....	138
Figura G.1 – Volume de Olefina ao longo de 12 horas após envelhecimento em diferentes temperaturas e tempo de envelhecimento. ....	139

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Principais características das bases orgânicas mais utilizadas .....	21
Tabela 3.1 – Composição química do fluido de perfuração sintético 60/40. ....	54
Tabela 3.2 – Influência das condições de envelhecimento nos parâmetros do modelo Herschel-Bulkley. ....	67
Tabela 4.1 – Temperaturas e tempos usados nos experimentos. ....	83
Tabela 4.2 – Planejamento Composto Central completo codificado. ....	83
Tabela 4.3 – Resultado dos ajustes do modelo de Herschel-Bulkley em diferentes condições de envelhecimento. ....	91
Tabela 4.4 – Resultado da viscosidade aparente a altas taxas de cisalhamento ( $800-1000 \text{ s}^{-1}$ ) em diferentes condições de envelhecimento. ....	97
Tabela 4.5 – Resultado dos testes de proveta após 12 horas em diferentes condições de envelhecimento. ....	104
Tabela 4.6 – Volume de Filtrado obtido após diferentes condições de temperatura e tempo de envelhecimento. ....	109
Tabela H.1 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro $\tau_0$ (Equação 5.1). ....	140
Tabela H.2 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro K (Equação 5.2). ....	140
Tabela H.3 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro n (Equação 5.3). ....	140
Tabela H.4 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro $\eta_a$ (Equação 5.4). ....	141
Tabela H.5 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro $V_{12h}$ (Equação 5.6). ....	141
Tabela H.6 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro $V_F$ (Equação 5.7). ....	141

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\eta$	Viscosidade aparente	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-1}]$
$\eta_a$	Viscosidade aparente a altas taxas de cisalhamento	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-1}]$
$\mu$	Viscosidade dinâmica	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-1}]$
$\mu_p$	Viscosidade plástica	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-1}]$
$\tau$	Tensão cisalhante	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-1}]$
$\tau_o$	Tensão limite de escoamento	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-1}]$
$K$	Índice de consistência	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-1}]$
$n$	Índice de comportamento de fluxo	$[-]$
$\rho$	Densidade	$[\text{ML}^{-3}]$
$V_{12h}$	Volume de sobrenadante após 12 horas	$[\text{L}^3]$
$V_F$	Volume de Filtrado	$[\text{L}^3]$
$X_T$	Variável codificada de Temperatura	$[-]$
$X_t$	Variável codificada de Tempo	$[-]$



## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>14</b>
1.1	Objetivo geral .....	16
1.2	Objetivos específicos .....	16
1.3	Apresentação do trabalho .....	17
<b>2</b>	<b>FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....</b>	<b>14</b>
2.1	Fluidos de Perfuração .....	14
2.1.1	Definição .....	14
2.1.2	Funções do fluido de perfuração .....	16
2.1.3	Tipos de fluidos de perfuração .....	17
2.1.4	Emulsão .....	29
2.1.5	Estabilidade de emulsões.....	30
2.1.6	Propriedades dos fluidos de perfuração.....	32
2.2	Fundamentos da Reologia de Fluidos.....	36
2.2.1	Regimes de escoamento.....	37
2.2.2	Fluidos newtonianos .....	40
2.2.3	Fluidos não-newtonianos .....	40
2.3	Efeitos das Condições de Temperatura e Pressão nas Propriedades dos Fluidos de Perfuração .....	43
2.3.1	Testes de vida acelerados .....	46
2.3.2	Processo de envelhecimento de fluidos de perfuração .....	47
<b>3</b>	<b>TESTES PRELIMINARES DE ENVELHECIMENTO ACELERADO.....</b>	<b>49</b>
3.1	Unidade Experimental .....	49
3.1.1	Teste de vazamento .....	52
3.2	Fabricação do Fluido de Perfuração .....	54
3.3	Metodologia dos Testes Preliminares.....	55
3.3.1	Reologia.....	56
3.3.2	Densidade .....	57
3.3.3	Análise termogravimétrica .....	57
3.4	Resultados e Discussão.....	58

3.4.1	Comportamento da temperatura e pressão dos ensaios de envelhecimento .....	58
3.4.2	Separação de fases por centrifugação .....	59
3.4.3	TGA .....	61
3.4.4	Análise reológica .....	65
3.4.5	Densidade .....	68
3.5	Conclusões.....	68
<b>4</b>	<b>INVESTIGAÇÃO DO ENVELHECIMENTO ACELERADO .....</b>	<b>70</b>
4.1	Metodologia.....	70
4.1.1	Mudanças implementadas com base nos testes preliminares .....	70
4.1.2	Balança de lama.....	79
4.1.3	Adição de análises pós-homogeneização .....	80
4.1.4	Planejamento composto central (PCC).....	82
4.2	Resultados e Discussão.....	84
4.2.1	Comportamento de temperatura e pressão dos ensaios de envelhecimento .....	84
4.2.2	Reologia.....	87
4.2.3	Densidade .....	98
4.2.4	Estabilidade .....	99
4.2.5	Volume de Filtrado.....	108
4.3	Conclusões.....	111
4.4	Sugestões Para Trabalhos Futuros.....	113
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>114</b>
	<b>APÊNDICE A .....</b>	<b>126</b>
	<b>APÊNDICE B.....</b>	<b>127</b>
	<b>APÊNDICE C .....</b>	<b>128</b>
	<b>APÊNDICE D .....</b>	<b>131</b>
	<b>APÊNDICE E.....</b>	<b>136</b>
	<b>APÊNDICE F .....</b>	<b>138</b>
	<b>APÊNDICE G .....</b>	<b>139</b>
	<b>APÊNDICE H .....</b>	<b>140</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A indústria de exploração de petróleo tem sido um pilar fundamental para o desenvolvimento socioeconômico global, fornecendo uma grande parcela da energia necessária para o funcionamento das atividades humanas. Além disso, ela é responsável por uma ampla variedade de produtos, como lubrificantes, asfalto e uma vasta gama de produtos petroquímicos, que abrangem desde fertilizantes agrícolas até produtos farmacêuticos. Esses produtos são amplamente utilizados em todo o mundo, o que resulta em uma alta demanda no mercado. De acordo com o último relatório de médio prazo da *International Energy Agency* (IEA), prevê-se que a demanda global de petróleo aumente em 6% entre 2022 e 2028 (IEA, 2023). O Brasil é um dos países que se destacam na exploração de petróleo, ocupando uma posição importante como o oitavo maior produtor mundial em 2022. A maior parte das atividades de exploração no país está focada em reservatórios em águas profundas e ultraprofundas, que contêm a maior parte das nossas reservas de petróleo. Esse cenário tem impulsionado as atividades de perfuração, levando-as a alcançar profundidades cada vez maiores (EIA, 2023; PETROBRAS, 2023).

Durante as operações de perfuração de poços de petróleo, a broca aplica forças de fricção, corte e esmagamento sobre a formação rochosa. Para garantir o avanço contínuo da broca, é necessário remover os fragmentos de rocha até a superfície. Isso é alcançado com o uso de um fluido de perfuração. À medida que o fluido sai da broca, ele carrega os detritos e os transporta através do espaço anular do tubo de perfuração até a superfície. Esse fluido é recuperado por um sistema de controle de sólidos e é reutilizado no processo até que suas propriedades não sejam mais adequadas (IOGP, 2016). O fluido de perfuração desempenha outras importantes funções, como estabilizar as paredes do poço, manter a pressão hidrostática para evitar a entrada de fluidos indesejáveis e a perda de fluido para a formação, além de auxiliar no resfriamento e lubrificação da coluna de perfuração e da broca (Lyons, 2010).

No Brasil, os fluidos sintéticos têm sido amplamente adotados por diversos motivos, incluindo preocupações ambientais, uma vez que atendem aos requisitos de toxicidade e biodegradabilidade estabelecidos pelas regulamentações ambientais. (ASME, 2005; GONÇALVES, 2003). Em 2014, o Instituto Brasileiro de Meio Ambiente e Recursos Naturais (IBAMA) estabeleceu a utilização de olefinas como base orgânica para fluidos de perfuração. As olefinas são hidrocarbonetos que possuem uma dupla ligação em sua estrutura e são utilizadas por não conterem hidrocarbonetos aromáticos, os principais responsáveis pela

toxicidade dos fluidos de. Esses fluidos são emulsões em que uma fase aquosa é dispersa na fase contínua orgânica, formando uma emulsão água/óleo (A/O), também conhecida como emulsão inversa, à qual são adicionados outros reagentes. Além disso, essa formulação e a proporção da emulsão óleo/água são essenciais para alcançar um perfil reológico adequado para o processo de perfuração (FRIAÇA, 2020).

Para criar uma emulsão, é preciso fornecer energia a um sistema composto por dois fluidos imiscíveis, já que neste caso a mistura não ocorre de maneira espontânea de acordo com a termodinâmica. Geralmente, utiliza-se energia mecânica através de um misturador ou dispersor operando em alta velocidade, o qual provoca altas taxas de cisalhamento. Isso resulta no alongamento e fragmentação das gotas, formando gotículas menores que devem ser estabilizadas rapidamente para evitar a coalescência durante colisões posteriores. Para atingir esse objetivo, são introduzidas substâncias tensoativas, conhecidas como emulsificantes, que reduzem a tensão interfacial e retardam a separação das fases (GOODWIN, 2004; TIAN et al., 2022).

Apesar da adição de emulsificantes para estabilizar as gotas, o sistema emulsionado continua sendo termodinamicamente instável, mudando lentamente e de diferentes formas ao longo do tempo, a depender das características dos componentes utilizados e da forma de preparo. Diversos fenômenos estão envolvidos na modificação das propriedades da emulsão, tais como sedimentação, cremação, floculação, coalescência e, por fim, a quebra da emulsão e a separação de fases (GOODWIN, 2004). Essa quebra pode alterar significativamente as principais características do fluido de perfuração, especialmente suas propriedades reológicas. Portanto, é fundamental determinar a vida útil do fluido de perfuração para assegurar a segurança da operação, prevenir problemas, garantir eficiência econômica e obter o máximo desempenho do fluido (IOGP, 2016).

Para esse fim, podem ser utilizados testes de envelhecimento acelerado. Esses testes consistem em submeter uma amostra do fluido de perfuração a condições controladas de temperatura, durante um período determinado, com o objetivo de simular o envelhecimento acelerado em condições estáticas (sem agitação) ou dinâmicas (com agitação), e avaliar as mudanças nas propriedades do fluido (CAENN; DARLEY; GRAY, 2014). As condições estáticas são especialmente relevantes, pois o fluido de perfuração pode se encontrar nessa situação em casos reais, como durante a necessidade de manutenção de algum componente essencial para o processo de perfuração, armazenamento, sua presença na região anular, em contato com a coluna de revestimento e a parede do poço após a cimentação e em condições de abandono de poço.

As condições de alta temperatura e pressão aceleram a degradação do fluido, o que ao longo do tempo pode resultar em quebra da emulsão, alteração de características reológicas e mudanças físico-químicas prejudiciais ao desempenho do fluido (IOGP, 2016). No entanto, um dos primeiros passos para determinar a vida útil de um fluido de perfuração é analisar os fenômenos associados à quebra da emulsão e suas consequências nas propriedades físico-químicas.

Nesse contexto, o presente trabalho procurou investigar as mudanças físicas e químicas que ocorrem quando a emulsão inversa de um fluido de perfuração à base de olefina é rompida (quebra da emulsão), ou seja, determinar a vida útil de um fluido de perfuração e examinar os fenômenos que levam à essa quebra da emulsão em uma condição estática. Para alcançar esse objetivo, o fluido de perfuração foi submetido a ensaios de envelhecimento por diferentes tempos e temperaturas. Foram analisadas características físico-químicas do fluido, como viscosidade e densidade, bem como análises reológicas, volume de filtrado e estabilidade. Além disso, para investigar os fenômenos responsáveis pela quebra da emulsão, a análise termogravimétrica do fluido de perfuração envelhecido em diferentes condições e de seus componentes constituintes também foi realizada.

Portanto, a importância fundamental deste estudo reside em compreender o impacto real das altas condições de temperatura e tempo em um fluido em uma condição estática, cenários esses que são reais em processos de perfuração. Essa análise permite antecipar e mitigar problemas, otimizar o desempenho dos fluidos e desenvolver soluções avançadas, garantindo a eficiência, segurança e sustentabilidade das operações de perfuração de poços de petróleo.

## 1.1 Objetivo geral

O objetivo principal deste trabalho foi aprofundar os estudos da estabilidade de fluido de perfuração com base olefínica, utilizando-se do método de envelhecimento acelerado, em diferentes tempos e temperatura de envelhecimento, além de investigar as condições de quebra da emulsão e avaliar as alterações em suas propriedades físico-químicas.

## 1.2 Objetivos específicos

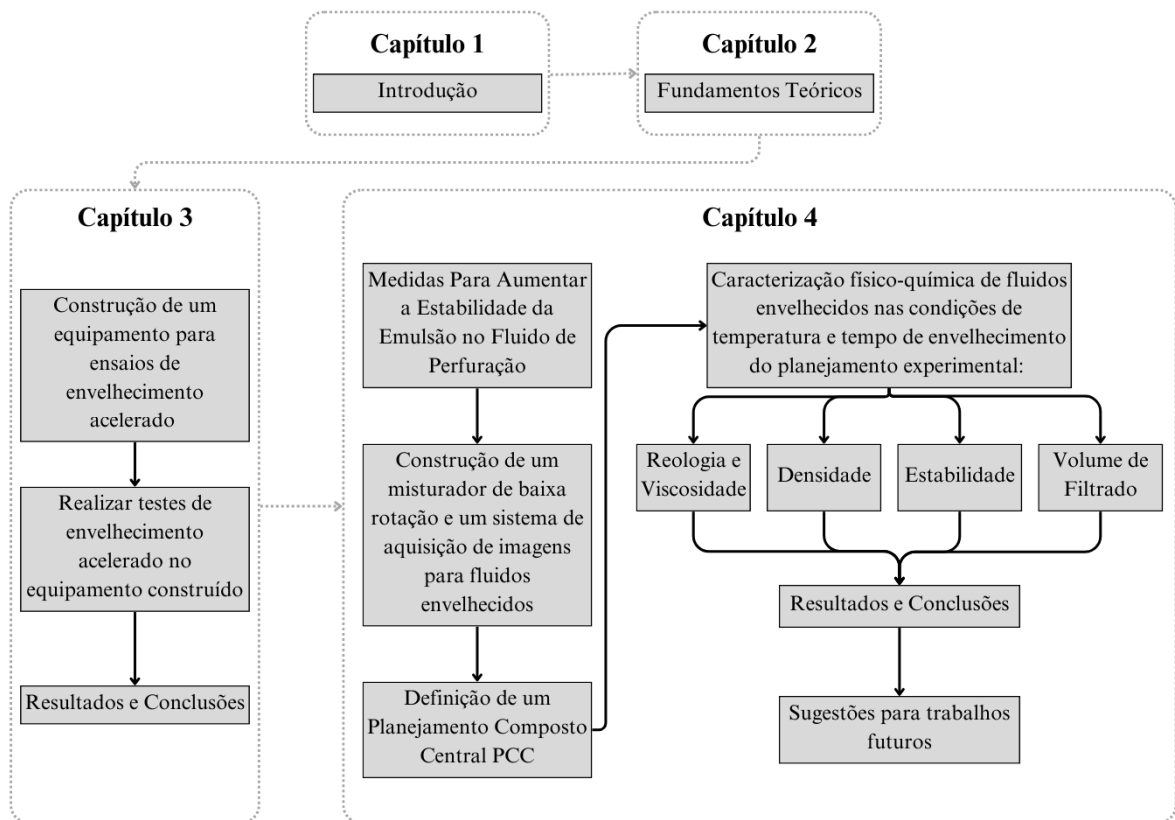
- Propor, projetar, construir e operar um aparato experimental que realize ensaios de envelhecimento acelerado com boa reprodutibilidade e segurança.

- Realizar testes de envelhecimento na unidade construída para definir os limites operacionais, identificar um intervalo no qual é possível observar uma quebra da emulsão, bem como elaborar uma explicação pela qual ocorreu. Com os resultados obtidos, possibilitar a definição de níveis para um planejamento experimental que será aplicado na etapa de investigação do envelhecimento.
- Desenvolver um sistema de mistura de baixa rotação para homogeneizar um fluido de perfuração envelhecido. Para isso, propor, projetar e construir um misturador que produza uma mistura homogênea com o menor tempo e velocidade necessários, contribuindo assim para minimizar o impacto dessa mistura na análise de estabilidade da emulsão.
- Desenvolver um aparato de aquisição de imagens, a fim de analisar a estabilidade da emulsão após o teste de envelhecimento acelerado.
- Obter equações empíricas que descrevam o impacto das condições de envelhecimento do fluido de perfuração em suas propriedades físico-químicas.

### 1.3 Apresentação do trabalho

A Figura 1.1 apresenta a estrutura de divisão e interligação entre os capítulos da dissertação. O desenvolvimento deste trabalho seguiu quatro capítulos principais. No Capítulo 1, realizou-se uma breve introdução ao tema de fluidos de perfuração, ao teste de envelhecimento acelerado, ao objetivo geral do trabalho e aos objetivos específicos. No Capítulo 2, foram apresentados os conceitos relevantes empregados na execução do trabalho. No Capítulo 3, foi descrita a construção de um equipamento para análises de envelhecimento acelerado, bem como testes para definir suas capacidades e limitações. Também foram realizados testes preliminares de envelhecimento em diferentes condições de temperatura e tempo, cujos resultados serviram para definir os passos futuros na investigação do envelhecimento acelerado de fluidos de perfuração. No Capítulo 4, foram realizadas uma série de medidas para fabricar um fluido de perfuração mais estável do que o utilizado anteriormente no Capítulo 3, além de adicionar análises para execução de um planejamento experimental. Para isso, foram construídos dois equipamentos: um misturador de baixa rotação e um aparato de aquisição de imagens. Neste capítulo, serão discutidas a motivação para a construção e a utilização desses equipamentos. Por fim, os resultados são discutidos e as conclusões apresentadas, além de serem feitas sugestões para trabalhos futuros.

Figura 1.1 – Estrutura, divisão e interligação entre os capítulos da dissertação.



Fonte: Autoria própria (2024).

## 2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Com o objetivo de realizar uma revisão bibliográfica abrangente sobre o estudo da estabilidade de fluidos de perfuração, este capítulo se propõe a analisar diversas fontes de referência que abordam as questões fundamentais relacionadas a este tema. Serão explorados diversos aspectos essenciais dos fluidos de perfuração. Inicialmente, discute-se a definição dos fluidos de perfuração, suas funções durante o processo de perfuração de poços e os diferentes tipos disponíveis. Também será abordado o conceito de emulsão e a importância da estabilidade dessas emulsões para o desempenho dos fluidos.

Em seguida, são apresentadas as propriedades reológicas dos fluidos de perfuração, incluindo os regimes de escoamento, a distinção entre fluidos Newtonianos e Não-Newtonianos, e sua aplicação prática em um processo de perfuração. Além disso, discute-se como as condições de temperatura e pressão afetam significativamente essas propriedades, com ênfase na realização de testes de envelhecimento acelerado dos fluidos de perfuração. Portanto, essa revisão proporcionará uma base sólida para aprofundar o conhecimento sobre o tema, apresentando uma abordagem ampla, detalhada e atualizada.

### 2.1 Fluidos de Perfuração

#### 2.1.1 Definição

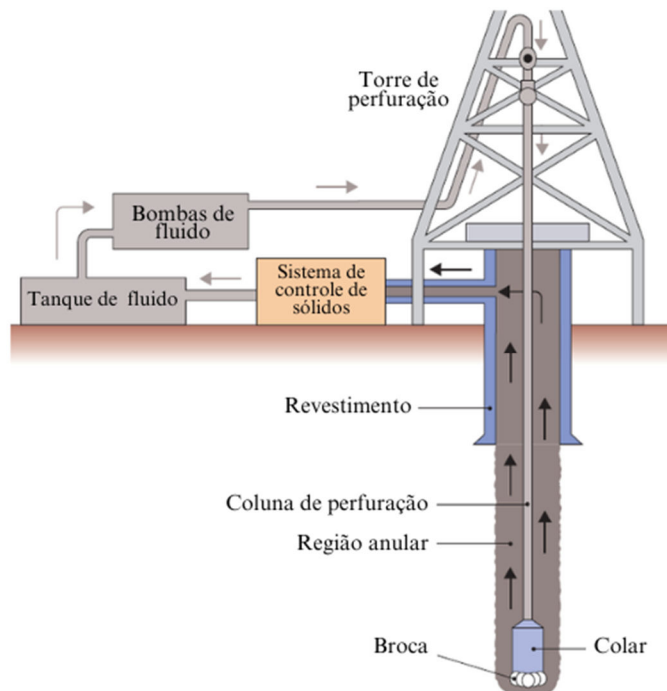
A origem dos fluidos de perfuração coincide com o início da perfuração rotativa, por volta de 1900. Naquela oportunidade, utilizava-se uma mistura de água e argila em circulação intermitente no poço, com o objetivo principal de transportar os cascalhos até a superfície e estabilizar as paredes do poço (Petrobras, 2011).

Diferentes autores possuem perspectivas variadas acerca dos fluidos de perfuração. O Instituto Americano de Petróleo (API) define fluido de perfuração como qualquer substância circulante que viabilize a operação de perfuração. Entretanto, autores como Thomas (2001) os conceituam como complexas misturas de sólidos, líquidos, produtos químicos e, em algumas ocasiões, até gases. Sob o ponto de vista químico, esses fluidos podem se manifestar como suspensões, dispersões coloidais ou emulsões, conforme o estado físico de seus componentes.



A Figura 2.1 ilustra esquematicamente um sistema de perfuração convencional e o ciclo do fluido de perfuração utilizado no processo de perfuração *onshore*.

Figura 2.1 – Sistema de circulação de fluidos de perfuração em uma plataforma terrestre.



Fonte: OGP/IPIECA (2009).

Geralmente, os fluidos de perfuração são reaproveitados até que suas características se tornem inadequadas para a etapa específica da operação de perfuração, para isso, o fluido retorna pelo espaço anular da coluna, chegando ao sistema de controle de sólidos, para a separação dos cascalhos e posteriormente tratado, para ser novamente bombeado para o poço. É o único componente do processo de construção do poço que permanece em contato com o poço durante toda a operação de perfuração. Os sistemas de fluido de perfuração são dimensionados e formulados para funcionar eficientemente sob as condições esperadas do poço (Lyons, 2010).

Assim, é desejável que o fluido apresente as seguintes características:

- Estável quimicamente;
- De fácil separação dos cascalhos na superfície;
- Aceite qualquer tratamento, físico e químico;
- Seja bombeável;
- Capacidade de manter os sólidos em suspensão quando estiver em repouso;

- Apresente baixo grau de corrosão e de abrasão em relação à coluna de perfuração e demais equipamentos do sistema de circulação;
- Apresente custo compatível com a operação.

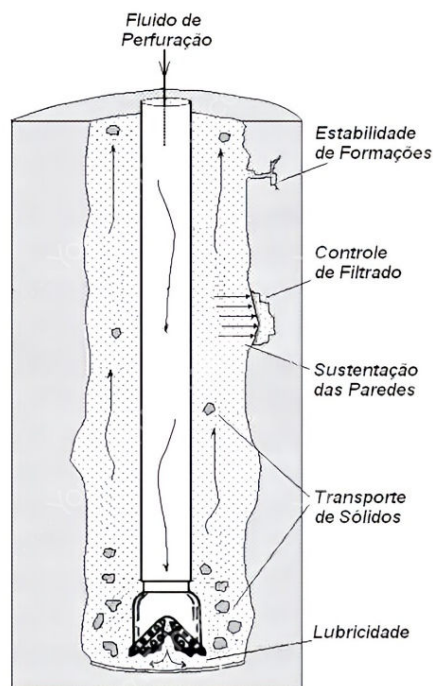
### 2.1.2 Funções do fluido de perfuração

Conforme mencionado por Caenn, Darley e Gray (2016), os fluidos de perfuração possuem múltiplas funções e requerem diversos atributos específicos. Historicamente, sua função inicialmente era apenas transportar os detritos gerados durante a perfuração do poço, entretanto, atualmente, eles desempenham diversas outras funções, a garantir uma perfuração eficiente e segura.

Segundo Caenn, Darley e Gray (2016), e IOGP (2016) é preferível que o fluido empregado possua as seguintes funções, algumas das quais são ilustradas na Figura 2.2:

- Auxilie na remoção dos cascalhos gerados pela broca e transportá-los até a superfície.
- Previna o influxo de fluidos - óleo, gás ou água - de rochas permeáveis penetradas e minimize a criação de fraturas na coluna de perfuração;
- Estabilize as paredes do poço, mecânica e quimicamente;
- Exerça pressão hidrostática sobre as formações, de modo a evitar o influxo de fluidos indesejáveis (*kick*) e estabilize as paredes do poço;
- Resfrie e lubrifique a coluna de perfuração.

Figura 2.2 – Funções básicas do fluido de perfuração.



Fonte: Geehan e Mckee (2000).

A função mais crítica que um fluido de perfuração desempenha é minimizar a concentração de detritos em torno da broca e em todo o poço. Ao fazer isso, se os detritos não forem removidos do fluido, ele rapidamente perde sua capacidade de limpar a ponta da broca e cria camadas espessas de sólidos. Para possibilitar a reciclagem e reutilização eficiente do fluido de perfuração no local, os detritos devem ser continuamente e eficientemente removidos (ASME, 2005).

Devido ao papel de extrema relevância que o fluido de perfuração desempenha no processo de perfuração, torna-se crucial garantir uma formulação adequada e a manutenção de suas características.

### 2.1.3 Tipos de fluidos de perfuração

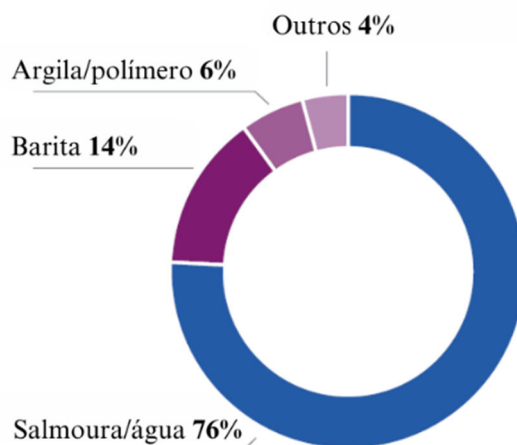
Segundo Caenn et al. (2016) os fluidos de perfuração são categorizados com base em sua composição, usando como critério o constituinte principal da fase contínua, ou seja, o componente mais significativo que forma a fase dispersante. Como resultado, eles podem ser classificados como fluidos à base de água, óleo, óleo sintético, gás ou ar. A escolha do tipo de fluido de perfuração considerado mais adequado para operação de perfuração do poço é baseada na avaliação de três fatores cruciais: custo, impacto ambiental e desempenho tecnológico.

### 2.1.3.1 Fluidos de base aquosa

Esses fluidos, conhecidos como fluidos de perfuração à base de água, são formulados tendo a água como componente principal, acompanhada por uma variedade de aditivos que desempenham funções específicas no processo de perfuração. A água, como meio de dispersão, é crucial para a incorporação de materiais coloidais, como argilas e polímeros, os quais são essenciais para o controle de propriedades reológicas, como viscosidade, limite de escoamento, forças de gelificação e filtrado. A Figura 2.3 ilustra as proporções típicas desses componentes na formulação do fluido.

Além de regular as propriedades do fluido, esses aditivos são fundamentais para garantir a eficiência na remoção dos sólidos gerados durante a perfuração. Essa remoção eficiente é crucial, pois previne o acúmulo de detritos no poço, o que poderia comprometer a operação. Adicionalmente, o controle preciso das propriedades reológicas e a remoção dos sólidos contribuem diretamente para a estabilização das paredes do poço, evitando colapsos e garantindo a integridade estrutural durante o processo de perfuração (ASME, 2005). Com essa combinação de componentes e aditivos, os fluidos à base de água oferecem uma solução balanceada e eficaz para as demandas exigentes das operações de perfuração.

Figura 2.3 – Composição de fluidos de perfuração à base de água em porcentagem mássica.



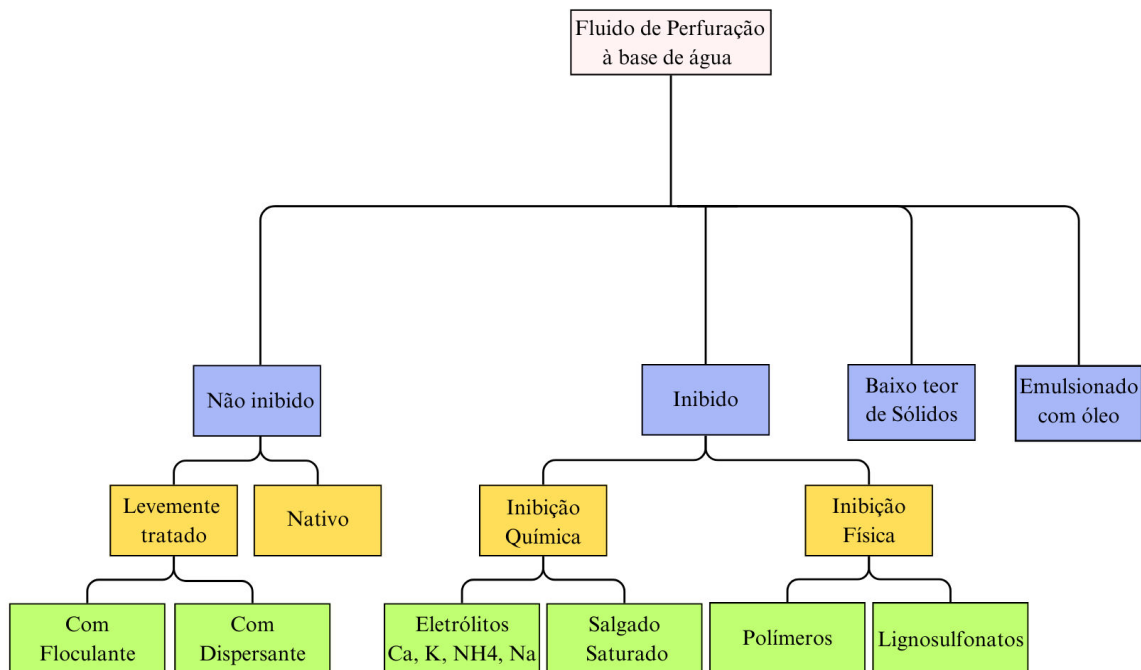
Fonte: OGP/IPIECA (2009).

De acordo com diferentes autores, os fluidos de base aquosa são categorizados de maneiras distintas. Segundo Petri (2017) os fluidos de base aquosa podem ser divididos em três subgrupos distintos. O primeiro é composto por Fluidos Argilosos, à base de água e contendo

argilas naturais e/ou industrializadas como agente viscosificante. O segundo subgrupo é dos Fluidos Poliméricos, com polímeros atuando como agentes viscosificantes e redutores de filtrado, adequados para perfuração de zonas de baixa a média reatividade. O terceiro subgrupo é dos Fluidos *Drill In*, também poliméricos, especialmente formulados para perfuração da zona de interesse com rebocos de fácil remoção e baixo potencial de dano, combinando características de fluido de perfuração e completação.

Em contraste, Thomas (2001) categoriza os fluidos à base de água de maneira diferente, identificando quatro tipos distintos, conforme ilustrado na Figura 2.4: fluidos inibidos, fluidos não inibidos, fluidos emulsionados com óleo e fluidos com baixo teor de sólidos. Os fluidos inibidos são empregados para perfurar rochas que têm uma reação química com a água doce. Nesses fluidos, são adicionados produtos químicos conhecidos como inibidores, cuja função é retardar efeitos indesejados, como expansibilidade e solubilidade. Por outro lado, os fluidos não inibidos são utilizados para perfurar camadas rochosas superficiais, sem a necessidade de controle químico específico. Além disso, os fluidos com baixo teor de sólidos têm a finalidade de melhorar a capacidade de penetração da broca, enquanto os fluidos emulsionados com óleo têm como objetivo evitar a perda de circulação nos poros das rochas.

Figura 2.4 – Classificação dos fluidos de perfuração à base de água.



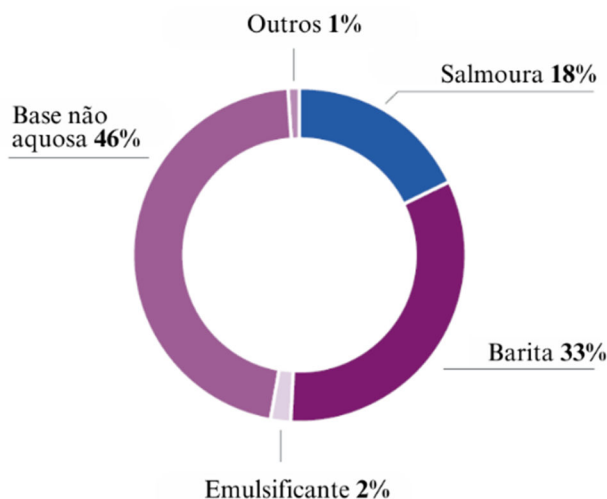
Fonte: Thomas (2001).

Os fluidos de base aquosa são amplamente utilizados na perfuração de poços, devido a várias vantagens, como custo reduzido em comparação com outros fluidos, menor impacto ambiental, baixa toxicidade e riscos à saúde, entre outros benefícios. Entretanto, segundo Schaffel (2002), a grande desvantagem dos fluidos de perfuração à base de água é que geralmente contêm argilas altamente hidrofílicas em sua composição, as quais reagem quimicamente com a água do fluido ou com lençóis d'água, resultando no inchamento das argilas. Esse fenômeno leva à intrusão de argila nos poros das formações cortadas pela broca, criando uma barreira que pode prejudicar o fluxo da produção de petróleo, além de causar instabilidade e perda de fluido para as formações.

### 2.1.3.2 Fluidos de base não aquosa

Os fluidos de perfuração de base não aquosa são emulsões em que a fase contínua é não aquosa, ou seja, insolúvel em água. Essa fase não aquosa é geralmente composta de óleo mineral, como diesel, óleo cru, ou óleo sintético, que pode incluir alcanos, olefinas e ésteres. A fase dispersa é normalmente constituída por um ou mais dos seguintes componentes: água doce ou salmoura, bem como alguns sólidos coloidais, tanto de natureza inorgânica quanto orgânica. As proporções típicas dessa emulsão variam entre 20% e 50% de componentes orgânicos, 10% a 20% de salmoura, 0% a 50% de material espessante (geralmente barita ou ilmenita) e menos de 5% em massa de outros aditivos (IOGP, 2016). A proporção mais comum pode ser visualizada na Figura 2.5.

Figura 2.5 – Composição de fluidos de perfuração de base não aquosa em porcentagem mássica.



Fonte: OGP/IPIECA (2009).

Normalmente, os fluidos de perfuração de base não aquosa são basicamente constituídos de: base orgânica, fase aquosa, emulsificantes/óleo molhantes, alcalinizantes, redutores de filtrado, viscosificantes/modificadores reológicos e adensantes. A seguir é apresentado a função de cada um desses componentes (Petrobras, 2011):

- Base orgânica;

Uma variedade de bases orgânicas pode ser utilizada na elaboração de fluidos de perfuração, como demonstrado na Tabela 2.1. É vantajoso que essas bases tenham baixa toxicidade e alta capacidade de biodegradação, em conformidade com as normas estabelecidas pelos órgãos reguladores ambientais ASME (2005). Além disso, a origem orgânica também influencia a estabilidade da emulsão inversa formada.

Tabela 2.1 – Principais características das bases orgânicas mais utilizadas.

Base orgânica	Origem	Toxicidade /Biodegradabilidade	Estabilidade	Custo	Aceitação dos órgãos ambientais
Diesel	Produto de refino	Alta/Baixa	Alta	Baixo	Baixa
Normal parafinas	Frações alifáticas do refino, hidrogenado	Baixa/Alta	Alta	Médio	Média
Parafinas	Produto de refino hidrogenado	Baixa/Média	Alta	Médio	Média
Iso-parafinas	Síntese a partir de hidrocarbonetos de cadeia curta	Baixa/Média	Alta	Médio	Média
Linear alfa parafinas	Síntese a partir de hidrocarbonetos de cadeia curta	Baixa/Média	Alta	Médio	Média
Olefinas internas	Síntese a partir de hidrocarbonetos de cadeia curta	Baixa/Alta	Alta	Alto	Alta
Ésteres metílicos e etílicos	Transesterificação a partir de óleos vegetais e metanol ou etanol	Baixa/Alta	Baixa	Baixo	Alta
Ésteres de cadeia longa	Esterificação a partir de ácidos orgânicos e álcoois de cadeia longa	Baixa/Alta	Média	Alto	Alta
Acetais	Di-eter proveniente de Síntese orgânica	Baixa/Alta	Média	Alto	Alta

Fonte: Adaptado de Petrobras (2011).

Com base nos dados fornecidos na Tabela 2.1, torna-se evidente porque a olefina interna é amplamente utilizada. Nota-se que, apesar de seu custo mais elevado, é a única base orgânica que atende aos critérios de baixa toxicidade, alta biodegradabilidade e aprovação pelos órgãos ambientais. É por essas razões que a n-parafina, anteriormente a mais utilizada, foi gradualmente descontinuada (LEE et al., 2015).

Segundo Gautam et al. (2022) os óleos minerais e diesel, que são combinações de óleos parafínicos, naftênicos e aromáticos geram toxicidade em fluidos de perfuração à base orgânica, principalmente devido à presença de compostos aromáticos. Esses óleos são prejudiciais ao meio ambiente, especialmente ao ambiente marinho em aplicações *offshore*. A eliminação do óleo mineral ou diesel como base orgânica reduz os riscos de poluição, diminui a toxicidade, reduz as propriedades irritantes e minimiza os riscos. Os fluidos à base de óleos naturais foram substituídos por diversos fluidos oleosos sintéticos, como olefinas  $\alpha$ -lineares, olefinas internas, poli- $\alpha$ -olefinas, éteres e ésteres, a fim de reduzir a toxicidade dos fluidos. Esses fluidos de perfuração à base de óleo sintético são biodegradáveis.

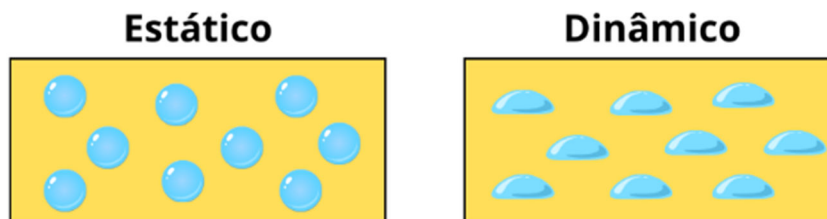
- Fase aquosa (salmoura);

As bases orgânicas apresentadas anteriormente possuem um comportamento reológico tipicamente newtoniano, ou seja, a viscosidade permanece constante, independente da taxa de cisalhamento aplicada. Na prática, isso implica em um fluido com baixa capacidade de sustentação dos sólidos, e conseqüentemente, limpeza do poço. Além de exigir elevadas pressões de bombeio do fluido (CAENN; DARLEY; GRAY, 2014).

A introdução de uma fase aquosa emulsionada tem como objetivo resolver essas questões, resultando em um fluido com um perfil reológico pseudoplástico, caracterizado pela diminuição da viscosidade conforme a taxa de cisalhamento aumenta. Esse fenômeno ocorre principalmente devido às mudanças na geometria das micelas em diferentes taxas de cisalhamento. Inicialmente, em baixas taxas de cisalhamento, as micelas tendem a assumir formas mais esféricas ou ligeiramente alongadas, contribuindo para uma estrutura de fluido mais viscosa e rígida, que é eficaz na suspensão de partículas. No entanto, em altas taxas de cisalhamento, como aquelas próximas à broca rotativa, a geometria dessas micelas de passam de esférica para mais alongada ou achatada, conforme representado na Figura 2.6, resultando na diminuição das interações entre elas e na redução da resistência interna ao escoamento (BARNES, 1994).



Figura 2.6 – Comportamento das micelas em um fluido pseudoplásticos.



Fonte: Autoria própria (2024).

No entanto, a presença de água pode aumentar a interação do fluido com as formações de folhelho e de sal. Por isso, a substituição da água pura por salmoura visa resolver esse problema e minimizar essa interação com a formação. Além disso, a solução de cloreto de sódio proporciona salinidade ao sistema, controlando a atividade química e aumentando a estabilidade da emulsão. As gotículas de salmoura são emulsionadas e atuam como partículas sólidas, ajudando a reduzir a perda de fluido mesmo sob pressão. Essas gotículas emulsionadas podem obstruir os poros e diminuir tanto a perda de fluidos quanto a permeabilidade na formação geológica circundante (ENRIQUEZ-RAMIREZ, 2019).

- Emulsificantes:

A composição dos emulsificantes consiste em uma combinação de ácidos e/ou ésteres graxos e derivados amínicos. Essas misturas de ácidos graxos atuam como emulsificantes principais para esse tipo de sistema, reagindo com o hidróxido de cálcio (cal) para produzir um sabão cálcico de ácido graxo que tende a formar emulsões mais estáveis (ENRIQUEZ-RAMIREZ, 2019).

Vale ressaltar que os chamados emulsificantes secundários podem atuar como agentes óleo-molhantes, revestindo a superfície dos sólidos com óleo, sejam esses sólidos aditivos ou cascalhos gerados durante o processo de perfuração. Essa função facilita a suspensão e o transporte das partículas de cascalho no fluido, auxiliando na sua remoção do poço, além de dispersar e estabilizar os aditivos sólidos no fluido. Ao melhorar o revestimento das partículas sólidas com óleo, os emulsificantes secundários reduzem a interação e a formação de aglomerados entre as partículas. Como resultado, observa-se uma diminuição do atrito interno do fluido e de sua viscosidade. Além disso, os agentes óleo-molhantes reduzem a competição do sólido pelo emulsificante primário (Petrobras, 2011).

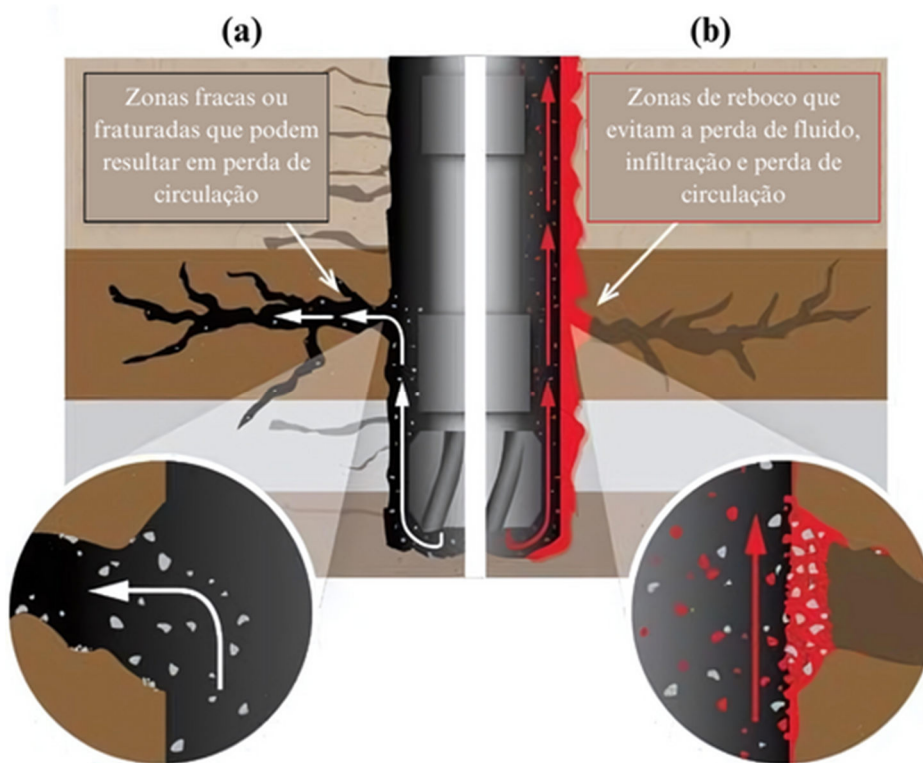
- Alcalinizantes;

Os alcalinizantes, como a cal ou o hidróxido de cálcio, são comumente empregados na reação *in situ* para produzir sabão cálcico de ácido graxo. Geralmente, esse aditivo é adicionado em excesso por diversos motivos, sendo os principais: (1) neutralizar quaisquer ácidos graxos que possam entrar no sistema e (2) saponificar ácidos graxos liberados devido à oxidação de emulsionantes, resultando em outros emulsionantes que não são tão eficientes quanto os originais, mas ainda superiores aos ácidos livres (Petrobras, 2011).

- Redutores de filtrado;

O fluido de perfuração deve ter a capacidade de formar uma camada protetora na superfície externa da formação na parede do poço, de modo que apenas uma pequena quantidade de fluido possa penetrar essa camada e entrar na formação, conforme pode ser visto na Figura 2.7. Caso contrário, o fluido de perfuração será absorvido pela formação, resultando em um problema conhecido como "perda de circulação". Isso ocorre quando o fluido não retorna à superfície, além de causar danos à formação. Como mencionado anteriormente, as gotículas emulsionadas têm propriedades de redução do filtrado, ou seja, tendem a se acumular na parede e contribuir para a formação dessa camada protetora. No entanto, muitas vezes esse efeito não é suficiente para evitar problemas de perda de circulação. Portanto, uma ampla gama de aditivos conhecidos como "redutores de filtrado" está disponível. Esses aditivos são moléculas de cadeia longa que têm afinidade com a base orgânica e tendem a depositar-se na camada protetora, criando uma espécie de ponte entre os sólidos e diminuindo os espaços livres, e conseqüentemente, a permeabilidade (Petrobras, 2011).

Figura 2.7 – Perda de Circulação (a) Sem aditivo (b) Com aditivo



Fonte: PETRO-ACC (2024).

- Viscosificantes/modificadores reológicos;

O viscosificante mais comum são as argilas organofílicas. Estas argilas naturais passaram por uma reação química com sais de amônio quaternário de cadeia longa ou poliamidas, resultando na passivação das cargas naturais das argilominerais e na formação de uma porção externa apolar, que tem afinidade com a base orgânica. A adição de argilas organofílicas aumenta a fricção interna do fluido, o que leva ao aumento da viscosidade. Uma viscosidade elevada em baixas taxas de cisalhamento é crucial em processos de perfuração, especialmente em poços de alto ângulo e horizontais, bem como para o transporte de cascalhos e para prevenir a sedimentação. (Petrobras, 2011).

Essas argilas possuem uma estrutura composta por camadas onde uma camada de alumina octaédrica é flanqueada por duas camadas de sílica tetraédrica. A substituição isomórfica ocorre com átomos de silício sendo substituídos por alumínio na camada tetraédrica, e alumínio sendo substituído por íons bivalentes como magnésio, ferro, cromo ou zinco na camada octaédrica, resultando em um desequilíbrio eletrônico e carga superficial negativa nas plaquetas de argila. Durante a hidratação, íons como sódio ou cálcio são substituídos pela água,

promovendo a expansão das camadas e o inchamento das lâminas. A interação eletrostática entre cargas positivas nas bordas e negativas nas faces favorece a formação de uma estrutura tridimensional aberta, conhecida como "estrutura de house of cards". Isso aumenta a viscosidade do fluido, promove comportamento tixotrópico, melhora a suspensão dos cortes de perfuração e a resistência ao escoamento em repouso (TADROS, 2018).

- Adensantes.

O adensante é utilizado na formulação de um fluido de perfuração para aumentar sua densidade, o que é crucial para controlar adequadamente a pressão no poço durante as operações de perfuração. Existem diversos materiais usados como agentes de densificação, como óxidos de ferro e barita, para aumentar a densidade de um fluido. No entanto, a barita é preferida em comparação com outros materiais devido à sua densidade elevada, custo de produção reduzido, baixa abrasividade e facilidade de manuseio (CAENN; DARLEY; GRAY, 2014).

Com base no exposto anteriormente, é fundamental destacar a importância de compreender a funcionalidade de cada componente na fabricação do fluido de perfuração. Esse entendimento é crucial para identificar as principais causas de alterações significativas nas propriedades físico-químicas do fluido, especialmente em condições que possam levar à degradação de certos componentes e à consequente perda de sua atividade. Um conhecimento detalhado dos reagentes e de suas interações permite identificar a necessidade de substituição ou adição de determinados componentes, assegurando a adequação do fluido antes de sua aplicação em uma operação de perfuração real.

#### **2.1.3.2.1 Classificações, Vantagens e Desvantagens dos Fluidos Não Aquosos**

A (IOGP, 2003) classificou os fluidos não aquosos de acordo com as concentrações de hidrocarbonetos aromáticos (principal componente que contribui para a toxicidade do fluido de perfuração), os grupos são definidos do seguinte modo:

- Grupo I: Fluido não aquoso com alta concentração de hidrocarbonetos aromáticos;

Esse grupo engloba os primeiros fluidos de perfuração não aquosos utilizados como o petróleo bruto, diesel e óleos minerais convencionais. A principal característica do grupo é o peso de hidrocarbonetos aromáticos superior a 5%.

- Grupo II: Fluido não aquoso com média concentração de hidrocarbonetos aromáticos;

Esses fluidos normalmente são chamados de Óleo Mineral de Baixa Toxicidade, ou Fluidos à Base de óleo Mineral de Baixa Toxicidade, estes foram desenvolvidos devido às preocupações sobre a potencial toxicidade dos fluidos à base de diesel. Os fluidos deste grupo também podem ser desenvolvidos a partir do refino de petróleo bruto, mas o processo de destilação é controlado na medida em que a concentração de hidrocarbonetos aromáticos é inferior às do Grupo I (entre 0,5 e 5% em peso).

- Grupo III: Fluido não aquoso com baixa ou negligenciável teor de hidrocarbonetos aromáticos;

Este grupo inclui fluidos produzidos por reações químicas específicas e bem definidas, utilizando-se de compostos relativamente puros. Em virtude dos produtos químicos e do processo de fabricação, não contém hidrocarbonetos aromáticos. Os hidrocarbonetos sintéticos mais utilizados são ésteres, olefinas polimerizadas e as parafinas sintéticas ramificadas.

Fluidos de emulsão inversa, assim como qualquer outro tipo de fluido, devem ter a base apropriada escolhida para uma aplicação específica. Deve-se considerar qual formulação oferecerá um equilíbrio adequado entre aceitação ambiental, custos associados ao fluido, custos de recuperação de resíduos, desempenho e disponibilidade. Segundo Gonçalves (2003), Thomas (2001) e Petrobras (2011) é possível listar as principais vantagens e desvantagens desses fluidos quando comparados com os fluidos aquosos.

As principais vantagens dos fluidos de emulsão inversa são:

- Pouca interação com argilas reativas;
- Menores coeficientes de atrito (torque e arraste) em relação a um fluido à base de água, pois a base orgânica forma um filme oleofílico que diminui o torque e arraste;

- Menores teores de contaminação. Isso é devido a não hidratação dos argilominerais durante o trajeto dos cascalhos do fundo do poço até os equipamentos extratores de sólidos;
- Melhor controle de propriedades, mesmo em intervalos altos de temperatura;
- Dificulta a propagação das pressões de poros em folhelhos. Teoricamente isso ocorre devido às pressões capilares geradas;
- Amplo intervalo de variação de densidade;
- Custos atrativos – Embora os custos de fluidos não aquosos sejam, em geral, maiores de que os fluidos aquosos, essa diferença é reduzida devido ao reaproveitamento desses fluidos em outros poços e às menores taxas de diluição em relação ao fluido à base de água;
- Não danifica a formação de gás em reservatórios de baixa permeabilidade por bloqueio por emulsão tal como ocorre em fluidos aquosos.

Os fluidos não aquosos, no entanto, apresentam algumas desvantagens, que devem ser consideradas:

- Muitos óleos contêm elementos tóxicos, com isso, há a necessidade de utilização de secadores de cascalhos devido a restrições ambientais do descarte dos mesmos;
- Necessidade de uma complexa logística instalada, como estações de fluidos, barcos, caminhões;
- Inflamável;
- Baixa biodegradabilidade;
- Dificuldade em casos de perda de circulação, devido a altos tempos de fabricação dos fluidos e disponibilidade de base orgânica;
- Dificuldades na detecção de kicks devido à solubilidade dos gases na base orgânica;
- Alto custo inicial.

Os fluidos de base não aquosa são utilizados com menor frequência do que os fluidos à base de água, devido principalmente ao seu alto custo inicial e ao potencial de impactos ambientais. No entanto, devido à sua fase externa ser composta por uma base orgânica com características hidrofóbicas, os fluidos à base de óleo são preferencialmente empregados em operações de perfuração em folhelhos problemáticos, poços direcionais de grande ângulo e/ou

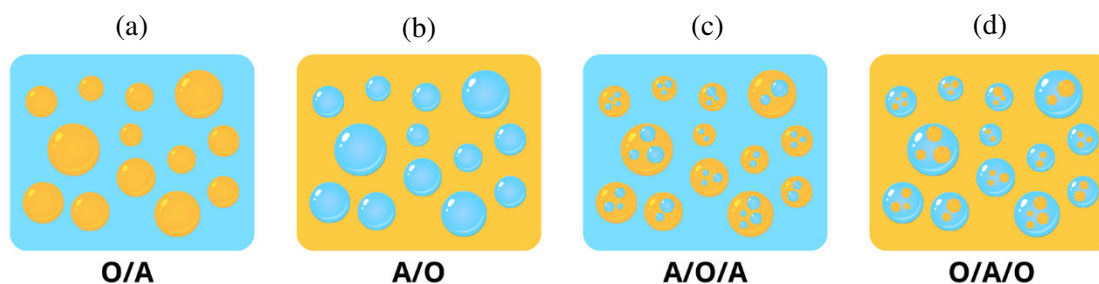
horizontais, onde a lubrificação se torna um fator crucial, bem como em poços de grande profundidade com elevada pressão e temperatura. Isso ocorre porque os fluidos à base de água convencionais não são adequados para essas condições (STOUT; PAYNE, 2017). Além disso, a perfuração realizada com fluido não aquoso apresenta menores problemas e conseqüentemente menos tempo de operação, mesmo em cenários anteriormente atendidos por fluidos a base de água (Petrobras, 2011).

Os impactos ambientais que esses fluidos podem causar é ditado pela base orgânica que é utilizada na sua formulação. Cada órgão ambiental estabelece requisitos de toxicidade aceitáveis. Por exemplo, foi publicado pelo Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA) no Diário Oficial da União, (BRASIL, 2018), uma instrução normativa, onde proibia o uso em sua formulação óleo diesel devido a sua toxicidade.

#### 2.1.4 Emulsão

Uma emulsão consiste em dois líquidos imiscíveis, onde gotículas (fase dispersa) estão dispersas em um meio líquido (fase contínua). Várias classes podem ser distinguidas: óleo em água (O/A), água em óleo (A/O) (Emulsão Inversa) e óleo em óleo (O/O). Existem também as emulsões múltiplas ou complexas, estas consistem em gotículas de água suspensas em gotas maiores de óleo, que por sua vez, estão suspensas na fase aquosa (A/O/A), ou o inverso (O/A/O), conforme pode ser visto na Figura 2.8 (TADROS, 2016).

Figura 2.8 – Classificação das emulsões (a) óleo/água (b) água/óleo (c) água/óleo/água (d) óleo/água/óleo.



Fonte: Autoria própria (2024).

É possível acontecer uma inversão de fase no qual haverá uma troca entre a fase dispersa e a fase contínua. Por exemplo, uma emulsão O/A pode com o tempo ou mudança de condições inverter para uma emulsão A/O. Em muitos casos, a inversão de fase passa por um estado de transição durante o qual múltiplas emulsões são produzidas. Por exemplo, com uma emulsão

O/A, a fase aquosa contínua pode tornar-se emulsionada no óleo, formando uma emulsão múltipla A/O/A. Este processo pode continuar até que toda a fase contínua seja emulsionada na fase oleosa, produzindo assim uma emulsão A/O (KOKAL, 2005; TADROS, 2016).

### 2.1.5 Estabilidade de emulsões

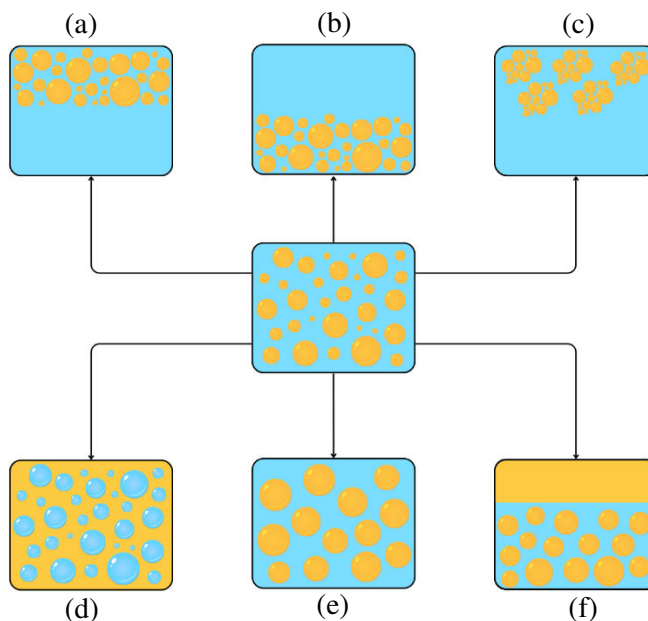
De um ponto de vista puramente termodinâmico, uma emulsão é um sistema instável, por esse motivo a necessidade de fornecer energia mecânica, com altas taxas de cisalhamento. No entanto, a maioria das emulsões é estável por um período, ou seja, possuem estabilidade cinética (Salager e Forgiarini, 2012). Segundo Tadros (2016), as emulsões podem ser classificadas com base em seu grau de estabilidade cinética da seguinte forma:

- *Loose emulsions*: Aquelas que se separam em poucos minutos;
- *Medium Emulsions*: Irá se separar em dez minutos ou mais;
- *Tight emulsions*: Irá se separar (às vezes apenas parcialmente) em questão de horas ou dias.

A estabilidade cinética das emulsões é consequência do tamanho das gotículas e da presença de uma película interfacial ao redor das gotículas de água, onde, ela é alcançada por agentes emulsificantes. Entretanto, a falta de estabilidade nas emulsões resulta de vários fenômenos, que incluem a formação de creme, a sedimentação, a floculação, a inversão de fase, a coalescência e o amadurecimento de Ostwald, conforme ilustrado na Figura 2.9.



Figura 2.9 – Mecanismos de desestabilização de emulsões (a) cremação, (b) sedimentação, (c) floculação, (d) inversão de fases, (e) amadurecimento de Ostwald e (f) coalescência.



Fonte: Adaptado de Tadros (2016).

A diferença de densidade entre as fases pode resultar em cremação ou sedimentação, conforme ilustrado nos itens (a) e (b) da Figura 2.9. No primeiro caso, ocorre quando a fase dispersa, que consiste nas gotículas emulsionadas, é menos densa, fazendo com que as gotículas flutuem até a superfície. Por outro lado, a sedimentação ocorre quando as gotículas são mais densas e, portanto, caem devido à ação da gravidade. Na floculação, Figura 2.9 (c), as forças de Van der Waals provocam a aglomeração das gotículas, mantendo sua integridade, embora em um estado de energia secundária mínima. Esses três processos são reversíveis, e a emulsão pode retornar ao seu estado original quando submetida a taxas de cisalhamento adequadas (GOODWIN, 2004; TIAN et al., 2022).

No entanto, a floculação, sedimentação, cremação ou inversão de fases não são sempre o estado final de equilíbrio da emulsão. A proximidade entre as gotículas nesses estados pode levar à quebra do filme intersticial e consequente coalescência entre as gotículas, formando gotículas maiores e separando-se em duas fases distintas, conforme pode ser visto na Figura 2.9 (f). Esse processo é conhecido como "quebra da emulsão". Por sua vez, o crescimento gradual de gotículas coalescidas em gotículas maiores é chamado de amadurecimento de *Ostwald*, Figura 2.9 (e). Este fenômeno é principalmente impulsionado pela diferença de solubilidade entre gotículas menores e maiores, com pequenas gotas tendo maior solubilidade do que as maiores (BIBETTE, 1991; TAYLOR, 1998).

A compreensão dos fenômenos físicos envolvidos em cada etapa de decomposição não é simples e requer análise das diversas forças superficiais em jogo. Além disso, esses processos podem ocorrer simultaneamente em vez de sequencialmente, o que torna a análise mais complexa. Essa “quebra da emulsão” é geralmente irreversível e leva a mudanças significativas nas propriedades do fluido, como mencionado por Tadros (2016). É importante ressaltar que a desemulsificação é um processo bastante complexo e, em algumas circunstâncias, os fenômenos mencionados ocorrem simultaneamente, dificultando a distinção entre eles, conforme observado por Tian et al. (2022).

### **2.1.6 Propriedades dos fluidos de perfuração**

As propriedades do fluido de perfuração podem ser classificadas em físicas e químicas, sendo essencial controlá-las para garantir que operem dentro das margens estabelecidas antes da perfuração. Entre as propriedades físicas mais cruciais e frequentemente medidas nas sondas estão a densidade, os parâmetros reológicos, as forças géis, os parâmetros de filtragem e o teor de sólidos. Propriedades de menor relevância, como resistividade elétrica, índice de lubrificidade e estabilidade elétrica, também são consideradas. Quanto às propriedades químicas, é comum monitorar o pH, os teores de cloreto, bentonita e alcalinidade.

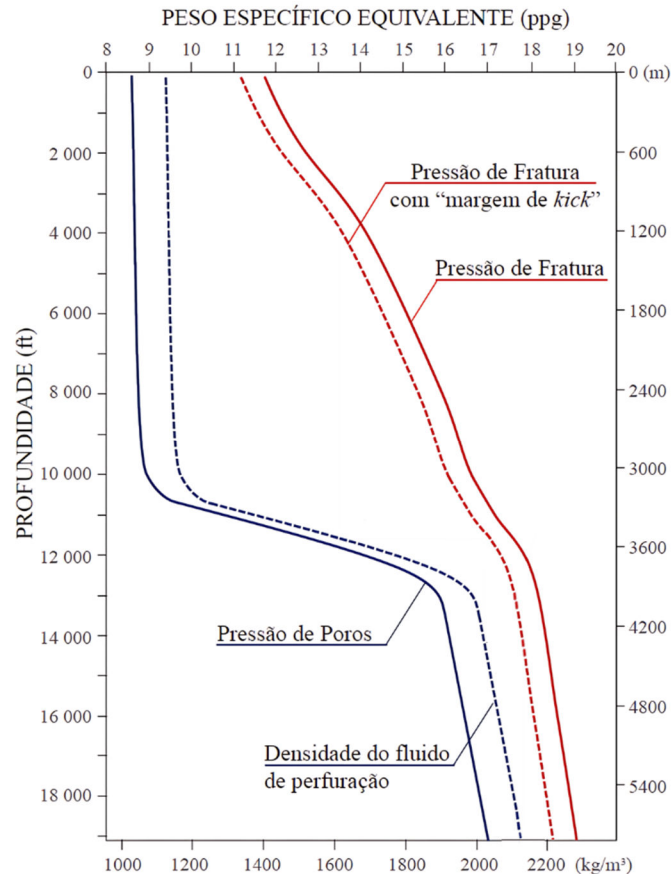
#### **2.1.6.1 Densidade**

A densidade é uma propriedade crucial para garantir a integridade do poço. Isso ocorre porque a pressão exercida por uma coluna estática de fluido depende tanto da profundidade quanto da densidade. Assim, existe uma janela operacional na qual a pressão do poço deve se manter entre a pressão de poros (limite mínimo) e a pressão de fratura (limite máximo) das formações expostas. Normalmente, considera-se uma margem de segurança para contemplar as pressões diferenciais decorrentes da descida ou subida da broca ou das colunas de revestimento. Essa margem é determinada pela empresa, levando em conta o tipo e a localização do poço (Tessari, 2019; Thomas, 2001).

Para adicionar uma margem de segurança às curvas de pressão de poros e de fratura, são desenhadas as linhas tracejadas de "Densidade do fluido de perfuração" e "Pressão de fratura com margem de kick", como mostrado na Figura 2.10. É comum adicionar baritina ( $\text{BaSO}_4$ ) para aumentar a densidade do fluido além do necessário para controlar os fluidos de formação.

No entanto, isso pode acarretar o risco de produzir fraturas na formação, além de implicar em um aumento considerável nos custos operacionais e uma diminuição na taxa de penetração (CAENN; DARLEY; GRAY, 2014).

Figura 2.10 – Janela de Operação de uma perfuração.



Fonte: Tessari (2019).

### 2.1.6.2 Propriedades de filtração

O fluido de perfuração tem a capacidade de selar formações permeáveis com uma camada de baixa permeabilidade. Isso ocorre porque partículas de tamanho apropriado, conhecidas como partículas obturantes, preenchem rapidamente os poros, iniciando a formação de uma torta. Com o tempo, partículas cada vez mais finas ocupam os espaços intersticiais, permitindo apenas a passagem do filtrado. Uma vez que a torta esteja estabelecida, a taxa de fluxo de fluido na formação é determinada pela permeabilidade da torta (Caenn; Darley; Gray, 2016).

Para impedir o influxo dos fluidos da formação, é fundamental que a pressão exercida pela coluna de fluido supere a pressão dos poros da própria formação. Sem um reboco

adequado, o fluido fluiria constantemente para dentro das camadas permeáveis. Portanto, a avaliação do desempenho da filtração no poço é regularmente realizada com base no volume de filtrado e na espessura da torta, conforme especificado por um teste padrão formalizado pela norma API para definir o comportamento dessa propriedade. Adicionalmente, os testes de campo para essa propriedade são geralmente conduzidos em condições estáticas, já que os testes dinâmicos são demorados e requerem equipamentos sofisticados (API, 2016; Growcock; Harvey, 2005).

### 2.1.6.3 Propriedades Físico-Químicas

O acompanhamento e o constante ajuste das propriedades físico-químicas do fluido de perfuração é fundamental para garantir a eficácia, segurança e a eficiência do processo de perfuração. Segundo Caenn et al. (2014, 2016), Petrobras (2011) e Thomas (2001), as propriedades mais comuns a serem acompanhadas para fluidos aquosos:

- **pH:** A fim de reduzir a taxa de corrosão dos equipamentos e evitar a dispersão das formações argilosas, é feito rotineiramente o monitoramento do pH, para isso, normalmente é utilizado um papel indicador de pH impregnado com certos corantes (indicadores) com padrões de cores de referência, entretanto, alguns casos, como por exemplo, se um fluido tiver uma concentração alta de sais dissolvidos, o método mais apropriado é o método eletrométrico que emprega um eletrodo de vidro, com base nessas análises o pH é acompanhado a fim de mantê-lo entre 7 e 10 (Caenn et al., 2016; Thomas, 2001).
- **Alcalinidade:** O pH determina apenas uma alcalinidade relativa à concentração de íons de Hidrogênio, empregando métodos comparativos, entretanto, a medição de alcalinidade normalmente é feita para determinar a quantidade de cal solúvel e insolúvel no sistema, por métodos diretos de titulação volumétrica. Essa medida é essencial para garantir sua capacidade de neutralizar ácidos e manter a estabilidade química durante a perfuração.
- **Capacidade de troca iônica:** o teste do azul de metileno é feito para indicar a quantidade de argila ativa em um fluido, esse teste mede a capacidade de troca total de

cátions das argilas presentes e é útil em conjunto com a determinação do teor de sólidos como uma indicação das características coloidais dos argilominerais.

- **Condutividade elétrica:** A resistividade dos fluidos aquosos é rotineiramente medida e controlada para permitir uma avaliação mais precisa das características da formação por meio de perfis elétricos. A medição ocorre ao colocar a amostra em um recipiente contendo dois eletrodos espaçados, permitindo o fluxo de corrente elétrica através dela. Essa resistência é então medida por um medidor adequado, fornecendo um método rápido para detectar a presença de sais solúveis tanto em barita quanto na água.

Em fluidos não aquosos, normalmente é realizado alguns testes adicionais, tais como:

- **Estabilidade da emulsão:** A estabilidade das emulsões geralmente é avaliada usando um medidor de estabilidade elétrica projetado para fluidos não aquosos. Este dispositivo permite a aplicação de uma tensão variável através de dois eletrodos, onde a tensão é gradualmente aumentada até que a emulsão se quebre e uma corrente flua entre os eletrodos. A tensão necessária para essa ruptura é considerada uma medida da estabilidade da emulsão, sendo que quanto maior a tensão, maior a estabilidade. De acordo com Ali, Schmidt e Harvey (1987), recomenda-se que apenas as tendências de estabilidade elétrica sejam consideradas ao tomar decisões de tratamento.

Além das propriedades apresentadas anteriormente, uma análise comum feita em ambos os tipos de fluidos:

- **Teor de Sólidos:** É crucial controlar essa propriedade com precisão devido ao seu impacto em características como densidade, viscosidade e forças de gelificação. Um aumento nesse teor pode causar problemas como desgaste dos equipamentos, fraturas nas formações devido ao aumento das pressões de bombeamento, aprisionamento da coluna e redução da taxa de penetração. Portanto, é importante mantê-lo o mais baixo possível
- **Força Gel:** Alguns fluidos de perfuração apresentam características tixotrópicas, o que significa que assumem um estado semi-rígido quando em repouso e recuperam sua

fluidez quando em movimento novamente. Esse comportamento foi inicialmente descrito por Freundlich (1935) como uma transformação isotérmica reversível de um sol coloidal para um gel. No contexto dos fluidos de perfuração, esse fenômeno é provocado pela organização gradual das lamelas de argila em posições de mínima energia livre para atender às cargas eletrostáticas de superfície. Após um período de repouso, um fluido tixotrópico só fluirá se a tensão aplicada for superior à força da estrutura gel, tornando-se, assim, o limite de escoamento. Além disso, quando um fluido tixotrópico, após repouso, é submetido a uma taxa de cisalhamento constante, sua viscosidade diminui ao longo do tempo à medida que sua estrutura gel é quebrada, até alcançar uma viscosidade de equilíbrio. Portanto, a viscosidade efetiva de um fluido tixotrópico é dependente tanto do tempo quanto do cisalhamento. Essa propriedade é de suma importância em operações de perfuração, pois influencia diretamente na eficiência do fluido em suspender e transportar os detritos de perfuração durante a circulação. Além disso, ela também afeta a retomada do fluxo: quanto maior a força gel, mais difícil será reiniciar a circulação do fluido, o que pode resultar em um aumento significativo do tempo e esforço necessários para dar continuidade à perfuração. Adicionalmente, a força gel também tem impacto no bombeamento, pois se o fluido de perfuração gelificar durante os períodos de inatividade, será exigida uma pressão maior para reiniciar a circulação, implicando em maior consumo de energia e recursos (Hughes, 2006).

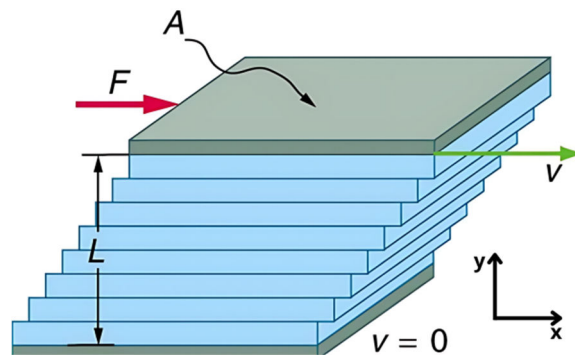
## 2.2 Fundamentos da Reologia de Fluidos

A reologia se dedica ao estudo da maneira como os materiais se comportam quando sujeitos a forças externas, como estresse, cisalhamento, tensão e deformação. A origem da reologia começou na década de 1950 devido ao desenvolvimento e uso de materiais complexos com diferentes propriedades de fluxo, como plásticos, tintas, polímeros fundidos e soluções poliméricas, produtos biológicos, suspensões coloidais, tintas de impressão, fluidos de perfuração etc. A característica geral de todos esses exemplos é que todos exibem uma sobreposição muito complicada de propriedades líquidas e sólidas (Malkin & Isayev, 2006). Em essência, a reologia busca compreender como os materiais respondem a diferentes condições de aplicação de forças, investigando como fluem, se deformam ou se rompem (Morrison, 2001).

A ciência da reologia concentra-se primariamente na análise da relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação, e como essa relação influencia as propriedades do

fluido. Uma maneira simples de compreender essas propriedades é imaginar um elemento de material posto entre duas placas planas paralelas (Figura 2.11), onde a placa inferior está estacionária e a placa superior é deslocada na direção  $x$  pela aplicação de uma força  $F$  tangencialmente à superfície  $A$ . A deformação de fluidos e materiais semelhantes a líquidos é baseado no princípio do deslizamento de camadas vizinhas uma sob a outra, chamado de cisalhamento simples (Malkin; Isayev, 2006).

Figura 2.11 – Ilustração esquemática do fluxo unidirecional de cisalhamento simples.



Fonte: Lumen Learning (2014).

O perfil de velocidade considerando uma força aplicada apenas na direção  $x$  pode ser dado pelos seguintes componentes de velocidade:

$$V_x = \dot{\gamma} \cdot y \quad V_y = 0 \quad V_z = 0 \quad (2.1)$$

A tensão de cisalhamento correspondente é dada como:

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (2.2)$$

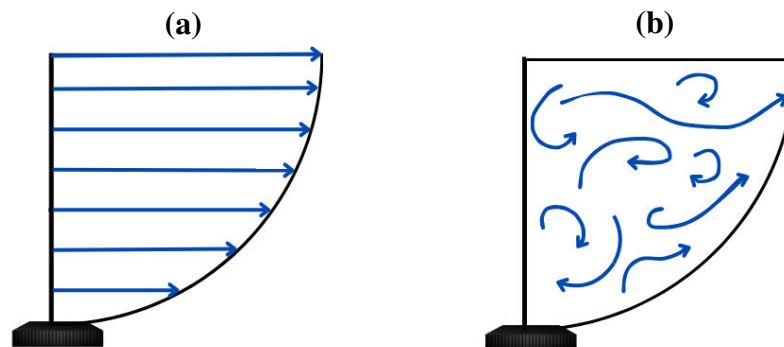
Neste caso, a taxa de deformação, também conhecida como taxa de cisalhamento, pode ser expressa como o gradiente de velocidade na direção perpendicular à força cortante:

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{dV_x}{dy} \quad (2.3)$$

### 2.2.1 Regimes de escoamento

Segundo Landau e Lifhitz (1987) os regimes de escoamento podem ser classificados como escoamento laminar e escoamento turbulento, conforme ilustrado pela Figura 2.12. O fluxo laminar ocorre em velocidades de escoamento baixas, caracterizado por um escoamento ordenado, onde cada partícula no fluido segue o mesmo caminho de suas partículas anteriores, fluindo em camadas paralelas sem ruptura entre elas, ou seja, sem escoamento cruzado perpendicular à direção do escoamento. Além disso, a relação entre pressão e velocidade é determinada pelas propriedades viscosas do fluido. Por outro lado, o escoamento turbulento ocorre em velocidades de escoamento mais altas, criando tensões de cisalhamento que excedem a capacidade do fluido de permanecer em escoamento laminar, resultando em uma estrutura em camadas caótica e turbulenta. Para o escoamento turbulento, é difícil encontrar equações adequadas para descrever o fenômeno, uma vez que o escoamento nesta fase é desordenado. Geralmente, equações empíricas são utilizadas para estabelecer a relação desse regime turbulento (Souza *et al.*, 2011).

Figura 2.12 – Perfil de Fluxo: (a) Laminar e (b) Turbulento.

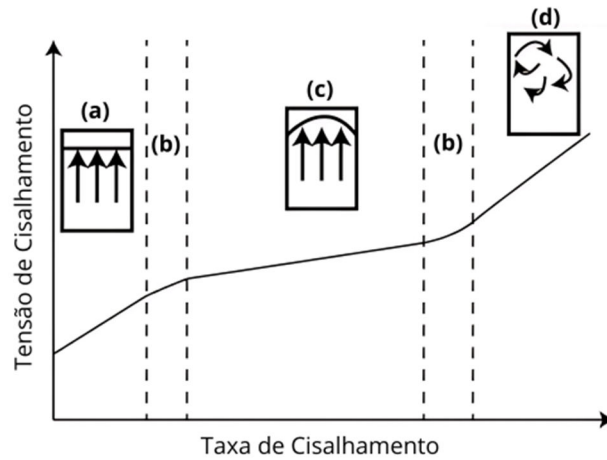


Fonte: Autoria própria (2024).

Segundo Hossain e Al-Majed (2015) e Irgens (2014) existe um terceiro regime de fluxo chamado fluxo empistonado. Esse regime é particular e ocorre em situações de baixas velocidades e alta viscosidade do fluido, caracterizado pela igualdade de velocidades entre o centro do tubo, por onde o fluido escoar, e as suas paredes. A Figura 2.13 ilustra os três regimes mencionados, juntamente com as áreas de transição correspondentes a diferentes taxas de deformação.



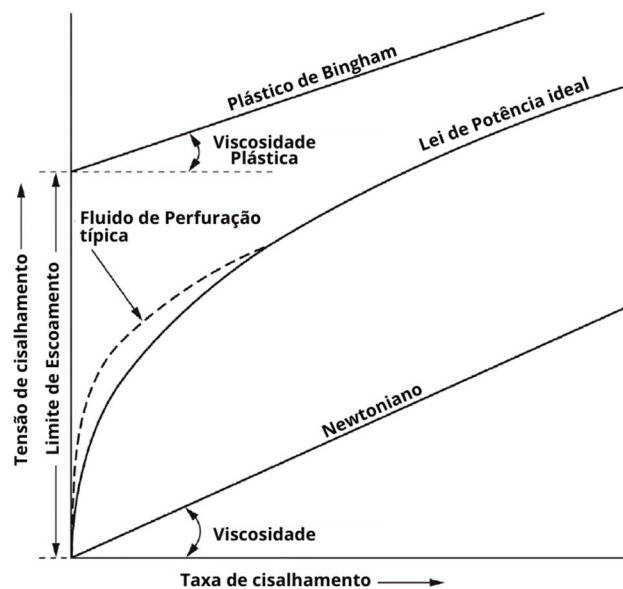
Figura 2.13 – Tipos de regimes de escoamento: (a) fluxo empistonado, (b) zona de transição, (c) fluxo laminar, (d) fluxo turbulento.



Fonte: Rachain e Coleman (2024).

As equações que descrevem o comportamento do fluxo laminar, e que relacionam suas características com as propriedades do fluido, são fundamentadas em diversos modelos de fluxo. Estes modelos abrangem tanto os comportamentos newtonianos quanto os não newtonianos, como o plástico de Bingham, o pseudoplástico e o dilatante. Segundo Caenn, Darley e Gray (2014), apenas o último modelo não é interessante para a tecnologia dos fluidos de perfuração. Normalmente, os modelos de fluxo são representados por meio de curvas de consistência, onde são plotadas a tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento, como exemplificado na Figura 2.14.

Figura 2.14 – Curvas de consistência ideais para modelos de fluxo comuns.



Fonte: Caenn; Darley; Gray, (2014).

### 2.2.2 Fluidos newtonianos

Os fluidos newtonianos são aqueles compostos por substâncias de baixo peso molecular. Exemplos comuns incluem água, petróleo leve, líquidos orgânicos e inorgânicos, gases e soluções de sais inorgânicos de baixo peso molecular, entre outros. Um fluido é considerado newtoniano quando a tensão de cisalhamento é diretamente proporcional à taxa de cisalhamento, mantendo-se temperatura e pressão constantes, conforme pode ser visto na Figura 2.14. A constante de proporcionalidade é denominada viscosidade dinâmica do fluido. A relação entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação é tradicionalmente expressa pela *Lei da Viscosidade de Newton* (Hossain; Al-Majed, 2015), que pode ser formulada matematicamente como:

$$\tau = \mu \frac{du_x}{dx} = \mu(\gamma) \quad (2.4)$$

Em que:  $\tau$  corresponde a tensão de cisalhamento (Pa),  $\mu$  a viscosidade dinâmica (Pa.s), e  $\gamma$  o gradiente de velocidade perpendicular à direção de cisalhamento, equivalente à taxa de deformação ( $s^{-1}$ ) e  $x$  representa a distância ao longo da direção perpendicular à direção do fluxo do fluido. A curva de consistência de um fluido newtoniano é uma linha reta que passa pela origem, como pode ser visto na Figura 2.14, e sua inclinação define a viscosidade, de modo que:

$$\mu = \frac{\tau}{\gamma} \quad (2.5)$$

### 2.2.3 Fluidos não-newtonianos

A Equação 2.4 é válida para fluidos com viscosidade constante, independentemente da carga aplicada. No entanto, a maioria dos fluidos de perfuração não segue as leis de Newton devido à sua complexidade e às variações consideráveis em seus comportamentos de escoamento. Isso demanda o uso de outros modelos para descrever sua reologia. Em essência, a taxa de cisalhamento nesses fluidos não é linearmente proporcional à tensão correspondente e não pode ser descrita por um único valor constante de viscosidade (Caenn; Darley; Gray,

2014). Segundo Hossain e Al-Majed (2015) os modelos mais utilizados são: modelo plástico de *Bingham*, *Power Law* (Lei de Potência) e de *Herschel-Bulkley*.

Fluidos plásticos foram primeiramente reconhecidos por Bingham (1922), sua principal diferença com os fluidos newtonianos é a necessidade de uma tensão finita para iniciar o fluxo, a Figura 2.14 apresenta a curva de consistência para um plástico de *Bingham* ideal, cuja equação é:

$$\tau = \mu_p \gamma + \tau_0 \quad (2.6)$$

Onde  $\mu_p$  é a viscosidade plástica, sendo a medida da resistência interna do fluido ao escoamento resultante da interação dos sólidos presentes,  $\mu_p$  é o indicativo mecânico do número, tipo e tamanho de partículas sólidas presentes na composição fluido (Limón, 2014). Enquanto  $\tau_0$  é a tensão mínima necessária que deve ser aplicada para o fluido iniciar o escoamento. Segundo Whittle e Dickinson (1998) existe a tensão limite de escoamento estática, que está associada à tensão de transição na qual o material deixa de se comportar como um sólido elástico e passa a se comportar como um fluido viscoso. Além disso, há a tensão limite de escoamento dinâmica, que é definida como a tensão de transição entre os regimes de deformação viscoelástica e viscosa. Essa última pode ser compreendida como a tensão mínima necessária para manter o fluido em escoamento.

Enquanto o modelo de *Bingham* é aplicável a fluidos que apresentam um comportamento viscoplástico, a *power law* pode ser usada para descrever fluidos que exibem tanto um comportamento viscoplástico quanto pseudoplástico ou dilatante, em qualquer ponto é proporcional à taxa de cisalhamento naquele ponto, com alguma potência sobre a taxa de cisalhamento. A equação reológica para o modelo de *Power Law* pode ser expressa como:

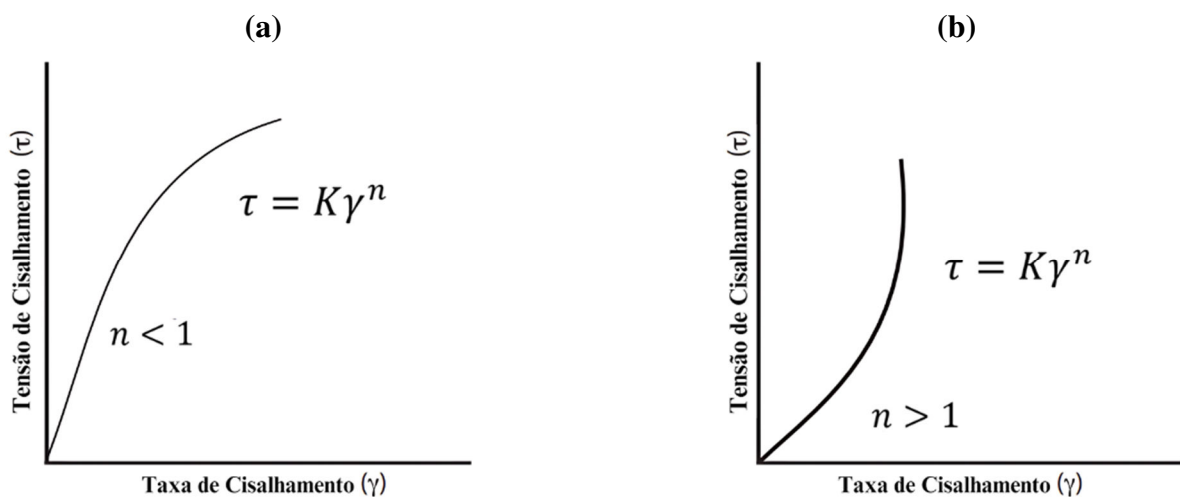
$$\tau = K\gamma^n \quad (2.7)$$

Onde K representa o índice de consistência,  $\gamma$  a taxa de cisalhamento ou gradiente de velocidade perpendicular ao plano de cisalhamento e  $n$  o índice da lei de potência, ou índice de comportamento de fluxo. A viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento pode ser escrita da seguinte forma:

$$\eta = K\gamma^{n-1} \quad (2.8)$$

Os fluidos pelo modelo de *Power Law* podem ser classificados em três tipos diferentes com base no valor de  $n$ : i) fluidos pseudoplásticos para  $n < 1$ , ii) fluidos newtonianos para  $n = 1$  e iii) fluidos dilatantes para  $n > 1$ . A Figura 2.15 mostra a representação gráfica dos modelos para a Equação 2.7.

Figura 2.15 – Curvas de consistência pelo modelo de Power Law (a) fluido pseudoplástico e (b) fluido dilatante.



Fonte: Autoria própria (2024).

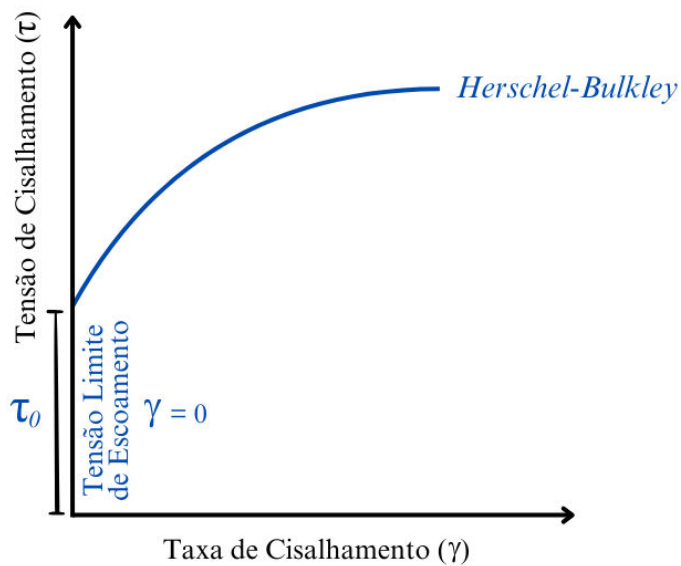
O parâmetro  $n$  indica o grau de comportamento não newtoniano do fluido. Por exemplo, se  $n$  for menor que um, o modelo de *Power Law* prevê a viscosidade efetiva, que diminui indefinidamente com o aumento da taxa de cisalhamento. Pela Equação 2.8 é possível observar que  $0 < 1 - n$  resultará em uma derivada negativa da viscosidade aparente em relação à taxa de cisalhamento, o que indica que o comportamento pseudoclássico sob cisalhamento dos fluidos é caracterizado por um valor de  $1 - n$ . Embora as equações apresentadas anteriormente ofereçam a aproximação mais simples do comportamento pseudoplástico, ela não prevê os patamares newtonianos superior e inferior nos limites de 0 ou infinito. Um fluido precisa de viscosidade infinita em repouso e viscosidade zero quando a taxa de cisalhamento se aproxima do infinito, entretanto, um fluido real possui uma viscosidade efetiva mínima e máxima que dependa da estrutura molecular. Assim, o modelo *Power Law* é uma boa representação do comportamento do fluido dentro da faixa de taxas de cisalhamento para as quais os coeficientes são ajustados (Krishnan; Deshpande; Kumar, 2010).

Em busca de uma melhoria do modelo *Power Law*, surge o modelo de *Herschel-Bulkley*, também chamado de modelo viscoplástico. Este modelo é uma combinação do modelo de

*Bingham* e *Power law*. Ele aborda uma deficiência presente no modelo *Power Law* ao considerar a tensão de cisalhamento no ponto de escoamento. A Figura 2.16 mostra a relação tensão-deformação para o modelo *Herschel-Bulkley*. Matematicamente, este modelo é definido como:

$$\tau = K\gamma^n + \tau_0 \quad (2.9)$$

Figura 2.16 – Curva de consistência pelo modelo de Herschel-Bulkley.

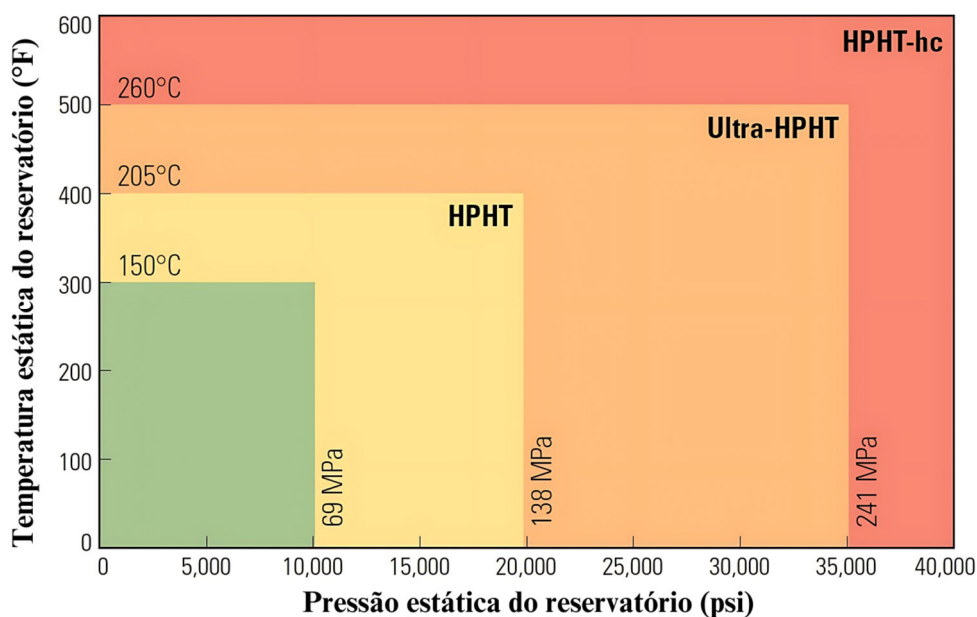


Fonte: Autoria própria (2024).

### 2.3 Efeitos das Condições de Temperatura e Pressão nas Propriedades dos Fluidos de Perfuração

Os poços de petróleo são categorizados em quatro níveis com base na pressão e temperatura do reservatório, conforme mostrado na Figura 2.17. No nível mais baixo, os poços normais têm temperatura abaixo de 150 °C e pressão até 690 bar. No nível seguinte, os poços HPHT alcançam temperaturas de 150 a 205 °C e pressões de 690 a 1380 bar. Os poços Ultra HPHT no nível II operam com temperaturas de 205 a 260 °C e pressões de 1380 a 2410 bar. Finalmente, no nível III, os poços Extremo HPHT têm temperaturas acima de 260 °C e pressões superiores a 2410 bar (Telesforo, 2017).

Figura 2.17 – Classificação das diferentes condições de temperatura e pressão de um poço.



Fonte: Smithson (2016).

Os efeitos da alta temperatura e pressão no fundo de poço ficaram claramente evidentes na década de 1930 e no início dos anos 1940, quando o fosfato desidratado e os defloculantes do tipo polifosfato eram amplamente empregados como diluentes para fluidos de perfuração. No entanto, esses diluentes de fosfato eram sensíveis à degradação térmica ou à reversão para a forma orto, geralmente ocorrendo na faixa de 150 a 200°F (65,5 a 93,3°C), o que os tornava ineficazes em manter propriedades de fluxo satisfatórias conforme a temperatura do poço aumentava além desses limites (Chesser; Enright, 1980). Como resultado, essas limitações na estabilidade dos diluentes de lama afetavam negativamente seu desempenho em condições de alta temperatura, prejudicando as operações de perfuração. Com isso, a indústria petrolífera e a comunidade científica passaram a compreender a necessidade de novos estudos que avaliassem o impacto das condições extremas de temperatura e pressão encontradas em poços profundos e como isso afeta as propriedades do fluido.

As propriedades reológicas dos fluidos de perfuração quando sujeitos às condições do fundo do poço podem ser substancialmente distintas das observadas em pressões e temperaturas ambiente. Mesmo em temperaturas moderadas (90 – 110 °C), as características reológicas do fluido podem ser afetadas de forma considerável e imprevisível, podendo resultar em aumento ou diminuição da viscosidade (Caenn; Darley; Gray, 2014). Segundo Mello, (2020), as condições de alta pressão e alta temperatura podem modificar de forma distinta o

comportamento reológico dos fluidos de perfuração, seja à base de óleo ou à base de água, sendo elas:

- **Fisicamente:** O aumento da temperatura resulta em uma redução na viscosidade da fase líquida, enquanto o aumento da pressão aumenta a densidade dessa fase, o que por sua vez aumenta a viscosidade. No caso dos fluidos de base sintética e base óleo, espera-se que o efeito da pressão nas propriedades reológicas seja mais pronunciado em comparação com os fluidos de perfuração à base de água, devido à maior compressibilidade da fase oleosa.
- **Quimicamente:** em temperaturas superiores a 94°C, todos os hidróxidos reagem com os minerais argilosos, resultando na alteração da estrutura molecular das cadeias químicas dos componentes do fluido. O impacto da temperatura em fluidos com baixa alcalinidade, como aqueles tratados com lignosulfonato, é pouco significativo, exceto pelo fato de que a perda de alcalinidade reduz a eficácia do diluente. No entanto, em fluidos altamente alcalinos, o impacto pode ser considerável. Fluidos tratados com cal de alta consistência podem formar aluminossilicatos hidratados, conferindo ao fluido uma consistência semelhante à do cimento em temperaturas acima de 150°C (Gray; Neznayko; Gilkeson, 1952).
- **Eletroquimicamente:** O aumento da temperatura aumenta a atividade iônica de qualquer eletrólito e a solubilidade de sais parcialmente solúveis que estão presentes no fluido de perfuração. Isso resulta em mudanças no equilíbrio de troca iônica e na concentração de base, o que, por sua vez, afeta o equilíbrio entre as forças atrativas e repulsivas entre as partículas, influenciando o grau de dispersão e floculação. A magnitude do impacto dessas reações na reologia do fluido varia de acordo com a eletroquímica específica do fluido de perfuração (Caenn; Darley; Gray, 2014).

Vários componentes dos fluidos de perfuração experimentam uma degradação gradual em temperaturas elevadas. Por exemplo, os polímeros presentes na composição do fluido podem sofrer degradação quando expostos a altas temperaturas. Isso ocorre devido à quebra das cadeias poliméricas, causada pelo aumento da energia térmica no meio, que supera a energia de ligação entre as cadeias, resultando na formação de macro radical livre e na redução da massa molar. Esse processo de degradação ocorre durante a circulação do fluido, mas se torna mais

pronunciado quando o fluido permanece na parte inferior do poço durante as manobras, devido à temperatura mais elevada presente nessa região (Caenn; Darley; Gray, 2014).

A influência das condições de temperatura e pressão no comportamento dos fluidos de perfuração varia significativamente com a composição específica de cada fluido. Pequenas mudanças em seus componentes podem resultar em alterações substanciais em suas características. É essencial monitorar constantemente as propriedades do fluido, pois qualquer variação pode representar um risco para a integridade do poço. Portanto, é importante realizar uma análise metódica das possíveis transformações do fluido de perfuração para garantir a segurança e o sucesso das operações.

### 2.3.1 Testes de vida acelerados

No caso em que certos materiais desempenham funções críticas em um processo específico e suas propriedades são de importância fundamental, é essencial compreender o comportamento dessas propriedades ao longo da vida útil do produto, antes que ele seja colocado em operação. Para atender a esse requisito, emprega-se uma técnica conhecida como teste acelerado, durante as fases de desenvolvimento, qualificação e até mesmo produção do produto.

De acordo com (Vieira, 2006), o princípio do teste de vida acelerado, também conhecido como envelhecimento acelerado, consiste em submeter o produto a condições mais rigorosas do que as encontradas em situações normais de operação. Isso é feito para antecipar a perda ou alteração de suas propriedades essenciais, possibilitando assim a estimativa do comportamento do produto (confiabilidade, desempenho etc.) em condições normais de uso em um período reduzido. Através dessa metodologia, é possível avaliar o impacto das demandas mais intensas e entender como isso influencia as propriedades da amostra, ao mesmo tempo em que se determina o tempo de vida útil até que ocorra a falha de alguma propriedade importante (Nelson; Meeker, 1978).

É crucial ter um entendimento claro dos limites operacionais do material em estudo ao conduzir testes de vida acelerados. Isso permite estabelecer antecipadamente o modo de falha e evitar falhas que geralmente não aconteceriam em condições normais de uso. Quando esses limites não são conhecidos, é aconselhável realizar testes preliminares qualitativos para identificar os níveis de estresse apropriados (Reliasoft, 2024).



### 2.3.2 Processo de envelhecimento de fluidos de perfuração

O envelhecimento de fluidos de perfuração normalmente é utilizado com a finalidade de simular uma condição de fundo de poço, já que as propriedades na superfície não refletem de forma precisa as condições do fundo do poço. Esse ensaio pode ser realizado em condições que variam de estáticas a dinâmicas e de temperaturas ambientes a altamente elevadas (Makinde; Adejumo; Efeovbokhan, 2011). Segundo Mello (2020) as principais razões do envelhecimento estão em:

- Replicar as condições encontradas no espaço anular do poço;
- Investigar os processos químicos desencadeados nos fluidos de perfuração quando sujeitos às condições do fundo do poço, e estabelecer o tempo necessário para que tais reações alcancem o equilíbrio em temperaturas específicas;
- Avaliar a estabilidade de aditivos usados em fluidos de perfuração, tais como diluentes e coloides orgânicos;
- Analisar a estabilidade térmica de fluidos de perfuração, incluindo emulsões à base de óleo ou emulsões inversas, sob condições de temperatura específicas.

Em 1952, Gray et al. publicaram o primeiro trabalho a investigar o efeito da temperatura e do tempo de envelhecimento estático em um fluido de perfuração. Os autores observaram que um fluido à base de água submetido à altas temperaturas sofreu mudanças significativas em sua reologia para temperaturas acima de 150 °C, nesta condição é observado que o fluido sofre gelificação severa ou solidificação. Além disso, os autores concluíram que a pressão não afeta significativamente a viscosidade fluido e que o tempo de envelhecimento de 4 e 20 horas, contribuiu para a diminuição da alcalinidade e do volume de filtrado.

Cowan, em 1959 realizou experimentos em um fluido de surfactante de linhita-sódio em uma condição extrema de temperatura de 230 °C com tempos de envelhecimento estático de 16, 64 e 352 horas. Ele observou que a viscosidade plástica diminuiu e a tensão de cisalhamento aumentou com tempo de envelhecimento, mas as outras propriedades analisadas não obtiveram alterações significativas. Alguns anos depois, Corney e Meyer (1967) também estudaram uma condição extrema de envelhecimento durante 24 horas na temperatura de 400 °C para um fluido fabricado com água doce com sepiolita como argila e observaram um aumento significativo na viscosidade aparente, plástica e na tensão de escoamento.

Os pesquisadores Combs e Whitmire (1960) e Hiller (1963) foram os primeiros a investigar o efeito combinado de altas temperaturas e pressões na reologia dos fluidos de perfuração em um fluido de base não aquosa (OBM). Eles observaram que sob altas condições de temperatura e pressão, o comportamento do fluido se aproximava do newtoniano, o que poderia ser atribuído à redução no grau de emulsificação da fase contínua. No entanto, a influência do tempo de envelhecimento nas propriedades foi pouco explorada, possivelmente devido às recomendações práticas para testes de fluidos de perfuração estabelecidas pelo American Petroleum Institute já na década de 40, que sugerem um ensaio de envelhecimento de apenas 16 horas (API, 1942; Bannerman; Neal, 1978; Bland et al., 2006; Clements; Nevins; Scarce, 1985; Combs; Whitmire, 1960; Elsen et al., 1991)

Vale dizer que as normas mais recentes como a RP 13B-2(2023), que trata de recomendações práticas de caracterização de fluidos não aquosos, possui duas condições de envelhecimento acelerado: em temperatura moderada (até 65°C) e alta (maior que 65°C). Para condições de temperatura moderada, o tempo de teste é de 16 horas sob agitação, com o objetivo de acelerar o equilíbrio químico do sistema, ativar aditivos químicos e simular condições térmicas semelhantes às de campo. Para condições de temperatura alta, os testes variam entre 16 e 72 horas, com e sem agitação, dependendo do objetivo específico: degradação do fluido durante a troca de broca (16 horas estático), avaliação de formações (48-72 horas estático) e degradação do fluido em poços de alta temperatura (16 horas dinâmico). No entanto, na maioria dos casos, o teste é realizado a 65 °C durante 16 horas, pois o objetivo principal não é quebrar a emulsão, mas avaliar o desempenho do fluido em condições próximas às de poço.

O desenvolvimento de fluidos de base orgânica alternativos, mais biodegradáveis, começou em 1985 com a proibição de fluidos à base de óleo em locais *offshore*. Durante a década de 90, novas bases sintéticas compostas por olefinas alfa lineares, olefina internas e parafina linear foram introduzidas (Gautam; Guria; Rajak, 2022). Desde então, fluidos de base olefínica estão sendo estudados em diferentes condições de temperatura e pressão, entretanto, estudos semelhantes aos já citados, é possível observar que os ensaios de envelhecimento acelerado são realizados com um tempo de 16 horas, com isso, há uma escassez de estudos que avaliam a influência do tempo de envelhecimento nas propriedades do fluido (Celino et al., 2022; Geng et al., 2019; Mello, 2020; Zhuang; Jiang; Zhang, 2019).

### 3 TESTES PRELIMINARES DE ENVELHECIMENTO ACELERADO

Após a construção do equipamento para realização dos ensaios de envelhecimento acelerado, foram conduzidos pré-testes da unidade. Esses testes preliminares são essenciais para identificar e corrigir eventuais falhas ou inadequações antes de iniciar os experimentos de investigação do envelhecimento do fluido, conforme discutido na Seção 4. A realização dos pré-testes é fundamental para assegurar a qualidade e reprodutibilidade dos resultados experimentais, contribuindo significativamente para o sucesso e credibilidade do presente trabalho e de estudos futuros que possam utilizar o equipamento.

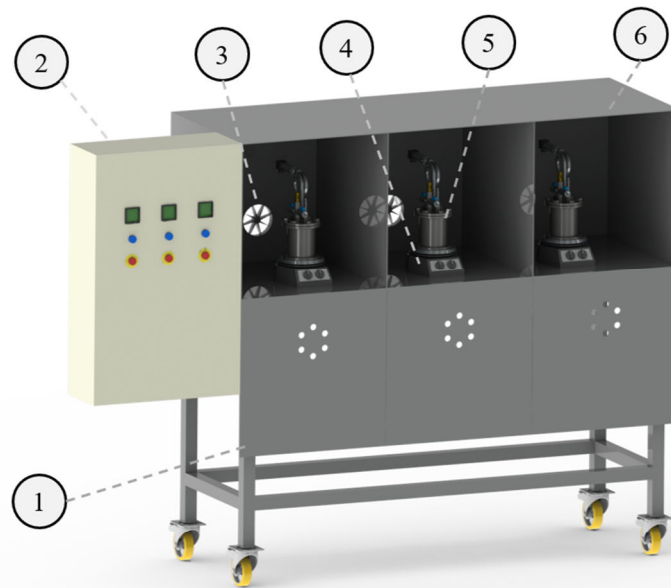
Além de fornecer *insights* valiosos sobre o próprio equipamento, esses pré-testes também oferecem uma compreensão detalhada da metodologia de caracterização do fluido envelhecido utilizada no estudo. Através da documentação rigorosa e minuciosa dos pré-testes, foi possível identificar os principais desafios enfrentados durante o processo, permitindo ajustes na metodologia e garantindo que as técnicas empregadas sejam as mais adequadas para os objetivos do estudo. Essa documentação não só enriquece o conhecimento técnico, como também estabelece uma referência detalhada que poderá ser utilizada para a avaliação e comparação dos resultados em estudos subsequentes, promovendo assim o avanço contínuo da técnica e o aprimoramento das práticas experimentais.

É importante ressaltar que os resultados dos pré-testes desempenharam um papel importante na definição da metodologia adotada para execução de um planejamento experimental, que será discutida na Seção 4. Com base nesses resultados, algumas análises foram removidas e outras adicionadas, com o objetivo de aprimorar a caracterização do fluido envelhecido.

#### 3.1 Unidade Experimental

Inicialmente, a unidade experimental utilizada foi projetada, conforme pode ser visto na Figura 3.1. Detalhes da estrutura e dos componentes do reator em batelada são apresentados na Figura 3.2, o qual tem capacidade para até 500 mL de fluido. É relevante notar que o reator foi fabricado em aço inoxidável 316, como mostrado na Figura 3.2 (5), e um revestimento interno de teflon, conforme Figura 3.2 (4), garantindo assim uma elevada resistência à pressão e à corrosão, conforme recomendado pela API (2016).

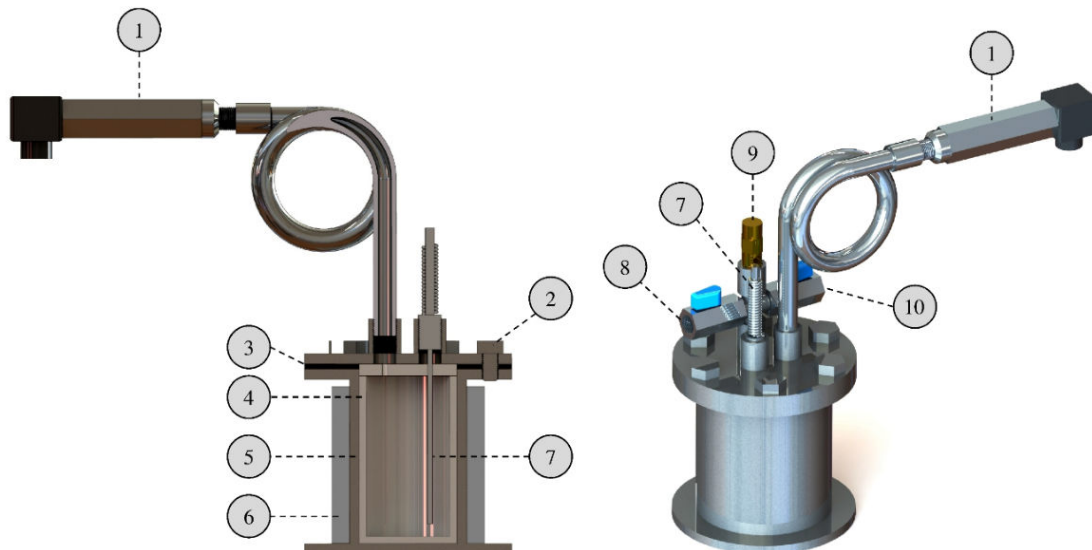
Figura 3.1 – Projeto da Unidade de Envelhecimento de Fluidos de Perfuração.

**Legenda**

- |  |  |
|--|--|
| 1 – Tampa para a cabine de proteção do reator            | 3 – Sistema de resfriamento do reator                |
| 2 – Sistema de aquisição de dados e controle             | 4 – Sistema de agitação magnética do reator          |
| a – Multifuncional I/O (National Instruments®, USB 6212) | 5 – Reator de envelhecimento de fluido de perfuração |
| b – Controlador de temperatura (Coel®, KM3)              | 6 – Cabine de proteção do reator                     |
| c – Controlador Lógico Programável (Delta®, DVP28SV)     |  |

Fonte: Autoria própria (2024).

Figura 3.2 – Reator para envelhecimento de fluidos de perfuração.

**Legenda**

- |   |                                   |
|---|-----------------------------------|
| 1 – Sensor de pressão (0-25 bar)                                | 7 – Termopar (D 3 mm, tipo J)     |
| 2 – Parafuso de 1/2 “   | 8 – Válvula de pressurização      |
| 3 – Vedação   | 9 – Válvula de segurança (16 bar) |
| 4 – Estrutura de teflon para contenção do fluido                | 10 – Válvula de despressurização  |
| 5 – Parede do reator de 6 mm                                    |                                   |
| 6 – Resistência de aquecimento tipo coleira (H 9,5 cm x D 7 cm) |                                   |

Fonte: Autoria própria (2024).

Para controlar o aquecimento, sinais elétricos são gerados por um termopar em contato com o fluido no interior do reator, como ilustrado na Figura 3.2 (7), e são transmitidos para o controlador de temperatura. Este último, então, emprega um sistema de controle PID (Proporcional, Integral e Derivativo) para operar um relé de estado sólido. O relé, por sua vez, liga e desliga a corrente que alimenta uma resistência tipo coleira (1000 W) envolvendo a parede do reator, conforme mostrado na Figura 3.2 (6).

Ao término do período de envelhecimento definido previamente, o controlador de temperatura desativa automaticamente o sistema de aquecimento do reator e ativa um *cooler* para resfriamento subsequente. Após o resfriamento, o reator é despressurizado através de uma válvula, como indicado na Figura 3.2 (10). A pressurização, por outro lado, é realizada pela válvula de entrada conforme demonstrado na Figura 3.1 (8), utilizando um cilindro de N<sub>2</sub>. A pressão dentro do reator é monitorada por um sensor de pressão para alta temperatura, conectado ao reator por meio de uma tubulação de inox 316, como destacado na Figura 3.2 (1).

Os dados coletados são processados por um dispositivo multifuncional I/O (National Instruments®, USB-6011) e posteriormente exibidos e armazenados em um *software* de supervisão (National Instruments®, LabVIEW® 2017), como ilustrado na Figura 3.3. Enquanto isso, os sinais provenientes do termopar são amplificados por um transmissor de sinais (Novus®, TxIsoRail), antes de serem lidos pelo dispositivo multifuncional é também exibido e registrado no *software* de supervisão.

Figura 3.3 – Supervisório da unidade de envelhecimento de fluidos de perfuração.



Fonte: Autoria própria (2024).

É importante ressaltar que o sistema possui dois dispositivos de segurança. O primeiro, uma válvula de alívio de pressão (conforme mostrado na Figura 3.2 (9)), ajustada para 20 bar. Essa válvula possui a capacidade de liberar o gás para fora do reator em situações de pressão excessiva. O segundo dispositivo consiste em um sistema eletrônico controlado por um CLP (Controlador Lógico Programável) da Delta® (modelo DVP), responsável por monitorar continuamente a pressão dentro do reator. Caso a pressão exceda os 20 bar, o sistema automaticamente interrompe o fornecimento de energia para a resistência tipo coleira, até que a falha seja corrigida e o processo reiniciado.

Após todo o projeto feito com o intuito de atender às necessidades para o estudo, a unidade foi construída, conforme pode ser visto na Figura 3.4.

Figura 3.4 – Foto da Unidade de Envelhecimento de Fluidos de Perfuração.



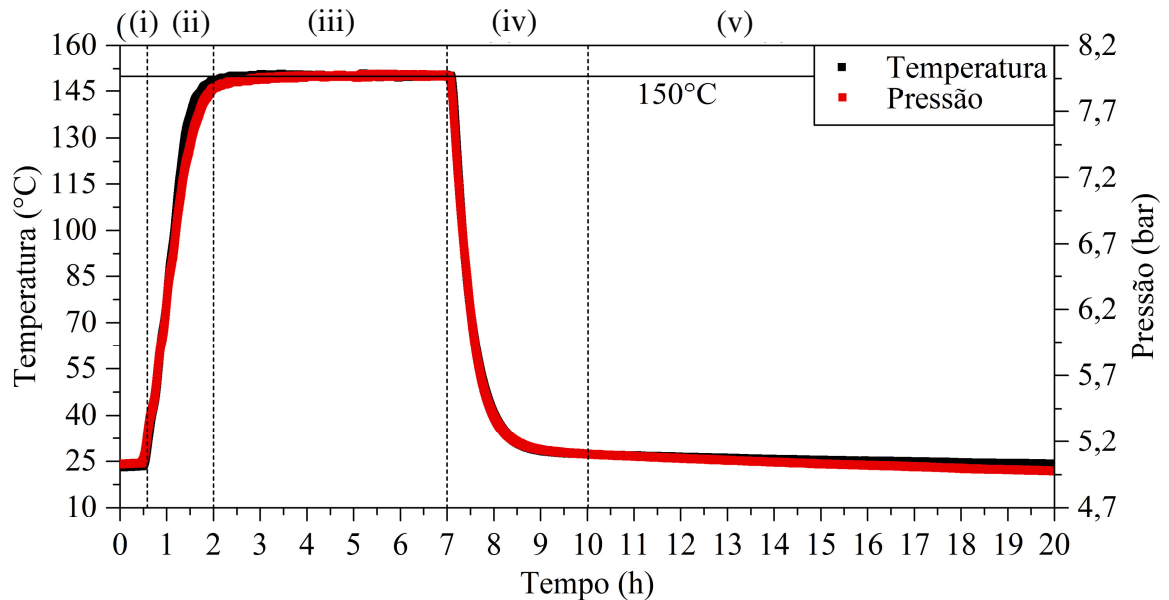
Fonte: Autoria própria (2024).

### 3.1.1 Teste de vazamento

Para avaliar a estabilidade e o funcionamento do sistema, foram conduzidos testes de pressurização do reator a 5 bar e aquecimento a 150 °C utilizando 150 mL de água destilada. Os resultados estão apresentados na Figura 3.5. Durante o período *i*, o reator foi pressurizado com N<sub>2</sub> a 5 bar, permitindo que o gás alcançasse o equilíbrio térmico com o reator. No período *ii*, o controlador iniciou uma rampa de aquecimento a uma taxa de aproximadamente 1,4

°C/min. O aquecimento gradual foi escolhido para garantir uma distribuição mais uniforme de calor no fluido, reduzindo o risco de danos nas paredes do reator.

Figura 3.5 – Teste de comportamento de Pressão e Temperatura ao longo do tempo para água.



Fonte: Autoria própria (2024).

Ao atingir a temperatura de ajuste ao final do período *ii*, o temporizador iniciou automaticamente uma operação de 5 horas. É importante observar que tanto a pressão quanto a temperatura apresentaram comportamento semelhante durante a rampa e a fase de manutenção do aquecimento. Após as 5 horas, o período *iii* encerrou-se, marcando o início do processo de resfriamento no período *iv*. Durante a primeira hora, o reator resfriou a uma taxa quase constante de 2,5 °C/min, alcançando cerca de 38 °C. Posteriormente, devido à diminuição do gradiente de temperatura entre o reator e o ambiente, o resfriamento ocorreu de forma mais gradual.

Após 3 horas de resfriamento, a temperatura do reator era próxima à inicial, marcando o início do período *v*. Neste período, tanto a temperatura quanto a pressão tenderam a estabilizar-se ao longo de mais de 10 horas de operação. Esses resultados demonstram a capacidade do sistema construído em controlar a temperatura e o tempo de envelhecimento previamente selecionados nos controladores. Além disso, verificou-se que o reator suportou as pressões operacionais e não apresentou vazamentos durante o teste.

### 3.2 Fabricação do Fluido de Perfuração

O fluido de perfuração utilizado neste estudo é uma emulsão inversa, composta por 60% de olefina interna como fase contínua, 40% de salmoura de cloreto de sódio como fase interna e outros reagentes adicionais. A preparação do fluido de perfuração foi realizada no laboratório de acordo com as diretrizes estabelecidas pela Petrobras (2011). Os seguintes componentes foram utilizados: olefina (como fase predominante), emulsificante primário, emulsificante secundário, carbonato (2-44), cal hidratada, solução aquosa de NaCl (como fase dispersa), viscosificante, baritina ( $\text{BaSO}_4$ ), modificador reológico e controlador de filtrado. As concentrações para a fabricação do fluido estão em libras por barril (lb/bbl), como mostrado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Composição química do fluido de perfuração sintético 60/40.

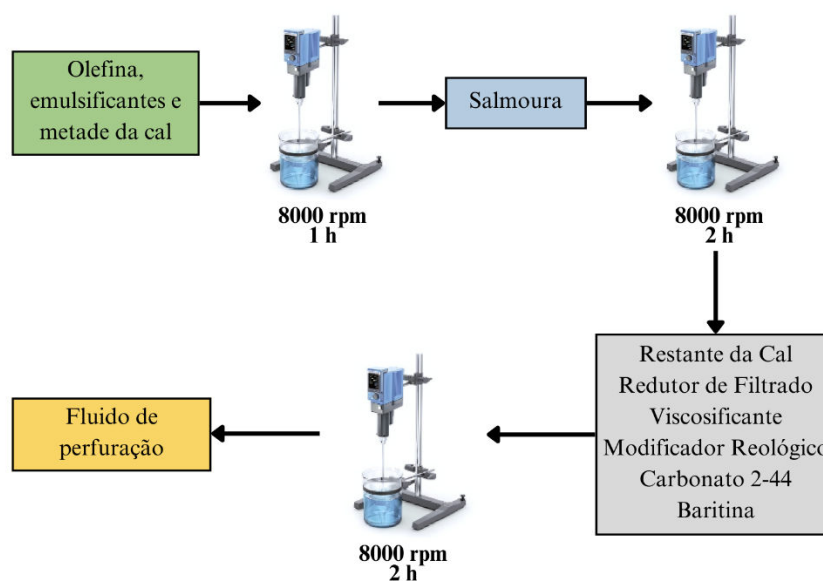
Formulação	Concentração	Unidade
Olefina Interna	0,58	bbl/bbl
Emulsificante Primário	7	lb/bbl
Emulsificante Secundário	3	lb/bbl
Cal	5	lb/bbl
Controlador de filtrado	2	lb/bbl
Viscosificante	5	lb/bbl
Salmoura (NaCl)	0,39	bbl/bbl
Obiturante (Calcário 2-44)	10	lb/bbl
Modificador Reológico	2,75	lb/bbl
Baritina	100	lb/bbl

Fonte: Autoria própria (2024).

Para realizar a mistura foi utilizado um agitador Ultra-Turrax T25 IKA. O processo de fabricação do fluido pode ser facilmente compreendido ao seguir o fluxograma apresentado na Figura 3.6. É válido mencionar que o processo de fabricação requer aproximadamente 5 horas. Segundo a Petrobras (2011), a ordem de adição dos reagentes deve ser estritamente seguida para assegurar a formação de uma emulsão estável.



Figura 3.6 – Fluxograma de fabricação do fluido de perfuração.



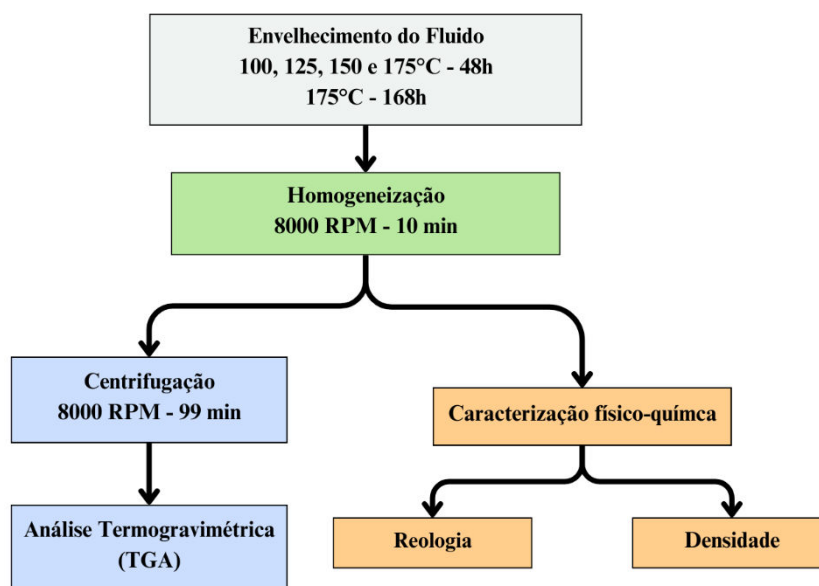
Fonte: Autoria própria (2024).

### 3.3 Metodologia dos Testes Preliminares

O procedimento operacional da unidade consistiu inicialmente em adicionar 150 g de fluido de perfuração ( $\approx 140$  mL) em um dos reatores. Em seguida, o reator era vedado e pressurizado com  $N_2$  até atingir a pressão desejada. O sistema permanecia nesse estado por 1 hora para que o gás adicionado entrasse em equilíbrio térmico com o reator. A pressão era ajustada conforme a temperatura do teste para impedir que a água contida no fluido entrasse em ebulição.

Os testes foram realizados em duplicata em temperaturas de envelhecimento (T) de  $100^\circ\text{C}$ ,  $125^\circ\text{C}$ ,  $150^\circ\text{C}$  e  $175^\circ\text{C}$ , durante um período (t) de 48 horas. As duplicatas de cada teste foram executadas em reatores separados, designados como  $R_1$  (Reator 1) e  $R_2$  (Reator 2). Para os testes realizados a  $100^\circ\text{C}$ ,  $125^\circ\text{C}$  e  $150^\circ\text{C}$ , o reator foi inicialmente pressurizado a 5 bar, enquanto para o teste a  $175^\circ\text{C}$ , o reator foi pressurizado a 8,9 bar. Adicionalmente, para explorar os limites operacionais do sistema e validar observações de fenômenos específicos, também foi realizado um teste a  $175^\circ\text{C}$  por um período mais longo de 168 horas. Após cada teste, a amostra foi homogeneizada em um dispersor (IKA®, T25) a 8000 rpm por 10 minutos e, em seguida, foi submetida à caracterização de suas propriedades físico-químicas, conforme pode ser visto no fluxograma apresentado na Figura 3.7.

Figura 3.7 – Fluxograma da metodologia adotada nos pré-testes.



Fonte: Autoria própria (2024).

### 3.3.1 Reologia

Nos ensaios de reologia, foi utilizado o reômetro coaxial Brookfield modelo R/S Plus acoplado a um banho termostático, conforme ilustrado na Figura 3.8 (a). Os dados são obtidos com o uso do *software* Rheo3000. Foi utilizado para as análises um *spindle* coaxial de 40 mm (CC-40) (Figura 3.8 (b)), que possui uma faixa de sensibilidade de viscosidade entre 0,0013 a 1340 Pa.s, normalmente utilizado para determinação de propriedades reológicas de fluidos de perfuração, soluções, suspensões e emulsões.

Figura 3.8 – (a) Reômetro Brookfield R/S Plus em conjunto com banho termostático TC-602  
(b) Spindle coaxial CC-40.



Fonte: Autoria própria (2024).

As curvas de fluxo foram obtidas por um método de taxa de cisalhamento controlada à temperatura ambiente. A variação da taxa de cisalhamento foi executada continuamente 0,1 a 1000 s<sup>-1</sup>, faixa adotada com base em trabalhos que analisaram a reologia de fluidos de perfuração (Ansari et al., 2021; Apostolidou; Sarris; Georgakopoulos, 2022; Khalifeh et al., 2021). Ao final dos testes, para descrever o comportamento reológico do fluido o modelo de Herschel-Buckley, descrito pela Equação 2.9, foi ajustado aos dados experimentais por meio de regressão não linear.

### 3.3.2 Densidade

A densidade do fluido foi analisada utilizando picnometria líquida em triplicata. Para tal propósito utilizou-se picnômetros de 25 mL e água destilada como líquido de referência. Todas as análises foram conduzidas em temperatura ambiente.

### 3.3.3 Análise termogravimétrica

Para avaliar a estabilidade térmica do fluido de perfuração e de seus principais componentes antes e após os testes de envelhecimento, conduziu-se uma análise termogravimétrica (TGA) utilizando um equipamento Shimadzu® DTG-60H, conforme ilustrado pela Figura 3.9. A faixa de temperatura de análise abrangeu de 25°C a 1000°C, com uma taxa de aquecimento de 10°C/min em um ambiente de N<sub>2</sub> a uma vazão de 50 mL/min. A massa de amostra variou entre 6 e 10 mg.

Figura 3.9 – Termogravímetro DTG-60H.



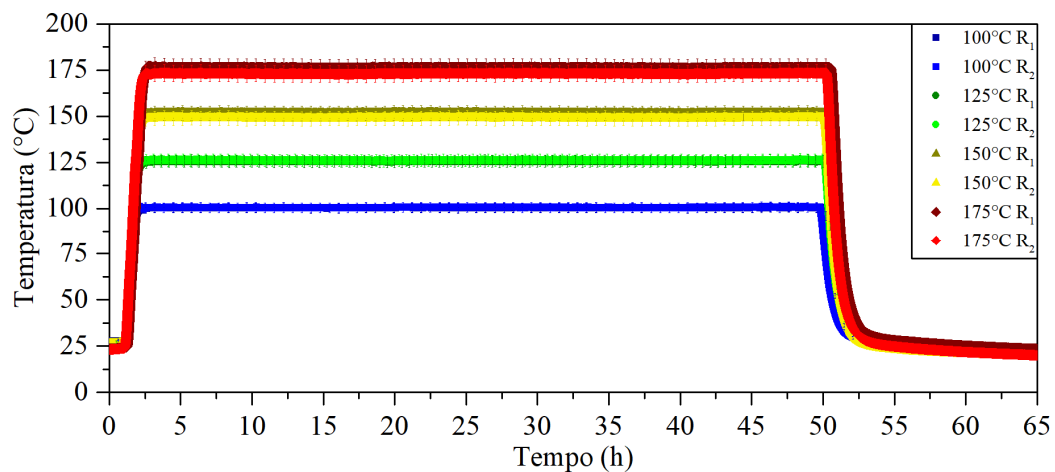
Fonte: Autoria própria (2024).

### 3.4 Resultados e Discussão

#### 3.4.1 Comportamento da temperatura e pressão dos ensaios de envelhecimento

A Figura 3.10 ilustra a variação da temperatura do fluido ao longo dos testes realizados a 100°C, 125°C, 150°C e 175°C durante um período de 48 horas, juntamente com o desvio padrão da medida. Pode-se observar que as curvas de aquecimento e resfriamento são bastante similares entre os testes, independentemente da temperatura de envelhecimento. Além disso, nas regiões de estabilização, verifica-se que as temperaturas nos reatores R<sub>1</sub> e R<sub>2</sub> são bastante próximas, o que sugere uma boa reprodução das condições operacionais entre as réplicas.

Figura 3.10 – Comportamento da temperatura ao longo do tempo de teste.

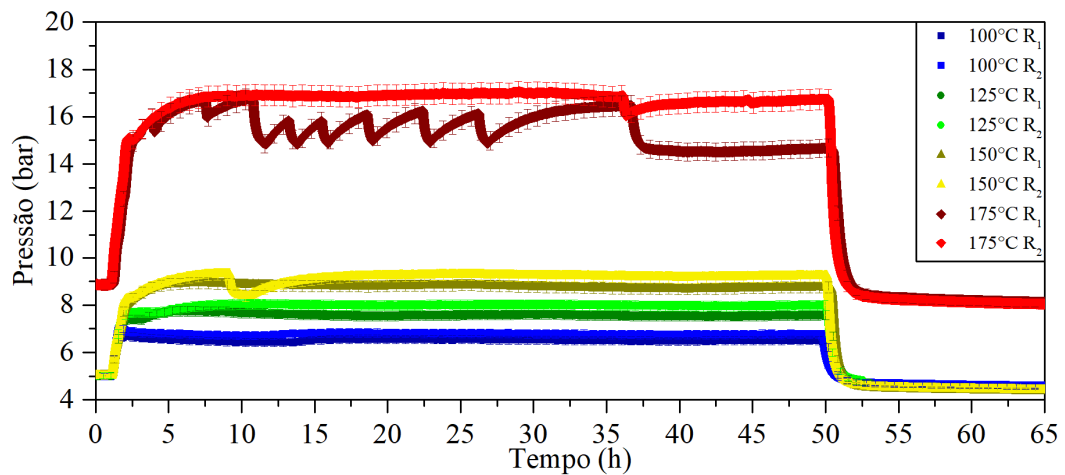


Fonte: Autoria própria (2024).

A Figura 3.11 retrata a variação da pressão nos reatores durante os mesmos testes descritos na Figura 3.10. Nas temperaturas de 100°C, 125°C e 150°C, foi observado que as pressões nos reatores R<sub>1</sub> e R<sub>2</sub> eram comparáveis para cada temperatura. No entanto, a 175°C, durante o período de estabilização, a pressão no reator R<sub>1</sub> exibiu oscilações entre picos e vales, quase em padrão cíclico. Durante os picos, a pressão no reator R<sub>1</sub> aproximava-se daquela registrada no reator R<sub>2</sub>. Nos testes realizados a 175 °C por 168 horas, observou-se um comportamento de pressão e temperatura bastante semelhante ao do reator R<sub>2</sub>. É importante destacar que, para essa temperatura elevada, foi selecionada uma pressão superior a 5 bar com o objetivo de evitar a evaporação da água nessas condições. Uma hipótese inicial formulada para explicar esse comportamento sugeriu a possibilidade de algum tipo de vazamento

intermitente, o qual poderia afetar a pressão no reator em intervalos cíclicos. No entanto, os vazamentos tendem a reduzir a pressão no reator a longo prazo. Além disso, a pressão nos reatores R<sub>1</sub> e R<sub>2</sub>, após o período de resfriamento (>55 horas), mostrou-se similar tanto entre si quanto em relação à pressão inicial antes do aquecimento. Assim, essa hipótese foi descartada.

Figura 3.11 – Comportamento da pressão ao longo do tempo de teste.



Fonte: Autoria própria (2024).

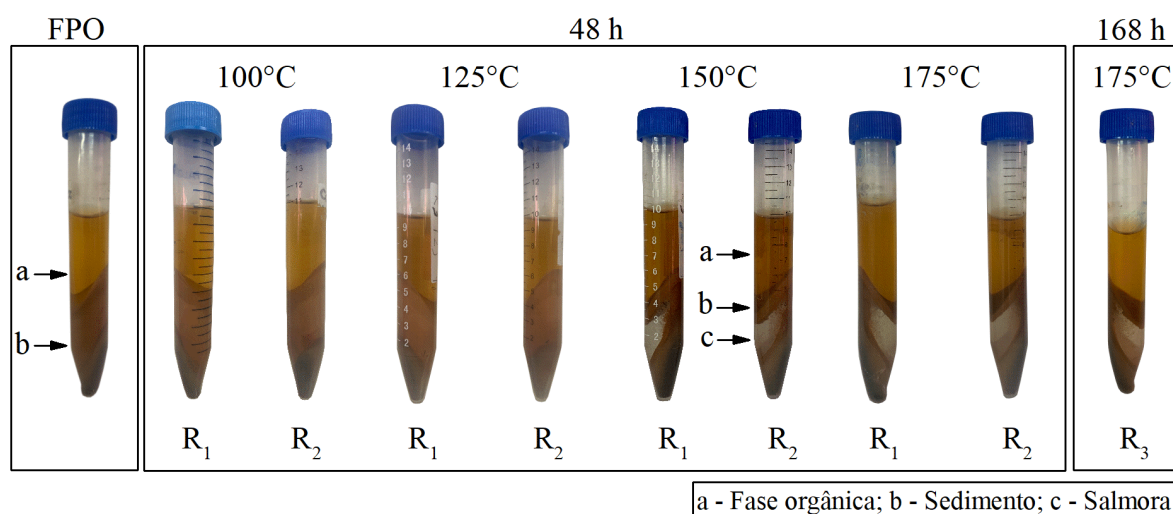
Uma segunda possibilidade levantada foi a obstrução do ponto de medição de pressão localizado na flange do reator devido à presença de vapores da fase orgânica. Em todos os ensaios realizados, houve a segregação entre a fase orgânica e os demais componentes do fluido após o teste de envelhecimento. Dessa forma, ao longo do experimento, os vapores quentes da fase orgânica ascenderam pela tubulação (tubo sifão) em direção ao sensor de pressão. Esses vapores, por estarem em uma condição de temperatura mais baixa que no interior do reator, foram gradualmente resfriados, condensando-se na tubulação e escorrendo em direção à flange, obstruindo o orifício de passagem, que possui apenas 3 mm de diâmetro.

### 3.4.2 Separação de fases por centrifugação

A aplicação de forças centrífugas em emulsões acelera a separação natural das fases da emulsão de acordo com suas densidades, com a substância mais leve migrando em direção ao centro da centrífuga (Al-Jumaily; Meshkinzar; Torres, 2023). Portanto, as amostras de fluido envelhecido foram centrifugadas utilizando uma centrífuga Hettich® EBA 20S, a uma velocidade de 8000 rpm por 99 minutos. Essas condições foram determinadas como adequadas para proporcionar uma separação clara entre as fases.

A Figura 3.12 ilustra as amostras centrifugadas em diferentes temperaturas e tempos dos pré-testes de envelhecimento. É possível observar que o fluido de perfuração original (FPO), ou seja, aquele não submetido aos ensaios de envelhecimento, exhibe predominantemente duas fases, identificadas como *a* e *b*. A fase *a* é orgânica e mais leve, provavelmente composta pela fase contínua de olefina, enquanto a fase *b* é mais densa e engloba todos os outros componentes do fluido, como a emulsão, emulsificantes, viscosificantes e os sólidos. Essas mesmas fases foram observadas para o fluido submetido aos testes de envelhecimento a 100 °C e 125 °C por 48 horas. No entanto, para o teste a 150 °C por 48 horas, notou-se o surgimento de uma terceira fase transparente *c*, possivelmente composta por salmoura, ou seja, a fase dispersa. Esse resultado sugere que a temperatura de 150 °C, durante 48 horas, foi capaz de desestabilizar os filmes interfaciais óleo/água, permitindo uma completa separação entre a fase emulsionada e a fase contínua quando o fluido foi submetido a um campo centrífugo.

Figura 3.12 – Influência da temperatura de envelhecimento nas fases observadas depois da centrifugação do fluido envelhecido.



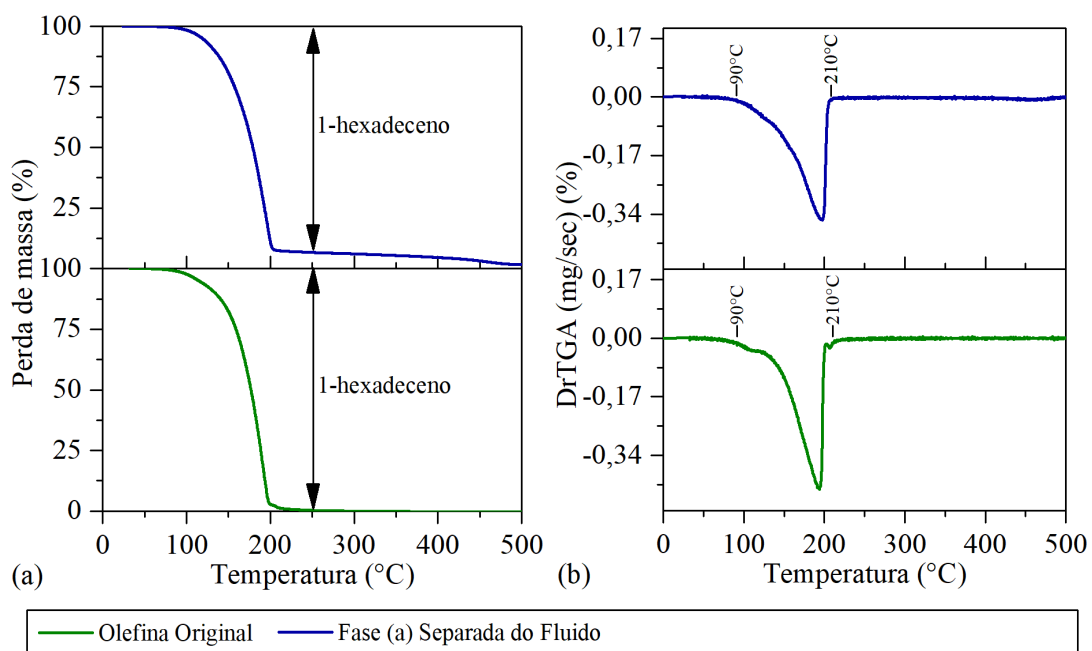
Fonte: Autoria própria (2024).

Para verificar se a fase *c* também aparece em condições mais severas, foram realizados testes de envelhecimento a 175 °C por 48 e 168 horas. Os resultados indicaram que, em temperaturas mais elevadas e períodos de teste mais longos, a fase *c* ainda estava presente. No entanto, em temperaturas inferiores a 150 °C por 48 horas, essa fase permanecia dispersa no fluido. Isso sugere que, dentro das condições avaliadas, uma temperatura mínima de 150 °C era necessária para induzir a aparente quebra da emulsão.

### 3.4.3 TGA

A Figura 3.13 exibe as curvas termogravimétricas (TGA) e derivadas termogravimétricas (DTG) da fase orgânica (Figura 3.12), comparadas com as curvas da olefina (1-hexadeceno) pura usada no fluido. O 1-hexadeceno puro, aquecido sob  $N_2$ , evaporou entre  $90\text{ }^\circ\text{C}$  e  $210\text{ }^\circ\text{C}$ , similar à faixa de  $120\text{ }^\circ\text{C}$  a  $220\text{ }^\circ\text{C}$  relatada por Yin et al. (2015). A fase (a) da Figura 3.13 evaporou em uma faixa semelhante ( $90\text{ }^\circ\text{C}$  a  $210\text{ }^\circ\text{C}$ ), confirmando a presença do 1-hexadeceno. A Figura 3.13 (a) mostra que, embora a fase (a) seja composta principalmente por olefina (93%), outros componentes (7%) foram removidos apenas a cerca de  $500\text{ }^\circ\text{C}$ . Isso indica que a olefina, por ser menos densa, se concentrou na parte superior do recipiente, mas a separação completa não ocorreu, deixando outros componentes dispersos.

Figura 3.13 – Curvas termogravimétrica (TGA) (a) e termogravimétrica derivada (DTG) (b) da fase (a) observada na Figura 3.12.

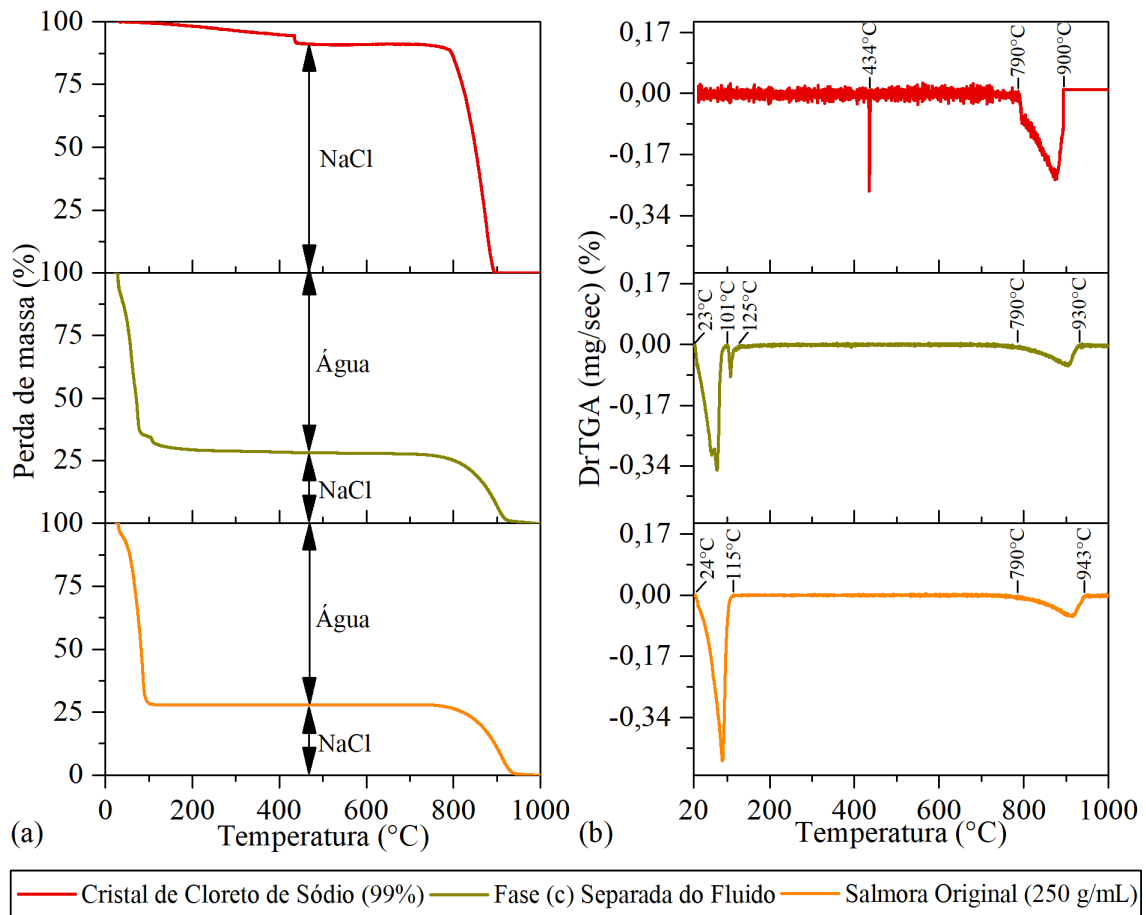


Fonte: Autoria própria (2024).

A Figura 3.14 apresenta os resultados da análise termogravimétrica da fase (c), conforme observada na Figura 3.12, comparada com a salmoura original utilizada na composição do fluido de perfuração e os cristais de  $NaCl$ . A análise da salmoura original revelou um pico entre  $24\text{ }^\circ\text{C}$  e  $115\text{ }^\circ\text{C}$ , característico da evaporação da água, conforme relatado por Ghaderi e Dargazany (2022). Após a temperatura de  $115\text{ }^\circ\text{C}$ , a massa da amostra permaneceu constante e diferente de zero, indicando a precipitação de uma espécie presente na

solução. Essa precipitação manteve-se estável ao longo de uma ampla faixa de temperatura e começou a ser removida entre 790 °C e 940 °C, correspondendo à temperatura de fusão dos cristais de NaCl, conforme reportado por Broström et al. (2013).

Figura 3.14 – Curvas termogravimétrica (TGA) (a) e termogravimétrica derivada (DTG) (b) da fase (c) observada na Figura 3.12.



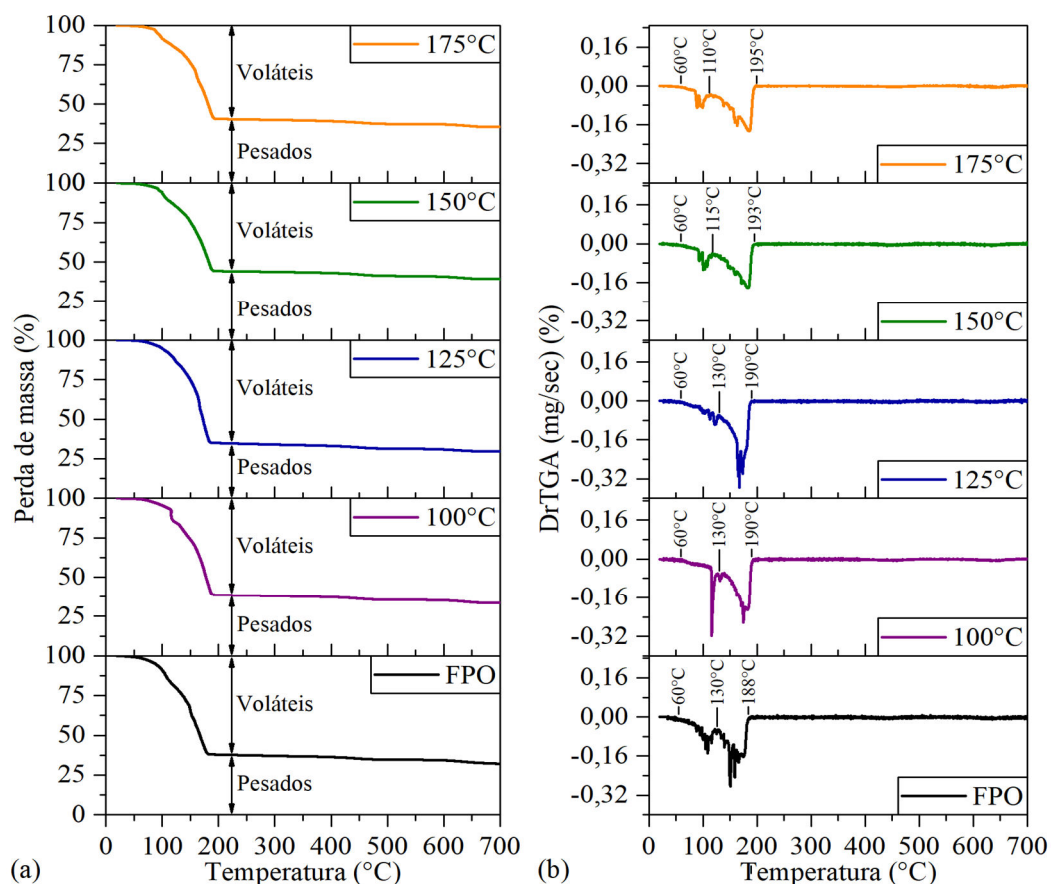
Fonte: Autoria própria (2024).

As curvas termogravimétricas da salmoura original e da fase (c) da Figura 3.14 mostram semelhanças notáveis. Ambas exibem evaporação da água entre 23 °C e 101 °C, evaporação de componentes minoritários entre 101 °C e 125 °C, e fusão dos cristais de NaCl entre 790 °C e 930 °C, confirmando que a fase (c) é predominantemente salmoura. Com base nas proporções de água e NaCl, e considerando a densidade da salmoura como  $1,15 \pm 0,09$  g/mL, a concentração da salmoura original foi calculada como 242 g/L e a da fase (c) como 244 g/L. Essas concentrações se alinham com a concentração de 250 g/L reportada pelo fornecedor (Petrobras), sugerindo que, a emulsão foi completamente quebrada e a fase dispersa se separou como uma fase única.



Com o intuito de aprimorar a compreensão sobre como a estabilidade térmica do fluido de perfuração é afetada em condições de quebra da emulsão, uma análise termogravimétrica foi conduzida tanto no fluido de perfuração original (FPO) quanto no fluido envelhecido em diferentes temperaturas por 48 horas. Os resultados apresentados na Figura 3.15, revelam dois picos distintos. Para o FPO e o fluido envelhecido a 100 °C e 125 °C, o primeiro pico ocorreu entre 60 °C e 130 °C, indicativo da evaporação da água (Ghaderi; Dargazany, 2022). No entanto, para temperaturas de envelhecimento de 150 °C e 175 °C, o pico começou em 60 °C, mas terminou em 115 °C e 110 °C, respectivamente, indicando que temperaturas mais moderadas foram suficientes para a completa evaporação da água em condições de quebra da emulsão.

Figura 3.15 – Curvas termogravimétrica (TGA) (a) e termogravimétrica derivada (DTG) (b) do fluido de perfuração envelhecido em diferentes temperaturas durante 48 h de teste.



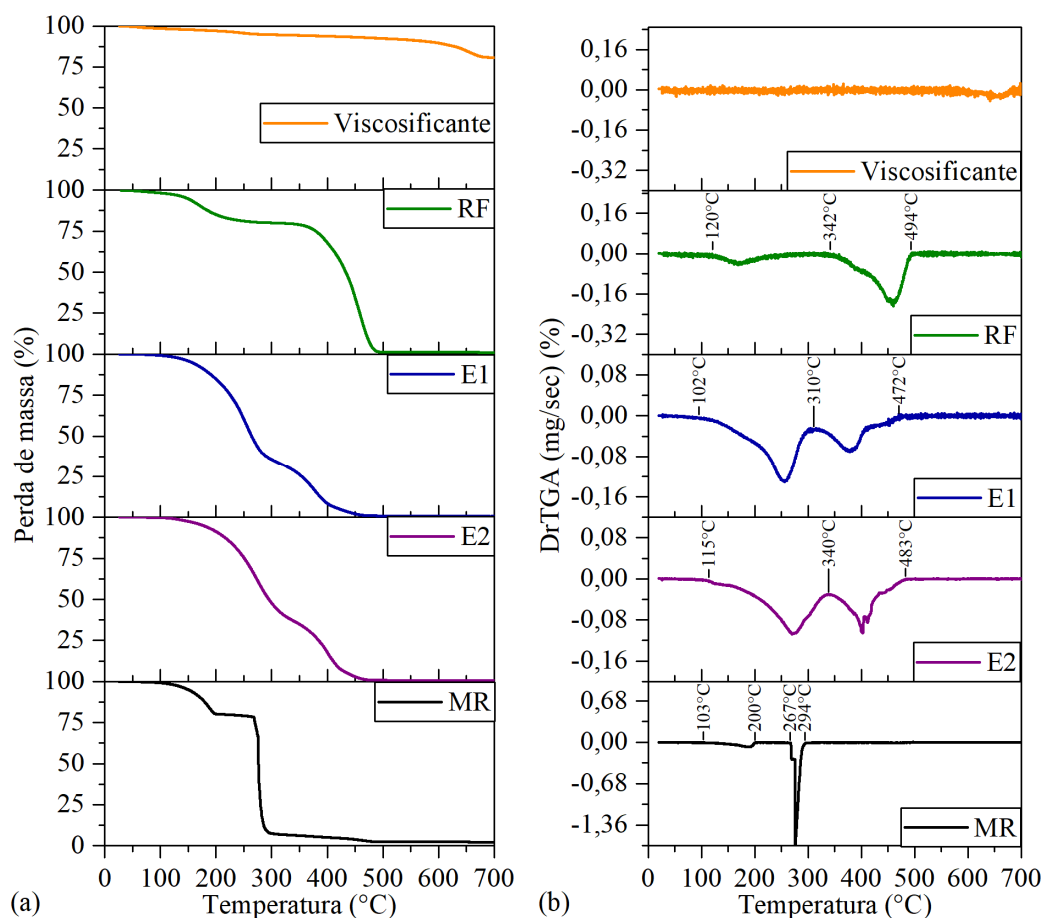
Fonte: Autoria própria (2024).

Acima de 200 °C, todos os componentes voláteis foram eliminados, restando apenas os mais densos, que permaneceram estáveis até 700 °C. Para o FPO e o fluido envelhecido a 100 °C e 125 °C, a proporção de componentes densos era cerca de 37%, mas aumentou para 43%

na condição de quebra, indicando a formação de componentes mais densos após a quebra da emulsão. É relevante destacar que, em emulsões de água em óleo (A/O), o aumento da temperatura geralmente reduz a viscosidade da fase oleosa, promovendo colisão e floculação das gotículas, desestabilizando os filmes interfaciais óleo/água. Mesmo em temperaturas moderadas (70 °C), há uma barreira energética para a coalescência das gotículas, e a resistência à compressão do filme pode aumentar com a temperatura (Jones; Neustadter; Whittingham, 1978). Portanto, a quebra da emulsão observada pode ocorrer não apenas devido à diminuição da viscosidade da fase oleosa, mas também devido à degradação dos componentes que garantem a estabilidade do fluido.

Com base nessas considerações, foi realizada uma análise da estabilidade térmica dos principais reagentes puros utilizados na preparação do fluido de perfuração: modificador reológico (MR), emulsificante primário e secundário (E1 e E2), redutor de filtrado (RF) e viscosificante, conforme apresentados na Figura 3.16.

Figura 3.16 – Curvas termogravimétrica (TGA) (a) e termogravimétrica derivada (DTG) (b) dos principais reagentes utilizados na preparação do fluido de perfuração.



Fonte: Autoria própria (2024).

De acordo com Ghaderi e Dargazany (2022), os compostos orgânicos tipicamente se degradam em uma faixa de temperatura entre 100 °C e 500 °C. Ao examinar a Figura 3.16, é evidente que todos os componentes analisados eram termicamente estáveis até 100 °C. No entanto, com temperaturas ligeiramente acima desse valor, tanto o emulsificante secundário quanto o modificador reológico começaram a perder massa. É relevante observar que, já na temperatura mínima de quebra da emulsão registrada, 150 °C, esses componentes apresentavam uma perda de cerca de 5% de suas massas.

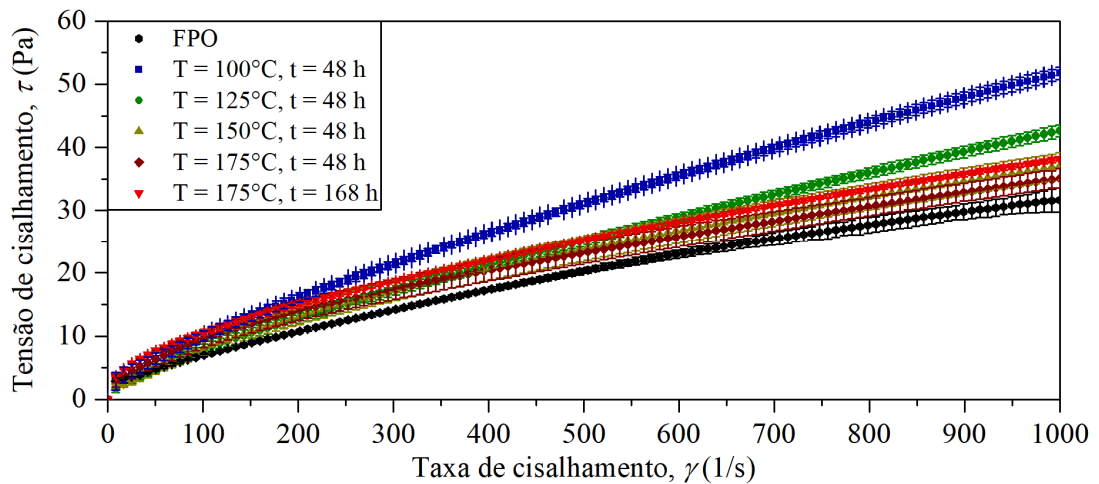
Por outro lado, o emulsificante primário e o redutor de filtrado demonstraram uma estabilidade térmica um pouco maior, com início da perda de massa em torno de 115 °C e 120 °C, respectivamente. Entretanto, a 150 °C, aproximadamente 4% da massa desses componentes já havia sido degradada. O viscosificante, por sua vez, exibiu uma alta estabilidade em temperaturas até superiores a 200 °C. Esse resultado reforça a hipótese de que a degradação térmica dos componentes responsáveis pela estabilidade da emulsão também pode contribuir para a ocorrência de uma condição de quebra da emulsão.

#### 3.4.4 Análise reológica

A Figura 3.17 ilustra como a variação da taxa de cisalhamento ( $\dot{\gamma}$ ) afeta a tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) desses fluidos. Além disso, a Tabela 3.4 oferece uma comparação abrangente sobre como as condições operacionais dos testes de envelhecimento influenciam os parâmetros do modelo Herschel-Bulkley, em contraste com os parâmetros obtidos para o FPO. Essa análise detalhada permite compreender as nuances do comportamento reológico dos fluidos sob diferentes condições de envelhecimento.

Ao examinar as curvas reológicas apresentadas na Figura 3.17, observa-se que, para taxas de cisalhamento entre 500 e 1000 s<sup>-1</sup> (consideradas altas), as curvas mostram uma tendência quase linear, embora com inclinações variadas dependendo da temperatura de envelhecimento. Por outro lado, quando as taxas de cisalhamento estão na faixa de 0 a 500 s<sup>-1</sup>, um comportamento não linear é observado. Esse resultado sublinha a importância das baixas taxas de cisalhamento, que não devem ser subestimadas na caracterização completa do fluido de perfuração, especialmente ao determinar seu comportamento pseudoplástico.

Figura 3.17 – Influência da temperatura de envelhecimento no comportamento reológico do fluido de perfuração.



Fonte: Autoria própria (2024).

No que tange à influência da temperatura de envelhecimento, observou-se, durante um período de 48 horas, um aumento na tensão de cisalhamento para o fluido envelhecido a 100 °C em comparação com o FPO. Segundo Apostolidou, Sarris e Georgakopoulos (2022), esse comportamento é comum em fluidos de perfuração, que tendem a envelhecer e a adquirir maiores tensões de cisalhamento sob certas condições. Isso ocorre porque alguns aditivos utilizados na formulação do fluido são ativados em altas temperaturas.

No entanto, à medida que a temperatura de envelhecimento progrediu, as tensões de cisalhamento diminuíram para o fluido envelhecido a 125 °C e atingiram valores ainda mais baixos para os fluidos envelhecidos a 150 °C e 175 °C. Isso sugere que, em torno de 125 °C após 48 horas, o fluido começou a perder sua capacidade de gerar tensões de cisalhamento, e essa capacidade diminuiu ainda mais quando o fluido entrou em condição de quebra da emulsão a 150 °C.

Entretanto, temperaturas de envelhecimento mais elevadas ou períodos de teste mais prolongados não necessariamente resultaram em uma redução ainda maior das tensões de cisalhamento. Em outras palavras, na condição de quebra da emulsão, o fluido tende a exibir propriedades reológicas semelhantes e independentes das condições de envelhecimento que levaram à quebra.

Essa suposição é respaldada pela análise estatística dos parâmetros do modelo Herschel-Bulkley. Conforme apresentado na Tabela 3.2, os parâmetros com letras idênticas sobrescritas são estatisticamente indistinguíveis dentro de um grupo. Nota-se que o índice de consistência  $K$  e o índice da lei de potência  $n$ , que descrevem a deformação do fluido em relação à taxa de

cisalhamento, são estatisticamente equivalentes para as temperaturas de 150 °C e 175 °C (tanto para 48 horas quanto para 168 horas). Esse resultado é interessante, pois esses parâmetros reológicos poderiam ser utilizados como critério para verificação de uma suposta quebra da emulsão que foi observada nessas condições, discutida anteriormente. Adicionalmente, é relevante observar que, embora o índice de consistência tenha aumentado para as temperaturas de 150 °C e 175 °C, o índice da lei de potência diminuiu, indicando uma mudança para um comportamento mais pseudoplástico do fluido na condição de quebra da emulsão. Quanto ao  $\tau_0$ , verificou-se que seu valor diminuiu consideravelmente após envelhecimento a 150 °C durante 48 horas e aumenta nas condições de 175 °C, tanto para 48 horas quanto para 168 horas.

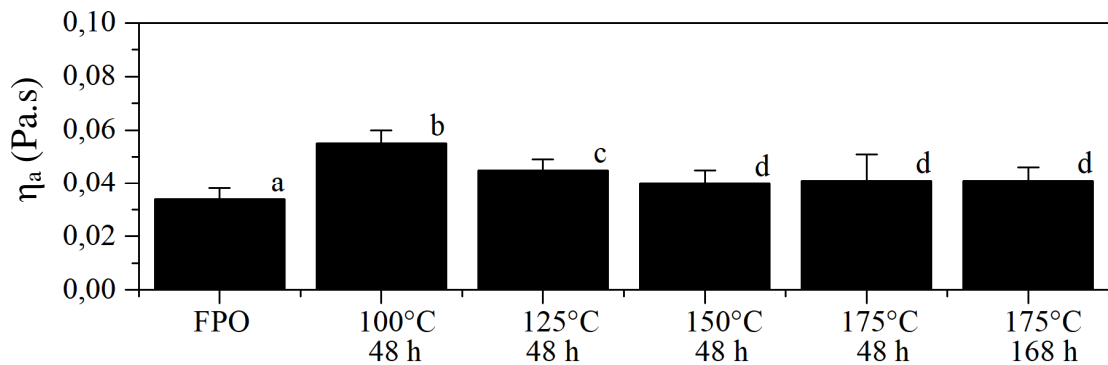
Tabela 3.2 – Influência das condições de envelhecimento nos parâmetros do modelo Herschel-Bulkley.

Temperatura de envelhecimento ( <i>T</i> ) (°C)	Tempo de envelhecimento ( <i>t</i> ) (h)	$\tau_0$ (Pa)	K (Pa.s <sup>-1</sup> )	n	R <sup>2</sup>
	FPO	0,781 ± 0,009 <sup>a</sup>	0,253 ± 0,071 <sup>a</sup>	0,698 ± 0,064 <sup>a</sup>	0,9990
100	48	1,069 ± 0,095 <sup>b</sup>	0,279 ± 0,089 <sup>a</sup>	0,753 ± 0,044 <sup>b</sup>	0,9998
125	48	0,979 ± 0,015 <sup>c</sup>	0,193 ± 0,060 <sup>b</sup>	0,778 ± 0,040 <sup>c</sup>	0,9998
150	48	0,000 ± 0,000 <sup>d</sup>	0,594 ± 0,073 <sup>c</sup>	0,596 ± 0,028 <sup>d</sup>	0,9960
175	48	0,728 ± 0,111 <sup>e</sup>	0,606 ± 0,090 <sup>c</sup>	0,583 ± 0,032 <sup>d</sup>	0,9987
175	168	1,769 ± 0,070 <sup>f</sup>	0,591 ± 0,068 <sup>c</sup>	0,594 ± 0,024 <sup>d</sup>	0,9981

Fonte: Aatoria própria (2024).

A Figura 3.18 ilustra a variação da viscosidade aparente do fluido a altas taxas de cisalhamento, entre 800 e 1000 s<sup>-1</sup> ( $\eta_a$ ), para diferentes condições de envelhecimento. Vale ressaltar que esse intervalo de taxa de cisalhamento foi selecionado porque representa uma faixa onde a viscosidade tende a se estabilizar em um determinado valor. Um padrão similar ao descrito na Figura 3.17 é observado, onde a temperatura de envelhecimento de 100 °C resultou em um aumento da viscosidade do fluido em comparação com o FPO. Entretanto, ao elevar a temperatura de envelhecimento para 125 °C, o fluido tornou-se menos viscoso, e para 150 °C, a viscosidade do fluido diminuiu ainda mais. Contudo, a partir desse ponto, maiores temperaturas ou períodos de envelhecimento diminuíram a viscosidade do fluido, mantendo-a em valores estatisticamente equivalentes aos obtidos para o fluido envelhecido a 150 °C. Esse resultado reitera a suposição de que o fluido assume propriedades reológicas muito semelhantes quando a condição de quebra da emulsão é alcançada.

Figura 3.18 – Influência do envelhecimento acelerado em diferentes condições na viscosidade aparente a altas taxas de cisalhamento do fluido de perfuração.

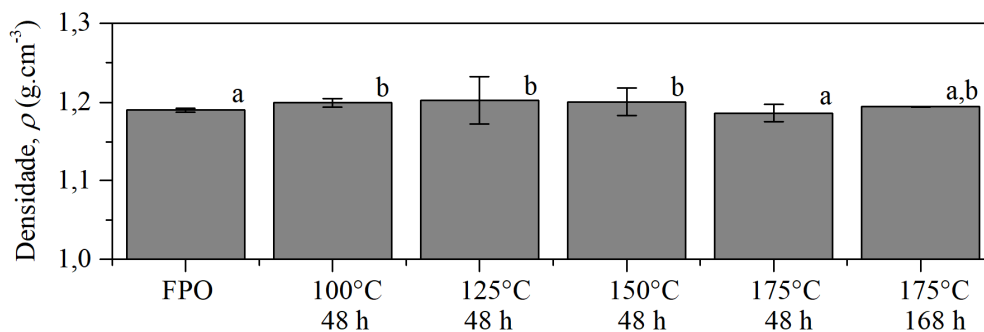


Fonte: Autoria própria (2024).

### 3.4.5 Densidade

A Figura 3.19 exibe como as condições operacionais de envelhecimento impactam a densidade do fluido. É perceptível que, apesar da mudança na reologia do fluido, a relação massa-volume permaneceu praticamente inalterada, mantendo-se próxima a 1,2 g/mL ( $\approx 10,02$  PPG). Portanto, o envelhecimento não teve um impacto significativo na densidade do fluido. Esse achado destaca a eficácia da pressurização da unidade. Se houvesse perda de material durante o procedimento, essa mudança seria refletida na densidade do fluido envelhecido.

Figura 3.19 – Influência do envelhecimento acelerado em diferentes condições na densidade do fluido de perfuração.



Fonte: Autoria própria (2024).

### 3.5 Conclusões

Com base nos resultados apresentados neste capítulo de pré-testes, pode-se concluir o seguinte:

- i. A centrifugação das amostras revelou a separação das fases do fluido de perfuração. A temperatura de 150 °C por 48 horas foi suficiente para romper a emulsão, resultando na completa separação das fases interna e contínua. Temperaturas mais elevadas e períodos de envelhecimento mais longos também provocaram a separação das fases.
- ii. A análise termogravimétrica das fases separadas por centrifugação na condição de quebra da emulsão confirmou a presença de componentes específicos. A fase (a) era principalmente composta de olefina, enquanto a fase (c) era predominantemente salmoura. A fase (b) representava uma mistura dos demais componentes do fluido de perfuração. Além disso, foi observado que a ocorrência de uma condição de quebra da emulsão pode estar relacionada à degradação térmica dos componentes responsáveis pela estabilidade da emulsão.
- iii. A influência da temperatura de envelhecimento por 48 horas demonstrou que o fluido inicialmente apresentou maiores valores de tensões de cisalhamento a 100 °C, os quais aumentaram ainda mais a 125 °C e a 150 °C. Além disso, os parâmetros do modelo *Herschel-Bulkley* indicaram que as propriedades reológicas do fluido na condição de quebra da emulsão parecem ser independentes das condições de envelhecimento que levaram a ela. A viscosidade do fluido também seguiu um padrão semelhante, com aumento a 100 °C, redução a 125 °C e um valor mínimo a 150 °C, mantendo-se estatisticamente constante para temperaturas ou períodos de envelhecimento mais longos.
- iv. Por fim, os resultados obtidos demonstraram que as propriedades do fluido foram significativamente influenciadas pelas diferentes condições de envelhecimento, especialmente quando ocorreu a quebra da emulsão. Nessas circunstâncias, pode haver uma perda de eficiência quando o fluido é submetido a condições estáticas em altas temperaturas e por longos períodos, o que pode resultar na necessidade de substituição ou adequação do fluido durante uma operação real.

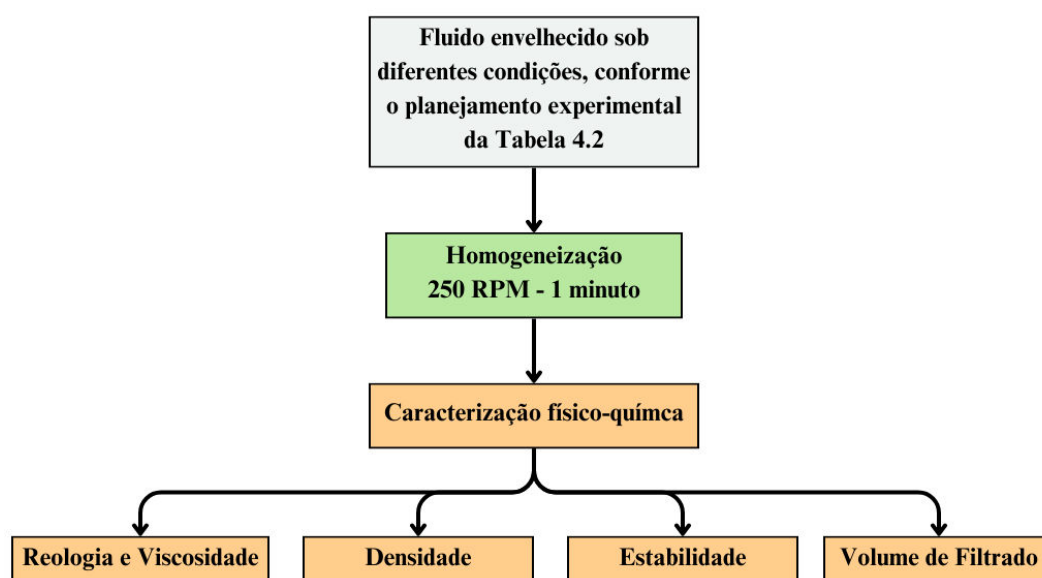
## 4 INVESTIGAÇÃO DO ENVELHECIMENTO ACELERADO

O presente capítulo tem como objetivo apresentar as ações tomadas após os testes preliminares de envelhecimento acelerado, explicar as motivações por trás dessas ações, definir um planeamento composto central, bem como apresentar os resultados, conclusões e sugestões para trabalhos futuros. Para isso, foi construído um misturador de baixas rotações para fluidos de perfuração envelhecidos e um aparato para aquisição de imagens para ensaios de estabilidade. Este capítulo discutirá as motivações e o funcionamento desses equipamentos.

### 4.1 Metodologia

Os ensaios experimentais foram conduzidos de acordo com o fluxograma detalhado na Figura 4.1.

Figura 4.1 – Fluxograma de análises pós envelhecimento.



Fonte: Autoria própria (2024).

#### 4.1.1 Mudanças implementadas com base nos testes preliminares



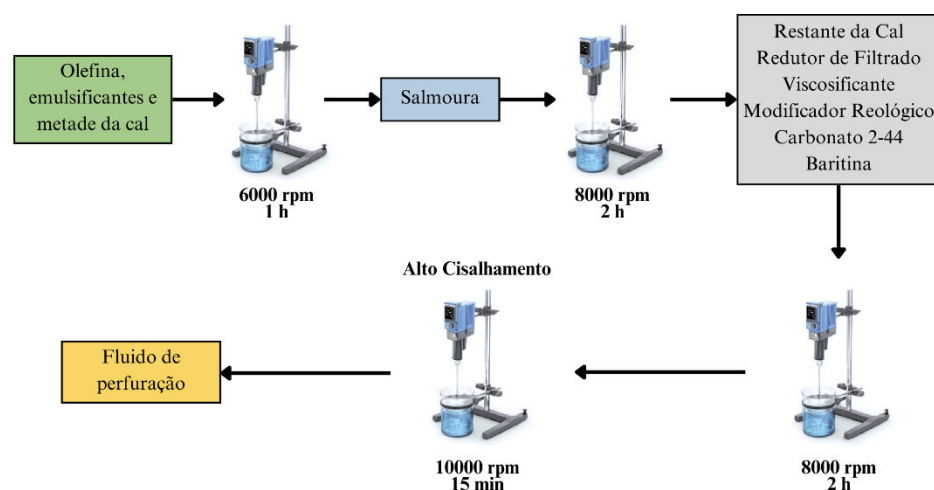
#### 4.1.1.1 Medidas Para Aumentar a Estabilidade da Emulsão no Fluido de Perfuração

Com base nas conclusões derivadas dos pré-testes realizados, foi decidido incorporar algumas análises adicionais ao estudo do fluido de perfuração. Essas análises incluem o volume de filtrado e a estabilidade. No entanto, durante o primeiro teste conduzido em um filtro HTHP conforme o procedimento da seção 4.1.3.2, observou-se a presença de salmoura no volume de líquido passante pelo filtro coletado durante o teste. Este fenômeno sugere que a emulsão formada durante a fabricação do fluido está instável, exigindo correção antes de sua aplicação em condições reais de perfuração (Caenn; Darley; Gray, 2014; Lima et al., 2022). Com base nessa constatação, foram tomadas certas medidas que serão discutidas a seguir.

##### 4.1.1.1.1 Aumento do cisalhamento durante a fabricação do fluido

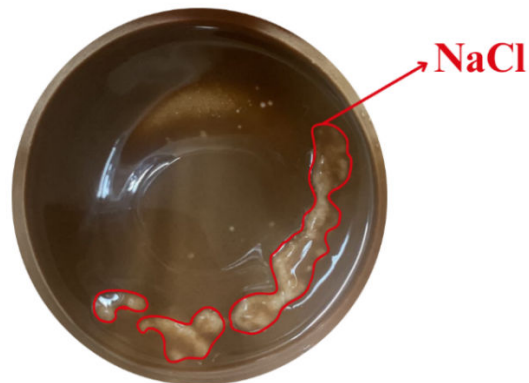
Com o objetivo de obter emulsões mais estáveis, como observado por Friaça, Pereira e Ataíde (2023), é crucial aumentar o cisalhamento durante o processo de formação da emulsão. Com isso em mente, a velocidade de rotação do misturador durante a fabricação do fluido foi elevada para 10000 rpm ao final do processo de fabricação durante 15 minutos, conforme pode ser visto na Figura 4.2. No entanto, foi observada a precipitação de sal no fundo do Becker após a fabricação, o que sugere que o fluido alcançou temperaturas superiores a 60 °C e perdeu água durante esse processo, conforme ilustrado na Figura 4.3. Esta ocorrência pode ter sido causada pelo processo de mistura em alta velocidade.

Figura 4.2 – Fluxograma de fabricação do fluido de perfuração com a adição de alto cisalhamento na etapa final.



Fonte: Autoria própria (2024).

Figura 4.3 – Presença de sal no fluido após fabricação.



Fonte: Autoria própria (2024).

Para resolver esse problema, o béquer onde o fluido é fabricado foi imerso em um banho térmico, conforme ilustrado na Figura 4.4. Isso garantiu que a temperatura não aumentasse excessivamente e permanecesse próxima a 30 °C, que, segundo Chen e Tao (2005), é a temperatura ideal para a formação de emulsões mais estáveis. No entanto, mesmo com o processamento em condições de alto cisalhamento, a presença de salmoura no filtrado ainda foi detectada.

Figura 4.4 – Foto durante a fabricação do fluido imerso em um banho térmico.



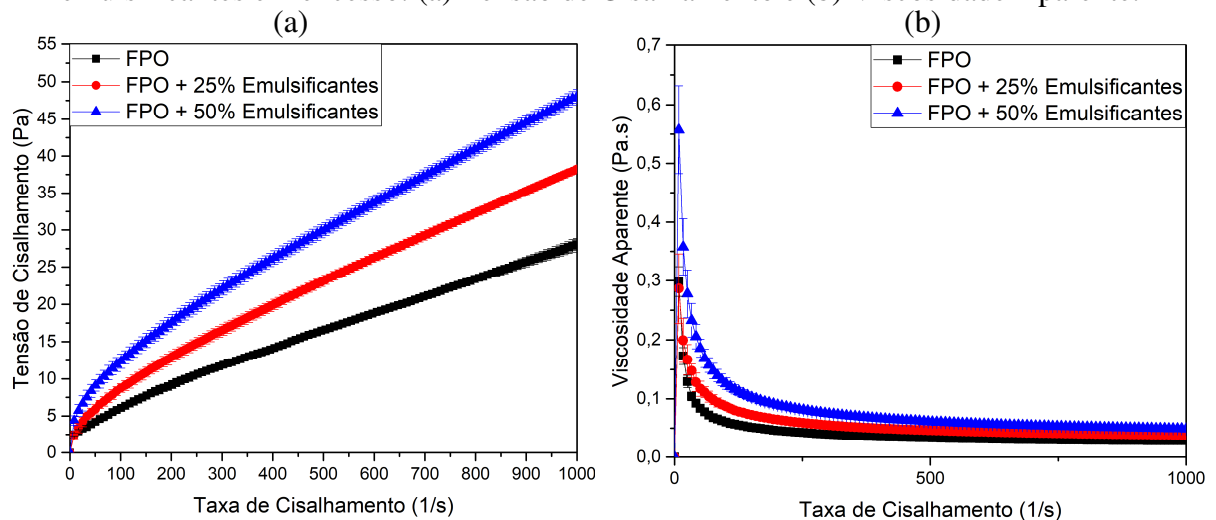
Fonte: Autoria própria (2024).

#### 4.1.1.1.2 Adição de Emulsificantes em excesso

Para formar uma emulsão mais estável e evitar o aparecimento de salmoura no filtrado, uma outra abordagem adotada foi fabricar um fluido contendo emulsificante em excesso. Essa estratégia foi concebida devido à idade avançada dos reagentes, os quais podem levar à perda de atividade dos emulsificantes ao longo do tempo, devido a fatores como exposição à luz, calor, oxidação, ou mesmo reações químicas com outros componentes contaminantes. Essa degradação pode comprometer a capacidade do emulsificante de manter a estabilidade da emulsão, afetando negativamente sua qualidade. Assim, foram produzidos fluidos com a adição de 25 e 50% a mais de emulsificantes em relação à formulação original.

Observou-se que a reologia (curva de consistência e viscosidade) do fluido apresentou um aumento nos valores de viscosidade e tensão com a adição de 25% de emulsificante; no entanto, o problema do filtrado persistiu. Somente com a adição de 50% de emulsificante foi possível evitar o aparecimento de salmoura no filtrado. Entretanto, essa quantidade também resultou em um aumento significativo nas curvas de consistência, conforme ilustrado na Figura 4.5.

Figura 4.5 – Curvas de consistência do fluido de perfuração original com a adição de emulsificantes em excesso: (a) Tensão de Cisalhamento e (b) Viscosidade Aparente.



Fonte: Autoria própria (2024).

Dado que o estudo visa analisar o impacto do tempo e temperatura de envelhecimento em fluidos estáveis, optou-se por manter a adição de 50%.

#### **4.1.1.2 Alteração na etapa de mistura pós-envelhecimento**

A partir dos resultados obtidos na centrífuga, conforme descrito na seção 3.4.2, surgiu a necessidade de compreender melhor o impacto do processo de mistura do fluido envelhecido quando submetido a uma alta taxa de cisalhamento. A dúvida principal era se esse processo estava contribuindo para a formação de uma emulsão mais estável e se, por outro lado, o efeito da centrifugação estava induzindo a quebra dessa emulsão. Essa hipótese se baseia em estudos prévios que indicam que a força centrífuga pode, de fato, facilitar a separação das fases em emulsões, levando à sua desestabilização (Furtado et al., 2015; He et al., 2016).

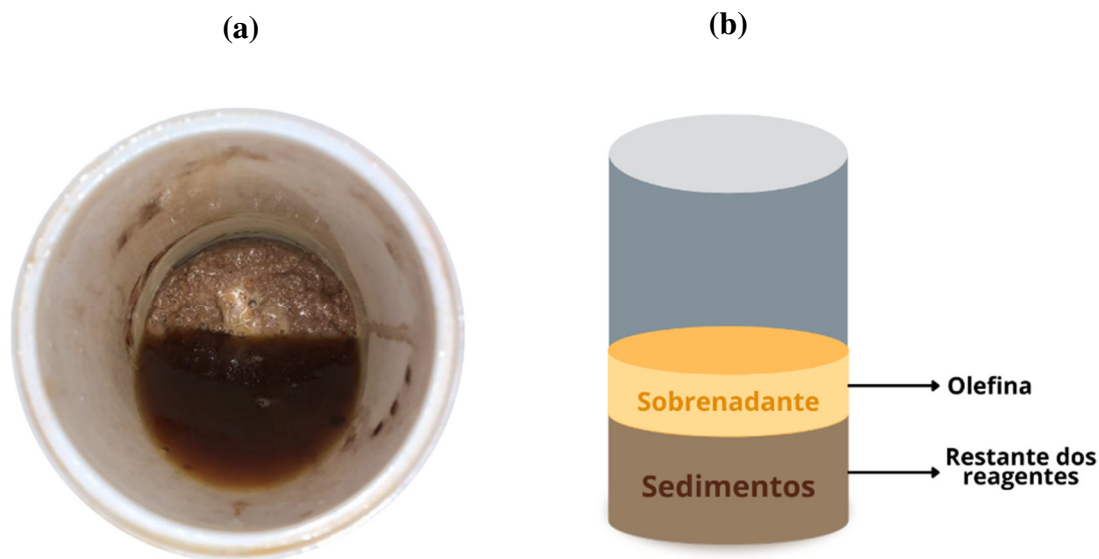
Dado esse contexto, tornou-se essencial desenvolver um experimento minucioso para investigar o efeito de diferentes variáveis no comportamento do fluido, tais como a rotação do misturador, o tempo de mistura, a velocidade de centrifugação e a duração do processo de centrifugação. O objetivo seria determinar como cada uma dessas variáveis poderia influenciar a estabilidade da emulsão, seja na promoção da emulsificação ou na facilitação da sua quebra.

Contudo, diante da complexidade e do tempo necessário para a realização desse estudo abrangente, optou-se por uma abordagem alternativa. Em vez de proceder com a investigação completa, decidiu-se por uma solução mais prática: a construção de um misturador projetado para operar em baixa velocidade de rotação e com baixo cisalhamento. Esse equipamento foi concebido com o propósito específico de homogeneizar o fluido, garantindo uma amostragem representativa que pudesse ser utilizada para a caracterização das propriedades do fluido, sem induzir alterações significativas na sua estrutura emulsificada.

#### **4.1.1.3 Homogeneização após envelhecimento**

Nos experimentos de envelhecimento, o aumento da temperatura ocasiona uma redução significativa na viscosidade da fase oleosa, o que resulta em um aumento na colisão e floculação das gotículas, levando à desestabilização dos filmes interfaciais óleo/água, culminando na quebra da emulsão (Jones; Neustadter; Whittingham, 1978). Conforme ilustrado na Figura 4.6 (a), é evidente que o aumento da temperatura e do tempo de envelhecimento resultou na desestabilização da emulsão, levando à separação em duas fases distintas: uma fase composta principalmente de olefina e outra contendo os demais reagentes, com isso, pode ser resumido a condição conforme o desenho na Figura 4.6 (b).

Figura 4.6 – Fluido envelhecido na temperatura de 142,7 °C durante 147 horas: (a) vista superior do reator, (b) esquema de fluido desestabilizado.



Fonte: Autoria própria (2024).

Uma vez que o estudo se concentra em avaliar o efeito do envelhecimento em condição estática, é necessário apenas homogeneizar a amostra. Nesse sentido, a construção de um misturador de baixa rotação se mostra uma escolha estratégica. Essa opção visa evitar altas taxas de cisalhamento, assegurando que o processo de mistura se dedique à homogeneização, em vez de promover a emulsificação indesejada.

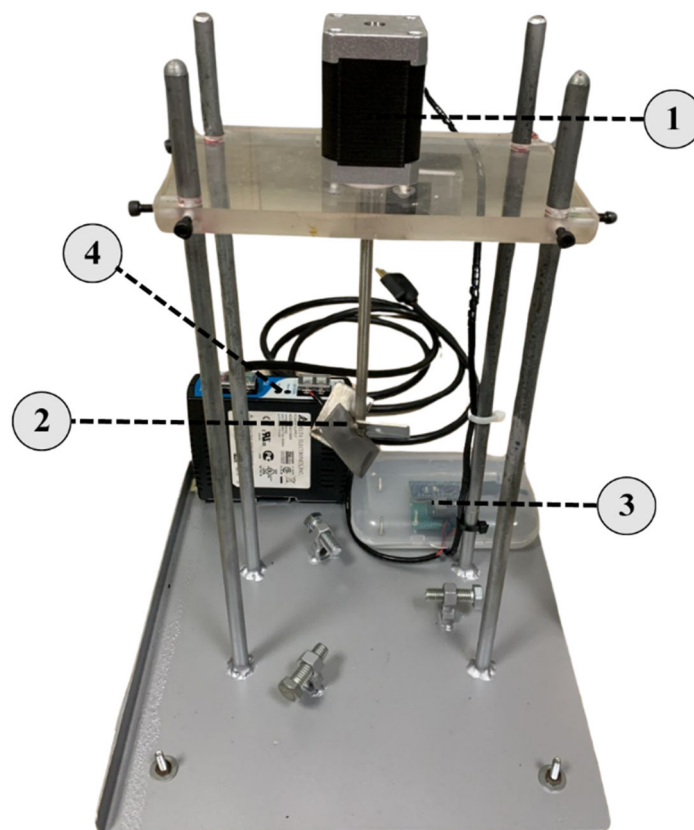
#### 4.1.1.4 Construção de um misturador de baixa rotação

Para a construção do misturador, o processo teve início com o desenvolvimento de uma pá de mistura sob medida para o copo de teflon utilizado nos ensaios de envelhecimento acelerado, como detalhado no Apêndice A. Essa etapa envolveu o projeto de uma pá, considerando fatores como a inclinação necessária para a suspensão dos sólidos, que, segundo Eritia (2016), deve ser de no mínimo 45° para a mistura de fluidos de perfuração. Além disso, foram consideradas a distância entre a pá e a parede do reator e a altura da pá em relação à quantidade de fluido presente no reator.

Em seguida, foi selecionado um motor de passo NEMA 17 adequado para fornecer a potência necessária à operação do misturador. Para controlar o movimento preciso do motor de passo, optou-se por utilizar um microcontrolador de código aberto, o Arduino Nano 3.0, que desempenha o papel crucial de controle e automação do sistema. Além disso, um drive de motor

de passo DRV8825 foi integrado ao sistema para garantir um controle suave e estável do motor. O diagrama esquemático completo do circuito do misturador encontra-se disponível no Apêndice B. Essa abordagem possibilitou a criação de um misturador personalizado, projetado para atender às exigências específicas deste trabalho, conforme ilustrado na Figura 4.7, proporcionando resultados consistentes e confiáveis no processo de mistura de um fluido envelhecido.

Figura 4.7 – Misturador de Fluido de Perfuração Envelhecido.



**Legenda**

1 - Motor de Passo	3 - Sistema de Controle
2 - Pá de Mistura	4 - Fonte

Fonte: Autoria própria (2024).

#### 4.1.1.5 Definição de velocidade e tempo de mistura

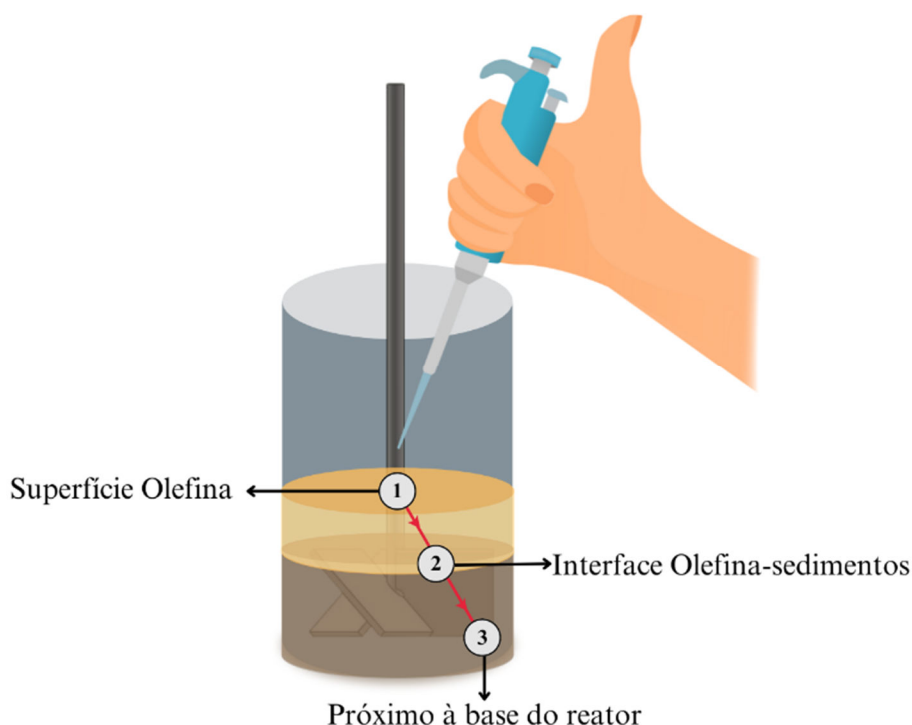
Foi realizado um estudo com o objetivo de determinar a velocidade e o tempo de mistura mínimos necessários para garantir uma mistura homogênea. Esse estudo envolveu uma série de

análises, nos quais foram variadas a velocidade de rotação da pá do misturador e o tempo de mistura.

A determinação da velocidade baseou-se na capacidade de suspender os sólidos e minimizar a vibração da pá do misturador, assegurando uma mistura eficiente e uniforme. Concluiu-se que 250 rpm atendia às necessidades estabelecidas.

Para avaliar a homogeneidade da mistura, utilizou-se a técnica de Análise Termogravimétrica (TGA) no equipamento DTG-60H, conforme ilustrado na Figura 4.88. Para isso, amostras de um fluido de perfuração envelhecido nas condições de 125°C e 96 horas foram coletadas no volume de 50 µL com uma pipeta automática Olen, com capacidade de 10-100 µl, em três pontos distintos do fluido, seguindo o perfil conforme apresentado na Figura 4.88. É importante ressaltar que as amostras foram extraídas após uma marcação com uma caneta pincel nas ponteiros descartáveis de amostragem. Esse procedimento permitiu assegurar que a coleta na interface entre a Olefina e os sedimentos, bem como próximo à base do reator, fosse realizada sempre na mesma profundidade.

Figura 4.8 – Amostragem do Fluido Envelhecido.



Fonte: Autoria própria (2024).

Essas amostras foram coletadas após a realização de diferentes números de rotações da pá em torno de seu próprio eixo. Esse controle preciso das rotações foi alcançado por meio da modificação do código no Arduino, que pode ser consultado no Apêndice C. Os valores variaram de 0, 50, 100, 250 e 500 giros, permitindo uma análise abrangente dos efeitos do número de giros, ou seja, o tempo de mistura mínimo para que haja uma mistura homogênea.

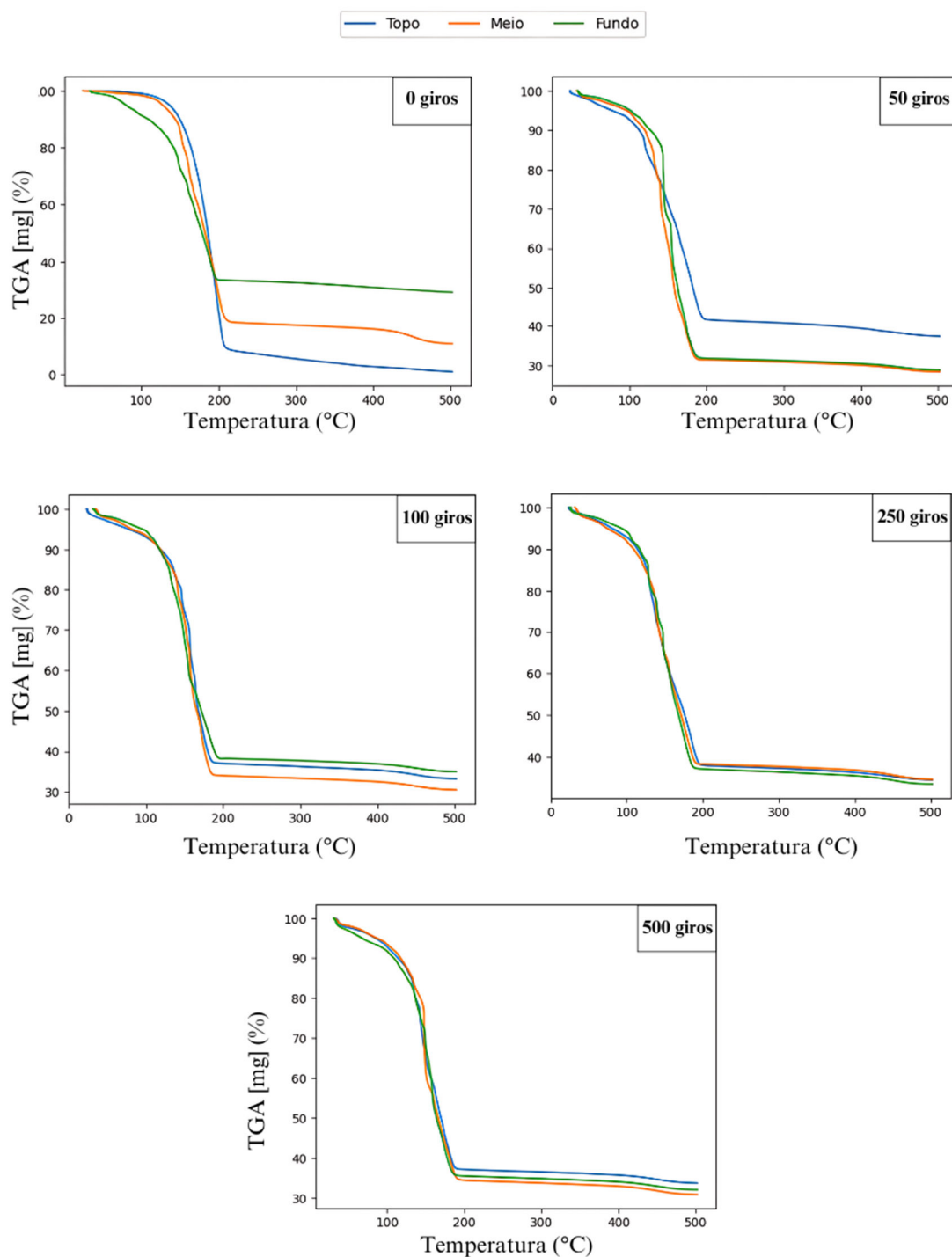
Embora a análise termogravimétrica seja comumente utilizada para investigar mudanças na massa de uma amostra em função da temperatura, ela pode ser adaptada para avaliar a homogeneidade de uma mistura (Kaddah et al., 2023; Sambale; Kurkowski; Stommel, 2019). Com base nisso, após a obtenção dos resultados de TGA, foram plotados gráficos da porcentagem de massa perdida em função do aumento da temperatura, como demonstrado na Figura 4.9. Nesta representação, o termo "topo" se refere ao ponto de coleta na superfície da olefina, "meio" à interface entre a olefina e os sedimentos, e "fundo" próximo à base do reator. Ao analisar o gráfico correspondente à amostra sem mistura alguma, ou seja, 0 giros (Figura 4.9), observa-se um padrão esperado de perda de massa: na região do topo, composta exclusivamente por olefina, a amostra se degrada completamente à medida que a temperatura aumenta; no meio, ocorre uma condição intermediária; e no fundo, é evidenciada uma perda de massa de até 40% de sua massa total. Esta observação sugere que os 60% restantes possam ser compostos por componentes voláteis, enquanto o restante consiste em sólidos.

A análise detalhada dos resultados apresentados na Figura 4.9 revela uma tendência clara e significativa: com o aumento do número de giros do misturador, a homogeneidade da mistura também melhora de forma notável. Essa observação é corroborada pelos perfis de decomposição térmica obtidos das amostras submetidas a 250 e 500 giros. Esses perfis demonstram que os componentes das amostras apresentaram um comportamento bastante uniforme e consistente, o que reforça a eficácia do processo de mistura.

Os resultados obtidos confirmam a eficácia do processo de mistura e a homogeneidade alcançada, que é um aspecto essencial para garantir que a amostra seja representativa e adequada para a posterior caracterização do fluido envelhecido. Com base na análise, foi possível determinar o número mínimo de giros necessário para atingir a homogeneidade desejada. Assim, estabeleceu-se que 250 giros, o equivalente a aproximadamente 1 minuto de mistura a 250 rpm, seria o procedimento padrão a ser adotado durante a investigação do envelhecimento acelerado. Esta abordagem padronizada assegura a consistência e a confiabilidade dos resultados obtidos ao longo do estudo.



Figura 4.9 – Curvas de Termogravimetria (TGA) das amostras após a mistura com diferentes números de giros.



Fonte: Autoria própria (2024).

#### 4.1.2 Balança de lama

A densidade do fluido, tanto antes quanto depois do envelhecimento, foi determinada utilizando-se um equipamento denominado balança de lama da marca Rigchina modelo RCMB-

115, conforme ilustrado na Figura 4.10, seguindo a norma prática 13B-2 sugerida pela API (2023). Este dispositivo oferece o meio mais conveniente para obter um volume preciso. O procedimento consiste em encher o copo com o fluido de perfuração, colocar a tampa, remover o excesso de lama da superfície da tampa, realizar batidas leves sobre a bancada para assegurar a ausência de bolhas dentro do copo, mover o cursor ao longo do braço até atingir o equilíbrio e, então, ler a densidade ao lado do cursor. É importante mencionar que a balança não foi utilizada na execução dos pré-testes discutidos no capítulo anterior. Isso ocorreu porque a balança de lama foi adquirida após a realização dos testes preliminares de envelhecimento acelerado (Seção 3).

Figura 4.10 – Balança de Lama.



Fonte: Autoria própria (2024).

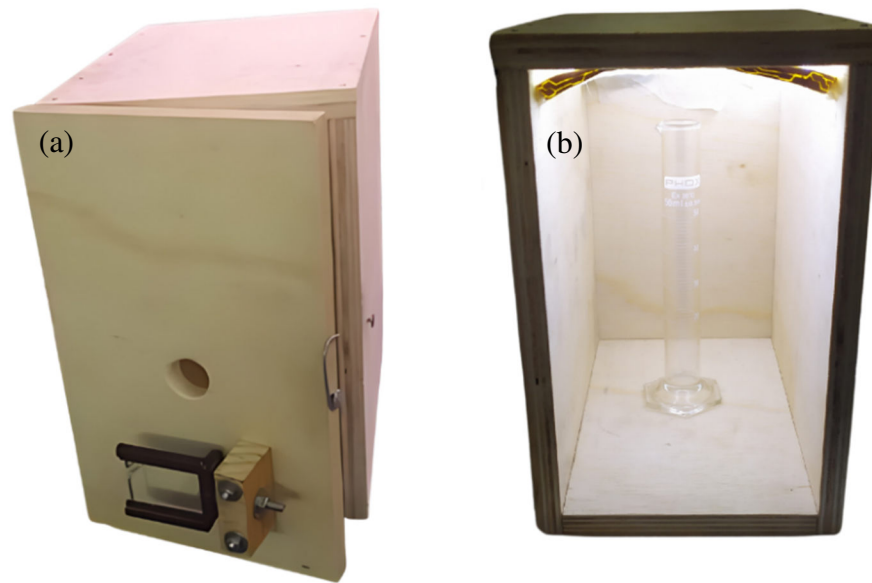
### 4.1.3 Adição de análises pós-homogeneização

#### 4.1.3.1 Estabilidade

Para estudar a sedimentação dos sólidos e o aparecimento da fase menos densa do fluido ao longo do tempo, foi proposta a construção de um aparato que auxiliasse na captura de imagens de uma proveta contendo uma amostra do fluido. Para isso, foi projetado e construído um aparato de madeira que proporcionasse uma iluminação adequada, utilizando uma fita de LED branca. Além disso, foi montado um suporte para celular do lado de fora e um orifício que permitisse gravar o interior do aparato, conforme mostrado na Figura 4.11.

Como câmera, utilizou-se um *smartphone* modelo iPhone XR, posicionado de forma estável para capturar as imagens necessárias. Para assegurar que a proveta graduada permanecesse sempre no mesmo local para cada análise, foi realizada uma marcação na base da caixa.

Figura 4.11 – (a) Parte exterior do aparato (b) Parte interior.



Fonte: Autoria própria (2024).

Nos testes, uma alíquota de 60 mL de fluido envelhecido é transferida para a proveta. O celular é posicionado no suporte e um vídeo gravado ao longo de 12 horas. Para determinar o efeito de desestabilização (surgimento da fase óleo), foi desenvolvido um código em Python 3 utilizando a biblioteca *Opencv (Open Source Computer Vision Library)*, amplamente utilizada por suas capacidades de processamento de imagens (Bradski, 2000). O código, detalhado no Apêndice D, realiza o cálculo da altura em pixels, possibilitando assim a determinação do volume de olefina que surge durante o decorrer do teste. Este procedimento automatizado oferece uma maneira precisa e eficiente de analisar as mudanças na configuração do fluido ao longo do tempo.

#### 4.1.3.2 Filtrado

O volume de filtrado foi determinado utilizando um filtro HTHP (*High Temperature and High Pressure*) da marca OFITE, do modelo que comporta 500 mL de fluido, conforme mostrado na Figura 4.12. O ensaio foi conduzido 150°F (65,6 °C) e sob uma pressão de 500 psi (34,5 bar), condições recomendadas para testes de fluidos pela própria fabricante, bem como o procedimento, que segue as normas da API (API, 2016; OFITE, 2019), conforme descrito a seguir:

- A jaqueta térmica do equipamento foi ligada para alcançar a temperatura de teste de 65,6 °C.
- Em seguida, a célula do equipamento foi preenchida com 50 mL do fluido e selada; após isso, foi inserida no interior da jaqueta térmica.
- A temperatura da célula de teste foi monitorada por um termômetro. Quando a temperatura de teste foi alcançada, a célula foi pressurizada a 34,5 bar e a válvula de saída foi aberta por 30 minutos.
- Após 30 minutos, a válvula de saída foi fechada e o volume de filtrado foi obtido em uma proveta graduada

Figura 4.12 – Filtro HTHP OFITE.



Fonte: A autoria própria (2024).

#### 4.1.4 Planejamento composto central (PCC)

Para avaliar como a temperatura e o tempo de envelhecimento afetam a reologia do fluido de perfuração, foi realizado um Planejamento Composto Central (PCC) com duas réplicas no ponto central, resultando em um total de 10 experimentos. Um alfa ( $\alpha$ ) obtido por rotação de 1,41 foi adotado, com os valores de  $-\alpha$  e  $+\alpha$  correspondendo a 100 °C e 150 °C, respectivamente. O limite superior foi escolhido com base na temperatura em que ocorreu a quebra da emulsão, conforme observado nos testes preliminares (Seção 3). Além disso, evitou-se operar em

temperaturas próximas a 175 °C, pois essa condição foi suficiente para danificar consideravelmente a integridade dos anéis de vedação e deformar a flange dos reatores. O limite inferior foi definido como a temperatura na qual não houve formação de salmoura após o envelhecimento, conforme foi discutido na Seção 3.4.2. Com base nisso, foram determinados os demais níveis do planeamento, onde  $X_T$  representa as variáveis codificadas de temperatura e  $X_t$  as variáveis codificadas de tempo, conforme apresenta as Tabelas 4.1 e 4.2.

Tabela 4.1 – Temperaturas e tempos usados nos experimentos.

Nível	Temperatura (°C)	Tempo (h)
- $\alpha$	100	24
+ $\alpha$	150	168
-1	107,3	45
+1	142,7	147
0	125	96

Fonte: Autoria própria (2024).

Tabela 4.2 – Planeamento Composto Central completo codificado

Exp.	$X_T$	$X_t$
1	-1	-1
2	-1	+1
3	+1	-1
4	+1	+1
5	- $\alpha$	0
6	+ $\alpha$	0
7	0	- $\alpha$
8	0	$\alpha$
9	0	0
10	0	0

Fonte: Autoria própria (2024).

O procedimento de envelhecimento para cada condição do planeamento envolveu a adição inicial de 190 g de fluido de perfuração (aproximadamente 160 mL) em um dos reatores.

Posteriormente, o reator foi pressurizado com N<sub>2</sub> até atingir 5 bar e mantido nesse estado por 30 minutos para permitir que o gás adicionado entrasse em equilíbrio térmico com o reator.

Os resultados de reologia, estabilidade e volume de filtrado foram submetidos a uma análise estatística de variância utilizando o *software* STATISTICA®, visando determinar os efeitos das variáveis resposta de cada análise realizada com um nível de significância de 5%. O coeficiente de determinação ( $R^2$ ), o Erro Quadrático Médio (MSE) e a distribuição dos resíduos foram utilizados para avaliar a precisão dos modelos de superfície de resposta. Além disso, foram gerados gráficos tridimensionais de superfície de resposta para ilustrar o efeito da temperatura e o tempo de envelhecimento nas variáveis resposta.

## 4.2 Resultados e Discussão

Neste capítulo, são apresentados e discutidos os resultados derivados dos métodos descritos no capítulo anterior. Esses procedimentos permitiram a avaliação da reologia, densidade, estabilidade do fluido e o volume de filtrado do fluido de perfuração envelhecido em diferentes condições de temperatura e tempo.

### 4.2.1 Comportamento de temperatura e pressão dos ensaios de envelhecimento

Os dados de pressão e temperatura dos 10 experimentos do planejamento experimental proposto estão disponíveis no Apêndice E. Inicialmente, é possível inferir que ambos os controladores, nos três reatores do equipamento, conseguiram manter o controle e estabilizar as temperaturas pré-estabelecidas para cada experimento. Tanto a rampa de aquecimento quanto a de resfriamento exibiram comportamentos semelhantes, o que é um forte indicativo de controle e reprodutibilidade do equipamento para a execução do planejamento experimental. Além disso, é evidente que a pressão é altamente sensível à variação de temperatura, especialmente quando o controlador atinge o *setpoint* e ocorre o sobreaquecimento (*overshoot*): a pressão aumenta consideravelmente, enquanto a temperatura se normaliza, resultando em uma queda notável da pressão até atingir um platô.

Para verificar vazamentos, além da coleta de dados, realizou-se a pesagem do copo de teflon antes e após cada experimento, revelando que não houve perda significativa de massa. Entretanto, é importante reiterar que as variações na medida de pressão mencionadas anteriormente nos testes preliminares (Seção 3) persistiram. A primeira hipótese formulada para

explicar esse efeito é que os vapores da fase orgânica se condensaram ao ascender pela tubulação em direção ao sensor de pressão. Esses vapores foram gradualmente resfriados, condensando-se na tubulação e escorrendo em direção à flange, obstruindo o orifício de passagem. Esse efeito, conforme ilustrado na Figura 4.13 do experimento 4 (142,7 °C durante 147 horas), reator 1, evidenciou um acúmulo significativo da fase orgânica na parte superior da flange. O mesmo ocorreu com os outros reatores, com condições de temperatura mais elevadas contribuindo para o acúmulo dessa fase orgânica.

Figura 4.13 – Vista superior do reator com acúmulo da fase orgânica na flange após ensaio de envelhecimento.



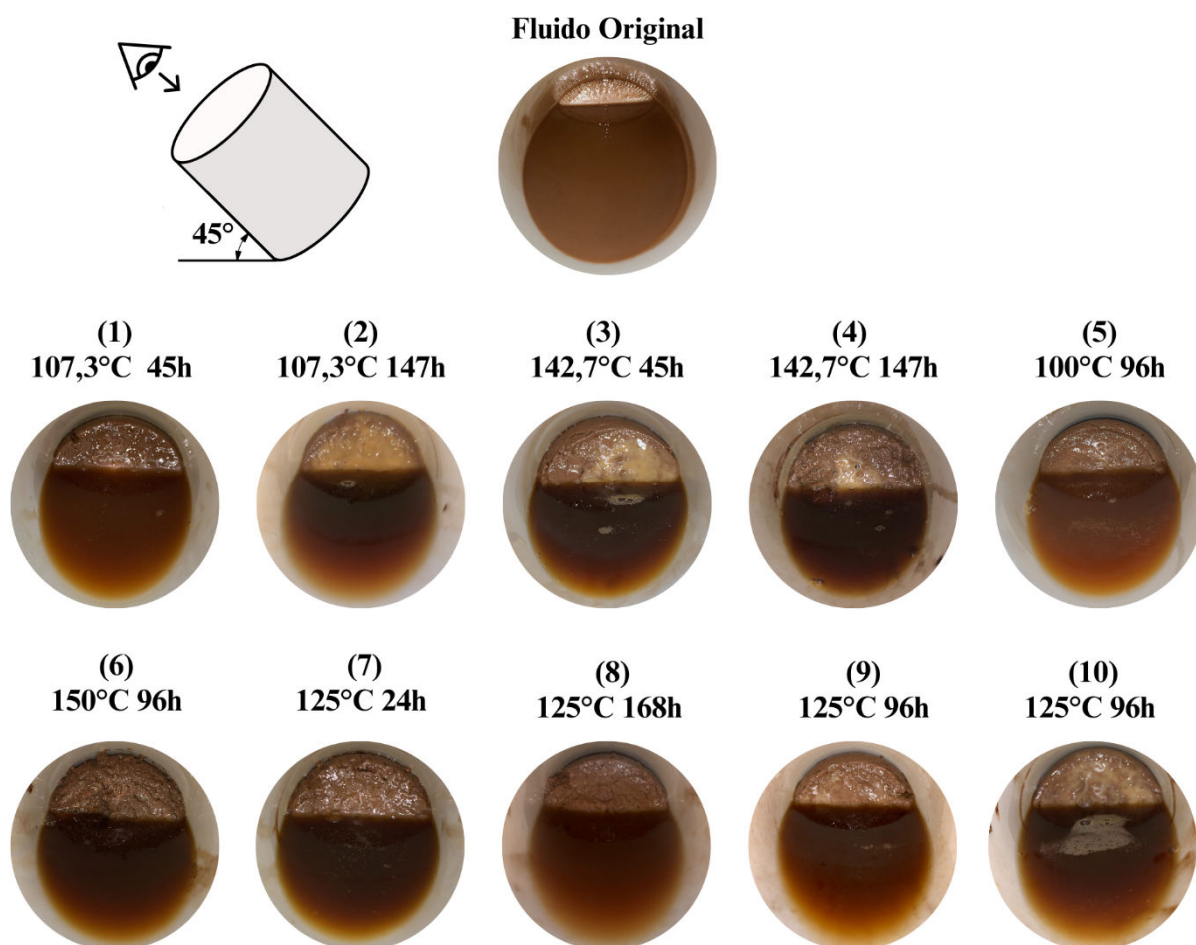
Autoria própria (2024).

Outro indicador da eficácia da pressurização do reator foi a ausência de precipitação de sal, como observado durante a fabricação de um fluido sem controle de temperatura para evitar a evaporação da água, conforme apresentado na Figura 4.3. De acordo com Mello (2020), a falta de uma pressurização eficaz e temperaturas elevadas podem levar à supersaturação devido à perda de água e subsequente cristalização do sal. Esse efeito pode ser desencadeado pela variação da solubilidade do sal com a temperatura, isto é, pelo aquecimento seguido de resfriamento da solução ou pela evaporação parcial do solvente. Em nenhum dos experimentos, no entanto, observou-se precipitação de sal. Além disso, observou-se a clara separação entre a fase orgânica e os demais componentes do fluido após o período de envelhecimento, conforme evidenciado na Figura 4.14. Onde retrata o interior do reator inclinado a aproximadamente 45°

da superfície de apoio em cada experimento conduzido, onde são identificáveis os níveis de temperatura e tempo de envelhecimento respectivamente.

Foi perceptível uma mudança significativa no aspecto visual e na consistência do fluido envelhecido ao comparar a temperatura mais baixa de ensaio com a mais alta, isto é, nos experimentos 5 e 6, com um período de envelhecimento de 96 horas e temperaturas de 100 °C e 150 °C, respectivamente. No experimento 6, a 150 °C, o fluido exibiu uma consistência mais quebradiça e uma distribuição não uniforme dos sedimentos. Além disso, o sobrenadante apresentou uma coloração mais escura em comparação com o experimento a 100 °C, sugerindo possível degradação de alguns componentes do fluido. Essa observação é corroborada pelos resultados da análise termogravimétrica (TGA) dos reagentes utilizados na fabricação do fluido, discutidos na seção de resultados dos pré-testes, os quais indicam que, a partir de temperaturas acima de 120 °C, tanto os emulsificantes quanto o redutor de filtrado iniciam seu processo de degradação.

Figura 4.14 – Influência das diferentes condições de tempo e temperatura no aspecto do fluido de perfuração.



Autoria própria (2024).

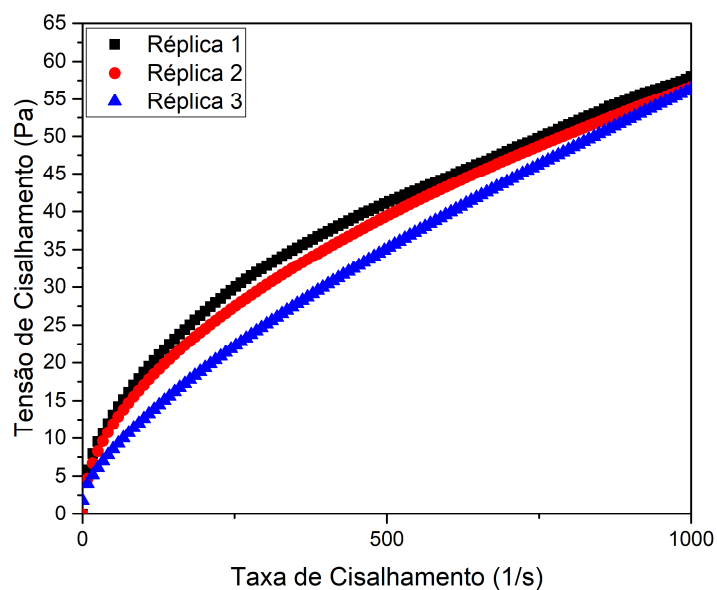


## 4.2.2 Reologia

### 4.2.2.1 Variabilidades na Caracterização da Reologia

Conforme descrito na Seção 4.1.3 os fluidos de perfuração envelhecidos foram submetidos à homogeneização e logo após isso as curvas de consistências foram obtidas, para isso, a reologia foi caracterizada três vezes, retirando uma alíquota da amostra para cada medição, entretanto, foi possível observar que a partir da temperatura de envelhecimento de 142,7 °C (+1), experimento 3, houve uma variabilidade considerável na obtenção das curvas, conforme pode ser observado na Figura 4.15. Vale destacar que a obtenção de uma curva leva 2 minutos e 40 segundos, e cada análise foi executada imediatamente após a outra.

Figura 4.15 – Réplicas das curvas de consistência do Experimento 3 (142,7 °C durante 45 horas).



Fonte: Autoria Própria (2024).

Essa variabilidade persistiu apenas nos ensaios de envelhecimento acima da temperatura de 142,7 °C, ou seja, nos experimentos 3, 4 e 6. Uma hipótese que pode ser levantada para explicar a diminuição da tensão de cisalhamento ao longo dessa caracterização é a sedimentação que ocorre logo após a homogeneização da mistura dos componentes mais pesados.

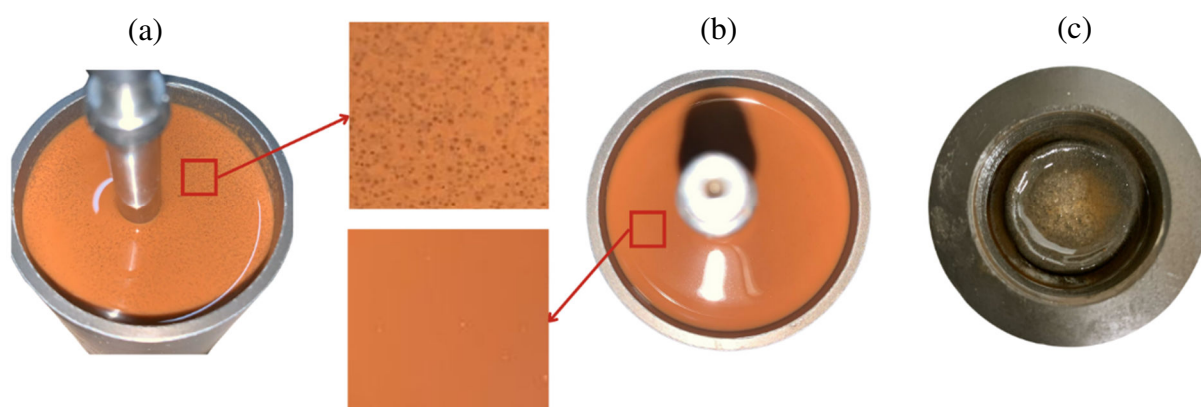
Para testar essa hipótese, retirou-se uma amostra do fluido envelhecido, foi homogeneizado novamente e colocado no copo de medição. Foram tiradas fotos antes e depois de três análises da mesma amostra, conforme pode ser visto na Figura 4.16. Os sólidos que

estavam presentes na superfície da amostra deixaram de estar presentes logo após a análise. Além disso, foi possível observar um acúmulo considerável de sólidos no fundo do copo, confirmando que há, de fato, a sedimentação desses sólidos de forma rápida durante a caracterização.

Além disso, foi possível identificar um contaminante presente na barita utilizada para a fabricação do fluido, pela coloração característica possivelmente se trata de ferrita, no qual é possível ser identificada visualmente na barita utilizada para a formulação do fluido. Além disso, essa sedimentação não é vista logo após a fabricação do fluido, indicando assim que após o procedimento de envelhecimento, corroborou com que essa sedimentação acontecesse, ou seja, alguma perda de propriedade que garantia a sustentação desses sólidos.

É importante notar que os sólidos visíveis na Figura 4.16 provavelmente são contaminantes presentes na barita utilizada na fabricação do fluido. Segundo o fornecedor, a contaminação mais comum na barita é a ferrita. Esta hipótese é sustentada pela coloração característica dos sólidos, que sugere a presença de ferrita, uma substância que pode ser identificada visualmente na barita utilizada na fabricação do fluido. Além disso, observa-se que essa sedimentação não ocorre imediatamente após a fabricação do fluido, sugerindo que o processo de envelhecimento contribui para essa sedimentação. Isso indica uma possível perda das propriedades que mantinham esses sólidos em suspensão.

Figura 4.16 – Sedimentação de sólidos durante a caracterização da reologia do fluido envelhecido: (a) antes da análise, (b) após as análises, (c) fundo do copo do reômetro após as análises.



Fonte: Autoria Própria (2024).

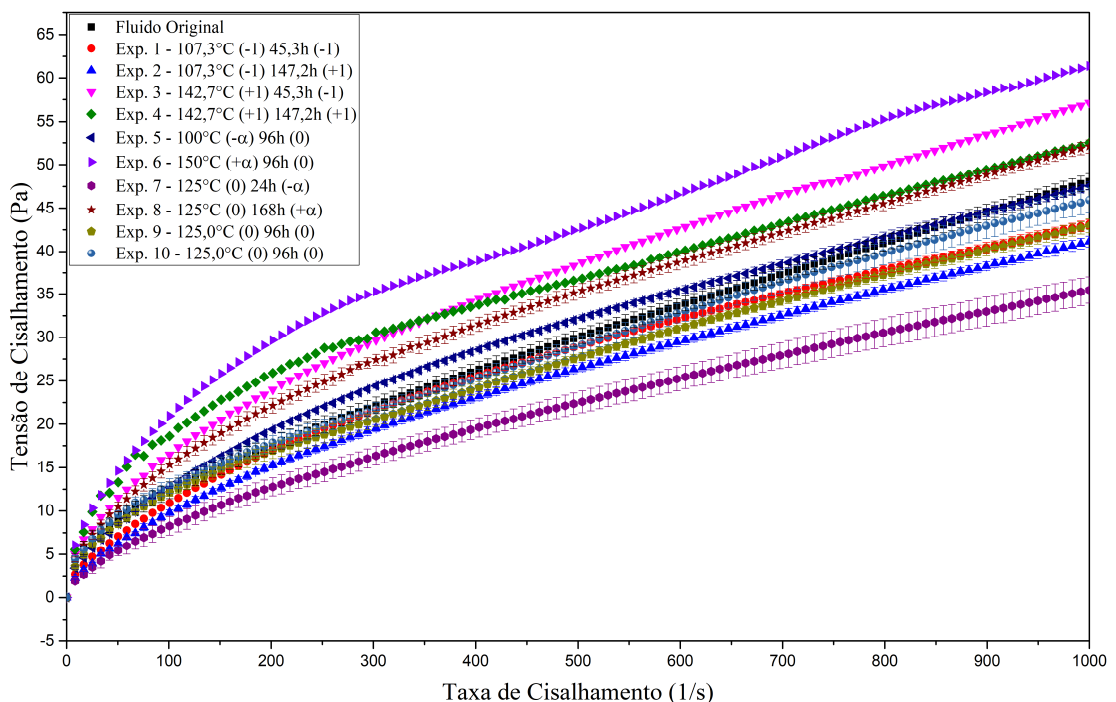
Com base nisso, é importante ressaltar que o método adotado de homogeneização do fluido envelhecido nesta seção, em vez de submetê-lo novamente a alto cisalhamento (como foi

feito durante os testes preliminares na Seção 3), pode influenciar o tempo em que o fluido consegue sustentar os sólidos na mistura, reduzindo assim o tempo disponível para realizar a análise de reologia com os sólidos ainda em suspensão. Assim, foram consideradas apenas as primeiras réplicas das análises para condições de envelhecimento acima de 142,7 °C para obtenção dos parâmetros do modelo de Herschel-Bukley.

#### 4.2.2.2 Influência da Temperatura e Tempo de Envelhecimento na Reologia

As curvas de consistência dos fluidos envelhecidos foram obtidas, conforme pode ser visto na Figura 4.17. Vale destacar que, de forma geral, assim como observado nos resultados dos pré-testes, as curvas reológicas obtidas mostraram que, para valores de taxa de cisalhamento ( $\dot{\gamma}$ ) entre 500 e 1000  $s^{-1}$ , ou seja, altas taxas de cisalhamento, as curvas apresentaram uma tendência quase linear, embora com diferentes inclinações conforme a temperatura de envelhecimento. Por outro lado, quando as taxas de cisalhamento estão entre 0 e 500  $s^{-1}$ , observa-se um comportamento não linear. Esses resultados evidenciam a importância das baixas taxas de cisalhamento, que não podem ser negligenciadas na caracterização completa do fluido, especialmente ao se determinar o comportamento pseudoplástico do fluido.

Figura 4.17 – Curvas de consistência dos fluidos de perfuração envelhecidos sob diferentes condições de temperatura e tempo de envelhecimento.



Fonte: Autoria Própria (2024).

Ao analisar a Figura 4.17, verifica-se uma diminuição nas tensões de cisalhamento em temperaturas abaixo de 142,7 °C, com exceção de 100 °C, quando comparado com o comportamento do fluido original. No entanto, todas as condições de temperaturas superiores a 142,7 °C indicaram um aumento significativo nessas tensões. Na temperatura de 107,3 °C e 125 °C, com taxas de deformação de 300 e 1000 s<sup>-1</sup>, as tensões de cisalhamento são aproximadamente 10% e 13% menores, respectivamente, do que as tensões obtidas para um fluido não envelhecido. No entanto, ao envelhecer o fluido à temperaturas de 142,7 °C e 150 °C, observou-se um aumento de 44% e 19% em taxas de 300 e 1000 s<sup>-1</sup>, respectivamente. Esse aumento significativo nas tensões de cisalhamento nas taxas mais baixas ( $\approx 300$  s<sup>-1</sup>) é semelhante ao observado por Zhuang et al. (2017), onde foi constatado esse efeito após o envelhecimento de um fluido à base de óleo mineral a temperaturas próximas de 200 °C. Os autores propuseram que esse fenômeno ocorre devido à decomposição gradual dos emulsificantes ou surfactantes utilizados, ou à degradação térmica de outros componentes presentes na formulação do fluido. Essas alterações resultaram em mudanças na estrutura do fluido e, conseqüentemente, em suas propriedades reológicas.

Vale dizer que o envelhecimento à temperatura de 100 °C indicou um aumento significativo, de 10%, nas taxas de cisalhamento iniciais e nas taxas mais altas foi obtido exatamente a mesma tensão, indicando que mesmo em temperaturas mais baixas pode haver também um aumento significativo à baixas taxas de cisalhamento. Esse efeito da diminuição seguido pelo aumento a temperaturas superiores a 142,7 °C indica a não linearidade desse comportamento, sugerindo que outros mecanismos podem estar alterando a condição reológica.

Além disso, observou-se que o tempo de envelhecimento teve um impacto significativo na reologia do fluido envelhecido. Por exemplo, a uma temperatura de 125 °C, foi identificado um aumento considerável nas tensões de cisalhamento em baixas taxas de cisalhamento, de 29% e 68% para os tempos de envelhecimento de 96 e 168 horas, respectivamente, em comparação com 24 horas de envelhecimento. Em altas taxas de cisalhamento, houve um aumento de 25% e 47%. Este efeito é semelhante ao observado por Annis (1967), onde sugere que a exposição a altas temperaturas por longos períodos faz com que além da degradação térmica de reagentes, a argila utilizada na formulação do fluido se disperse mais, aumentando assim o número de plaquetas individuais.

Com base nos resultados das curvas de consistência, é possível observar uma influência significativa das condições de envelhecimento do fluido, tanto em relação à temperatura quanto ao tempo. Isso destaca a importância do planejamento experimental, que permite avaliar os

efeitos dessas condições nas características reológicas do fluido. Para tal, o modelo de Herschel-Bulkley, conforme a Equação 2.9, foi utilizado para ajustar as curvas de escoamento. Dessa forma, foram determinados os parâmetros reológicos, bem como o coeficiente de determinação de cada ensaio, conforme apresentado na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Resultado dos ajustes do modelo de Herschel-Bulkley em diferentes condições de envelhecimento.

Exp.	Temperatura (°C)	Tempo (h)	$\tau_0$ (Pa)	K (Pa. s)	n	R <sup>2</sup>
	FPO		3,57 ± 0,48	0,34 ± 0,077	0,70 ± 0,033	0,9987
1	107,3 (-1)	45 (-1)	0,00	0,77	0,58	0,9997
2	107,3 (-1)	147 (+1)	0,00	0,73	0,59	0,9999
3	142,7 (+1)	45 (-1)	1,15	0,79	0,61	0,9994
4	142,7 (+1)	147 (+1)	0,37	2,47	0,44	0,9969
5	100,0 (- $\alpha$ )	96,0 (0)	0,00	0,97	0,56	0,9998
6	150,0 (+ $\alpha$ )	96,0 (0)	0,55	2,24	0,48	0,9970
7	125,0 (0)	24,0 (- $\alpha$ )	0,50	0,40	0,65	0,9999
8	125,0 (0)	168,0 (+ $\alpha$ )	0,68	1,27	0,54	0,9996
9	125,0 (0)	96,0 (0)	2,93	0,38	0,67	0,9987
10	125,0 (0)	96,0 (0)	3,36	0,37	0,69	0,9980

Fonte: Autoria Própria (2024).

Inicialmente, conforme a Tabela 4.3, é possível concluir que todos os valores do índice da lei de potência (n) obtidos foram menores que 1 o que confirma a pseudoplasticidade dos fluidos mesmo após o envelhecimento (Irgens, 2014; Malkin; Isayev, 2006). Esses resultados confirmam que a homogeneização foi efetiva. Caso a mistura não tivesse sido bem realizada, as curvas reológicas apresentariam alta variabilidade, ou até mesmo exibiriam um comportamento newtoniano, característico da fase orgânica, como indicado pelas imagens de separação de fases do fluido envelhecido (Figura 4.14).

Com base nos parâmetros obtidos, foi realizado um tratamento estatístico dos resultados do planejamento experimental. Esse tratamento permitiu avaliar os parâmetros e possibilitou a obtenção de três equações empíricas que correlacionam as variáveis independentes (temperatura e tempo de envelhecimento) com as respostas de tensão limite de escoamento ( $\tau_0$ ), índice de consistência (K) e índice da lei de potência (n).

As expressões apresentadas nas Equações 4.1, 4.2 e 4.3 mostram os parâmetros codificados de temperatura ( $X_T$ ) e tempo ( $X_t$ ), que influenciaram significativamente as respostas, considerando um nível de significância de 5%. Os coeficientes de determinação obtidos para a tensão limite de escoamento, o índice de consistência e a lei de potência foram 0,98, 0,99 e 0,98, respectivamente. Além das análises dos resíduos das regressões, que evidenciaram que os erros calculados foram relativamente aleatórios, independentes e seguiram uma distribuição normal.

$$\tau_0 = 0,25X_T - 1,48X_T^2 - 1,28X_t^2 - 3,14 \quad (4.1)$$

$$K = 0,63X_T^2 + 0,51X_T + 0,23X_t^2 + 0,27X_t + 0,34X_TX_t + 0,38 \quad (4.2)$$

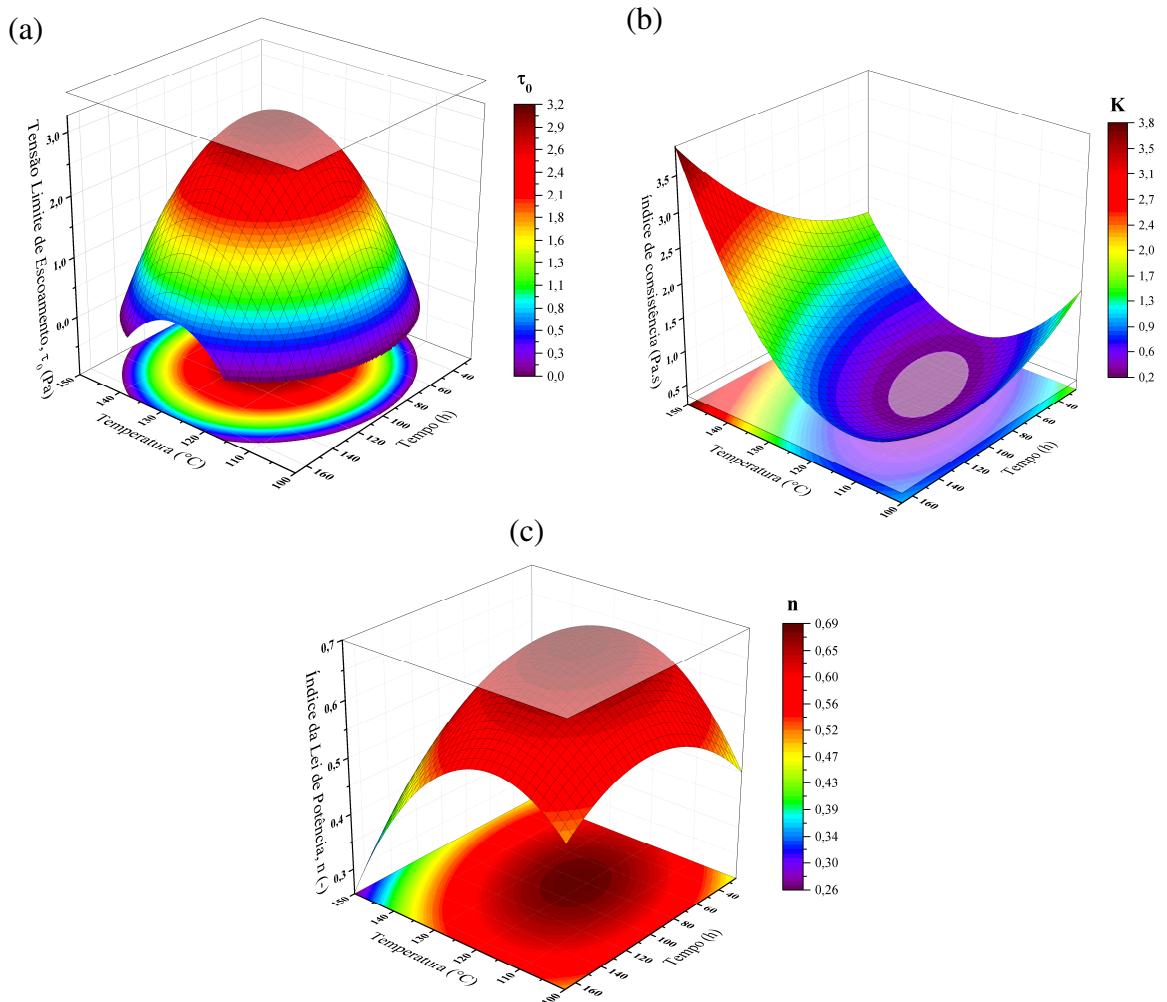
$$n = -0,09X_T^2 - 0,04X_T - 0,05X_t^2 - 0,03X_t - 0,03X_TX_t + 0,68 \quad (4.3)$$

A partir das Equações 4.1, 4.2 e 4.3, foi possível identificar que as variáveis temperatura e tempo de envelhecimento exercem uma influência significativa sobre os parâmetros reológicos, como a tensão limite de escoamento ( $\tau_0$ ), o índice da lei de potência ( $n$ ) e o índice de consistência ( $K$ ). Observou-se que tanto a temperatura quanto o tempo de envelhecimento apresentam um efeito quadrático negativo sobre  $\tau_0$  e  $n$ , indicando uma diminuição desses parâmetros à medida que as variáveis aumentam. Em contrapartida,  $K$  apresentou um efeito quadrático positivo, sugerindo um aumento na consistência do material com o aumento dessas variáveis. Além disso, verificou-se um efeito linear positivo para  $\tau_0$  e  $K$ , enquanto  $n$  mostrou um efeito linear negativo, reforçando a tendência de variação dos parâmetros de acordo com o incremento das variáveis estudadas.

A análise também revelou que os efeitos da temperatura e do tempo de envelhecimento se somam, contribuindo conjuntamente para as tendências observadas, sendo a temperatura a variável mais influente. Foi identificado ainda um termo de interação entre as variáveis  $X_T$  (temperatura) e  $X_t$  (tempo de envelhecimento) que afeta significativamente  $K$  e  $n$ , sugerindo que a combinação dessas variáveis gera efeitos adicionais. A Figura 4.18 apresenta as superfícies de resposta que ilustram esses efeitos e destacam um plano que corta os eixos  $xy$ , representando o valor do parâmetro para um fluido sem o procedimento de envelhecimento acelerado (FPO). Essas superfícies de resposta facilitam a compreensão dos efeitos combinados

das variáveis, proporcionando uma visão clara das mudanças nos parâmetros reológicos em função das condições de envelhecimento.

Figura 4.18 – Superfícies de resposta para: (a) Tensão Limite de Escoamento (b) Índice de Consistência (c) e Índice da Lei de Potência.



Fonte: Autoria Própria (2024).

Conforme pode ser visto na Figura 4.18 (a), é possível identificar um ponto de máximo que se encontra exatamente nas condições do ponto central do planejamento experimental. No entanto, é importante evidenciar que esse ponto é 15% menor em comparação com o valor encontrado para um fluido não envelhecido. Isso indica que a tendência geral do envelhecimento, a princípio, é de reduzir a tensão limite de escoamento.

O fluido de perfuração que se encontra em repouso ao longo do tempo ele passa por um processo de gelificação, que desenvolve uma microestrutura ao longo do tempo que deve ser quebrada para a retomada do escoamento, a tensão limite de escoamento está relacionada à

força da estrutura de rede em todo o volume do fluido, com a força por unidade de área necessária para quebrar essa estrutura, entretanto, a forma como essa estrutura é modificada a longo do tempo sob condições de diferentes temperaturas é complexa (Hermoso; Martínez-Boza; Gallegos, 2014).

Rossi *et al.* (1999) estudaram o comportamento reológico de suspensões de bentonita sódica na presença e ausência de diferentes eletrólitos para temperaturas até 120 °C. Os resultados mostraram que as suspensões de bentonita sódica na presença e na ausência de certos eletrólitos exibiram comportamento tixotrópico e pseudoplástico entre temperaturas de 25 a 120 °C. Os valores de Tensão Limite de Escoamento aumentaram com o acréscimo da temperatura, o qual ocorreu possivelmente devido à ampliação da estrutura do gel da suspensão de bentonita, o que foi atribuído ao efeito combinado da expansão volumétrica induzida pelo calor e a ação flocculante dos eletrólitos. É provável que tais mudanças na tensão limite de escoamento são causadas por alterações dielétricas e modificações na dupla camada elétrica da argila, do cloreto de sódio e do óxido de cálcio.

Segundo Alderman *et al.* (1988), existe uma temperatura crítica onde possivelmente há modificação da dupla camada elétrica ao redor das plaquetas de argila presentes no fluido, devido à liberação de íons e mudanças nos parâmetros dielétricos dos componentes que compõem o fluido. Briscoe, Luckham e Ren (1994) afirmam que a contribuição das interações eletrostáticas e estéricas do sistema, resultantes das cargas no meio devido ao aumento de temperatura e aos fenômenos de superfície entre partículas, interfere diretamente na tensão de escoamento do fluido de perfuração. Portanto, ambos os autores destacam que as mudanças na temperatura afetam significativamente a estrutura eletrostática do fluido e, conseqüentemente, suas propriedades reológicas, especialmente a tensão de escoamento.

A indústria de perfuração frequentemente utiliza o valor do gel como um parâmetro complementar à tensão de escoamento. A determinação conjunta desses parâmetros permite avaliar a tensão necessária para restabelecer a circulação após a paralisação do fluxo do fluido, o que pode contribuir para conclusões mais definitivas sobre os efeitos do envelhecimento estático.

Em relação ao índice de consistência, observa-se na Figura 4.18 (b) que inicialmente o fluido envelhecido possui valores mais altos do que o fluido não envelhecido. No entanto, à medida que a temperatura aumenta, esse parâmetro diminui até atingir um valor mínimo, após o qual ocorre um aumento considerável desse parâmetro. No entanto, em condições de temperaturas mais altas, observa-se um aumento abrupto nessa propriedade. Por exemplo, a 142,7 °C e após 45 horas de envelhecimento, houve um aumento de cerca de 258%, e na mesma



temperatura, após 147 horas de envelhecimento, o aumento foi de 626%. Esse resultado reforça o que foi observado na seção de conclusões dos pré-testes (seção 3.5), destacando a importância desse parâmetro na avaliação de possíveis condições de quebra da emulsão presente no fluido.

O índice de consistência do fluido ( $K$ ) reflete diretamente sua consistência, assim, quanto maior o valor de  $K$ , mais resistente será o fluido ao deslocamento relativo dentro dele, o que implica em uma maior dificuldade de movimentação. Segundo Machado (2002), a presença de sólidos pode gerar resistência ao escoamento devido ao atrito entre as partículas, e o aumento da concentração de sólidos intensifica esse efeito. Uma hipótese plausível, já mencionada anteriormente por Annis (1967), é que a argila presente no fluido pode formar agregados, ou seja, plaquetas individuais que podem ter um impacto significativo nesse parâmetro. Além disso, uma segunda hipótese que pode ser considerada junto à primeira é que a presença de sólidos contaminantes, como observado na seção anterior (4.2.1), pode estar contribuindo para o aumento da consistência do fluido envelhecido. Além disso, a velocidade de precipitação desses sólidos também pode estar influenciando esse parâmetro. Mesmo utilizando os primeiros dados da análise reológica, em algumas condições, a precipitação ocorre de forma rápida.

De acordo com İbanoğlu (2002), o índice de consistência é um indicativo da natureza viscosa do sistema, sabe-se que essa propriedade é fundamental no processo de perfuração, uma viscosidade adequada ajuda no processo de transporte de detritos da perfuração, controle de pressão do poço e a estabilidade do poço. Entretanto, uma viscosidade muito alta pode reduzir a taxa de perfuração, aumentar a pressão de bombeio e dificuldade no controle da pressão do poço, portanto, é essencial monitorar e controlar essa propriedade para garantir uma operação eficiente, segura e econômica.

Pela Figura 4.18 (c) é possível observar que o índice do comportamento do fluido obteve um comportamento contrário ao do índice de consistência, onde em altas temperaturas e tempos de envelhecimento foi possível identificar uma queda considerável desse parâmetro. Isso significa que após o procedimento de envelhecimento o fluido passou a ter um caráter mais pseudoplástico que antes de envelhecer, ou seja, isso indica que a viscosidade diminuiu mais acentuadamente com o aumento da taxa de cisalhamento. Anawe e Folayan (2018) constataram que tanto o índice de comportamento quanto o índice de consistência diminuíram com o aumento da temperatura para um fluido de perfuração à base de água. Entretanto, ao adicionar nanopartículas de óxido de ítrio ao fluido de perfuração à base de água, observaram que o índice de comportamento permaneceu quase constante, enquanto o índice de consistência apresentou uma redução com o aumento da temperatura. Wang et al. (2012), também avaliaram o efeito da

temperatura na reologia de um fluido aquoso e observaram que o índice de consistência aumentou até atingir 180 °C, diminuindo após essa temperatura. Além disso, o índice de comportamento diminuiu consideravelmente até 200 °C, passando a aumentar em temperaturas superiores.

Mello (2020) observou que para um fluido olefínico entre 3 e 85 °C foi possível identificar um aumento do índice de consistência e uma diminuição no índice de comportamento. Por outro lado, Husin e Hussain (2018) analisaram o comportamento das emulsões de petróleo bruto em uma faixa de temperatura de 20 a 90 °C, observando um aumento no índice de comportamento do escoamento à medida que a temperatura aumentava, alcançando um comportamento dilatante ( $n > 1$ ). Além disso, notaram um aumento nos valores do índice de consistência conforme a temperatura aumentava.

Examinando as conclusões de vários estudos realizados por diferentes pesquisadores sobre diversos tipos de fluidos, percebe-se que os índices de comportamento do escoamento e de consistência variam de forma não uniforme em relação à temperatura. Cada fluido demonstra um comportamento distinto, tornando complexa a previsão de seu desempenho em temperaturas elevadas. Essa diversidade de comportamento é influenciada pela composição química específica de cada fluido e pela maneira como seus componentes reagem ou se degradam sob condições de temperatura elevada.

Além dos parâmetros ajustados pelo modelo de *Herschel-Bulkley*, foram obtidas as curvas de viscosidade aparente dos fluidos envelhecidos, disponíveis no Apêndice F. O gráfico foi dividido em taxas de cisalhamento entre 0 e 300  $s^{-1}$  e 300 a 1000  $s^{-1}$  para facilitar sua visualização. Observa-se um comportamento semelhante às curvas de consistência, onde há uma diminuição da propriedade a temperaturas mais baixas em comparação ao fluido não envelhecido. Entretanto, os ensaios nas temperaturas de 142,7 °C e 150 °C mostraram um aumento expressivo na viscosidade aparente.

Na taxa mais baixa registrada (8  $s^{-1}$ ), é possível identificar o valor mais alto da viscosidade aparente para cada condição. Esse ponto máximo é característico de fluidos pseudoplásticos. Para essa taxa, a 142,7 °C e com um tempo de envelhecimento de 45 horas, houve um aumento de 8% em relação à viscosidade do fluido não envelhecido. Na mesma temperatura, com um tempo de 147 horas, o aumento foi de 18%, e a 150 °C durante 96 horas, o aumento foi de 30%. Além disso, observou-se comportamento semelhante em taxas de cisalhamento mais altas.

Com base nas curvas de viscosidade obtidas, foi realizado um tratamento estatístico dos resultados de viscosidade aparente a 8  $s^{-1}$ , utilizando um nível de significância de 5%, com o

intuito de avaliar o impacto das condições de envelhecimento nessa viscosidade aparente. No entanto, nenhum valor-p foi significativo, indicando que nenhum dos parâmetros do modelo contribuiu significativamente para explicar a variabilidade na resposta. Por outro lado, ao considerar a média de viscosidade para taxas mais altas de cisalhamento, entre 800 e 1000 s<sup>-1</sup> ( $\eta_a$ ), conforme a Tabela 4.4, foi possível chegar à Equação 4.4, com um coeficiente de determinação ( $R^2$ ) de 0,76.

Tabela 4.4 – Resultado da viscosidade aparente a altas taxas de cisalhamento (800-1000 s<sup>-1</sup>) em diferentes condições de envelhecimento.

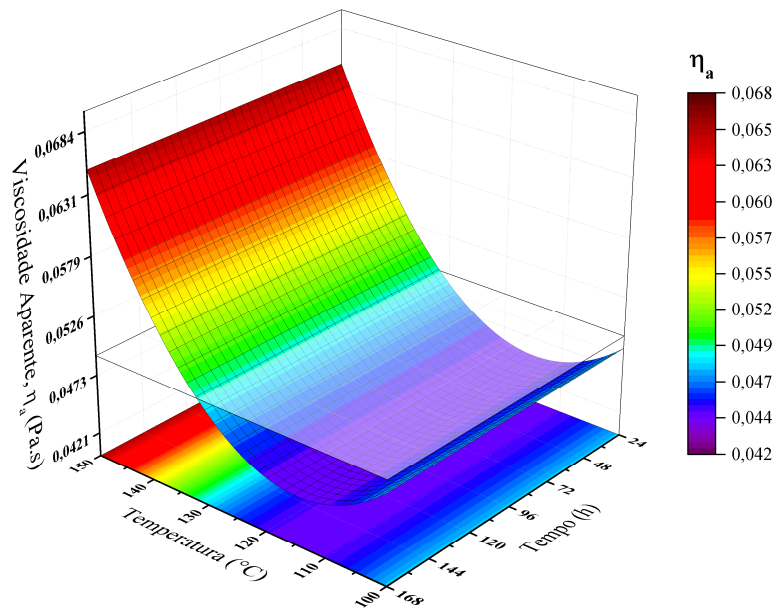
Exp.	Temperatura (°C)	Tempo (h)	$\eta_a$ (Pa.s)
	FPO		0,0491
1	107,3 (-1)	45 (-1)	0,0451
2	107,3 (-1)	147 (+1)	0,0427
3	142,7 (+1)	45 (-1)	0,0596
4	142,7 (+1)	147 (+1)	0,0551
5	100,0 (- $\alpha$ )	96,0 (0)	0,0496
6	150,0 (+ $\alpha$ )	96,0 (0)	0,065
7	125,0 (0)	24,0 (- $\alpha$ )	0,0389
8	125,0 (0)	168,0 (+ $\alpha$ )	0,0544
9	125,0 (0)	96,0 (0)	0,0478
10	125,0 (0)	96,0 (0)	0,0447

Fonte: Autoria Própria (2024).

$$\eta_a = 0,0053X_T^2 + 0,0061X_T + 0,0461 \quad (4.4)$$

Com base na Equação 4.4, é possível concluir que o tempo de envelhecimento não foi significativo, enquanto a temperatura se mostrou significativa. Para prever a influência do tempo na viscosidade do fluido, pode ser necessário utilizar tempos de envelhecimento acelerado mais longos. A Figura 4.19 mostra as superfícies de resposta com as variáveis decodificadas, tornando os efeitos mais visíveis.

Figura 4.19 – Superfície de Resposta para a viscosidade aparente.



Fonte: Autoria Própria (2024).

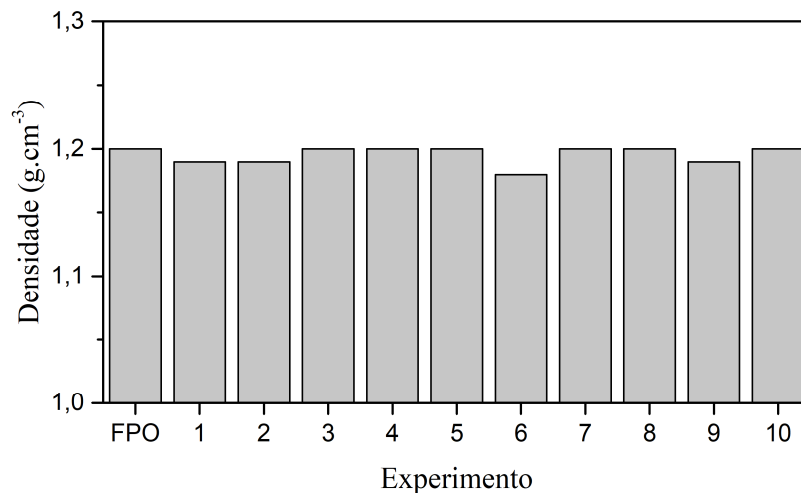
Pela Equação 4.4, observa-se que a temperatura apresenta efeitos tanto linear quanto quadrático positivos. As hipóteses levantadas para esse comportamento são as mesmas já mencionadas na discussão sobre o índice de consistência e o índice de comportamento.

A viscosidade a altos cisalhamentos é principalmente determinada pela viscosidade do meio e pelo volume de sólidos. Além disso, manter a viscosidade em um valor baixo é crucial para promover uma taxa de penetração rápida da broca, principalmente devido à eficiente remoção dos cascalhos debaixo da broca. É importante verificar se esse aumento de viscosidade ultrapassou o limite operacional definido pelos responsáveis pelo processo de perfuração e avaliar o impacto desse aumento na eficiência da perfuração (Limón, 2014).

### 4.2.3 Densidade

A densidade do fluido foi examinada utilizando uma balança de lama à temperatura ambiente. A Figura 4.20 apresenta os resultados de cada experimento do planejamento experimental. Foi realizado um teste de ANOVA e não foi constatada uma diferença significativa entre os valores obtidos. Portanto, conforme observado já nos testes preliminares, o envelhecimento não alterou significativamente a densidade do fluido.

Figura 4.20 – Influência da temperatura e do tempo de envelhecimento na densidade do fluido de perfuração.

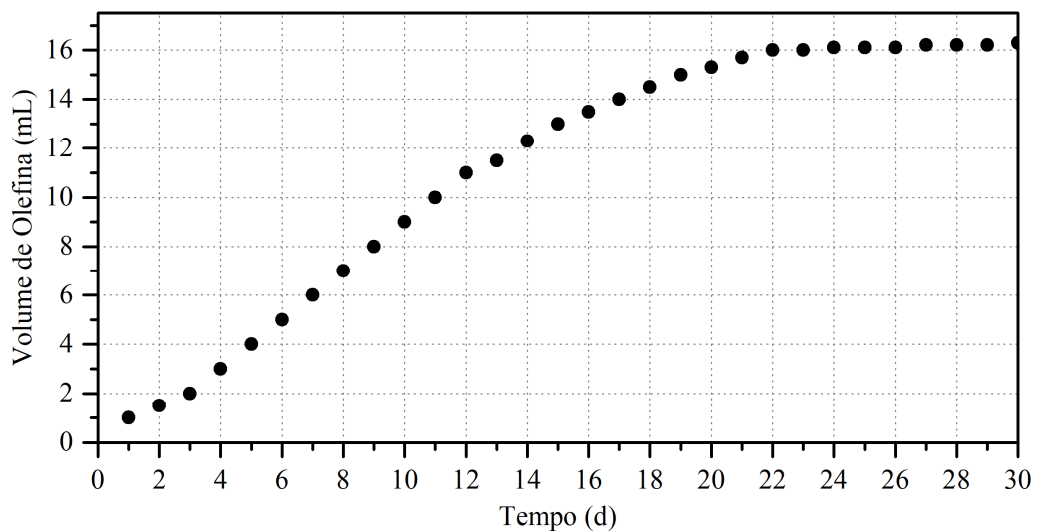


Fonte: Autoria Própria (2024).

#### 4.2.4 Estabilidade

Os resultados para análise de estabilidade dos fluidos envelhecidos para cada condição do planeamento experimental são apresentados no Apêndice G. Além disso, foi realizada uma análise de estabilidade do fluido original durante 30 dias, conforme pode ser visto na Figura 4.21. Para isso, foi retirada uma amostra de 60 mL e colocada em uma proveta graduada. Ao longo dos dias, foi anotado o volume de olefina visível na parte superior da amostra.

Figura 4.21 – Volume de olefina do fluido original ao longo do tempo.



Fonte: Autoria Própria (2024).

Pela Figura 4.21, é possível observar que o fluido original tende a separar sua fase menos densa (olefina) da emulsão ao longo de vários dias, com um comportamento de separação não linear que parece atingir um platô em um volume de 16,3 ml, representando cerca de 47% da olefina presente na amostra. Esse comportamento pode ser explicado por diversos fatores, como o tamanho das gotículas emulsionadas, a diferença de densidade entre as fases dispersa e contínua, e, especialmente, pela repulsão eletrostática e/ou estérica entre as gotículas, onde o surfactante desempenha um papel crucial, conforme descrito por Abismaïl et al. (1999). Essa interação entre as gotículas influencia diretamente a estabilidade da emulsão, afetando a taxa e o grau de separação das fases ao longo do tempo.

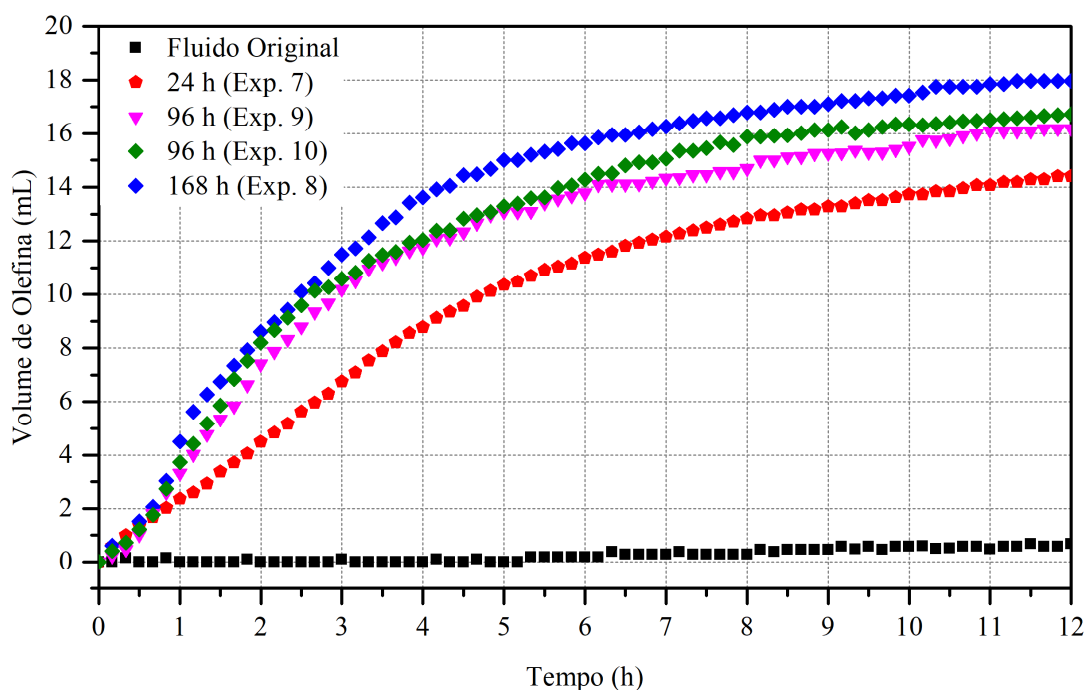
Existem várias técnicas para caracterizar a estabilidade das emulsões, permitindo a análise dos diferentes mecanismos de desestabilização que podem ocorrer. O uso do equipamento Turbiscan LAB é um exemplo destacado, pois permite a detecção de variações no tamanho e migração de partículas em dispersões líquidas. Com esse equipamento, é possível inferir a ocorrência de fenômenos como sedimentação, cremação, aglomeração ou coagulação das partículas, oferecendo uma visão detalhada dos processos que levam à instabilidade da emulsão (Tadros, 2016; Technex, 2023). Os resultados obtidos nos testes de estabilidade referem-se, portanto, à instabilidade das emulsões causada por separação gravitacional e sedimentação dos sólidos presentes no fluido. Apesar de a observação visual fornecer uma primeira impressão útil, ela não é suficientemente precisa para avaliar todos os fenômenos de instabilidade, tornando necessário o uso de técnicas avançadas como o Turbiscan LAB para uma análise completa.

Para discutir o efeito do tempo de envelhecimento no aparecimento da fase menos densa do fluido, a Figura 4.22 mostra o volume de olefina ao longo do tempo nos testes de proveta. Os resultados dos experimentos, realizados a 125 °C com tempos de envelhecimento de 24, 96 e 168 horas, revelam que o prolongamento do tempo de exposição térmica intensifica a separação das fases, com a olefina se destacando de forma mais pronunciada à medida que o tempo aumenta.

Inicialmente, nota-se que o envelhecimento a 125 °C por 24 horas contribuiu significativamente para a desestabilização da emulsão. No início, o volume aumenta quase linearmente, porém, à medida que o tempo avança, a taxa de crescimento diminui e a função tende a estabilizar em torno de um valor de aproximadamente 14,4 mL. Em contraste, para o fluido original, o volume após 12 horas é próximo a 0,56 mL, representando um aumento de cerca de 2471%. Portanto, fica evidente o impacto significativo da temperatura no processo de desestabilização da emulsão. Além disso, observa-se um aumento gradual na desestabilização

com o prolongamento do tempo de ensaio, especialmente no envelhecimento de 168 horas. Vale destacar que, em todas as condições de temperatura iguais, o aumento no tempo de envelhecimento acelerou o aparecimento da fase menos densa. Esse comportamento era esperado, pois mesmo em temperatura ambiente foi possível observar a separação da olefina da emulsão ao longo do tempo, conforme mostrado na Figura 4.21. Esse efeito descreve a emulsão como uma mistura termodinamicamente instável, que tende a passar por processos de desestabilização ao longo do tempo, a menos que haja fornecimento de energia para mantê-la estável por mais tempo.

Figura 4.22 – Volume de olefina ao longo do tempo pós envelhecimento a 125 °C e diferentes tempos.

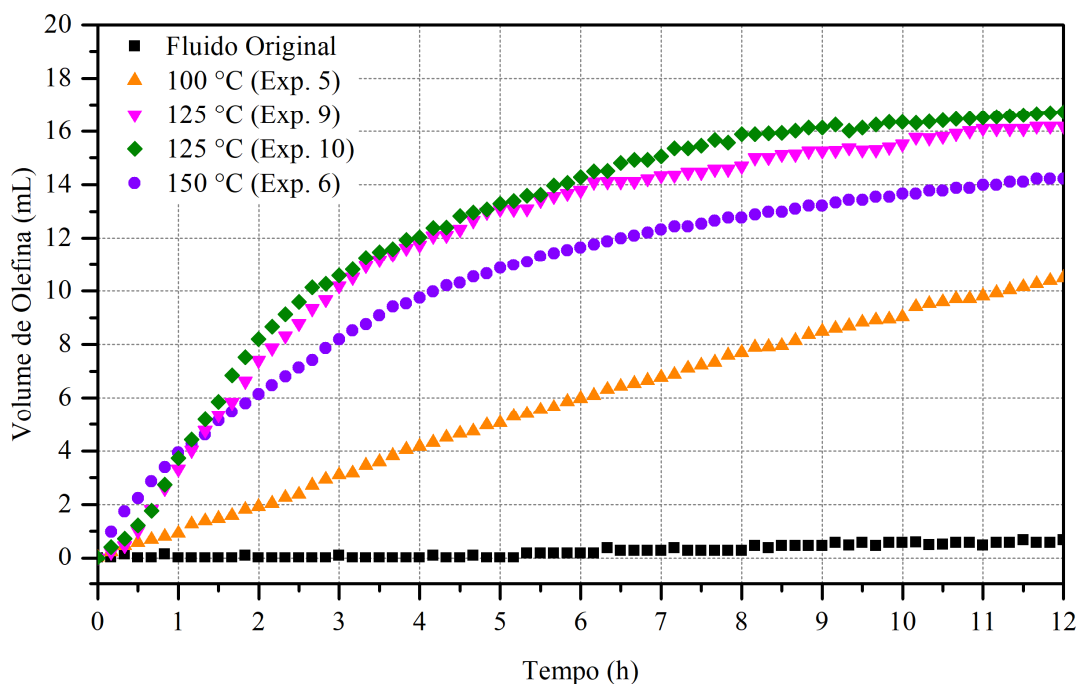


Fonte: Autoria Própria (2024).

A temperatura reduz significativamente a viscosidade da fase oleosa, aumentando a colisão e a aglomeração das gotículas, o que desestabiliza os filmes interfaciais óleo/água. Além disso, conforme observado na Figura 3.16, a degradação do emulsificante primário ocorre a partir de 102 °C. Este componente é crucial para reduzir a tensão interfacial entre as fases de óleo e água e para formar um filme interfacial ao redor das gotículas, evitando assim a coalescência (Rousseau, 2000; Tian et al., 2022). Para discutir melhor os resultados que avaliam

o impacto do aumento da temperatura de envelhecimento, a Figura 4.23 apresenta os resultados dos testes de proveta realizados após 96 horas de envelhecimento.

Figura 4.23 – Volume de olefina ao longo do tempo pós envelhecimento durante 96 horas em diferentes temperaturas.



Fonte: Autoria Própria (2024).

Inicialmente, pela Figura 4.23, é evidente que o envelhecimento a 100 °C contribuiu para a desestabilização do fluido. Ao final das 12 horas, o volume alcançou 10,5 mL, representando um aumento de aproximadamente 1773% em relação ao fluido original. Além disso, o volume cresce de forma quase linear até o término do ensaio, sugerindo que mais algumas horas seriam necessárias para atingir a estabilidade. Para as temperaturas de 125 °C e 150 °C, observa-se um aumento significativo na separação, especialmente nas fases iniciais. Ao longo das doze horas, há uma tendência de estabilização em certos valores de volume.

À primeira vista, seria natural esperar que o aumento da temperatura também contribuísse para o aparecimento gradual da fase menos densa. No entanto, no ensaio a 150 °C, observou-se um volume de separação mais elevado ao longo do tempo em comparação com as demais condições, até a primeira hora. Após esse período, nota-se que o volume de crescimento diminui e a função tende a estabilizar em torno de 14,2 mL, 13,68% menor que o volume médio a 125 °C. Um padrão semelhante é observado nos experimentos 3 e 4, realizados a temperaturas



de 142,7 °C, sugerindo que o envelhecimento em temperaturas próximas a 150 °C contribuiu para alterações nas propriedades que desencadeiam o aparecimento da fase menos densa do fluido. Uma hipótese plausível que pode ser levantada para explicar tal efeito é que o aumento da separação nos tempos iniciais se deve à sedimentação de alguns sólidos, como os contaminantes mencionados na seção 4.2.2.1, enquanto a diminuição na velocidade de crescimento desse volume pode ser atribuída ao expressivo aumento da viscosidade nessas condições de envelhecimento mencionado na seção 4.2.2.2.

Conforme a Lei de Stokes, Equação 4.5, a equação da velocidade terminal (ou de sedimentação) descreve a velocidade com que uma partícula esférica sedimenta em um fluido sob a influência da gravidade, assumindo que o regime de escoamento é laminar:

$$v_{Stokes} = \frac{2gr^2(\rho_2 - \rho_1)}{9\mu_1} \quad (4.5)$$

Em que  $g$  é a aceleração da gravidade,  $r$  é o raio da partícula,  $\rho$  é a densidade,  $\mu$  é a viscosidade e os índices 1 e 2 se referem ao fluido e a partícula, respectivamente. Pela Equação 4.5, é possível inferir que, ao simplificar as gotas de salmoura e os sólidos como esféricos, o aumento da viscosidade do fluido tende a reduzir a velocidade de sedimentação das partículas. Isso implica em uma menor taxa de sedimentação tanto para os sólidos quanto para as gotas de água emulsionadas na fase contínua. Vale dizer que existem diversos outros efeitos que podem estar associados, como a concentração de sólidos, como já foi citado anteriormente que as partículas mais pesadas, como ferrita, sedimentam de forma mais rápida a certas condições.

Para avaliar o efeito das condições de temperatura e tempo de envelhecimento na obtenção do volume de olefina ao final dos testes, foi elaborada a Tabela 4.5. Esta tabela apresenta o volume de olefina separado da emulsão após 12 horas ( $V_{12h}$ ) para cada condição do planejamento experimental. Em seguida, foi realizado um tratamento estatístico dos resultados utilizando um nível de significância de 5%. O coeficiente de determinação foi de 0,87. As análises dos resíduos da regressão mostraram uma distribuição aparentemente aleatória, sugerindo a adequação do modelo apesar da ausência de uma distribuição normal clara dos resíduos.

Tabela 4.5 – Resultado dos testes de proveta após 12 horas em diferentes condições de envelhecimento.

Exp.	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Volume Olefina (mL)
	FPO		0,56
1	107,3 (-1)	45 (-1)	14,8
2	107,3 (-1)	147 (+1)	16,5
3	142,7 (+1)	45 (-1)	15,2
4	142,7 (+1)	147 (+1)	15,4
5	100,0 (- $\alpha$ )	96,0 (0)	10,5
6	150,0 (+ $\alpha$ )	96,0 (0)	13,7
7	125,0 (0)	24,0 (- $\alpha$ )	14,4
8	125,0 (0)	168,0 (+ $\alpha$ )	18,6
9	125,0 (0)	96,0 (0)	16,4
10	125,0 (0)	96,0 (0)	16,7

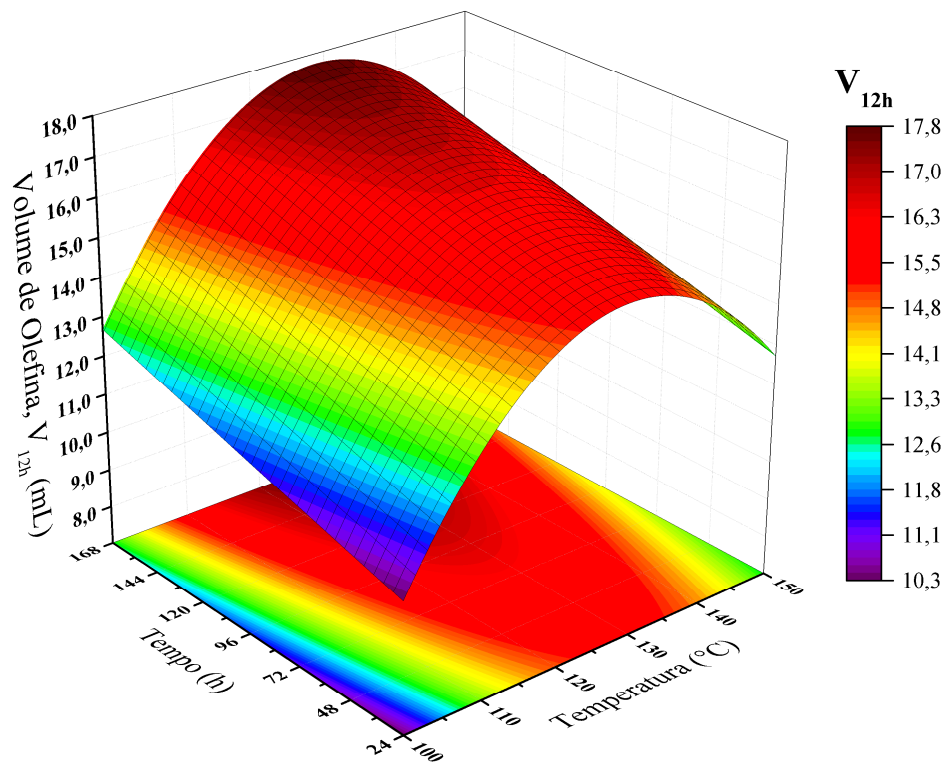
Fonte: Autoria Própria (2024).

Com o resultado do ajuste, foi possível obter a Equação 5.6, onde se observa um efeito quadrático negativo e um efeito linear positivo da temperatura na variável resposta, enquanto o tempo apresenta um efeito linear positivo. A Figura 4.24 apresenta as superfícies de resposta com as variáveis descodificadas, facilitando a visualização dos efeitos mencionados.

$$V_{12h} = 0,8X_T - 1,9X_T^2 + 0,8X_t + 16,5 \quad (5.6)$$

A Figura 4.24 ilustra o efeito já discutido anteriormente, com base nas Figura 4.22 e 4.23. Esta superfície combina uma parábola invertida ao longo do eixo da temperatura e uma linha reta inclinada na direção do tempo. Essa configuração indica que condições extremas de temperatura contribuem para minimizar o volume adquirido ao longo das 12 horas de teste, ou seja, a sedimentação diminui consideravelmente após o tratamento térmico nessas condições. Além disso, é possível concluir que o tempo de envelhecimento contribuiu positivamente para todas as condições de temperatura.

Figura 4.24 – Superfície de reposta dos testes de proveta em função da temperatura e tempo de envelhecimento.



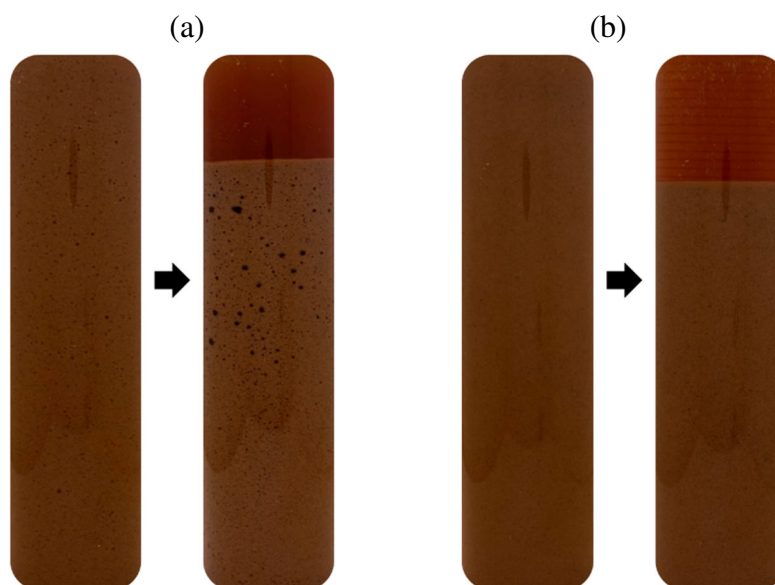
Fonte: Autoria Própria (2024).

#### 4.2.4.1 Separação de Fases

Na seção 4.1.1.2, foi discutido se a mistura do fluido envelhecido a uma alta taxa de cisalhamento estava contribuindo para a emulsificação e se a centrifugação estava quebrando a emulsão. Estudos sugerem que a força centrífuga pode desestabilizar emulsões (Furtado et al., 2015; He et al., 2016), o que poderia estar afetando o comportamento observado. Optou-se por misturar o fluido envelhecido em baixas rotações para evitar o fornecimento de energia à emulsão após o ensaio de envelhecimento, reduzindo a necessidade de utilizar força centrífuga em altas rotações por longos períodos para detectar possíveis desestabilização da emulsão.

Após os testes de estabilidade, observou-se o surgimento de pequenas gotas que ao longo do tempo coagularam, formando gotas maiores, como mostrado na Figura 4.25 (a). Entretanto, em temperaturas mais baixas, Figura 4.25 (b), não se identificou uma formação semelhante de gotas.

Figura 4.25 – Imagens de estabilidade antes e após 12 horas de teste para: (a) Exp. 6 (150 °C e 96 h) e (b) Exp. 1 (107,3 °C e 45 h)



Fonte: Autoria Própria (2024).

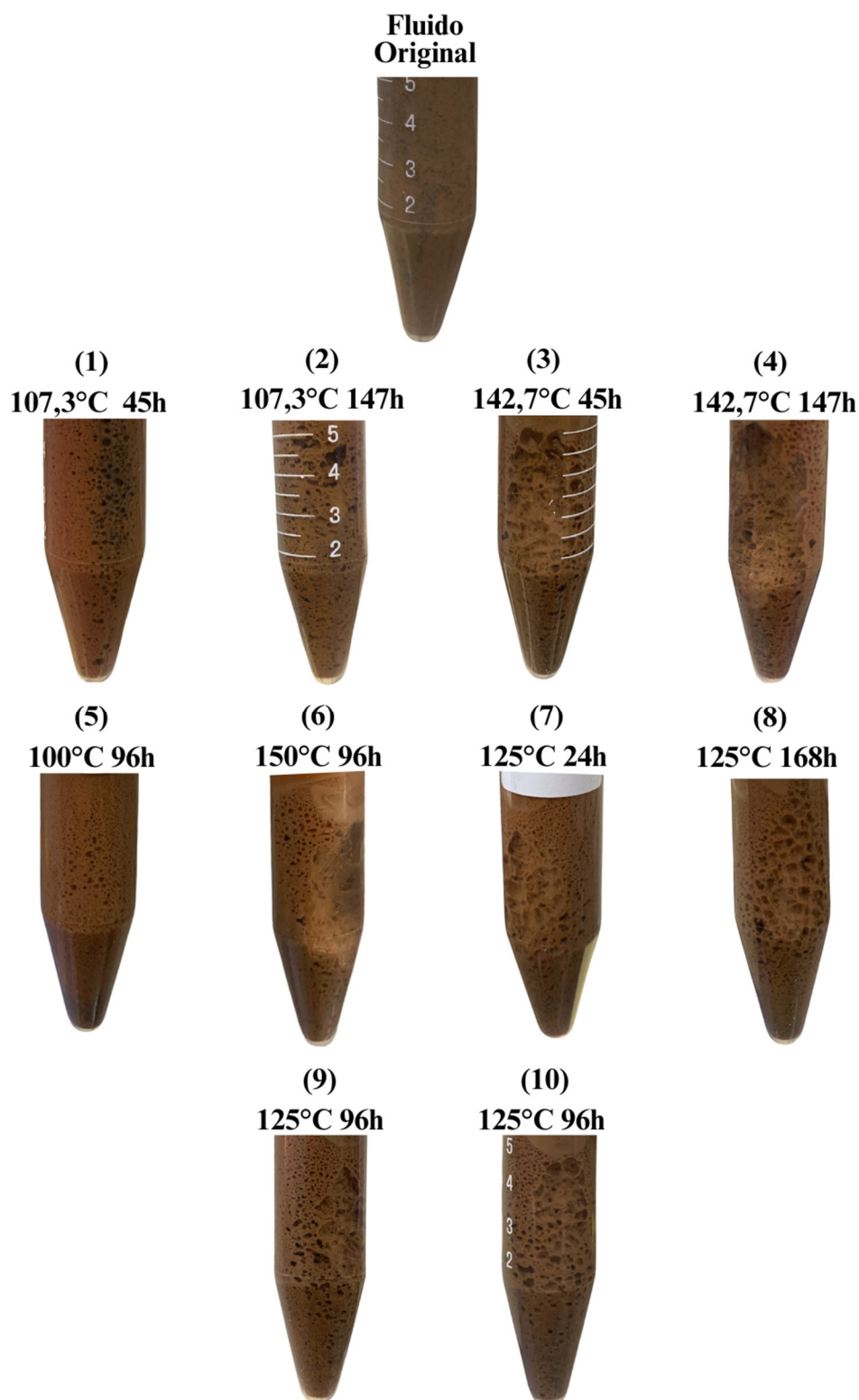
Levantou-se a hipótese que mesmo nessas condições de temperatura mais baixas pudessem ter salmoura separada da emulsão, mesmo que não pudesse ser visualizado na proveta de forma clara. A fim de verificar a separação de fases, foi retirado o conteúdo da proveta e misturado manualmente, após isso foi colocado uma amostra na centrifuga, na menor velocidade do equipamento, 500 rpm, durante 5 minutos. A Figura 4.26 ilustra as amostras centrifugadas após o teste de estabilidade de cada condição de temperatura e tempo de envelhecimento.

Levantou-se a hipótese de que, mesmo sob condições de temperatura mais baixas, poderia haver separação de salmoura da emulsão, ainda que essa separação não fosse claramente visível na proveta. Essa hipótese surgiu da observação de que, em condições adversas, pequenas quantidades de salmoura podem se separar da fase contínua de maneira sutil, o que pode ser difícil de detectar apenas pela inspeção visual. Para testar essa possibilidade e verificar a ocorrência de separação de fases de forma mais precisa, decidiu-se adotar um procedimento mais sensível.

O conteúdo sedimentado da proveta foi retirado cuidadosamente e uma amostra foi colocada em uma centrífuga, operando na menor velocidade do equipamento, 500 rpm, por um período de 5 minutos. Este processo foi escolhido a fim de minimizar a influência da centrifugação na quebra da emulsão e dessa forma permitir a detecção de fases separadas que

poderiam não ser visíveis a olho nu. A Figura 4.26 ilustra as amostras centrifugadas após o teste de estabilidade para cada condição de temperatura e tempo de envelhecimento.

Figura 4.26 – Influência da temperatura e tempo de envelhecimento no aparecimento de salmoura após ensaio de estabilidade.



Fonte: Autoria Própria (2024).

Pela Figura 4.26, foi possível observar que condições mais amenas de envelhecimento contribuíram para o aparecimento de uma fase incolor. Essa mesma fase foi observada nos testes preliminares de separação por centrifugação e, por TGA, concluiu-se que se trata de salmoura. Mesmo na condição mostrada na Figura 4.25 (b), onde não foi possível notar as gotas de salmoura dispersa nos sedimentos, isso confirma a hipótese de que a emulsão já se apresentava relativamente instável após o envelhecimento, mesmo que não fosse claramente visível no teste de proveta. Em contrapartida, condições mais severas de temperatura e tempo de envelhecimento resultaram no aparecimento mais expressivo dessa fase, como visto nos Experimentos 3, 4 e 6.

Esse resultado indica que uma análise mais profunda para determinar o tempo de vida útil de um fluido de emulsão inversa não é uma tarefa simples. O comportamento da quebra da emulsão aparentemente não é linear, apresentando diferentes graus de quebra dependendo das condições de envelhecimento, o que dificulta essa análise. Um bom passo para trabalhos futuros seria estabelecer critérios precisos para avaliar diretamente a estabilidade dessas emulsões e desenvolver um modelo matemático capaz de correlacionar a taxa de decomposição (vida útil da emulsão). Para isso, seria útil incluir análises como o diâmetro médio de gotas (DMP) e a estabilidade elétrica.

Além disso, a partir dessa análise, conclui-se que o método de mistura utilizado após o envelhecimento nos pré-testes, conforme exposto na Seção 3.3, estava influenciando significativamente a emulsão, não contribuindo para o objetivo do trabalho, que é estudar um fluido em condição estática ao longo de seu envelhecimento. Esta conclusão fica mais clara ao observar o Experimento 7, que utilizou a mesma condição de temperatura mencionada na Seção 3.3, de 125 °C, mas durante metade do tempo de envelhecimento, e que foi possível identificar o aparecimento de salmoura, ou seja, uma condição de quebra da emulsão que não havia sido observada anteriormente nos pré-testes.

#### **4.2.5 Volume de Filtrado**

Os resultados obtidos de volume de filtrado para cada experimento do planejamento são apresentados na Tabela 4.6, fornecendo uma visão detalhada de como as diferentes condições experimentais influenciam o comportamento do filtrado. Esses dados são cruciais para entender a eficiência do fluido em reter sólidos e controlar a invasão de fluidos no poço, aspectos

fundamentais para a manutenção da estabilidade da formação e a prevenção de problemas operacionais.

Tabela 4.6 – Volume de Filtrado obtido após diferentes condições de temperatura e tempo de envelhecimento.

Exp.	Temperatura (°C)	Tempo (h)	V <sub>F</sub> (mL)
	FPO		1,3
1	107,3 (-1)	45 (-1)	24
2	107,3 (-1)	147 (+1)	25,8
3	142,7 (+1)	45 (-1)	6,6
4	142,7 (+1)	147 (+1)	12,0
5	100,0 (-α)	96,0 (0)	18,8
6	150,0 (+α)	96,0 (0)	3,0
7	125,0 (0)	24,0 (-α)	4,0
8	125,0 (0)	168,0 (+α)	20,0
9	125,0 (0)	96,0 (0)	17,0
10	125,0 (0)	96,0 (0)	19,0

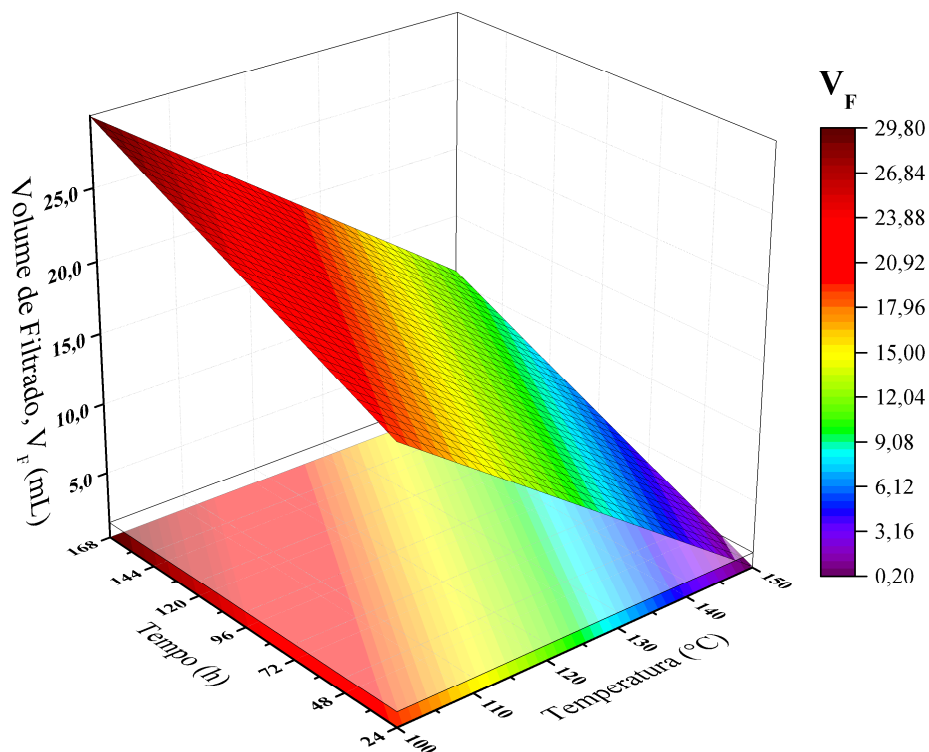
Fonte: Autoria Própria (2024).

Com base nos resultados obtidos para o volume de filtrado, foi realizado um tratamento estatístico dos dados do planeamento experimental. Esse tratamento permitiu avaliar a influência das condições de envelhecimento no volume de filtrado. A expressão apresentada na Equação 4.7 mostra os parâmetros codificados de temperatura ( $X_T$ ) e tempo ( $X_t$ ), que influenciaram significativamente as respostas, considerando um nível de significância de 5%. O coeficiente de determinação ( $R^2$ ) do modelo obtido foi de 0,78, o que é relativamente baixo. Isso indica que o modelo não está explicando bem a variabilidade dos dados. As hipóteses levantadas para justificar esse resultado incluem a possibilidade de que o redutor de filtrado utilizado na fabricação do fluido não esteja em boas condições, possivelmente devido ao tempo de estocagem prolongado após a abertura. Outra hipótese é que o controle de temperatura do filtro HTHP, feito por um controle rotativo (knob), não estava em boas condições, dificultando a reprodutibilidade dos ensaios.

$$V_F = 15,02 - 6,6931X_T + 3,7284X_t \quad (4.7)$$

Pela Equação 4.7 é possível concluir que a influência da temperatura é negativa, sugerindo que temperaturas mais altas reduzem o volume de filtrado, enquanto a influência do tempo é positiva, indicando que períodos mais longos aumentam o volume de filtrado. A Figura 4.27 apresenta as superfícies de resposta, facilitando a visualização dos efeitos mencionados.

Figura 4.27 – Superfície de resposta do volume de filtrado em função da temperatura e tempo de envelhecimento.



Fonte: Autoria Própria (2024).

Ogiriki, Ekaette e Okologume (2017) estudaram o efeito da temperatura de envelhecimento na análise de volume de filtrado para um fluido aquoso. Os resultados obtidos indicaram um comportamento semelhante ao alcançado no presente trabalho, na qual o acréscimo da temperatura de envelhecimento diminuiu consideravelmente o volume de filtrado. Segundo os autores essa redução ocorreu devido à formação de uma torta de filtração relativamente fina formada pela argila utilizada na formulação do fluido.

É desejável que, com o tempo, o fluido de perfuração dentro do poço crie uma fina e impermeável camada, chamada de reboco, para diminuir a quantidade de fluido de perfuração que penetra na formação. Essa camada tem como função primordial fornecer propriedades de vedação excepcionais para minimizar a permeação do fluido e dos sólidos de perfuração na



formação (Bageri et al., 2020). No caso do teste de filtrado, os sólidos em suspensão e o redutor de filtrado, dispersos no fluido, se agregam ao papel filtro formando a camada de reboco, no qual a espessura do reboco é proporcional ao filtrado e a quantidade de sólidos em suspensão (Thomas, 2001).

Uma hipótese plausível para explicar a redução do volume de filtrado em condições mais severas de temperatura é que, além da barita e do redutor de filtrado utilizados para a formação do reboco, há a sedimentação dos sólidos contaminantes, já mencionados na seção 4.2.2.1. Uma maneira de validar essa hipótese seria realizar estudos que analisem a espessura da torta para calcular sua permeabilidade usando a equação de Darcy (Darcy, 1856). Farias (2005), por exemplo, desenvolveu uma metodologia na qual o papel filtro é coletado, passa por um processo de lavagem com água e é adicionado entre duas placas de vidro. Com um paquímetro, a medição entre as placas é realizada para determinar a espessura da torta, um método relativamente simples e que pode contribuir significativamente para explicar a formação da torta após o envelhecimento em diferentes condições.

Portanto, o estudo do impacto do envelhecimento acelerado em diferentes condições de temperatura e tempo nas propriedades reológicas, estabilidade, volume de filtrado e densidade do fluido olefínico revelou efeitos significativos na compreensão de seu comportamento em condições de desestabilização da emulsão. Além disso, essas condições têm um impacto substancial nas propriedades do fluido, ressaltando a importância de monitorar e ajustar esses parâmetros, se necessário, para manter a eficiência e estabilidade do fluido, especialmente em situações em que o fluido ficou parado em condições de alta temperatura.

### **4.3 Conclusões**

Com base no que foi discutido anteriormente, da investigação do envelhecimento do fluido de perfuração de base olefínica em diferentes condições de temperatura e tempo de envelhecimento, bem como sua caracterização físico-química antes e após cada experimento, as seguintes conclusões podem ser obtidas:

- i. Os dados de temperatura e pressão dos ensaios de envelhecimento demonstraram que a unidade desenvolvida permitiu a condução de testes de envelhecimento de fluidos de perfuração de forma reproduzível e confiável em uma ampla faixa operacional. Além disso, a eficácia da pressurização da unidade foi confirmada, pois o envelhecimento não alterou significativamente a densidade do fluido.

- ii. O misturador de baixas velocidades de rotação funcionou bem e desempenhou um papel importante para identificar que a mistura pós-envelhecimento tem um impacto significativo nas análises do fluido envelhecido, especialmente no que diz respeito à observação da quebra de emulsão e à visualização do aparecimento da salmoura em diferentes condições. A mistura em altas taxas de cisalhamento durante os testes preliminares provavelmente contribuem para a emulsificação da emulsão, resultando em um notável aparecimento da quebra da emulsão apenas em condições de envelhecimento a 150 °C por 48 horas, após submeter o fluido a alta rotação na centrífuga por um longo período. Por outro lado, o procedimento de homogeneização com um misturador de baixa rotação permitiu observar a formação de pequenas gotas de salmoura, mesmo em temperaturas mais amenas que as condições dos pré-testes, embora em proporções diferentes para cada condição. Ou seja, antes da completa quebra da emulsão (aparecimento de uma terceira fase) observada em temperaturas mais elevadas de 150 °C por 96 horas e 142,7 °C por 45 e 142,7 horas, foi possível identificar fases intermediárias de quebra. Assim, para estudar adequadamente uma condição estática de envelhecimento, este trabalho destaca a importância da homogeneização para a análise da estabilidade da emulsão do fluido sintético.
- iii. Os resultados deste estudo oferecem insights significativos sobre o impacto do envelhecimento estático nas propriedades reológicas dos fluidos de perfuração. Observou-se que o envelhecimento contribuiu para a redução na tensão limite de escoamento, juntamente com um aumento expressivo no índice de consistência e na viscosidade aparente, os quais foram fortemente influenciados pelo aumento da temperatura. Paralelamente, houve um comportamento mais pseudoplástico do fluido, indicado pelo decréscimo no índice da lei de potência, também correlacionado com o incremento da temperatura.
- iv. O aparato de aquisição de imagens utilizado para avaliar a estabilidade dos fluidos atendeu às necessidades da análise, permitindo concluir que o aumento da temperatura e do tempo de envelhecimento desempenharam um papel significativo na separação da fase menos densa do fluido, resultando em uma separação mais expressiva das fases. No entanto, observou-se que, em temperaturas próximas a 150 °C, o volume da fase orgânica diminuiu consideravelmente ao longo do tempo, provavelmente devido ao aumento significativo da viscosidade aparente nessas condições.
- v. As condições de envelhecimento a 150 °C por 96 horas e 142,7 °C por 147 h foram suficientes para induzir a quebra da emulsão, evidenciado pelo aparecimento notável da

salmoura. Constatou-se também que a ocorrência da condição de quebra da emulsão pode estar relacionada à degradação térmica dos emulsificantes, nos quais são responsáveis pela estabilidade da emulsão.

- vi. Os resultados indicam que a temperatura e o tempo de envelhecimento influenciam significativamente o volume de filtrado, com a temperatura reduzindo e o tempo aumentando esse volume. Entender essa dinâmica é crucial para prever a difusão que pode ocorrer em condições reais, como a presença do fluido de perfuração parado na região anular, em contato com a coluna de revestimento e a parede do poço após a cimentação, especialmente em altas temperaturas e longos períodos.

#### 4.4 Sugestões Para Trabalhos Futuros

- i. Obter um modelo matemático capaz de correlacionar a taxa de decomposição (vida útil da emulsão) com o tempo e a temperatura. Para isso, adicionar análises como o diâmetro médio de gotas (DMP) e a estabilidade elétrica.
- ii. Estudar condições de temperatura inferiores a 100 °C, a fim de identificar a condição na qual começa o mecanismo de coalescência.
- iii. Realizar o estudo de reologia utilizando um reômetro HPHT, a fim de simular condições de poço.
- iv. Estudar o efeito do envelhecimento dinâmico nas propriedades já avaliadas no presente trabalho.
- v. Estudar o efeito do envelhecimento na força gel.
- vi. Estudar a permeabilidade da torta formada durante o ensaio de filtrado.
- vii. Analisar a recuperação da emulsão após o procedimento de envelhecimento acelerado, aplicando cisalhamento.
- viii. Realizar os testes de estabilidade em uma proveta, mantendo a temperatura nas condições semelhantes às do poço.

**REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

ABISMAÏL, B.; CANSELIER, J. P.; WILHELM, A. M.; DELMAS, H.; GOURDON, C. Emulsification by ultrasound: drop size distribution and stability. **Ultrasonics Sonochemistry**, [S. l.], v. 6, n. 1–2, p. 75–83, 1999. DOI: 10.1016/S1350-4177(98)00027-3.

ALDERMAN, N. J.; GAVIGNET, A.; GUILLOT, D.; MAITLAND, G. C. **High-Temperature, High-Pressure Rheology of Water-Based Muds**. Em: 1988, Anais: SPE, 1988. DOI: 10.2118/18035-MS.

ALI, A.; SCHMIDT, D. D.; HARVEY, J. **Investigation of the Electrical Stability Test for Oil Muds**. Anais [...]. : SPE, 1987. DOI: 10.2118/16077-MS.

AL-JUMAILY, Ahmed M.; MESHKINZAR, Ata; TORRES, Laura M. P. On the Development of Emulsion Destabilization Technologies for Dairy Industry. **Food Engineering Reviews**, [S. l.], v. 15, n. 2, p. 215–229, 2023. DOI: 10.1007/s12393-023-09336-4.

ANAWA, Paul; FOLAYAN, Adewale. Investigation of the effect of yttrium oxide ( ) nanoparticle on the rheological properties of water based mud under high pressure high temperature (HPHT) environment. **International Journal of Mechanical Engineering and Technology (IJMET)**, [S. l.], v. 9, n. 7, p. 545–559, 2018. Disponível em: <http://www.iaeme.com/IJMET/issues.asp?JType=IJMET&VType=9&IType=7>. Acesso em: 13 ago. 2024.

ANNIS, Max R. High-Temperature Flow Properties of Water-Base Drilling Fluids. **Journal of Petroleum Technology**, [S. l.], v. 19, n. 08, p. 1074–1080, 1967. DOI: 10.2118/1698-PA.

ANSARI, Manizheh; TURNEY, Damon E.; MORRIS, Jeffrey; BANERJEE, Sanjoy. Investigations of rheology and a link to microstructure of oil-based drilling fluids. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 196, p. 108031, 2021. DOI: 10.1016/j.petrol.2020.108031.

API. **Recommended Practice on Standard Field Procedure for Testing Drilling Fluids**. 1942.

API. **Recommended Practice for Laboratory Testing of Drilling Fluids** (API RECOMMENDED PRACTICE 13I. Washington: API, 2016.

API. **Standard Procedure for Field Testing Oil-Based Drilling Fluids** (API RECOMMENDED PRACTICE 13B-2). Washington: API, 2023.

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**, [S. l.], v. 208, p. 109758, 2022. DOI: 10.1016/j.petrol.2021.109758.

ASME. **Drilling fluids processing handbook by Shale Shaker Committee**. [s.l.] : Elsevier, 2005. . Acesso em: 19 jul. 2023.

BAGERI, Badr S.; ADEBAYO, Abdulrauf Rasheed; AL JABERI, Jaber; PATIL, Shirish. **Effect of perlite particles on the filtration properties of high-density barite weighted water-based drilling fluid**. Powder Technology, [S. l.], v. 360, p. 1157–1166, 2020. DOI: 10.1016/j.powtec.2019.11.030.

BANNERMAN, J. K.; NEAL, D. Sepiolkite Muds Used for Hot Wells, Deep Drilling. **Oil and Gas Journal**, [S. l.], p. 144–150, 1978.

BARNES, Howard A. **Rheology of emulsions — a review**. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, [S. l.], v. 91, p. 89–95, 1994. DOI: 10.1016/0927-7757(93)02719-U.

BIBETTE, J. **Flocculation and Coalescence of Oil-in-Water Emulsions**. MRS Proceedings, [S. l.], v. 248, p. 303, 1991. DOI: 10.1557/PROC-248-303.

BINGHAM, Eugene Cook. **Fluidity and plasticity**. McGraw-Hill ed. New York. 1922.

BLAND, Ron; MULLEN, Greg; GONZALEZ, Yohnny; HARVEY, Floyd; PLESS, Marvin. **HP/HT Drilling Fluids Challenges**. Anais [...]. : SPE, 2006. DOI: 10.2118/103731-MS.

BRADSKI, Gary. The opencv library. Dr. **Dobb's Journal: Software Tools for the Professional Programmer**, [S. l.], v. 25, n. 11, p. 120–123, 2000.

BRASIL. **Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis**. Instrução Normativa 1, de 2 de janeiro de 2018.

BRISCOE B. J.; LUCKHAM P. F.; REN S. R. The properties of drilling muds at high pressures and high temperatures. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London**. Series A: Physical and Engineering Sciences, [S. l.], v. 348, n. 1687, p. 179–207, 1994. DOI: 10.1098/rsta.1994.0088.

BROSTRÖM, Markus; ENESTAM, Sonja; BACKMAN, Rainer; MÄKELÄ, Kari. Condensation in the KCl–NaCl system. **Fuel Processing Technology**, [S. l.], v. 105, p. 142–148, 2013. DOI: 10.1016/j.fuproc.2011.08.006.

CAENN, Ryen; DARLEY, H. C. H.; GRAY, George. **Fluidos de perfuração e completção: composição e propriedades**. 6. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2014.

CAENN, Ryen; DARLEY, H. C. H.; GRAY, George R. **Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids: Seventh Edition**. [s.l.] : Elsevier Inc., 2016. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com:5070/book/9780128047514/composition-and-properties-of-drilling-and-completion-fluids>. Acesso em: 25 jul. 2023.

CELINO, Karoline Nóbrega; FERNANDES, Rafael da Silva; DE MORAIS, Stéphanie Cavalcante; DE SOUZA, Elessandre Alves; BALABAN, Rosangela de Carvalho. Emulsion-based drilling fluids: Rheological properties preservation facing changes on the temperature, pressure and dispersed phase. **Journal of Molecular Liquids**, [S. l.], v. 352, p. 118753, 2022. DOI: 10.1016/j.molliq.2022.118753.

CHEN, Gonglun; TAO, Daniel. An experimental study of stability of oil–water emulsion. **Fuel Processing Technology**, [S. l.], v. 86, n. 5, p. 499–508, 2005. DOI: 10.1016/j.fuproc.2004.03.010.

CHESSER, Bill G.; ENRIGHT, Dorothy P. High-Temperature Stabilization of Drilling Fluids With a Low-Molecular-Weight Copolymer. **Journal of Petroleum Technology**, [S. l.], v. 32, n. 06, p. 950–956, 1980. DOI: 10.2118/8224-PA. Disponível em: <https://dx.doi.org/10.2118/8224-PA>. Acesso em: 1 ago. 2023.

CLEMENTS, W. R.; NEVINS, M. J.; SCEARCE, F. A. **Electrolyte-Tolerant Polymers for High-Temperature Drilling Fluids**. Anais [...]. : SPE, 1985. DOI: 10.2118/13614-MS.

COMBS, GD; WHITMIRE, LD. Capillary Viscometer Simulates Bottom-Hole Conditions. **Oil Gas Journal**, [S. l.], p. 108–113, 1960.

CORNEY, L. L.; MEYER, R. L. **A New Approach to High Temperature Drilling Fluids**. Em: SPE 42ND ANNUAL FALL MEETING 1967, Houston. Anais [...]. Houston

COWAN, J. C. Low filtrate loss and good rheology retention at high temperatures are practical features of this new drilling mud. **Oil & Gas Journal**, [S. l.], v. 57, p. 83–87, 1959.

DARCY, H. Les Fontaines Publiques de la Ville de Dijon: Exposition et Application des Principes a Suivre et des Formules a Employer dans les Questions de Distribution d'Eau. [S. l.], 1856.

EIA. **Petroleum and other liquids data - U.S.** Energy Information Administration (EIA). 2023. Disponível em: <https://www.eia.gov>. Acesso em: 18 jul. 2023.

ELSEN, J. M.; MIXON, A. M.; BROUSSARD, M. D.; LAHUE, D. R. **Application of a Lime-Based Drilling Fluid in a High-Temperature/High-Pressure Environment**. SPE Drilling Engineering, [S. l.], v. 6, n. 01, p. 51–230, 1991. DOI: 10.2118/19533-PA.

ENRIQUEZ-RAMIREZ, Araceli. **Developing novel high performance to drilling muds for applications in high pressure and high temperature oil wells**. 2019. Durham University, Durham, 2019. Disponível em: <http://etheses.dur.ac.uk/13377/>. Acesso em: 9 abr. 2024.

ERITIA. **Mud Agitators And How To Select A Proper Impeller and shaft**. 2016.

FARIAS, K. V. **Influência de Umectante Aniônico na Reologia e Espessura de Reboco de Fluidos Hidroargilosos**. 2005. Dissertação de Mestrado - UFCG, Campina Grande, 2005.

FREUNDLICH, H. **Thixotropy**. Em: HERMANN & CIE 1935, Paris. Anais [...]. Paris p. 3.

FRIAÇA, Fernando. **Estabilidade e reologia de emulsões inversas de olefina linear com soluções saturadas de NaCl e CaCl<sub>2</sub>**. 2020. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2020. DOI: 10.14393/ufu.di.2020.166.

FRIAÇA, Fernando G.; PEREIRA, Marina S.; ATAÍDE, Carlos H. Rheology and stability of drilling fluids formulated with saturated NaCl and CaCl<sub>2</sub> solutions. **Chemical Engineering Science**, [S. l.], v. 275, p. 118752, 2023. DOI: 10.1016/j.ces.2023.118752.

FURTADO, Guilherme F.; PICONE, Carolina S. F.; CUELLAR, Maria C.; CUNHA, Rosiane L. **Breaking oil-in-water emulsions stabilized by yeast**. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, [S. l.], v. 128, p. 568–576, 2015. DOI: 10.1016/j.colsurfb.2015.03.010.

GAUTAM, Sidharth; GURIA, Chandan; RAJAK, Vinay K. A state of the art review on the performance of high-pressure and high-temperature drilling fluids: Towards understanding the structure-property relationship of drilling fluid additives. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 213, p. 110318, 2022. DOI: 10.1016/j.petrol.2022.110318.

GEEHAN, T.; MCKEE, A. **Drilling Mud: Monitoring and Managing It**. 2000.

GENG, Tie; QIU, Zhengsong; ZHAO, Chunhua; ZHANG, Li; ZHAO, Xin. **Rheological study on the invert emulsion fluids with organoclay at high aged temperatures**. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, [S. l.], v. 573, p. 211–221, 2019. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2019.04.056.



GHADERI, Aref; DARGAZANY, Roozbeh. **Modeling the Burning of Polymer Matrix: Training Collocation Physics-Informed Neural Network**. Em: VOLUME 9: Mechanics of solids, structures, and fluids; micro- and nano-systems engineering and packaging; safety engineering, risk, and reliability analysis; research posters 2022, Anais [...]. : American Society of Mechanical Engineers, 2022. DOI: 10.1115/IMECE2022-95456.

GONÇALVES, José. **Fluidos não aquosos**. Rio de Janeiro, 2003.

GOODWIN, James W. (James William). **Colloids and interfaces with surfactants and polymers : an introduction**. [s.l.] : J. Wiley, 2004.

GRAY, G.; NEZNAYKO, M.; GILKESON, P. **Some factors affecting the solidification of Lime-treated muds at high temperatures**. New York, 1952.

GROWCOCK, Fred; HARVEY, Tim. **Drilling Fluids**. Em: Drilling Fluids Processing Handbook. [s.l.] : Elsevier, 2005. p. 15–68. DOI: 10.1016/B978-075067775-2/50003-2.

HE, Yang-Ming; LING, Zhao-Xing; ZHOU, Ying; AHMAD, Farooq; ZHAO, Fang-Fang. **Application of extraction induced by emulsion breaking for trace multi-element determination in jet fuel by inductively coupled plasma-mass spectrometry**. Spectroscopy Letters, [S. l.], v. 49, n. 1, p. 37–43, 2016. DOI: 10.1080/00387010.2015.1061556.

HERMOSO, J.; MARTÍNEZ-BOZA, F.; GALLEGOS, C. **Combined Effect of Pressure and Temperature on the Viscous Behaviour of All-Oil Drilling Fluids**. Oil & Gas Science and Technology – Revue d’IFP Energies nouvelles, [S. l.], v. 69, n. 7, p. 1283–1296, 2014. DOI: 10.2516/ogst/2014003.

HILLER, K. H. Rheological Measurements on Clay Suspensions and Drilling Fluids at High Temperatures and Pressures. **Journal of Petroleum Technology**, [S. l.], v. 15, n. 07, p. 779–788, 1963. DOI: 10.2118/489-PA.

HOSSAIN, M. Enamul; AL-MAJED, Abdulaziz Abdullah. **Fundamentals of Sustainable Drilling Engineering**. [s.l.] : Wiley, 2015. DOI: 10.1002/9781119100300.

HUGHES, Baker. **Drilling Fluids Reference Manual**. 2006.

HUSIN, Hazlina; HUSSAIN, Haizatul Hafizah. **Temperature Effect on Shear Thinning Behavior of Low-Viscous Oilfield Emulsion**. Em: Science and Technology Behind Nanoemulsions. [s.l.] : InTech, 2018. DOI: 10.5772/intechopen.75621.

İBANOĞLU, Esra. Rheological behaviour of whey protein stabilized emulsions in the presence of gum arabic. **Journal of Food Engineering**, [S. l.], v. 52, n. 3, p. 273–277, 2002. DOI: 10.1016/S0260-8774(01)00115-7.

IEA. **Growth in global oil demand is set to slow significantly by 2028 - News - IEA**. 2023. Disponível em: <https://www.iea.org/news/growth-in-global-oil-demand-is-set-to-slow-significantly-by-2028>. Acesso em: 18 jul. 2023.

IOGP. **Environmental Aspects of use and disposal of non-aqueous drilling fluids associated with offshore oil & gas operations**. London, 2003.

IOGP. **Drilling waste management technology review**. London, 2016.

IRGENS, Fridtjov. **Rheology and Non-Newtonian Fluids**. Cham: Springer International Publishing, 2014. DOI: 10.1007/978-3-319-01053-3.

JONES, T. J.; NEUSTADTER, E. L.; WHITTINGHAM, K. P. Water-In-Crude Oil Emulsion Stability And Emulsion Destabilization By Chemical Demulsifiers. **Journal of Canadian Petroleum Technology**, [S. l.], v. 17, n. 02, 1978. DOI: 10.2118/78-02-08.

KADDAH, Farah; ROZIERE, Emmanuel; RANAIVOMANANA, Harifidy; AMIRI, Ouali. **Complementary use of thermogravimetric analysis and oven to assess the composition and bound CO2 content of recycled concrete aggregates**. Developments in the Built Environment, [S. l.], v. 15, p. 100184, 2023. DOI: 10.1016/j.dibe.2023.100184.

KHALIFEH, Mahmoud; SAASEN, Arild; VORLAND, Kim Andre; KLUNGTVEDT, Karl. **Rheological Characteristics of Oil-Based and Water-Based Drilling Fluids**. [S. l.], 2021.

KOKAL, Sunil. Crude-Oil Emulsions: A State-Of-The-Art Review. **SPE Production & Facilities**, [S. l.], v. 20, n. 01, p. 5–13, 2005. DOI: 10.2118/77497-PA.

KRISHNAN, J. Murali; DESHPANDE, Abhijit P.; KUMAR, P. B. Sunil (ORG.). **Rheology of Complex Fluids**. New York, NY: Springer New York, 2010. DOI: 10.1007/978-1-4419-6494-6.

LANDAU, Lev Davidovich; LIFHITZ, Evgenii Mikhailovich. **Fluid Mechanics**. London: Pergamon: ISBN 0-08-033933-6, 1987.

LEE, B.; BROWN, D. M.; SPENCE, M. J.; WHALE, G. **The Evaluation of Hydrocarbon Blends Using Brasil's Proposed Offshore Drilling Regulations**. Em: DAY 1 TUE, OCTOBER 27, 2015 2015, Anais [...]. : OTC, 2015. DOI: 10.4043/26339-MS.

LIMA, Bruna L. B.; MARQUES, Nívia N.; SOUZA, Elessandre A.; BALABAN, Rosangela C. Polysaccharide derivative as an additive in Olefin-Based drilling fluid. **Journal of Molecular Liquids**, [S. l.], v. 364, p. 120023, 2022. DOI: 10.1016/j.molliq.2022.120023.

LIMÓN, Juan Hermoso. **High pressure rheology of drilling fluids**. 2014. Tese de Doutorado. Universidade de Huelva, Huelva, 2014.

LUMEN LEARNING. **Viscosity and Laminar Flow; Poiseuille's Law**. [s.d.]. Disponível em: <https://courses.lumenlearning.com/suny-physics/>. Acesso em: 6 mar. 2024.

LYONS, William C. **Working guide to drilling equipment and operations**. Burligton: Elsevier, 2010. a. . Acesso em: 14 jun. 2023.

LYONS, William C. **Working guide to drilling equipment and operations**. Burligton: Elsevier, 2010. b. . Acesso em: 14 jun. 2023.

MACHADO, J. C. V. **Reologia e Escoamento de Fluidos**. Rio de Janeiro: Editora Interciência, 2002.

MAKINDE, Favour; ADEJUMO, A.; EFEOVBOKHAN, Vincent. **Petroleum & Coal modelling the effects of temperature and aging time on the rheological properties of drilling fluids**. [S. l.], v. 53, 2011.

MALKIN, Alexander Ya; ISAYEV, Avraam I. **Rheology: Concepts, Methods, & Applications**. 1. ed. Toronto: ChemTec Publishing, 2006.

MELLO, Gessica Palaoro De. **Avaliação dos efeitos de alta pressão e temperatura na reologia de fluidos de perfuração à base olefina**. Dissertação de Mestrado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2020.

MORRISON, Faith A. **Understanding rheology**. New York: Oxford University Press, 2001.

NELSON, Wayne; MEEKER, William Q. **Theory for Optimum Accelerated Censored Life Tests for Weibull and Extreme Value Distributions**. *Technometrics*, [S. l.], v. 20, n. 2, p. 171, 1978. DOI: 10.2307/1268710.

OFITE. **HTHP Filter Press for Drilling Fluid Testing - Instruction Manual**. Texas, 2019.

OGIRIKI, Shadrach; EKAETTE, Ndienye; OKOLOGUME, Wilfred. Effect of aging on water based mud. **International Journal of Engineering and Modern technology** (2504-8848), [S. l.], v. 3, 2017.

OGP/PIECA. **Drilling fluids and health risk management: A guide for drilling personnel, managers and health professionals in the oil and gas industry**. 2019.

PETRI, I. J. **Descontaminação de cascalhos de perfuração utilizando um secador micro-ondas semi-industrial em regime contínuo**. Tese de Doutorado - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2017. DOI: 10.14393/ufu.te.2017.180.

PETRO-ACC. **Gilsonite for drilling fluids**. 2024. Disponível em: <https://www.petroacc.com/products/gilsonite-for-drilling-fluids#docs>. Acesso em: 20 jul. 2023.

PETROBRAS. **Manual de Fluidos/Engenharia de Poços/Petrobras**. 1. ed. Rio de Janeiro: Petróleo Brasileiro S.A., 2011.

PETROBRAS. **Exploração e Produção de Petróleo e Gás**. 2023. Disponível em: <https://petrobras.com.br/pt/nossas-atividades/areas-de-atuacao/exploracao-e-producao-de-petroleo-e-gas/>. Acesso em: 18 jul. 2023.

RACHAIN, J.; COLEMAN, S. **Types of Flow and Rheology Models of Drilling Mud**. 2024. Disponível em: <https://goo.gl/MrVviN>.

RELIASOFT. **Accelerated life testing data analysis reference**. Tucson: Reliasoft Corporation 2024.

ROUSSEAU, Dérick. Fat crystals and emulsion stability — a review. **Food Research International**, [S. l.], v. 33, n. 1, p. 3–14, 2000. DOI: 10.1016/S0963-9969(00)00017-X.

SALAGER, Jean Louis; FORGIARINI, Ana María. **Emulsion Stabilization, Breaking, and Inversion Depends upon Formulation: Advantage or Inconvenience in Flow Assurance**. Energy and Fuels, [S. l.], v. 26, n. 7, p. 4027–4033, 2012. DOI: 10.1021/EF3001604. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ef3001604>. Acesso em: 6 abr. 2023.

SAMBALE, A.; KURKOWSKI, M.; STOMMEL, M. **Determination of moisture gradients in polyamide 6 using StepScan DSC**. Thermochemica Acta, [S. l.], v. 672, p. 150–156, 2019. DOI: 10.1016/j.tca.2018.12.011.

SCHAFFEL, Silva Blajberg. A questão ambiental na etapa de perfuração de poços marítimos de óleo e gás no Brasil. Tese de Doutorado - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 2002.

SMITHSON, T. **HPHT Wells**. Oilfield Review. 2016. Disponível em: <https://www.slb.com/resource-library/oilfield-review/defining-series/defining-hpht>

STOUT, Scott A.; PAYNE, James R. **Footprint, weathering, and persistence of synthetic-base drilling mud olefins in deep-sea sediments following the Deepwater Horizon disaster**.

Marine Pollution Bulletin, [S. l.], v. 118, n. 1–2, p. 328–340, 2017. DOI: 10.1016/J.MARPOLBUL.2017.03.013. Acesso em: 2 out. 2023.

TADROS, Tharwat F. **Emulsions: Formation, Stability, Industrial Applications**. [s.l.] : De Gruyter, 2016. DOI: 10.1515/9783110452242/EPUB. Acesso em: 7 abr. 2023.

TADROS, Tharwat F. **Handbook of Colloid and Interface Science: Volume 4: Industrial Applications: Agrochemicals, Paints, Coatings and Food Systems**. Berlin: Walter de Gruyter GmbH, 2018.

TAYLOR, P. **Ostwald ripening in emulsions**. Advances in Colloid and Interface Science, [S. l.], v. 75, n. 2, p. 107–163, 1998. DOI: 10.1016/S0001-8686(98)00035-9.

TECHNEX. **Product Description Turbiscan Lab**. 2023. Disponível em: <https://technex.nl/en/producten/turbiscan/>. Acesso em: 8 abr. 2023.

TELESFORO, Hugo Antonio Sanchez. **Rheological behavior of an obm sample of the gom under xhpht conditions**. 2017. Thesis - Texas A&M University, Texas, 2017.

TESSARI, Rodolfo Krul. **Projeto ótimo de poços de petróleo baseado em confiabilidade**. Tese de Doutorado - Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019. DOI: 10.11606/T.18.2019.tde-08022022-110952.

THOMAS, José Eduardo. **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. 2. ed. Rio de Janeiro: Editora Interciência, 2001.

TIAN, Ying; ZHOU, Jingjing; HE, Changqing; HE, Lin; LI, Xingang; SUI, Hong. **The Formation, Stabilization and Separation of Oil–Water Emulsions: A Review**. Processes, [S. l.], v. 10, n. 4, 2022. DOI: 10.3390/pr10040738. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2227-9717/10/4/738>. Acesso em: 6 abr. 2023.

VIEIRA, Denilton da Silva. **Uso de métodos bayesianos em testes de vida acelerados no controle da qualidade de produtos industriais**. Dissertação de Mestrado - UFSCar, São Carlos, 2006.

WANG, Fuhua; TAN, Xuechao; WANG, Ruihe; SUN, Mingbo; WANG, Li; LIU, Jianghua. **High temperature and high pressure rheological properties of high-density water-based drilling fluids for deep wells**. *Petroleum Science*, [S. l.], v. 9, n. 3, p. 354–362, 2012. DOI: 10.1007/s12182-012-0219-4.

WHITTLE, Martin; DICKINSON, Eric. Large deformation rheological behaviour of a model particle gel. **Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions**, [S. l.], v. 94, n. 16, p. 2453–2462, 1998. DOI: 10.1039/a803474e.

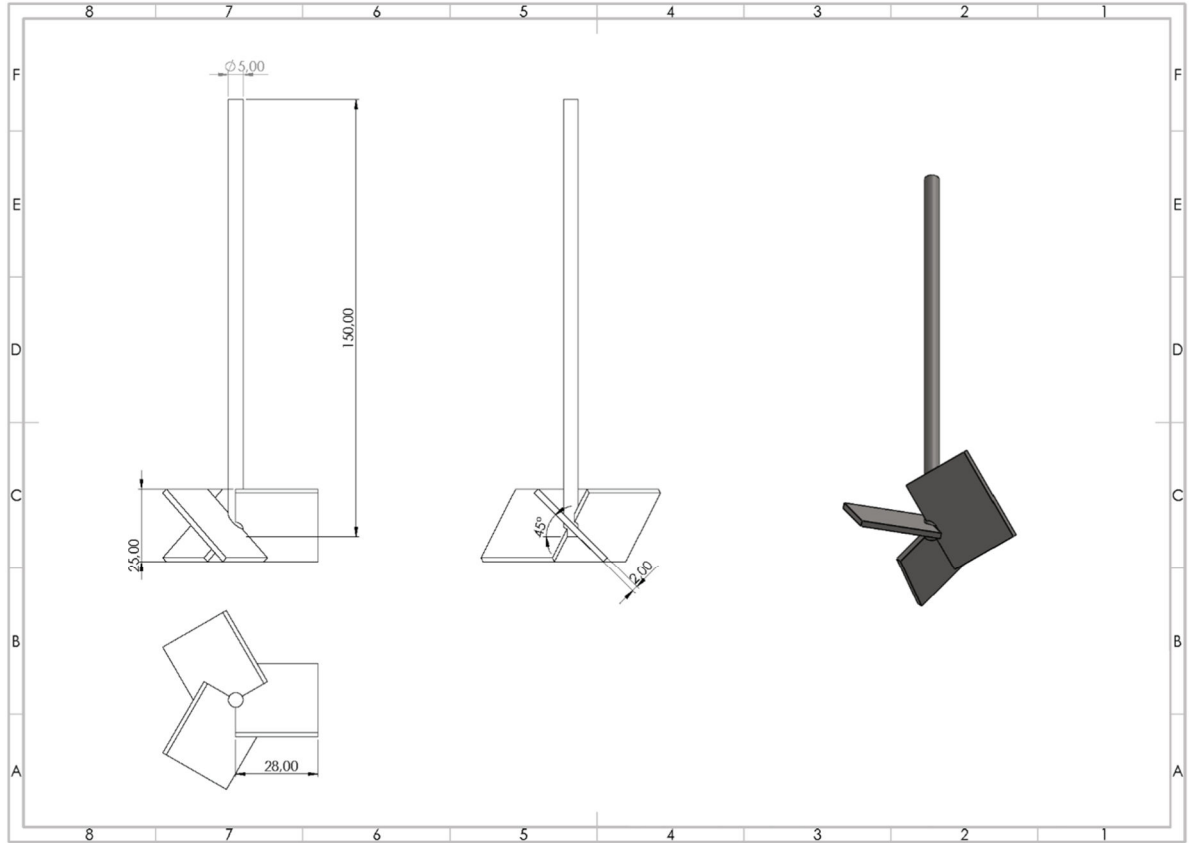
YIN, Dezhong; LIU, Jinjie; GENG, Wangchang; ZHANG, Baoliang; ZHANG, Qiuyu. Microencapsulation of hexadecane by surface-initiated atom transfer radical polymerization on a Pickering stabilizer. **New Journal of Chemistry**, [S. l.], v. 39, n. 1, p. 85–89, 2015. DOI: 10.1039/C4NJ01533A.

ZHUANG, Guanzheng; JIANG, Wenbo; ZHANG, Zepeng. **Organic Modifiers of Organo-Montmorillonite in Oil System under High Temperatures: Desorption or Degradation?** *Industrial & Engineering Chemistry Research*, [S. l.], v. 58, n. 8, p. 2644–2653, 2019. DOI: 10.1021/acs.iecr.8b05915.

ZHUANG, Guanzheng; WU, Hao; ZHANG, Haixu; ZHANG, Zepeng; ZHANG, Xiangming; LIAO, Libing. **Rheological properties of organo-palygorskite in oil-based drilling fluids aged at different temperatures**. *Applied Clay Science*, [S. l.], v. 137, p. 50–58, 2017. DOI: 10.1016/j.clay.2016.12.015.

## APÊNDICE A

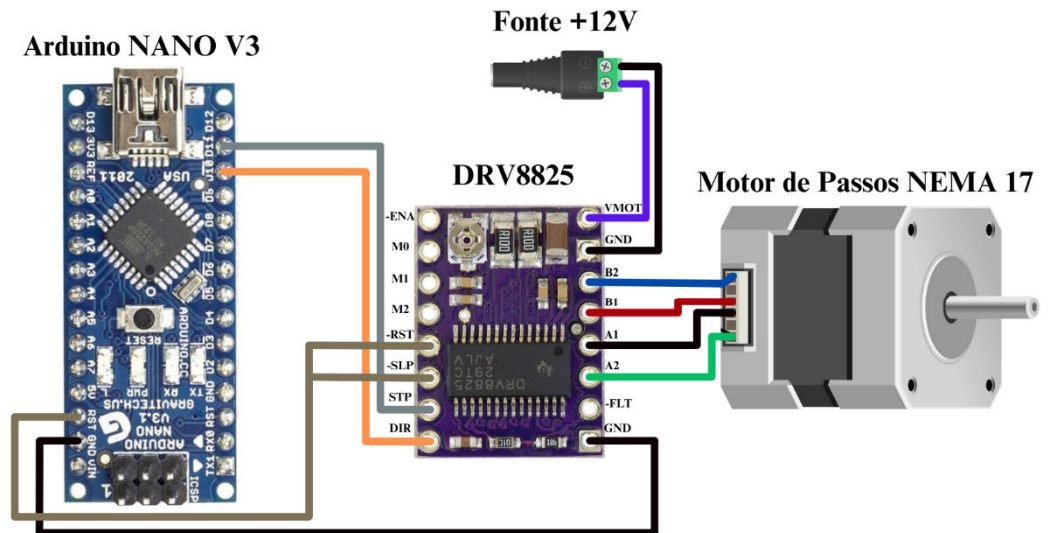
Figura A.1 – Projeto da Pá de Mistura





## APÊNDICE B

Figura B.1 – Diagrama esquemático do Misturador de baixa rotação



## APÊNDICE C

// Código de Programação do Arduino do Misturador de baixa rotação

**// Inclui a biblioteca AccelStepper:**

#include <AccelStepper.h>

**// Define as conexões do motor de passo e o tipo de interface do motor. A interface 1 nesse caso por usar um drive:**

#define dirPin 2

#define stepPin 3

#define motorInterfaceType 1

**// Variáveis de controle:**

double RPM=250.0;

double RPMtoSPS;

int NVOLTAS=250;

int i=0;

int p=0;

**// Cria uma instância da classe AccelStepper:**

AccelStepper stepper = AccelStepper(motorInterfaceType, stepPin, dirPin);

void setup() {

Serial.begin(115200);

**// Calcula a velocidade máxima em passos por segundo:**

RPMtoSPS=(RPM/60)\*200; // 200 passos por volta

digitalWrite(dirPin, HIGH); // Define a direção do motor

stepper.setMaxSpeed(RPMtoSPS); // Define a velocidade máxima do motor

stepper.setCurrentPosition(0); // Define a posição inicial do motor

}

void loop() {

---

**// Loop para aceleração do motor:**

```
while (p<1){
stepper.setCurrentPosition(0);
  while(stepper.currentPosition() != 40){
    stepper.setSpeed(RPMtoSPS*0.50);
    stepper.runSpeed();
  }
  while(stepper.currentPosition() != 50){
    stepper.setSpeed(RPMtoSPS*0.55);
    stepper.runSpeed();
  }
  while(stepper.currentPosition() != 60){
    stepper.setSpeed(RPMtoSPS*0.60);
    stepper.runSpeed();
  }
  while(stepper.currentPosition() != 70){
    stepper.setSpeed(RPMtoSPS*0.65);
    stepper.runSpeed();
  }
  while(stepper.currentPosition() != 80){
    stepper.setSpeed(RPMtoSPS*0.70);
    stepper.runSpeed();
  }
  while(stepper.currentPosition() != 90){
    stepper.setSpeed(RPMtoSPS*0.75);
    stepper.runSpeed();
  }
  while(stepper.currentPosition() != 100){
    stepper.setSpeed(RPMtoSPS*0.80);
    stepper.runSpeed();
  }
  while(stepper.currentPosition() != 125){
    stepper.setSpeed(RPMtoSPS*0.85);
    stepper.runSpeed();
  }
}
```

```
}
while(stepper.currentPosition() != 150){
  stepper.setSpeed(RPMtoSPS*0.90);
  stepper.runSpeed();
}
while(stepper.currentPosition() != 175){
  stepper.setSpeed(RPMtoSPS*0.95);
  stepper.runSpeed();
}
while(stepper.currentPosition() != 200){
  stepper.setSpeed(RPMtoSPS);
  stepper.runSpeed();
}
p++;
}
// Loop para movimento do motor em número específico de voltas:
while (i<NVOLTAS){
  stepper.setCurrentPosition(0);

  // Move o motor de passo através de uma volta completa:
  // e imprime o número de voltas no monitor serial:
  while(stepper.currentPosition() != 200){
    stepper.setSpeed(RPMtoSPS);
    stepper.runSpeed();
    Serial.println(i);
  }

  i++;
}
}
```

## APÊNDICE D

# Código de Programação para Análise da Estabilidade de Fluido:

### **#Import:**

```
import cv2
```

```
import numpy as np
```

```
import os
```

```
import matplotlib.pyplot as plt
```

### **#Inputs**

```
video = "x_x" #Nome do arquivo de vídeo que deverá ser processado
```

```
formato = ".MOV" #Extensão do vídeo processado
```

### **#Definição de diretórios**

```
diretorio_atual = os.path.dirname(os.path.realpath(__file__))
```

```
caminho_saida = os.path.join(diretorio_atual, "saida")
```

```
caminho_imagens = os.path.join(diretorio_atual, "imagens")
```

### **# Convertendo altura de pixels para volume**

```
def hpixel_para_volume(hpixel):
```

```
    volume = hpixel * 61 / (747 - 200.0)
```

```
    return volume
```

### **# Leitura do vídeo**

```
cap = cv2.VideoCapture(os.path.join(diretorio_atual, video+formato))
```

### **# Realizando leitura e exibição de 1 frame por hora**

```
fps = cap.get(cv2.CAP_PROP_FPS)
```

```
frame_count = int(cap.get(cv2.CAP_PROP_FRAME_COUNT))
```

```
cont = 0
```

```
frame_i = 0
```

**# Abrindo arquivo de saída**

```
if not os.path.exists(caminho_saida):
    os.makedirs(caminho_saida)
    print("Subdiretório 'saida' criado com sucesso.")
```

```
if not os.path.exists(caminho_imagens):
    os.makedirs(caminho_imagens)
    print("Subdiretório 'imagens' criado com sucesso.")
```

**# Criar o caminho para o arquivo de texto dentro do subdiretório "saida"**

```
nomeArquivoSaida = "saida_"+video+".txt"
caminho_arquivo_saida = os.path.join(caminho_saida, nomeArquivoSaida)
```

**# Verificar se o arquivo de texto "saida.txt" não existe e, se não existir, criá-lo**

```
with open(caminho_arquivo_saida, 'w') as arquivo_saida:
    print("Processando video: "+video)
```

**#Obtenção de frames**

```
while frame_i < frame_count:
    frame_i = int(cont * 600 * fps)
    tempo = frame_i / fps
    titulo = f"Tempo: {tempo} s"
    if 0 <= frame_i < frame_count:
        cap.set(cv2.CAP_PROP_POS_FRAMES, frame_i)
        _, img = cap.read()
        img = cv2.resize(img, None, fx=0.4, fy=0.4) # Reduzindo tamanho da imagem
        roi = img[190:742, 144:285] # Recortando a imagem
```

```
linhas, colunas, _ = roi.shape # Armazenando quantidade de linhas e colunas da
imagem
```

**# Convertendo imagem para escala de vermelho**

```
img_red = np.zeros_like(roi)
img_red[:, :, 2] = roi[:, :, 2]
```

```
#cv2.imshow("Imagem",img_red)
#cv2.waitKey(0)
```

### **# Definindo limites superior e inferior de cor vermelha para caracterização do sobrenadante**

```
vermelho_inf = 75
vermelho_sup = 120
```

### **# Analisando imagens em busca da região de sobrenadante**

```
coluna_inicial = colunas // 2 -40
coluna_final = colunas // 2 +40
```

### **# Análise da imagem**

```
mediaLinhas = [] # Lista para armazenar as médias de cada linha
vermelhos = [] # Lista para armazenar os valores dos pixels vermelhos de cada linha
vermelhosAux = [] # Lista auxiliar para armazenar os valores dos pixels vermelhos
temporariamente
desvio = [] # Lista para armazenar os desvios entre as médias de linhas consecutivas
mediaGlobal = 0 # Variável para armazenar a média global de todos os pixels vermelhos
linhaFim = 0 # Variável para armazenar a linha onde a desestabilização é detectada
verificacao_inicio = verificacao_fim = False # Variáveis de controle para verificar o
início e o fim da desestabilização.
linhaInicio = 17 # Fixando o valor da linha de início em 17 (pode ser alterado conforme
necessário)
```

### **# Loop para percorrer a imagem**

```
for i in range(linhas - 30):
    somaLinha = 0
    contLinhas = 0
    for j in range(coluna_inicial, coluna_final):
        contLinhas += 1
        vermelho = img_red[i, j, 2]
        somaLinha += vermelho
    vermelhos.append(vermelho)
```

```
    vermelhosAux.append(vermelho)
mediaLinhas.append(somaLinha / contLinhas)
if i == 0:
    mediaGlobal = mediaLinhas[i]
mediaGlobal = sum(vermelhosAux) / len(vermelhosAux)
if cont > 0:
    desvAbs = abs(mediaLinhas[i] - mediaLinhas[i - 1])
else:
    desvAbs = abs(mediaGlobal - mediaLinhas[i])
desvio.append(desvAbs)

# Verifica o início da desestabilização
if verificacao_inicio == False and desvio[i] > 20:
    verificacao_inicio = True
    if linhaInicio is None:
        linhaInicio = i
    vermelhosAux = []
    continue

# Verifica o fim da desestabilização
if desvio[i] > 30 and i > 3:
    if verificacao_fim == False and verificacao_inicio == True:
        linhaFim = i
        if linhaFim - linhaInicio > 10:
            verificacao_fim = True
        else:
            vermelhosAux = []
listaDesvios = [(valor, indice) for indice, valor in enumerate(desvio)]

# Ordenar a lista de tuplas com base nos valores
listaDesviosOrdenada = sorted(listaDesvios, key=lambda x: x[0], reverse=True)
if cont > 0:
    flagInicio = False
    for i in range(len(listaDesviosOrdenada) - 1):
        valor_atual, posicao_atual = listaDesviosOrdenada[i]
```



```
if posicao_atual == linhaInicio:
    flagInicio = True
if flagInicio == True:
    prox_valor, prox_posicao = listaDesviosOrdenada[i + 1]
    if prox_posicao - posicao_atual > 7:
        linhaFim = prox_posicao
        desvFinal = prox_valor
        break

# Exibindo imagens com a região de sobrenadante destacada entre linhas pretas
if linhaFim == 0:
    linhaFim = linhaInicio

roi[linhaInicio, :, :] = 0
roi[linhaFim, :, :] = 0
cv2.imshow("Imagem", roi)
cv2.waitKey(1)

# Salvando os frames
fileName = os.path.join(caminho_imagens, video + "_" + str(cont + 1) + ".jpg")
if not cv2.imwrite(fileName, roi):
    raise Exception("Erro: Imagem não gerada")

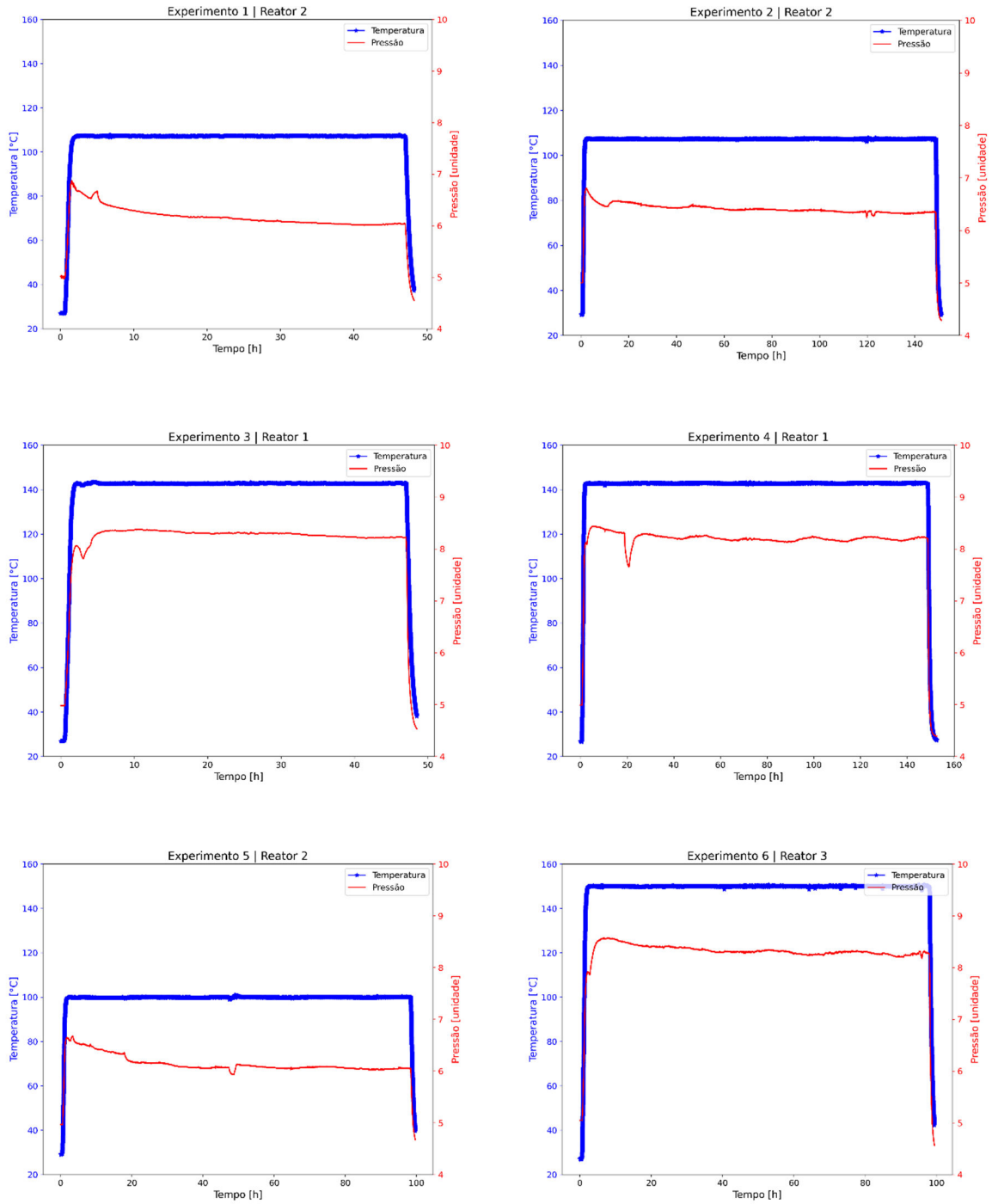
# Calculando altura de sobrenadante (em pixels)
hpixel = linhaFim - linhaInicio

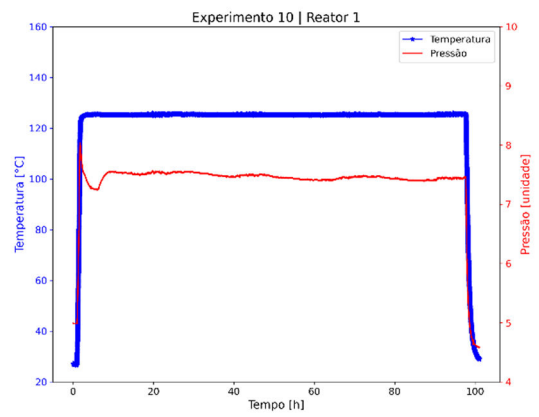
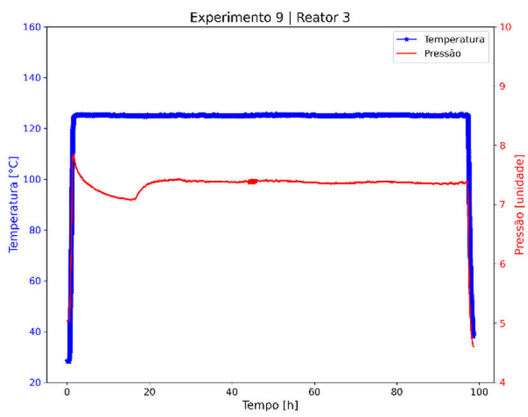
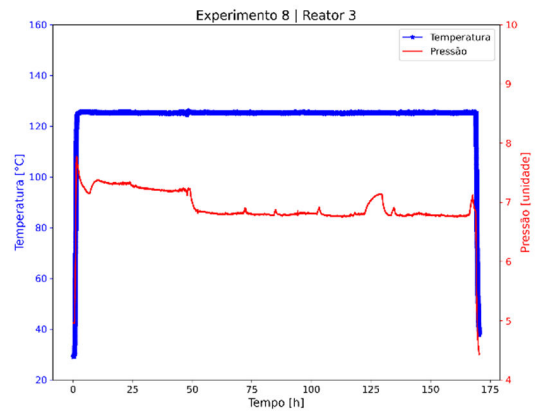
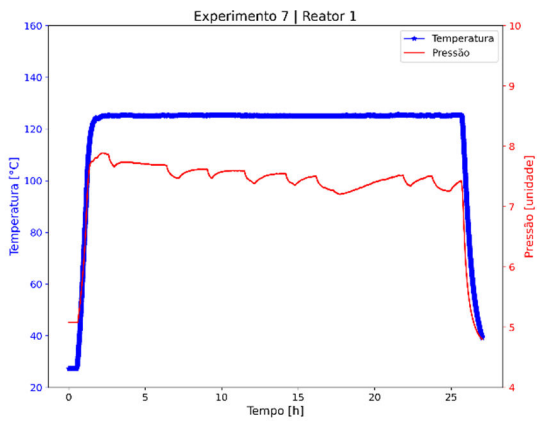
# Convertendo altura de pixels para volume
volume = hpixel_para_volume(hpixel)

# Exibindo volume de sobrenadante
print(f"{cont} -> Volume de sobrenadante: {volume} mL")
arquivo_saida.write(f"{tempo}\t{volume}\n")
cont += 1
print("Arquivo "+nomeArquivoSaida+" criado com sucesso.")
```

## APÊNDICE E

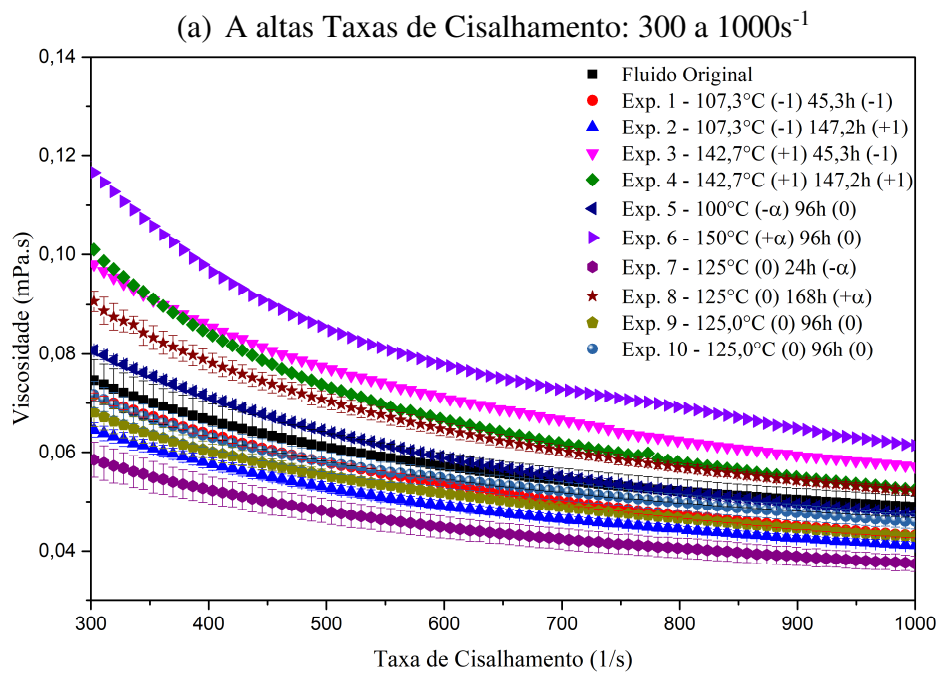
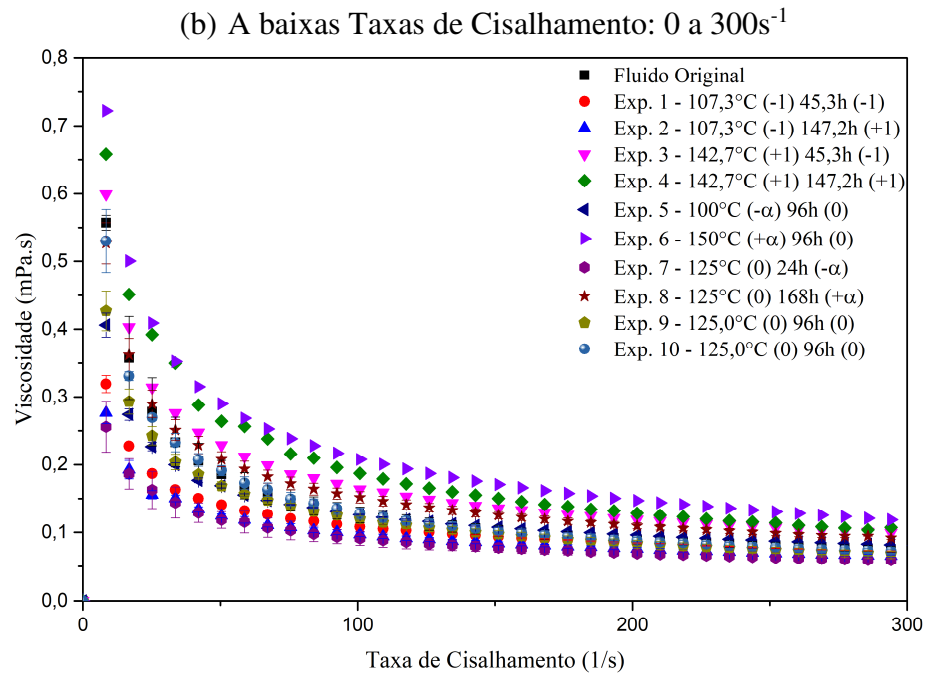
Figura E.1 – Gráficos da aquisição de dados de temperatura e pressão da unidade de envelhecimento durante os ensaios do planejamento experimental.





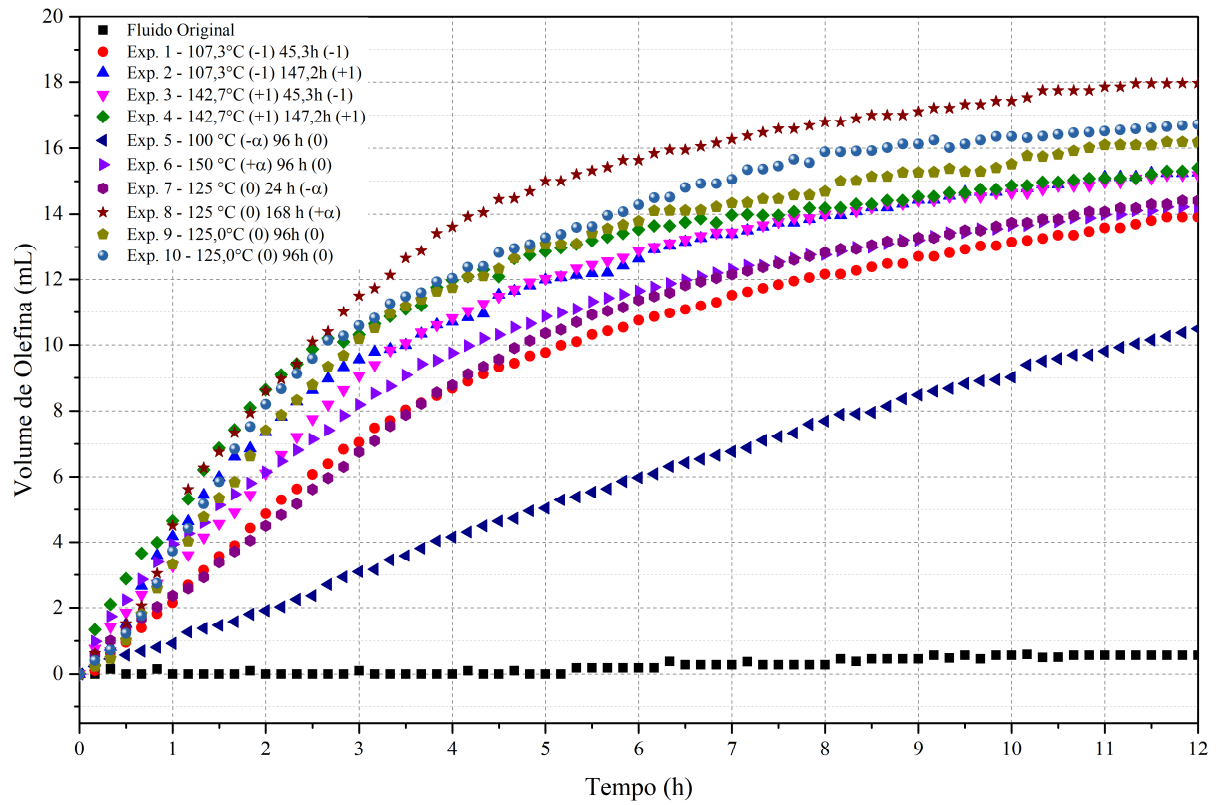
## APÊNDICE F

Figura F.1 – Curvas de Viscosidade em diferentes Temperaturas e Tempos de Envelhecimento.



## APÊNDICE G

Figura G.1 – Volume de Olefina ao longo de 12 horas após envelhecimento em diferentes temperaturas e tempo de envelhecimento.



## APÊNDICE H

Tabela H.1 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro  $\tau_0$  (Equação 5.1).

	SS	Df	MS	F	p-valor
$X_T$	0,4982	1	0,4982	10,1425	0,0334
$X_T^2$	9,9475	1	9,9475	202,4961	0,0001
$X_t$	0,0333	1	0,0333	0,6777	0,4566
$X_t^2$	7,4396	1	7,4396	151,4450	0,0003
$X_T X_t$	0,0542	1	0,0542	1,1035	0,3528
Erro	0,1965	4	0,0491		
Total SS	13,0487	9			

Tabela H.2 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro K (Equação 5.2).

	SS	Df	MS	F	p-valor
$X_T$	2,0416	1	2,0416	206,1936	0,0001
$X_T^2$	1,8413	1	1,8413	185,9730	0,0002
$X_t$	0,5955	1	0,5955	60,1398	0,0015
$X_t^2$	0,2439	1	0,2439	24,6325	0,0077
$X_T X_t$	0,4610	1	0,4610	46,5586	0,0024
Erro	0,0396	4	0,0099		
Total SS	4,9884	9			

Tabela H.3 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro n (Equação 5.3).

	SS	Df	MS	F	p-valor
$X_T$	0,0123	1	0,0123	39,2272	0,0033
$X_T^2$	0,0319	1	0,0319	101,7526	0,0005
$X_t$	0,0068	1	0,0068	21,7253	0,0096
$X_t^2$	0,0096	1	0,0096	30,5836	0,0052
$X_T X_t$	0,0044	1	0,0044	14,1683	0,0197
Erro	0,0013	4	0,0003		
Total SS	0,0573	9			

Tabela H.4 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro  $\eta_a$  (Equação 5.4).

	SS	Df	MS	F	p-valor
$X_T$	0,0003	1	0,0003	10,2473	0,0329
$X_T^2$	0,0001	1	0,0001	4,2675	0,1077
$X_t$	$3 \cdot 10^{-5}$	1	$3 \cdot 10^{-5}$	0,9728	0,3798
$X_t^2$	$1 \cdot 10^{-7}$	1	$1 \cdot 10^{-7}$	0,0030	0,9591
$X_T X_t$	$1 \cdot 10^{-6}$	1	$1 \cdot 10^{-6}$	0,0361	0,8586
Erro	0,0001	4	$3 \cdot 10^{-5}$		
Total SS	0,0006	9			

Tabela H.5 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro  $V_{12h}$  (Equação 5.6).

	SS	Df	MS	F	p-valor
$X_T$	5,6033	1	5,6033	5,0965	0,0869
$X_T^2$	16,1791	1	16,1791	14,7158	0,0185
$X_t$	5,4383	1	5,4383	4,9464	0,0902
$X_t^2$	0,0058	1	0,0058	0,0053	0,9454
$X_T X_t$	0,3252	1	0,3252	0,2958	0,6154
Erro	4,3978	4	1,0994		
Total SS	35,9136	9			

Tabela H.6 – Análise de variância (ANOVA) do parâmetro  $V_F$  (Equação 5.7).

	SS	Df	MS	F	p-valor
$X_T$	358,3777	1	358,3777	13,60093	0,021057
$X_T^2$	20,8864	1	20,8864	0,79267	0,423605
$X_t$	111,2094	1	111,2094	4,22055	0,109144
$X_t^2$	11,5207	1	11,5207	0,43723	0,544608
$X_T X_t$	3,2400	1	3,2400	0,12296	0,743532
Erro	105,3980	4	26,3495		
Total SS	35,9136	9			