



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

JOSÉ CAVALCANTE DE QUEIROZ NETO

**FLUIDOS DE PERFURAÇÃO EMULSIONADOS COM ÓLEOS
VEGETAIS E TENSOATIVO DERIVADO DE ÓLEO DE COCO: UMA
AVALIAÇÃO PARA ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS**

JOÃO PESSOA – PB

2025

JOSÉ CAVALCANTE DE QUEIROZ NETO

**FLUIDOS DE PERFURAÇÃO EMULSIONADOS COM ÓLEOS
VEGETAIS E TENSOATIVO DERIVADO DE ÓLEO DE COCO: UMA
AVALIAÇÃO PARA ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS**

JOÃO PESSOA – PB

2025

JOSÉ CAVALCANTE DE QUEIROZ NETO

**FLUIDOS DE PERFURAÇÃO EMULSIONADOS COM ÓLEOS
VEGETAIS E TENSOATIVO DERIVADO DE ÓLEO DE COCO: UMA
AVALIAÇÃO PARA ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS**

Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Engenharia Química do
Centro de Tecnologia da Universidade
Federal da Paraíba em cumprimento aos
requisitos para obtenção do título de
Mestre em Engenharia Química.

Orientadora: Profa. Dra. Fabíola Dias da Silva Curbelo

Coorientador: Prof. Dr. Rennio Felix de Sena

JOÃO PESSOA – PB

2025

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

Q3f Queiroz Neto, José Cavalcante de.
 Fluidos de perfuração emulsionados com óleos
 vegetais e tensoativo derivado de óleo de coco: uma
 avaliação para altas pressões e altas temperaturas /
 José Cavalcante de Queiroz Neto. - João Pessoa, 2025.
 231 f. : il.

 Orientação: Fabíola Dias da Silva Curbelo.
 Coorientação: Rennio Félix de Senna.
 Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT.

 1. Fluido de perfuração - Emulsão. 2. Óleos
 vegetais. 3. Óleo de coco saponificado. 4. Glicerina.
 I. Curbelo, Fabíola Dias da Silva. II. Senna, Rennio
 Félix de. III. Título.

UFPB/BC


CDU 66.021.2(043)

JOSÉ CAVALCANTE DE QUEIROZ NETO


**FLUIDOS DE PERFURAÇÃO EMULSIONADOS COM ÓLEOS
VEGETAIS E TENSOATIVO DERIVADO DE ÓLEO DE COCO: UMA
AVALIAÇÃO PARA ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS**

Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Engenharia Química do
Centro de Tecnologia da Universidade
Federal da Paraíba em cumprimento aos
requisitos para obtenção do título de
Mestre em Engenharia Química.


Aprovada em 27 de fevereiro de 2025.

Documento assinado digitalmente
 **FABIOLA DIAS DA SILVA CURBELO**
Data: 22/05/2025 12:57:40-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>


Profa. Dra. Fabíola Dias da Silva Curbelo – PPGEQ/UFPB
(Orientadora)

Documento assinado digitalmente
 **RENNIO FELIX DE SENA**
Data: 22/05/2025 14:24:25-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Rennio Felix de Sena – PPGEQ/UFPB
(Coorientador)

Documento assinado digitalmente
 **JOSE ELSON SOARES FILHO**
Data: 22/05/2025 13:10:32-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. José Elson Soares Filho – DEQ/UFPB
(Examinador Interno)

Documento assinado digitalmente
 **GLAUCO SOARES BRAGA**
Data: 22/05/2025 14:03:28-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Glauco Soares Braga – IFRN
(Examinador Externo)

AGRADECIMENTOS

Agradeço, em primeiro lugar, a minha família pelo apoio incondicional, especialmente aos meus pais, Harriman e Rebeca, pelo amor, paciência e incentivo que sempre me motivaram a buscar o melhor em minha formação. Agradeço, também, a meu irmão, Krystian, pelo apoio durante minha trajetória, sempre estando ao meu lado, Mariana, Graça e Like. Agradeço também a minha avó Tereza, sem a qual eu não teria chegado onde cheguei.

Aos meus orientadores, Profa. Dra. Fabíola Dias da Silva Curbelo e Prof. Dr. Rennio Felix de Sena, por suas orientações, paciência e pelos conhecimentos compartilhados que foram fundamentais para a realização deste trabalho. Agradeço, também, aos professores que compuseram a banca avaliadora, cujas contribuições enriqueceram este estudo.

Aos colegas e amigos dos laboratórios LaPet e LabOP, UFPB, especialmente Duda, pela colaboração e discussões, auxílio nos experimentos, cafés compartilhados e pela convivência durante toda a jornada. Agradeço aos técnicos Ted, Rafael e Tarsila pelo apoio e suporte ao longo desses anos.

Aos técnicos e laboratórios Lucas (LAMAB-UFPB), Rivaildo (LAPAMA-UFPB) e Fábio (LabFilm-UFPB) pelas análises. Agradeço também ao laboratório LabCim-UFRN pelo apoio e realização de experimentos, em especial a Raphael Ribeiro, Prof. Dr. Júlio Cezar de Oliveira Freitas e Profa. Dra. Renata Martins Braga.

Por fim, agradeço à FAPESQ-PB pelo apoio financeiro que possibilitou a execução deste projeto.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho, meu sincero agradecimento.

RESUMO

O uso de fluidos de perfuração é essencial para o controle de pressões, estabilização de formações, transporte de cascalhos e segurança operacional, especialmente em ambientes de alta pressão e alta temperatura. Apesar da eficácia dos fluidos de base oleosa nessas condições, preocupações ambientais e riscos à saúde têm incentivado a busca por alternativas mais sustentáveis. Este estudo propôs o desenvolvimento de fluidos de perfuração emulsionados formulados com óleos vegetais e um tensoativo derivado de óleo de coco, visando reduzir o impacto ambiental e atender aos critérios da API para aplicações em altas pressões e altas temperaturas. O tensoativo utilizado, óleo de coco saponificado (OCS), foi obtido a partir de óleo de coco com índice de saponificação de $267,47 \pm 1,72$ mg de KOH/g. Foram desenvolvidas quatro emulsões (E1 a E4) com diferentes proporções das fases aquosa, tensoativa e oleosa: 75/15/10 (E1 e E2) e 90/5/5 (E3 e E4). As formulações variaram quanto ao tipo de óleo (pinho nas emulsões E1 e E2; coco nas E3 e E4) e à composição da fase aquosa (água destilada nas E1 e E3; solução de glicerina nas E2 e E4). Todas as emulsões demonstraram alta estabilidade, com potenciais zeta negativos inferiores a -25 mV e tensões superficiais abaixo de 39,3 mN/m. As emulsões foram transformadas em fluidos de perfuração (F1 a F4) por meio da adição de aditivos: carbonato de cálcio e carboximetilcelulose para controle de filtrado, goma xantana e bentonita como modificadores reológicos, barita como agente adensante e cloreto de sódio como eletrólito. Esses aditivos foram caracterizados por difração de raios X (DRX), análise termogravimétrica (TGA), espalhamento dinâmico de luz (DLS) e análise de potencial zeta, sendo mantidos em concentrações constantes entre as formulações. O pH dos fluidos foi ajustado entre 10 e 11, e a massa específica padronizada em $1,0 \text{ g/cm}^3$. Os fluidos foram avaliados conforme normas API, em testes de reologia e filtração sob condições de baixa pressão e baixa temperatura (LPLT), envelhecimento dinâmico a 66 °C por 16 horas, e sob condições de altas pressões e altas temperaturas. Em LPLT, os fluidos seguiram o modelo reológico de Herschel-Bulkley, com coeficientes de determinação acima de 0,988 e índices de comportamento inferiores a 0,54. A presença de glicerina elevou a viscosidade aparente e os limites de escoamento, mas a viscosidade plástica permaneceu constante devido à composição uniforme dos sólidos. F1 e F2 apresentaram o melhor desempenho de filtração em LPLT, com volumes de filtrado abaixo de 0,3 mL e tortas de filtro mais finas. Após o envelhecimento, os fluidos sem glicerina sofreram mudanças mais significativas. F3 e F4 mostraram aumento das forças de gel e redução das viscosidades. Em condições de altas pressões e altas temperaturas, F1 e F2 perderam propriedades reológicas devido ao aumento da temperatura e pressão, enquanto F4 manteve bom desempenho e formou torta com espessura de 1,45 mm e volume de filtrado de 5,5 mL. Os resultados destacam F3 e F4 como alternativas promissoras e ambientalmente viáveis aos fluidos oleosos convencionais para aplicações em condições extremas.

Palavras-chave: fluido de perfuração; emulsão; altas pressões e altas temperaturas; óleo de coco saponificado; óleos vegetais; glicerina.

ABSTRACT

The use of drilling fluids is essential for pressure control, formation stabilization, cuttings transport, and operational safety, particularly in high-pressure and high-temperature environments. Although oil-based fluids are effective under these conditions, environmental concerns and health risks have encouraged the search for more sustainable alternatives. This study proposed the development of emulsified drilling fluids formulated with vegetable oils and a surfactant derived from coconut oil, aiming to reduce environmental impact while meeting API specifications for high-pressure and high-temperature applications. The surfactant used, saponified coconut oil (SCO), was obtained from coconut oil with a saponification index of 267.47 ± 1.72 mg KOH/g. Four emulsions (E1 to E4) were developed with varying proportions of aqueous, surfactant, and oil phases: 75/15/10 (E1 and E2) and 90/5/5 (E3 and E4). The formulations differed by oil type (pine oil in E1 and E2; coconut oil in E3 and E4) and aqueous phase composition (distilled water in E1 and E3; glycerol solution in E2 and E4). All emulsions exhibited high stability, with negative zeta potentials below -25 mV and surface tensions under 39.3 mN/m. The emulsions were converted into drilling fluids (F1 to F4) through the addition of specific additives: calcium carbonate and carboxymethylcellulose for filtrate control, xanthan gum and bentonite as rheological modifiers, barite as a weighting agent, and sodium chloride as an electrolyte. These additives were characterized by X-ray diffraction (XRD), thermogravimetric analysis (TGA), dynamic light scattering (DLS), and zeta potential analysis, and were used in standardized concentrations across all formulations. The fluids were adjusted to a pH range of 10-11 and a density of 1.0 g/cm^3 . The fluids were evaluated according to API standards, through rheology and filtration tests under low-pressure and low-temperature (LPLT) conditions, dynamic aging at 66 °C for 16 hours, and high-pressure and high-temperature conditions. Under LPLT conditions, the fluids followed the Herschel-Bulkley rheological model, with coefficients of determination above 0.988 and flow behavior indices below 0.54. The presence of glycerol increased apparent viscosity and yield stress, while plastic viscosity remained constant due to the uniform solid composition. F1 and F2 showed superior filtration performance under LPLT, with filtrate volumes below 0.3 mL and thinner filter cakes. After aging, the fluids without glycerol exhibited more significant changes. F3 and F4 showed an increase in gel strength and a reduction in apparent viscosity, plastic viscosity, and yield stress. Under high-pressure and high-temperature conditions, F1 and F2 experienced a marked reduction in rheological properties due to the increased pressure and temperature, whereas F4 maintained good performance, forming a filter cake with a thickness of 1.45 mm and a filtrate volume of 5.5 mL. The results indicate that F3 and F4 are promising and environmentally viable alternatives to conventional oil-based fluids for use under extreme conditions.

Keywords: drilling fluid; emulsion; high pressure and high temperature; saponified coconut oil; vegetable oils; glycerin.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Tipos de poços de perfuração	23
Figura 3.2 – Sequência típica de revestimentos e cimentação com seus respectivos comprimentos e espessuras	24
Figura 3.3 – Diferentes mecanismos de instabilidade do poço	26
Figura 3.4 – Formação de torta de filtro em formação rochosa permeável	27
Figura 3.5 – Hidratação de Montmorilonita cálcica e sódica.....	32
Figura 3.6 – Curvas de fluxo de fluidos newtoniano, pseudoplástico e dilatante	44
Figura 3.7 – Curvas de fluxo dos modelos não-newtonianos	46
Figura 3.8 – Molécula do tensoativo brometo de cetiltrimetilamônio (CTAB) e suas regiões de polaridade.....	52
Figura 3.9 – Representação esquemática da orientação de tensoativos em um recipiente com óleo e água	57
Figura 3.10 – Formação de micelas em um recipiente com água e óleo.....	58
Figura 3.11 – Gráfico característico da C.M.C. de um tensoativo	59
Figura 3.12 – Reação de saponificação	60
Figura 3.13 – Microemulsão vs. Nanoemulsão	61
Figura 3.14 – Diagrama de fases com as regiões de Winsor.....	62
Figura 4.1 – Fluxograma da metodologia do trabalho	67
Figura 4.2 – Etapas do experimento de índice de saponificação do óleo de coco	71
Figura 4.3 – Procedimento de saponificação do óleo de coco	73
Figura 4.4 – Procedimento de determinação da C.M.C	74
Figura 4.5 – Procedimento para análise das emulsões	75
Figura 4.6 – Emulsões formuladas	76
Figura 4.7 – Metodologia de formulação dos fluidos de perfuração	79
Figura 4.8 – Medição da torta de filtro.....	83
Figura 5.1 – Óleo de coco saponificado produzido.....	88
Figura 5.2 – Curvas de C.M.C. para OCS em água destilada em duplicata, sendo (a) ensaio 1 e (b) ensaio 2.....	89
Figura 5.3 – Curvas de C.M.C. para OCS em solução salina com 2% NaCl em duplicata, sendo (a) ensaio 1 e (b) ensaio 2	90
Figura 5.4 – Reologias das emulsões de óleo de pinho.....	94

Figura 5.5 – Reologias das emulsões de óleo de coco	94
Figura 5.6 – Reologia do óleo de pinho	95
Figura 5.7 – Reologia do óleo de coco	95
Figura 5.8 – Curvas de fluxo dos fluidos de perfuração em LPLT	101
Figura 5.9 – Modelagem das curvas de fluxo em LPLT dos fluidos de perfuração (a) F1, (b) F2, (c) F3 e (d) F4	102
Figura 5.10 – Propriedades reológicas em LPLT dos fluidos de perfuração	104
Figura 5.11 – Propriedades de filtração LPLT dos fluidos de perfuração	105
Figura 5.12 – Permeabilidade das tortas de filtro em LPLT	106
Figura 5.13 – Medição da torta de filtro com paquímetro e placas de vidro	107
Figura 5.14 – Teste de flexibilidade da torta de filtro	108
Figura 5.15 – Fotos das tortas de filtro LPLT em duplicata	109
Figura 5.16 – Curvas de fluxo dos fluidos emulsionados de pinho (a) F1 e (b) F2, antes e após o envelhecimento	111
Figura 5.17 – Modelagem das curvas de fluxo dos fluidos emulsionados envelhecidos de pinho (a) F1 e (b) F2	112
Figura 5.18 – Propriedades reológicas dos fluidos de perfuração emulsionados antes e após o envelhecimento (a) F1 e (b) F2	113
Figura 5.19 - Propriedades de filtração dos fluidos de perfuração emulsionados antes e após o envelhecimento (a) F1 e (b) F2	115
Figura 5.20 – Permeabilidade das tortas de filtro dos fluidos F1 e F2 antes e após o envelhecimento	116
Figura 5.21 – Tortas de filtro produzidas em filtração LPLT dos antes (n) e após o envelhecimento (e) para os fluidos F1 e F2	117
Figura 5.22 – Curvas de fluxo dos fluidos emulsionados de coco (a) F3 e (b) F4, antes e após o envelhecimento	118
Figura 5.23 – Modelagem das curvas de fluxo dos fluidos emulsionados envelhecidos de coco (a) F3 e (b) F4	119
Figura 5.24 – Propriedades reológicas dos fluidos de perfuração emulsionados antes e após o envelhecimento (a) F3 e (b) F4	120
Figura 5.25 - Propriedades de filtração dos fluidos de perfuração emulsionados antes e após o envelhecimento (a) F3 e (b) F4	122
Figura 5.26 – Permeabilidade das tortas de filtro dos fluidos F3 e F4 antes e após o envelhecimento	123

Figura 5.27 – Tortas de filtro produzidas em filtração LPLT dos fluidos antes (n) e após o envelhecimento (e) para os fluidos F3 e F4	124
Figura 5.28 – Análise termogravimétrica com DTA dos fluidos de perfuração (a) F1 e F2, de pinho; (b) F3 e F4 (de coco)	125
Figura 5.29 – Curvas de fluxo de altas pressões e altas temperaturas para o fluido F1	127
Figura 5.30 – Reologia em altas pressões e altas temperaturas e modelagem em Herschel-Bulkley do fluido F1	128
Figura 5.31 – Propriedades reológicas em altas pressões e altas temperaturas do fluido F1 .	130
Figura 5.32 – Volume filtrado e torta de filtro da filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F1	131
Figura 5.33 – Propriedades de filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F1	131
Figura 5.34 – Permeabilidade das tortas de filtro do fluido F1 em LPLT e alta pressão e alta temperatura	132
Figura 5.35 – Curvas de fluxo em altas pressões e altas temperaturas para o fluido F2.....	133
Figura 5.36 – Reologia em altas pressões e altas temperaturas e modelagem em Herschel-Bulkley do fluido F2	134
Figura 5.37 – Propriedades reológicas em altas pressões e altas temperaturas do fluido F2 .	136
Figura 5.38 – Volume filtrado e torta de filtro em alta pressão e alta temperatura do fluido F2	137
Figura 5.39 – Propriedades de filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F2	138
Figura 5.40 – Permeabilidade das tortas de filtro do fluido F2 em LPLT e alta pressão e alta temperatura	138
Figura 5.41 – Curvas fluxo em altas pressões e altas temperaturas para o fluido F3	139
Figura 5.42 – Reologia em altas pressões e altas temperaturas e modelagem em Herschel-Bulkley do fluido F3	140
Figura 5.43 – Propriedades reológicas em altas pressões e altas temperaturas do fluido F3 .	142
Figura 5.44 – Volume filtrado e torta de filtro em alta pressão e alta temperatura do fluido F3	143
Figura 5.45 – Propriedades de filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F3	144
Figura 5.46 - Permeabilidade das tortas de filtro do fluido F3 em LPLT e alta pressão e alta temperatura	145
Figura 5.47 – Curvas de fluxo em altas pressões e altas temperaturas para o fluido F4.....	146
Figura 5.48 – Reologia em altas pressões e altas temperaturas e modelagem em Herschel-Bulkley do fluido F4	147

Figura 5.49 – Propriedades reológicas em altas pressões e altas temperaturas do fluido F4.	149
Figura 5.50 – Volume filtrado e torta de filtro em alta pressão e alta temperatura do fluido F4	150
Figura 5.51 – Propriedades de filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F4	150
Figura 5.52 – Permeabilidade das tortas de filtro do fluido F4 em LPLT e alta pressão e alta temperatura	151

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Relação das propriedades reológicas obtidas através das leituras realizadas em viscosímetro Fann modelo 35A.....	44
Tabela 4.1 – Composições dos sistemas emulsionados e avaliação visual.....	75
Tabela 4.2 – Parâmetros para reologia em altas pressões e altas temperaturas	85
Tabela 5.1 – Dados experimentais para o índice de saponificação do óleo de coco.....	87
Tabela 5.2 – Valores da C.M.C. do OCS	91
Tabela 5.3 – Dados físico-químicos das emulsões.....	92
Tabela 5.4 – Valores de potencial zeta das emulsões	93
Tabela 5.5 – Modelagem reológica para as emulsões e os óleos	95
Tabela 5.6 – Viscosidade das emulsões e dos óleos vegetais	96
Tabela 5.7 – Massas específicas dos aditivos de fluido de perfuração	97
Tabela 5.8 – Composições dos fluidos de perfuração	98
Tabela 5.9 – Cálculo do volume dos aditivos dos fluidos de perfuração.....	99
Tabela 5.10 – Cálculo do volume das emulsões	99
Tabela 5.11 – Cálculo dos volumes e densidades dos fluidos de perfuração.....	99
Tabela 5.12 – Concentrações dos aditivos nos fluidos de perfuração.....	100
Tabela 5.13 – Massa específica e pH dos fluidos de perfuração.....	100
Tabela 5.14 – Parâmetros dos modelos calculados para modelagem da reologia LPLT	103
Tabela 5.15 – Comparação entre massa específica e pH dos fluidos envelhecidos.....	110
Tabela 5.16 – Parâmetros da modelagem das curvas de fluxo dos fluidos emulsionados envelhecidos de pinho	112
Tabela 5.17 – Parâmetros da modelagem das curvas de fluxo dos fluidos emulsionados envelhecidos de coco.....	119
Tabela 5.18 – Parâmetros dos modelos das reologias em altas pressões e altas temperaturas do fluido F1	129
Tabela 5.19 – Parâmetros dos modelos das reologias em altas pressões e altas temperaturas do fluido F2	135
Tabela 5.20 – Parâmetros dos modelos das reologias em altas pressões e altas temperaturas do fluido F3	141
Tabela 5.21 – Parâmetros dos modelos das reologias em altas pressões e altas temperaturas do fluido F4	148

LISTA DE QUADROS

Quadro 4.1 – Lista de reagentes utilizados	68
Quadro 4.2 – Lista de equipamentos utilizados	68
Quadro 4.3 – Aditivos selecionados para os fluidos de perfuração	78

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	OBJETIVOS	22
2.1	OBJETIVO GERAL	22
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	22
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	23
3.1	FLUIDOS DE PERFURAÇÃO	23
3.1.1	Processo de perfuração de poços.....	23
3.1.2	Funções dos fluidos de perfuração	25
3.1.3	Classificação dos fluidos de perfuração	28
3.1.4	Aditivos de fluidos de perfuração	30
3.1.5	Formulação de fluidos de perfuração	37
3.1.6	Propriedades de fluidos de perfuração	40
3.1.7	Reologia em baixa pressão e baixa temperatura de fluidos de perfuração.....	42
3.1.8	Filtração em baixa pressão e baixa temperatura de fluidos de perfuração	47
3.1.9	Envelhecimento térmico dinâmico de fluidos de perfuração	49
3.1.10	Comportamento de fluidos de perfuração em altas pressões e altas temperaturas	
	50	
3.2	TENSOATIVOS	52
3.2.1	Classificações dos tensoativos	53
3.2.2	Concentração micelar crítica	56
3.2.3	Saponificação	59
3.3	EMULSÕES, NANOEMULSÕES E MICROEMULSÕES	60
3.3.1	Diagramas de fases.....	62
3.3.2	Glicerina	64
3.3.3	Óleos vegetais	64
3.3.4	Óleo de coco saponificado	66
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	67
4.1	REAGENTES.....	67
4.2	EQUIPAMENTOS.....	68
4.3	SÍNTESE DO TENSOATIVO SAPONIFICADO DE ÓLEO DE COCO	70
4.3.1	Determinação do índice de saponificação do óleo de coco.....	70

4.3.2	Saponificação do óleo de coco	72
4.3.3	Determinação da concentração micelar crítica.....	73
4.4	DETERMINAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS SISTEMAS EMULSIONADOS ...	74
4.4.1	Determinação dos sistemas emulsionados	74
4.4.3	Potencial zeta.....	77
4.4.4	Reologia e viscosidade	77
4.5	FORMULAÇÃO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS ADITIVOS	78
4.5.1	Determinação da massa específica dos aditivos dos fluidos de perfuração	78
4.6	FORMULAÇÃO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO	79
4.7	AVALIAÇÃO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO EM BAIXA PRESSÃO E BAIXA TEMPERATURA	80
4.7.1	Massa específica.....	80
4.7.2	pH.....	80
4.7.3	Reologia em baixa pressão e baixa temperatura	81
4.7.4	Filtração em baixa pressão e baixa temperatura.....	82
4.8	ENVELHECIMENTO DINÂMICO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO	84
4.9	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS FLUIDOS	84
4.10	AVALIAÇÃO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO EM ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS	85
4.10.1	Reologia em altas pressões e altas temperaturas	85
4.10.2	Filtração em alta pressão e alta temperatura	86
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	87
5.1	ÓLEO DE COCO SAPONIFICADO	87
5.1.1	Concentração micelar crítica.....	89
5.2	CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA SISTEMAS EMULSIONADOS	91
5.2.1	Tensão superficial e pH.....	91
5.2.2	Potencial zeta.....	93
5.2.3	Reologia e viscosidade	94
5.3	AVALIAÇÃO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO	96
5.3.1	Caracterização dos aditivos dos fluidos de perfuração	96
5.3.2	Formulação dos fluidos de perfuração	97
5.3.3	Avaliação dos fluidos de perfuração em baixa pressão e baixa temperatura	100
5.3.4	Envelhecimento dinâmico dos fluidos de perfuração	110

5.3.5	Análise termogravimétrica dos fluidos	125
5.3.6	Avaliação dos fluidos de perfuração em altas pressões a altas temperaturas.....	126
6	CONCLUSÕES	152
	REFERÊNCIAS	155
	APÊNDICE A – PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL PARA DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO	182
	APÊNDICE B – PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES PARA DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO	184
	APÊNDICE C – PADRONIZAÇÃO DAS SOLUÇÕES PARA DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO	188
	APÊNDICE D – PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL DE SAPONIFICAÇÃO	190
	APÊNDICE E – PROCEDIMENTO DE MEDIÇÃO DA REOLOGIA NO FANN 35A	192
	APÊNDICE F – PROCEDIMENTO DE FILTRAÇÃO EM BAIXA PRESSÃO E BAIXA TEMPERATURA.....	194
	APÊNDICE G – ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) DO OCS E DOS ÓLEOS DE COCO E PINHO.....	196
	APÊNDICE H – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) DO OCS E DAS TORTAS DE FILTRO.....	201
	APÊNDICE I – DADOS DA DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO MICELAR CRÍTICA DO OCS	212
	APÊNDICE J – ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DO REDUTOR DE FILTRADO.	215
	APÊNDICE K – POTENCIAL ZETA E TAMANHO DE PARTÍCULA DOS POLISSACARÍDEOS.....	217
	APÊNDICE L – DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DOS ADITIVOS	221
	APÊNDICE M – ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS ADITIVOS DOS FLUIDOS	224
	APÊNDICE N – DADOS DE REOLOGIA EM ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS PARA O FLUIDO 1.....	230
	APÊNDICE O – DADOS DE REOLOGIA EM ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS PARA O FLUIDO 2.....	231
	APÊNDICE P – DADOS DE REOLOGIA EM ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS PARA O FLUIDO 3.....	232

APÊNDICE Q – DADOS DE REOLOGIA EM ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS PARA O FLUIDO 4.....	233
---	------------

1 INTRODUÇÃO

Os fluidos de perfuração desempenham um papel importante no processo de perfuração de poços e nas operações de prospecção de petróleo, contribuindo para uma perfuração eficiente, no menor tempo e com menor custo possíveis, e mantendo a segurança da operação (AHMED e KALKAN, 2019; CAENN e CHILLINGAR, 1996; HOSSAIN e AL-MAJED, 2015). Dentre os principais papéis dos fluidos de perfuração, estão: o controle de pressões internas e externas no poço, estabilização das formações rochosas, remoção de cascalho e resfriamento das brocas, além de auxiliar na proteção do revestimento e na prevenção de colapsos e *blowouts* (escape descontrolado de fluidos de um poço devido à perda de controle da pressão interna exercida pelo fluido de perfuração) (AMOCO, 1994; APALEKE, AL-MAJED e HOSSAIN, 2012; KHODJA *et al.*, 2010; LUMMUS e AZAR, 1986; THOMAS, 2004). A formulação adequada desses fluidos tem como objetivo minimizar riscos e reduzir custos operacionais, evitando acidentes que podem comprometer tanto a segurança dos trabalhadores, quanto a contaminação do meio ambiente. Em condições complexas de perfuração, como poços horizontais e inclinados ou condições elevadas de temperatura e pressão, a seleção do fluido apropriado é decisiva para garantir a eficiência das operações, além de oferecer maior segurança e reduzir danos às formações e equipamentos (BLAND *et al.*, 2006; DA CÂMARA *et al.*, 2021).

Além das funções básicas dos fluidos de perfuração, um importante papel exercido pelos fluidos é a formação de uma camada fina e impermeável, conhecido como reboco, sobre a formação rochosa do poço. A formação do reboco auxilia no controle da infiltração de fluidos para a formação, controlando diretamente os efeitos da reatividade, bem como o controle de pressões no poço. Um reboco eficiente é determinante para o controle de estabilidade de um poço de petróleo (BA GERI *et al.*, 2021; BA GERI, AL-MUTAIRI e MAHMOUD, 2013; FARIAS *et al.*, 2006; HIEKE *et al.*, 2009).

Existem diversas classificações de fluidos de perfuração, entre eles os fluidos à base de água, óleo e sintéticos. Apesar de os fluidos à base de óleo oferecerem baixa reatividade e alta estabilidade, esses fluidos são, ambientalmente, mais agressivos. Como resultado, esses fluidos são alvos de restrições ambientais quanto ao descarte dos produtos de perfuração (fluidos e cascalho) (APALEKE, AL-MAJED e HOSSAIN, 2012; LI *et al.*, 2015; MIKOS-SZYMAŃSKA *et al.*, 2018; ONWUKWE e NWAKAUDU, 2012; SIDDIQUE *et al.*, 2017). Ademais, os fluidos oleosos podem causar impactos negativos à saúde dos trabalhadores das plataformas (ANTIA *et al.*, 2022). Por outro lado, os fluidos à base de água, apesar do menor

custo de produção, poluírem menos e serem mais seguros, estes apresentam limitações significativas com relação à resistência a pressões e temperaturas elevadas, o que restringe sua aplicação em operações complexas de perfuração. Para suprir os problemas enfrentados pelos fluidos aquosos e oleosos, os fluidos sintéticos surgem como uma alternativa sustentável aos fluidos oleosos, ao mesmo tempo que, em comparação aos fluidos à base de água, esses fluidos apresentam maior resistência térmica, mantendo propriedades aceitáveis em condições extremas, e estabilidade química, reduzindo o risco de danos às rochas e à integridade do poço (BURKE e VEIL, 1995; NEFF, MCKELVIE e AYERS, 2000).

A crescente demanda global por energia impulsiona o avanço da exploração de reservas de petróleo em formações complexas e em águas ultra profundas (offshore) (HERZHAFT *et al.*, 2001; KARAKOSTA, MITROPOULOS e KYZAS, 2021). Como resultado, as operações de exploração de petróleo realizam perfurações de poços mais profundos, com geometrias complexas e/ou sob condições extremas de pressão e temperatura. Com isso, a busca por fluidos mais resilientes e sustentáveis torna-se cada vez mais relevante.

Amani e Al-Jubouri (2012) investigaram as propriedades reológicas de fluidos de perfuração à base de água sob pressões de até 35.000 psi e temperaturas que atingiram 260 °C. O estudo revelou que os fluidos se deterioraram a 120 °C, como resultado da degradação térmica dos seus componentes. O impacto da pressão foi mais pronunciado em temperaturas reduzidas. Esses resultados ressaltam a necessidade de formulações de fluido capazes de suportar temperaturas extremas. Similarmente, Kelly *et al.* (1980) solucionaram problemas relacionados à significativa instabilidade do poço, ocorrências de tubo preso e o aumento dos custos de perfuração em uma plataforma de petróleo no Mar do Norte substituindo o fluido de perfuração à base de água por um fluido de emulsão invertida à base de óleo diesel. Essa alteração mitigou efetivamente as dificuldades no poço.

Pesquisadores recentemente analisaram formulações de fluidos de perfuração sustentáveis com base em emulsões ou microemulsões óleo-em-água (O/W) utilizando derivados de óleos vegetais como alternativas aos componentes convencionais de diesel ou óleo mineral (LEAL *et al.*, 2022; PASWAN *et al.*, 2016; PASWAN e MAHTO, 2020; PASWAN, KUMAR e MAHTO, 2022; SILVA *et al.*, 2022). Em comparação com os fluidos convencionais à base de óleo, esses fluidos inovadores exibiram características reológicas e de filtração aprimoradas, melhor lubrificação e um maior nível de inibição de argila.

Emulsões são dispersões coloidais complexas que compreendem dois líquidos imiscíveis, com um líquido disperso em pequenas gotículas dentro do outro. Os tensoativos são elementos essenciais em emulsões, pois promovem a criação e estabilização da fase dispersa

(ANTON e VANDAMME, 2011; KALE e DEORE, 2016). A concentração e o conteúdo dos componentes da emulsão influenciam o tamanho das partículas e, portanto, a estabilidade da emulsão. Emulsões são instáveis e possuem partículas que excedem 1 micrômetro, mas nanoemulsões e microemulsões exibem maior estabilidade termodinâmica, com tamanhos variando de 100 a 500 nanômetros e de 10 a 100 nanômetros, respectivamente (ANTON e VANDAMME, 2011; DEMISLI *et al.*, 2020; MCCLEMENTS, 2012).

Embora o uso dessa tecnologia tenha melhorado a eficiência e a segurança das operações de perfuração, a dependência do diesel como o principal combustível apresenta consideráveis problemas ambientais, resultando em limitações em sua utilização em várias regiões (ATTIA, ELSORAFY e D'ANGELO, 2010). Consequentemente, óleos vegetais surgiram como uma nova alternativa para a fase oleosa em fluidos de perfuração à base de emulsão (AGWU, ISEMIN e AKPABIO, 2015).

Pesquisas conduzidas por Paswan e Mahto (2020) e Paswan, Kumar e Mahto (2022) abordaram a síntese e aplicação de tensoativos derivados de óleos vegetais como alternativas aos tensoativos comerciais que são ambientalmente prejudiciais, como os etoxilatos de nonilfenol (SOARES *et al.*, 2008). A aplicação dessas tecnologias em fluidos de perfuração mitiga os problemas ambientais ligados aos fluidos convencionais à base de óleo, fornecendo substitutos biodegradáveis e menos tóxicos. No entanto, a eficácia desses sistemas em condições de pressões e temperaturas elevadas permanece inexplorada.

Dessa forma, este trabalho propõe desenvolver fluidos de perfuração formulados a partir de emulsões do tipo O/W, utilizando um tensoativo derivado de óleo de coco (OCS) e fase oleosa vegetal de pinho e coco. A pesquisa busca realizar uma análise detalhada do desempenho das formulações como uma alternativa sustentável para fluidos de perfuração à base de óleo utilizados em operações conduzidas em condições de altas pressões e altas temperaturas.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho teve como objetivo geral desenvolver fluidos de perfuração formulados a partir de emulsões óleo-em-água como uma alternativa sustentável para fluidos à base de óleo utilizados operações realizadas em condições de altas pressões e altas temperaturas. Para a composição das emulsões, foram utilizadas duas fases aquosas, água destilada ou uma solução de água/glicerina na proporção de 3:1; duas fases oleosas consistindo em óleos vegetais, óleo de coco ou óleo de pinho; e um tensoativo derivado de óleo de coco (OCS).

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para a realização das análises exigidas pelo objetivo principal e avaliar as hipóteses mencionadas, os seguintes objetivos específicos foram traçados:

- Produzir e analisar tensoativo baseado em óleo vegetal: OCS;
- Investigar sistemas emulsionados utilizando água e/ou água/glicerina como componentes da fase aquosa, óleo de coco ou óleo de pinho como fase oleosa; e OCS como tensoativo;
- Desenvolver projetos de fluidos de perfuração utilizando as emulsões desenvolvidas e ajustar suas características para altas pressões e altas temperaturas;
- Avaliar o desempenho reológico e de filtração dos fluidos em LPLT e em altas pressões e altas temperaturas;
- Investigar a resistência térmica dos fluidos por envelhecimento dinâmico.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

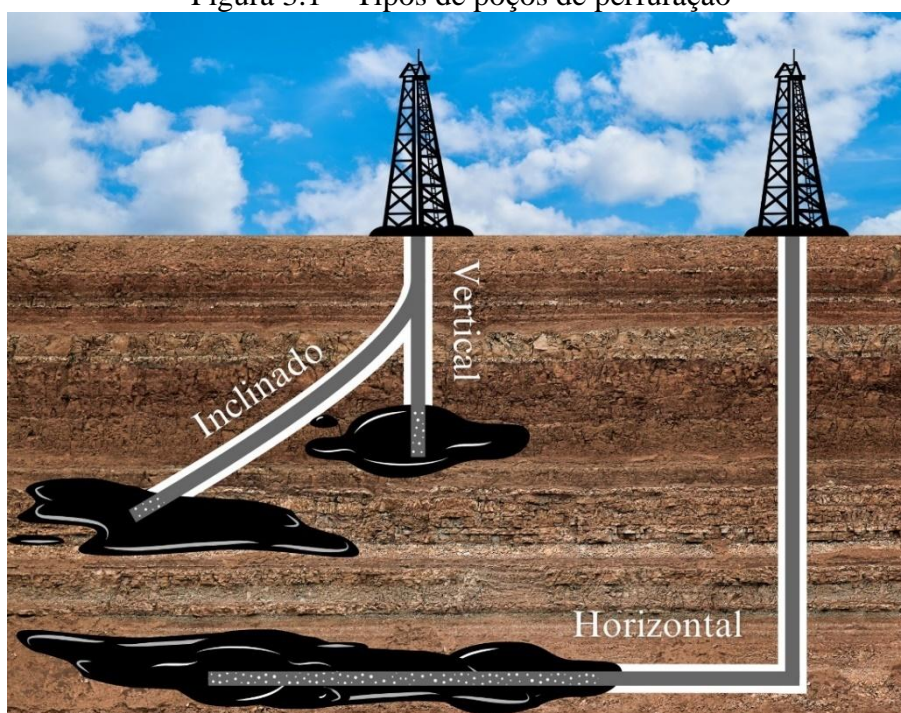
3.1 FLUIDOS DE PERFURAÇÃO

3.1.1 Processo de perfuração de poços

O processo de perfuração de poços ocorre após a localização das formações geológicas que contém potenciais reservas de petróleo (PANG *et al.*, 2021). Nesta etapa, geólogos utilizam métodos de exploração sísmica para mapear as formações geológicas do subsolo, buscando estruturas que apresentem características favoráveis ao acúmulo de hidrocarbonetos. Após a definição da área a ser investigada, realizam-se perfurações de poços exploratórios para verificar a presença de petróleo (ISLAM e HOSSAIN, 2021; KAISER, 2020).

A escolha do tipo de poço a ser perfurado depende da localização do reservatório de petróleo e da finalidade do poço. Existem poços verticais, horizontais e inclinados, como mostrado na Figura 3.1.

Figura 3.1 – Tipos de poços de perfuração

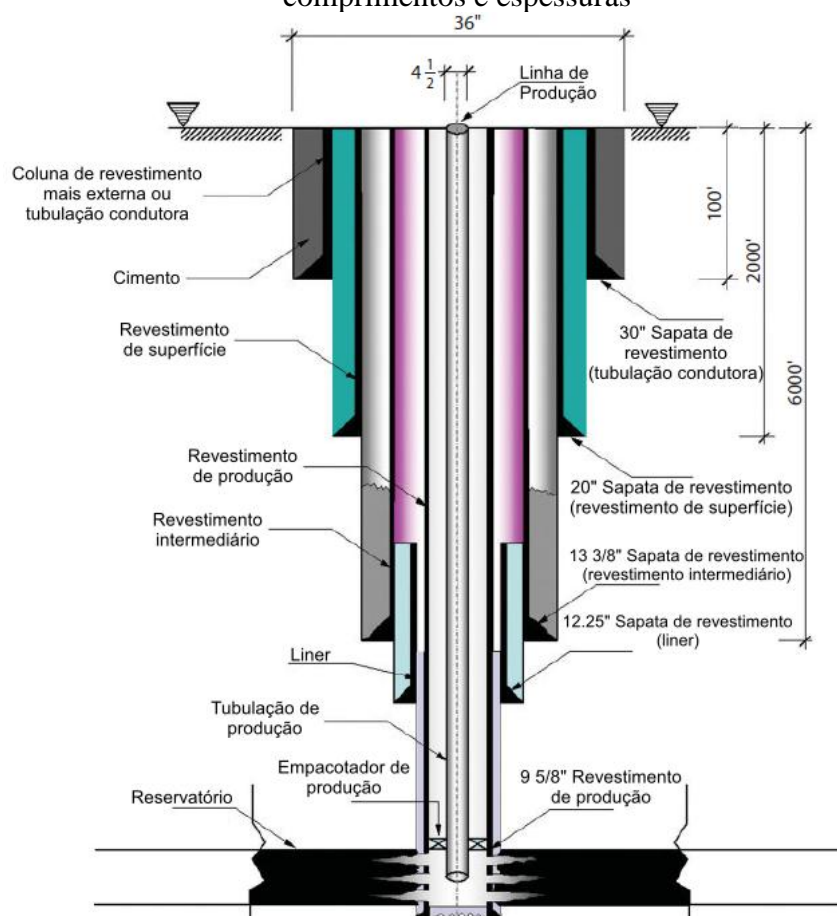


Poços verticais são perfurados diretamente abaixo do ponto inicial de perfuração, quando o reservatório se encontra nessa posição. Poços multilaterais ou inclinados consistem em ramificações em diversos ângulos partindo de um poço principal com a principal finalidade

de alcançar diversas áreas dos reservatórios, aumentando a produtividade (MOKHTARI e BAHRAMIAN, 2019). Já os poços horizontais são utilizados para aumentar a área de contato entre o poço e o reservatório, atravessando formações complexas e sendo especialmente úteis em formações compactas, onde esse aumento de contato pode otimizar a produção de petróleo (SATTER e IQBAL, 2016).

O processo de perfuração é realizado com o uso de uma broca conectada a uma coluna de perfuração rotativa. A broca tritura as camadas de rocha, gerando fragmentos rochosos conhecidos como cascalho. À medida que a perfuração avança para maiores profundidades, são inseridos revestimentos de aço no poço com o objetivo de isolar diferentes formações e proporcionar integridade estrutural (Figura 3.2). Esses revestimentos são cimentados no lugar, com o cimento sendo bombeado no espaço anular entre o revestimento e a parede do poço, garantindo a fixação e a vedação da estrutura (LADVA *et al.*, 2005; NELSON e GUILLOT, 2006; THOMAS, 2004).

Figura 3.2 – Sequência típica de revestimentos e cimentação com seus respectivos comprimentos e espessuras



Fonte: Adaptado de Hossain e Al-Majed (2015)

Os fluidos de perfuração desempenham funções essenciais nesse processo. Eles são bombeados através da coluna de perfuração, saindo pelos jatos na ponta da broca e passando pelo espaço entre a broca e a rocha. Esses fluidos têm como funções lubrificar e resfriar a broca, além de carregar o cascalho recém-gerado para a superfície (SALEH e IBRAHIM, 2019). O fluido retorna à superfície pelo espaço anular entre a coluna de perfuração e a formação rochosa, transportando o cascalho e estabilizando o poço (HOSSAIN e AL-MAJED, 2015).

Embora o custo dos fluidos de perfuração seja relativamente baixo em comparação ao custo total de perfuração de um poço, sua influência no desempenho da perfuração é significativa (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017). O impacto econômico está diretamente relacionado à formulação do fluido, já que suas propriedades físico-químicas e as funções que desempenha afetam o desempenho do poço e a eficiência da produção de petróleo (HOSSAIN e ISLAM, 2018).

3.1.2 Funções dos fluidos de perfuração

Os fluidos de perfuração possuem várias funções que são essenciais para garantir uma operação de perfuração eficiente e segura. Essas funções contribuem diretamente para a integridade do poço em todas as etapas, desde a perfuração até a produção de petróleo. A composição, densidade e propriedades reológicas dos fluidos de perfuração são, continuamente, monitoradas e ajustadas para garantir o desempenho ideal, visando otimizar a operação e reduzir custos (CAENN e CHILLINGAR, 1996; DAI e ZHAO, 2019; LIU *et al.*, 2021; SAASEN *et al.*, 2009; TAUGBØL *et al.*, 2021). Entre as principais funções dos fluidos de perfuração estão o transporte de cascalho, a manutenção da estabilidade do poço e a eficiência do processo de perfuração (AMOCO, 1994; APALEKE, AL-MAJED e HOSSAIN, 2012; HOSSAIN e AL-MAJED, 2015).

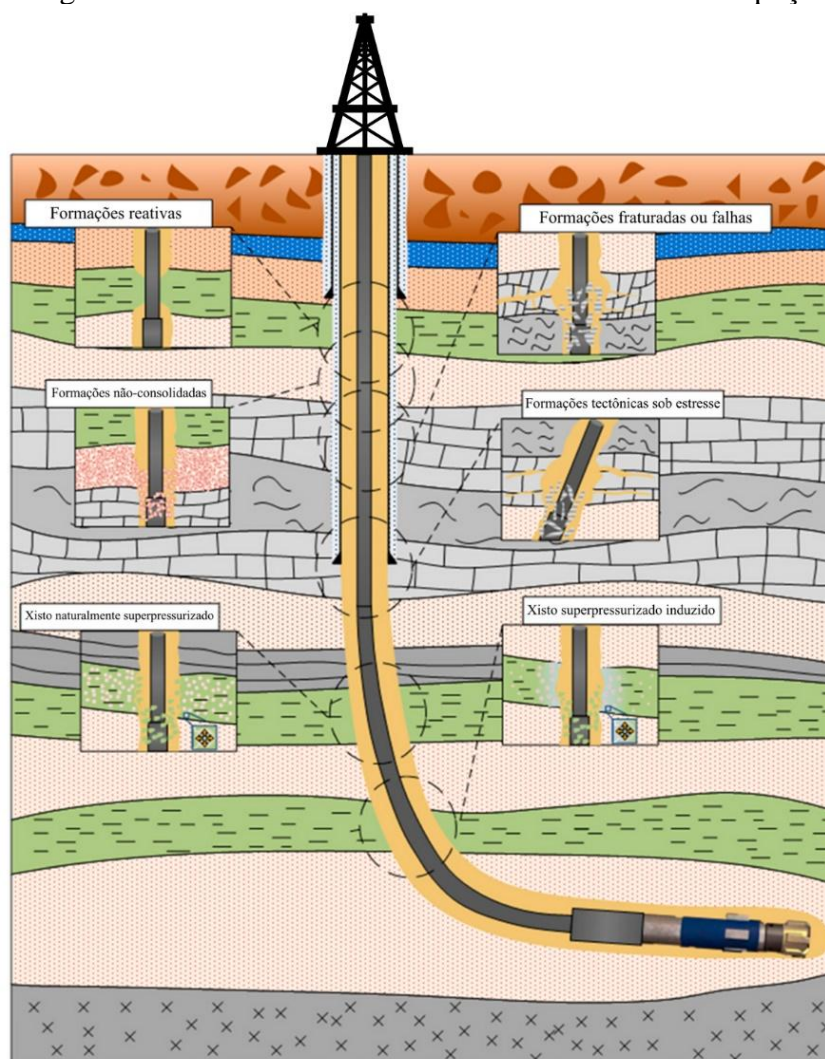
O transporte de cascalho para a superfície é uma das funções fundamentais durante a perfuração de poços de petróleo (SAYINDLA *et al.*, 2017). O cascalho é o material gerado pela ação da broca que corta a rocha, formando o poço. O fluido de perfuração facilita a remoção desse material do espaço entre a broca e a formação rochosa, permitindo o avanço contínuo da perfuração. A rápida retirada dos fragmentos é fundamental para evitar a formação de partículas finas, que contaminam o fluido de perfuração, alterando suas propriedades físicas e reológicas e acarretaria no aumento nos custos de separação (BAGERI *et al.*, 2013, 2016, 2020).

O fluido de perfuração também deve ser capaz de manter suspenso o cascalho durante interrupções na operação, evitando que esse material se deposite sobre a broca, o que poderia

bloqueá-la e resultar na perda do equipamento de perfuração (AGWU *et al.*, 2018). Fatores como a densidade do fluido, sua reologia, a velocidade de circulação e a inclinação do poço influenciam diretamente a eficiência do transporte de cascalho.

Outra função importante dos fluidos de perfuração é a manutenção da estabilidade do poço. De acordo com Pašić, Gaurina-Medimurec e Matanović (2007), a instabilidade dos poços é um dos problemas mais recorrentes nas operações de perfuração (Figura 3.3). Diversos fatores podem contribuir para essa instabilidade, como falhas nas formações rochosas, interações químicas entre o fluido e a rocha (ZHANG *et al.*, 2015), pressões de poro elevadas (LI, GEORGE e PURDY, 2012), erosão (STAVROPOULOU, PAPANASTASIOU e VARDOULAKIS, 1998) e desequilíbrio entre a pressão interna do poço e a pressão da formação.

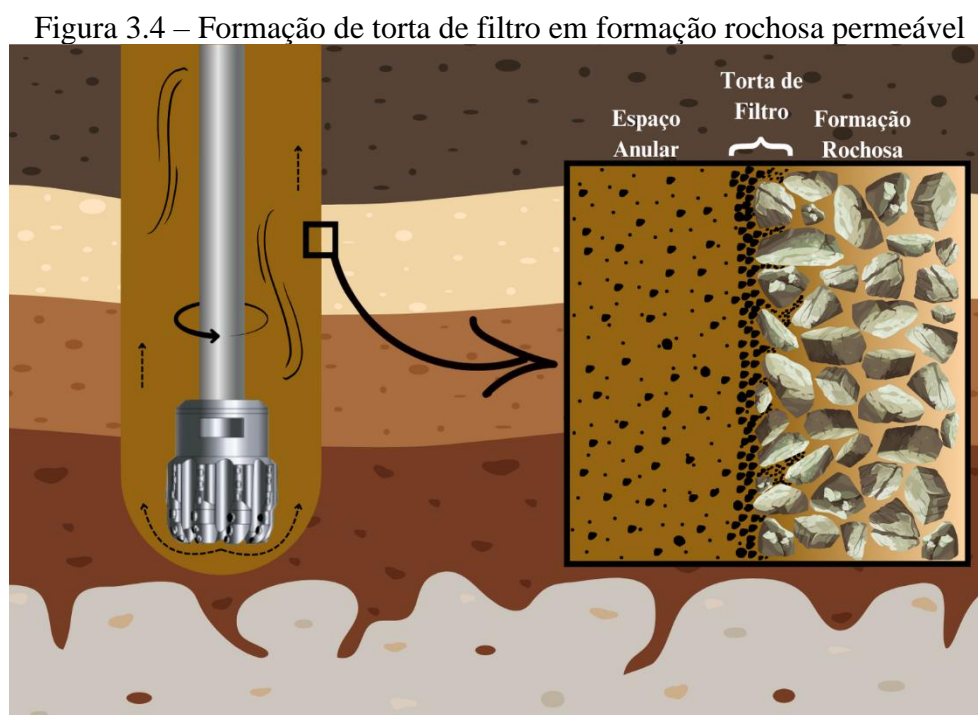
Figura 3.3 – Diferentes mecanismos de instabilidade do poço



Fonte: Adaptado de Pašić *et al.* (2020)

Os fluidos de perfuração exercem uma pressão hidrostática, tanto em condições estáticas quanto dinâmicas, para contrabalancear as pressões da formação rochosa e garantir a integridade do poço. Adicionalmente, esses fluidos devem ter baixa reatividade química para evitar interações com a rocha que possam, junto com o estresse da perfuração, causar o colapso de seções do poço. A falta de controle adequado das propriedades do fluido, como densidade e composição, pode resultar em aprisionamento da coluna de perfuração, aumento de torque, invasão de fluidos da formação, colapso do poço e até *blowouts* (AHMADI *et al.*, 2018).

A formação de uma torta de filtro de baixa permeabilidade, ao longo das paredes do poço, é outra função dos fluidos de perfuração, como ilustrado na Figura 3.4. Esse revestimento, conhecido como reboco, tem a função de selar a formação rochosa para evitar a infiltração de fluidos, o que poderia gerar perdas de circulação e aumentar os custos com material adicional para remediar o fluido. Além dos prejuízos econômicos, a perda de fluido para a formação pode causar impactos ambientais, como a contaminação de aquíferos (SCHILLING, 1995).



Um reboco fino, flexível e de fácil remoção é preferível, pois facilita o processo de cimentação e reduz o risco de aprisionamento de tubulações (LIU *et al.*, 2018). A reatividade química entre a rocha e o fluido pode ser controlada tanto pela utilização de inibidores de inchamento, quanto pela formação de um reboco eficiente, uma vez que este limita o contato

fluido/rocha (AHMED, KAMAL e AL-HARTHI, 2019; GUANCHENG *et al.*, 2016; LV *et al.*, 2020; NI *et al.*, 2019).

Além dessas funções, os fluidos de perfuração também melhoram a eficiência da perfuração, reduzindo o atrito e o calor gerado pelo contato da broca com a rocha (LI *et al.*, 2016; MA *et al.*, 2021; ZHAO *et al.*, 2022). Outras funções incluem a redução da corrosão dos equipamentos (GHADERI *et al.*, 2020), a prevenção da formação de hidratos em perfurações offshore e o controle de perdas de circulação (AKEJU, AKINTOLA e AKPABIO, 2014; ALSABA *et al.*, 2017).

O desempenho de todas essas funções depende do uso de aditivos específicos, que são escolhidos conforme o tipo de fluido de perfuração utilizado e as características da formação perfurada. Cada tipo de fluido apresenta vantagens e limitações, exigindo a seleção adequada dos aditivos para que suas funções sejam cumpridas de maneira eficaz.

3.1.3 Classificação dos fluidos de perfuração

Os fluidos de perfuração são definidos como qualquer fluido injetado no poço com o objetivo de remover cascalho. Esses fluidos são sistemas multicomponentes complexos, com propriedades físicas e químicas ajustadas para as aplicações específicas em que são projetados. A classificação dos fluidos de perfuração baseia-se na sua composição, dividindo-os em três categorias principais: líquidos, gases ou misturas de líquido-gás. Entre eles, os fluidos que utilizam líquidos como fase contínua são amplamente os mais comuns. Esses fluidos podem ter como fase contínua água, óleo ou materiais sintéticos (APALEKE, AL-MAJED e HOSSAIN, 2012; HOSSAIN e AL-MAJED, 2015).

3.1.3.1 Fluido de perfuração à base de água

Os fluidos de perfuração à base de água têm a água como componente principal. Eles podem ser formulados tanto com água doce, quanto com água salgada (salmoura). As vantagens desses fluidos incluem baixo custo de produção e manutenção, impacto ambiental reduzido e alta eficiência na hidratação de argilas, o que facilita a formação de um reboco fino e de baixa permeabilidade. No entanto, eles apresentam limitações, como baixa capacidade de lubrificação, solubilização de sais, reatividade com formações argilosas, como folhelhos e xistos, além de pouca resistência a pressões e temperaturas elevadas, o que demanda a adição

de diversos aditivos para mitigar esses problemas (APALEKE, AL-MAJED e HOSSAIN, 2012).

3.1.3.2 Fluido de perfuração à base de óleo

Os fluidos de perfuração à base de óleo possuem uma fase oleosa como principal componente. Esses fluidos foram desenvolvidos para superar as limitações dos fluidos à base de água. São classificados como fluidos à base de óleo quando sua composição contém menos de 5% de água (HOSSAIN e AL-MAJED, 2015). Quando a fração de água supera 5%, os fluidos são denominados fluidos emulsionados ou fluidos de emulsão invertida, com proporções de óleo/água variando entre 50/50 e 80/20, em massa (AHMED e KALKAN, 2019).

Esses fluidos apresentam vantagens como resistência a pressões e temperaturas elevadas, baixa reatividade com formações argilosas, alta lubricidade e baixa corrosividade. No entanto, seu custo de produção e manutenção é elevado. Materiais como óleo diesel, óleo mineral, olefinas e parafinas são comumente utilizados, embora muitos tenham sido proibidos, devido ao impacto ambiental significativo (APALEKE, AL-MAJED e HOSSAIN, 2012; BENNETT, 1984; IOGP, 2001; YAN *et al.*, 1997).

O impacto ambiental é, inclusive, uma das principais razões pelas quais esses fluidos são evitados, sendo utilizados apenas em operações de alta complexidade. As regulamentações ambientais rigorosas em relação ao descarte de fluidos e cascalho contaminados por óleo têm aumentado os custos operacionais (BALL, STEWART e SCHLIEPHAKE, 2012; DAVIES *et al.*, 1984; LI *et al.*, 2015; MIKOS-SZYMAŃSKA *et al.*, 2018; MOKHALALATI, AL-SUWAIDI e EL-FATAH HENDI, 2000; SIDDIQUE *et al.*, 2017).

3.1.3.3 Fluido de perfuração sintético

Os fluidos de perfuração sintéticos foram desenvolvidos como uma alternativa aos fluidos oleosos, visando reduzir os impactos ambientais das operações de perfuração através da utilização de ésteres (BURROWS *et al.*, 2001), olefinas isoméricas e alfa lineares (FRIEDHEIM, 1997; MARQUES, RIBEIRO e SANTOS, 2020). Eles são amplamente empregados em poços de alta profundidade e formações complexas, devido à sua capacidade de resistir a elevadas pressões e temperaturas. Suas principais vantagens incluem maior segurança para os operadores, redução do tempo de perfuração e eficiência de lubrificação comparável a dos fluidos à base de óleo diesel. Além disso, os fluidos sintéticos apresentam

menor impacto ambiental em comparação aos fluidos à base de óleo, pois seus compostos possuem menor toxicidade, reduzido potencial de contaminação e podem ser biodegradáveis (RAZALI *et al.*, 2018).

Embora os fluidos sintéticos ofereçam diversas vantagens em relação aos fluidos à base de óleo, eles ainda apresentam algumas limitações. Um dos principais desafios é o elevado custo de produção em comparação aos fluidos à base de água. Ademais, apesar de serem menos prejudiciais ao meio ambiente, os resíduos gerados por esses fluidos continuam sujeitos a regulamentações ambientais, o que aumenta significativamente os custos operacionais (ISMAIL *et al.*, 2017).

3.1.4 Aditivos de fluidos de perfuração

Os aditivos para fluidos de perfuração são substâncias adicionadas à fase contínua do fluido, com o objetivo de ajustar e melhorar suas propriedades, visando uma operação de perfuração eficiente e segura. Entre os diferentes tipos de aditivos, incluem-se: controladores de alcalinidade (OTITIGBE, 2021), inibidores de corrosão, antiespumantes, emulsificantes, redutores de filtrado (AL-HAMEEDI *et al.*, 2019a, 2019b, 2019c, 2020; AL-YASIRI, 2023; LE *et al.*, 2023; MEDVED *et al.*, 2022; SOTO *et al.*, 2020), redutores de perda de circulação, agentes lubrificantes (GAO *et al.*, 2021; IKRAM *et al.*, 2021; MA *et al.*, 2021; MURTAZA *et al.*, 2022; NUNES *et al.*, 2014), inibidores de inchamento de argilas (GUANCHENG *et al.*, 2016; PARVIZI GHALEH, KHODAPANAH e TABATABAEI-NEZHAD, 2020; TARAGHIKHAH, KALHOR MOHAMMADI e TAHMASBI NOWTARAKI, 2015), tensoativos (QUINTERO, 2002; SHETTIGAR, MISRA e PATEL, 2018), estabilizadores térmicos (MINAKOV *et al.*, 2019; NICORA e BURRAFATO, 1998; VARGAS *et al.*, 2019), dispersantes, adensantes (ABDOU e AHMED, 2017; BA GERI *et al.*, 2021; MURTAZA *et al.*, 2021), diluentes, modificadores reológicos ou viscosificantes (DA CÂMARA *et al.*, 2021; IKRAM *et al.*, 2020; NASCIMENTO *et al.*, 2019), polímeros, nanopartículas (PARIZAD, SHAHBAZI e TANHA, 2018; VRYZAS e KELESSIDIS, 2017), entre outros.

Apesar da alta eficiência de muitos desses aditivos, as regulamentações ambientais cada vez mais rigorosas têm restringido o uso de diversos materiais que há décadas são empregados pela indústria, bem como o descarte de resíduos da indústria, principalmente em operações de perfuração offshore. Esses aditivos tóxicos podem contaminar o solo marinho e a lâmina d'água, que é a porção de água entre a sonda e a cabeça do poço perfurado. O impacto na flora e fauna marinha tem sido motivo de preocupação para agências ambientais, sendo foco

de estudos que avaliam os danos causados pelos rejeitos de perfuração ao meio ambiente (BLEIER, LEUTERMAN e STARK, 1993; CLARK, 1994; PEREIRA *et al.*, 2022).

Algumas regulamentações ambientais relevantes para o descarte de resíduos na indústria de petróleo e gás no Brasil incluem: a Convenção Internacional para a Prevenção da Poluição por Navios (MARPOL), de 1973, com emendas em 1978, que visa reduzir a poluição por óleo causada por descargas intencionais ou acidentais de petróleo no mar (CAMLIYURT *et al.*, 2024); a Lei nº 9.966, de 28 de abril de 2000, uma regulamentação brasileira que complementa a MARPOL 73/78 ao estabelecer normas para a prevenção, controle e fiscalização da poluição por óleo (BRASIL, 2000); e a Instrução Normativa (IC) nº 1, de 2 de janeiro de 2018, que busca regulamentar o descarte de cascalho, fluidos e pastas de cimento em perfurações offshore no Brasil (revogada pela IC nº 1/2019) (BRASIL, 2018). Nos Estados Unidos, o programa Controle de Injeção Subterrânea (UIC), sob a Lei de Água Potável Segura, regula a injeção de água produzida, sendo fiscalizado pela Agência de Proteção Ambiental (EPA). Na União Europeia, os fluidos de perfuração, especialmente os à base de óleo, são classificados como resíduos perigosos pela Diretiva 2008/98/EC, de 19 de novembro de 2008, que estabelece o quadro jurídico e define planos de gerenciamento de resíduos na União Europeia (EU, 2008).

Em resposta a essa questão, há um crescente interesse em pesquisas que buscam substituir aditivos tóxicos por alternativas sustentáveis, que causem menor impacto ambiental, além de serem biodegradáveis e seguros para uso em sondas de perfuração.

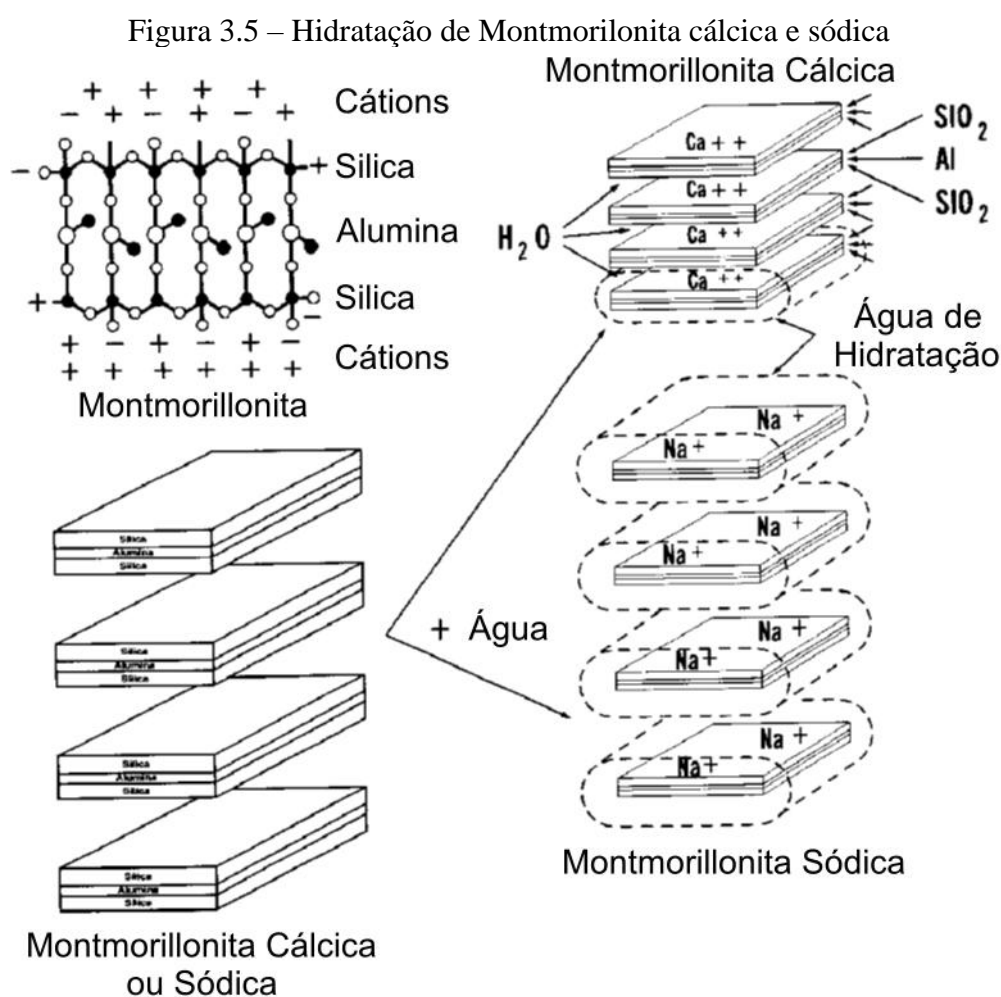
Por outro lado, alguns materiais que compõem os fluidos de perfuração têm sido utilizados por muitos anos com poucas evidências significativas de impacto ambiental ou sem que haja alternativas melhores para substituição desses aditivos. Esses materiais continuam a ser empregados, mesmo com o aumento das restrições ambientais. A seguir, são apresentados alguns dos aditivos utilizados na formulação dos fluidos de perfuração discutidos neste trabalho.

3.1.4.1 Bentonita

As argilas são compostas por argilominerais que, em fluidos de perfuração, destacam-se por sua capacidade de absorver água e formar suspensões coloidais, conferindo propriedades reológicas essenciais ao fluido. A montmorilonita, um argilomineral de estrutura tricamada, é composta por uma camada central de alumina octaédrica, flanqueada por camadas de sílica tetraédrica (CUEVAS *et al.*, 2022).

A matriz das argilas é formada por alumínio (Al^{+3}). Quando o alumínio é substituído por outros cátions, como o magnésio (Mg^{+2}), ocorre um desequilíbrio de cargas na estrutura, gerando uma carga líquida negativa. Esta carga é neutralizada por cátions fracamente ligados à superfície da argila, ativando sua superfície (PORRAS, ANGÉLICA e DA PAZ, 2021). Esses cátions, devido à sua ligação fraca com a estrutura, podem ser facilmente deslocados e trocados por outras partículas. A quantidade de cátions disponíveis para essa troca é chamada de capacidade de troca catiônica, expressa em miliequivalentes por 100 g de folhelho (MEQ/100 g) (AMOCO, 1994).

O tipo de cátion presente na argila influencia diretamente sua capacidade de absorver água. A bentonita ativada com sódio, por exemplo, retém uma quantidade maior de água em comparação com a bentonita ativada com cálcio (Figura 3.5). Esse fenômeno resulta em maior dissociação das camadas na Na-bentonita, o que eleva a viscosidade das suspensões coloidais (AMOCO, 1994).



Fonte: Adaptado de Amoco (1994)

3.1.4.2 Barita

A barita é um mineral composto por sulfato de bário amplamente utilizado em fluidos de perfuração para aumentar a densidade do fluido, auxiliando no controle da instabilidade dos poços e na compactação das formações. A barita é um adensante quimicamente inerte, insolúvel tanto em água quanto em óleo, e possui uma densidade elevada, variando entre 4,2 g/cm³ e 4,4 g/cm³. Devido a essa alta densidade, a barita tende a sedimentar quando adicionada à fase contínua do fluido de perfuração, tornando necessária a adição de agentes viscosificantes para mantê-la em suspensão (AL-AWAD e AL-QASABI, 2001; LIU *et al.*, 2023).

3.1.4.3 Goma xantana

A goma xantana (GX) é um polissacarídeo amplamente utilizado como estabilizante e espessante em diversas indústrias, especialmente na alimentícia. Sua estrutura química e propriedades reológicas a tornam uma escolha viável em aplicações como fluidos de perfuração na indústria petrolífera, onde a sua capacidade de controle de viscosidade e estabilização de suspensões são de grande importância (GARCÍA-OCHOA *et al.*, 2000; SUTHERLAND, 1993).

Produzida pela bactéria *Xanthomonas campestris*, a GX é um heteropolissacarídeo aniônico. Sua característica aniônica deriva da presença de grupos de ácido glucurônico e ácido pirúvico nas cadeias laterais. Em soluções aquosas, como em água destilada a 25 °C, a estrutura molecular da GX assume parcialmente uma conformação helicoidal, resultando em um material fracamente estruturado. A conformação da GX é afetada por fatores como temperatura e força iônica. Em temperaturas mais altas e com baixa força iônica, o polímero tende a assumir uma estrutura desordenada. No entanto, com a redução da temperatura ou o aumento da força iônica, as cadeias laterais trissacarídicas se colapsam na espinha dorsal do polímero, adotando uma conformação helicoidal que reduz a viscosidade da solução, devido às interações eletrostáticas entre os sítios aniônicos e os cátions do sal (KHOURYIEH *et al.*, 2007; POWELL, PARKS e SEHEULT, 1991; SAVVIDES *et al.*, 2012).

Essa capacidade de modulação de viscosidade em função da estrutura e do ambiente químico faz da GX um aditivo relevante em fluidos de perfuração. O controle eficaz da perda de fluido aquoso durante a perfuração, por exemplo, é obtido principalmente pela associação sinérgica entre partículas coloidais orgânicas (como a própria GX) e inorgânicas (minerais). Esse processo gera uma torta de baixa permeabilidade nas paredes dos poços perfurados,

ajudando a manter a estabilidade da formação rochosa e minimizando a infiltração de fluidos (DA LUZ, FAGUNDES e BALABAN, 2017; KHALIL e MOHAMED JAN, 2012).

A GX tem sido particularmente valorizada pelo seu comportamento pseudoplástico, ou seja, a viscosidade do fluido diminui à medida que a taxa de cisalhamento aumenta, característica desejável para fluidos de perfuração, que precisam de uma viscosidade elevada para suspender partículas sólidas quando o fluido está em repouso, mas devem fluir livremente sob alta taxa de cisalhamento, como ocorre durante a perfuração (VILLADA *et al.*, 2017).

Estudos demonstraram que a GX, em concentrações específicas, pode oferecer propriedades reológicas comparáveis a fluidos de perfuração à base de óleo, comumente utilizados na indústria, devido a sua alta eficiência em condições extremas. Conforme demonstrado por Villada *et al.* (2017), um fluido de perfuração à base de água foi desenvolvido com comportamento pseudoplástico e propriedades reológicas comparáveis a um fluido à base de óleo de referência. Esse desempenho foi alcançado utilizando 3,0 g/L de GX como agente viscosificante e 8,0 g/L de celulose polianiónica (PAC) como agente redutor de filtrado. O aumento da concentração de GX em solução resultou em um maior volume hidrodinâmico, devido às interações entre suas moléculas, obstruindo o fluxo do solvente pelas cadeias poliméricas e, conseqüentemente, aumentando a viscosidade do fluido.

Outro aspecto relevante é o impacto da conformação do polímero sobre a viscosidade. Polímeros com alta afinidade pelo solvente tendem a adotar uma conformação mais estendida, aumentando o volume hidrodinâmico e, por consequência, a viscosidade (KHOURYIEH *et al.*, 2007). Quando a afinidade é baixa, as moléculas colapsam, diminuindo esses parâmetros. Dessa forma, a GX oferece versatilidade em diferentes condições de perfuração, com capacidade de adaptação a diferentes formações geológicas e ambientes de perfuração, ao mesmo tempo em que oferece menor toxicidade e impacto ambiental em comparação a fluidos baseados em óleo.

3.1.4.4 Carboximetilcelulose

A carboximetilcelulose (CMC) é um polímero modificado amplamente utilizado em diversas indústrias, incluindo a de perfuração de poços. Ela é obtida por meio da carboximetilação da celulose natural e se destaca por ser solúvel em água, o que a torna um aditivo versátil em aplicações de controle de propriedades reológicas e de filtrado em fluidos de perfuração. A CMC é classificada como um polieletrólito devido à sua capacidade de liberar cátions de sódio e ânions poliméricos ao se dissolver em água, gerando interações eletrostáticas

que são fundamentais para o comportamento reológico da solução (CARASCHI e CAMPANA FILHO, 1999; YANG e ZHU, 2007).

Essas interações eletrostáticas, combinadas com a força de dipolo das moléculas de água e dos grupos hidroxila presentes na CMC, influenciam diretamente a viscosidade das soluções aquosas de CMC. Segundo Yang e Zhu (2007), o comportamento reológico da CMC depende de vários fatores. Inicialmente, ao ser dissolvida e agitada em água, a CMC atinge um pico de viscosidade devido à expansão das cadeias poliméricas solvatadas. No entanto, à medida que a agitação continua, ocorre a desagregação dessas cadeias, o que reduz a viscosidade, mas mantém-na superior à da água pura.

Diversos fatores influenciam a viscosidade das soluções de CMC. A viscosidade aumenta com o aumento da concentração de CMC na solução e diminui com o aumento da temperatura. Além disso, a adição de sais, como cloreto de sódio (NaCl), pode reduzir a viscosidade da solução, uma vez que os íons presentes interagem com as moléculas de CMC, diminuindo as forças eletrostáticas que mantêm as cadeias expandidas. É importante que os sais sejam adicionados após a CMC ser dissolvida, pois, caso contrário, a expansão do polímero é prejudicada, resultando em uma viscosidade muito menor (YANG e ZHU, 2007).

Em fluidos de perfuração, a CMC desempenha um papel fundamental como agente controlador de filtrado. Quando associada a minerais como a calcita (CaCO_3), ela auxilia na formação de uma barreira eficaz que previne a perda de fluidos para as formações subterrâneas, garantindo maior estabilidade do poço e evitando problemas como o colapso das paredes do poço ou a invasão de água e outros fluidos. Segundo Fagundes *et al.* (2018), essa associação de CMC com calcita é altamente eficaz no controle do volume de filtrado em operações de perfuração.

3.1.4.5 Carbonato de cálcio

O carbonato de cálcio (CaCO_3), um dos materiais mais abundantes na crosta terrestre, compõe rochas como calcário e giz, na forma dos minerais calcita e aragonita. A maior parte do CaCO_3 presente nas plataformas carbonáticas é derivada de organismos marinhos, sendo um componente relevante em sistemas biológicos, como conchas de organismos marinhos, pérolas e cascas de ovos (AL OMARI *et al.*, 2016).

Na formulação de fluidos de perfuração, o CaCO_3 atua como controlador de filtrado, regulador de densidade e modificador de propriedades reológicas, quando combinado com polímeros como CMC e GX. O estudo de Soares *et al.* (2020) investigou a influência do

tamanho das partículas de CaCO_3 em suspensões viscosificadas com CMC e GX nas propriedades de filtração sob condições de alta pressão e alta temperatura (HPHT). O trabalho demonstrou que, embora as suspensões com CMC e GX tenham formado rebocos eficientes com partículas de CaCO_3 de 0 a 150 micrômetros, os fluidos contendo CMC apresentaram alta resistência ao fluxo, dificultando a formação adequada do reboco. Por outro lado, o fluido contendo GX produziu rebocos de melhor qualidade, mais finos, menos porosos e com menor volume de filtrado.

Além disso, Agwu, Udoh Akpabio e Gideon Akpabio (2020) avaliaram o uso de conchas de lesma e perivincas como aditivos redutores de filtrado. O aumento da quantidade de pó de concha no fluido resultou em maior eficiência de filtração e espessura do reboco, alcançando um volume mínimo de filtrado de 10 cm^3 . Akeju, Akintola e Akpabio (2014) estudaram o uso de conchas de ostra da espécie *Crassostrea virginica* como alternativa sustentável a aditivos controladores de filtrado, como o VG Gel. Embora o CaCO_3 não atue como viscosificante, o pó de concha de ostra mostrou potencial como modificador das propriedades reológicas do fluido de perfuração.

3.1.4.6 Cloreto de sódio

Estudos sobre o impacto da presença de cloreto de sódio (NaCl) em soluções base (*brine*) de fluidos de perfuração são recorrentes para avaliar as propriedades reológicas e de filtração dos materiais utilizados nesses fluidos. O uso de NaCl traz benefícios significativos aos fluidos de perfuração, como o aumento da capacidade inibidora na formação de hidratos de gás, a redução da tendência de inchamento das argilas e o equilíbrio da salinidade do fluido, já que é comum a contaminação do fluido de perfuração com sais provenientes das formações rochosas e dos fluidos de formação.

Um estudo conduzido por Da Luz, Fagundes e Balaban (2017) avaliou o efeito da GX, CMC e CaCO_3 em fluidos à base de água contendo NaCl . Formulações idênticas de água doce foram usadas como controle. Os resultados indicaram que a presença de NaCl reduziu drasticamente a viscosidade dos fluidos e aumentou consideravelmente a perda de fluido nas formulações com GX, com GX e CMC, e com GX e CaCO_3 . No entanto, volumes de filtrados inferiores aos das formulações de água doce foram obtidos somente em fluidos contendo todos os três componentes.

Adicionalmente, foi observado que, na ausência de sal, a combinação de GX e CMC influenciou principalmente no aumento da viscosidade, com impacto limitado no volume de

filtrado. A incorporação de CaCO_3 com distribuição específica de partículas pode contribuir para a formação de um reboco externo, em vez de uma camada interna, facilitando sua remoção subsequente (TALUKDAR e GOGOI, 2015).

3.1.5 Formulação de fluidos de perfuração

O uso de aditivos em fluidos de perfuração para controlar o pH, reduzir o volume de filtrado, ajustar as propriedades reológicas, aumentar a densidade e minimizar a perda de circulação é fundamental para definir uma formulação eficaz de fluido de perfuração. A escolha dos materiais e suas concentrações na formulação dos fluidos deve considerar uma série de fatores relacionados às características físicas e químicas do poço, aos equipamentos utilizados e às condições operacionais previstas. Além disso, o adensamento ou a diluição dos fluidos de perfuração são medidas indispensáveis para o controle eficaz das pressões internas do poço (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017).

Na literatura, existem várias normas, manuais e livros que auxiliam na seleção de aditivos e na determinação de formulações adequadas para uma ampla gama de condições operacionais. Entre as principais referências estão as normas do American Petroleum Institute (API) (API, 2003, 2009, 2012, 2019) e da Petrobrás (PETROBRÁS, 2014a, 2014b, 2023a, 2023b), além dos manuais de fluidos de perfuração da Baker Hughes (BAKER HUGHES, 1998) e da Amoco (AMOCO, 1994). Também se destacam os livros de Bourgoyne *et al.* (1986), Lummus e Azar (1986), Thomas (2004), Fink (2015), Hossain e Al-Majed (2015) e Caenn, Darley e Gray (2017).

3.1.5.1 Balanço de material para fluidos de perfuração

O balanço de massa em fluidos de perfuração é indispensável para calcular as quantidades e as composições dos materiais necessários para atingir o volume e a massa específica projetados. A Equação 3.1 apresenta o balanço material básico para esses fluidos (AMOCO, 1994):

$$\rho_1 V_1 + \rho_2 V_2 + \rho_3 V_3 + \dots = \rho_F V_F \quad (3.1)$$

Em que: ρ_1 , ρ_2 e ρ_3 são as massas específicas (g/m^3) dos materiais que compõem o fluido, como aditivos e fase contínua e dispersa, e V_1 , V_2 e V_3 são os volumes (cm^3) desses

componentes. Os termos ρ_F e V_F representam, respectivamente, a massa específica final e o volume total do fluido.

As quantidades dos componentes, geralmente, são fornecidas em termos de concentração. Assim, o volume de um aditivo, para uma concentração específica, pode ser calculado pela Equação 3.2:

$$V_i = \frac{C_i V_F}{\rho_F} \quad (3.2)$$

Neste caso, C_i e V_i referem-se à concentração (g/cm^3) e ao volume (cm^3) do aditivo utilizado na formulação, respectivamente.

Na formulação de fluidos, seja à base de água ou óleo, os volumes de todos os materiais são calculados, exceto a fase contínua e o material adensante, pois esses dois componentes controlam diretamente a massa específica do fluido. O balanço de massa, com a fase contínua (FC) e o material adensante (MA), é representado pela Equação 3.3:

$$\rho_1 V_1 + \rho_2 V_2 + \rho_3 V_3 + \rho_{MA} V_{MA} + \rho_{FC} V_{FC} = \rho_F V_F \quad (3.3)$$

Em que: ρ_{MA} e V_{MA} são a massa específica e o volume do material adensante, enquanto ρ_{FC} e V_{FC} são a massa específica e o volume da fase contínua, respectivamente.

Após determinar as massas específicas e concentrações, o ajuste da densidade do fluido é feito adicionando-se o volume V_{MA} , correspondente ao material adensante, em troca de uma fração do volume da fase contínua V_X , onde $V_{MA} = V_X$. O volume final da fase contínua é dado pela Equação 3.4:

$$V_{FC} = V_F - \sum_{i=1}^n V_i - V_X \quad (3.4)$$

Com n representando o número total de aditivos, excluindo o material adensante.

Por fim, o balanço material final para a formulação do fluido de perfuração é dado por (Equação 3.5):

$$\sum_{i=1}^n \rho_i V_i + \rho_{MA} V_X + \rho_{FC} \left(V_F - \sum_{i=1}^n V_i - V_X \right) = \rho_F V_F \quad (3.5)$$

3.1.5.2 Adensamento de fluidos de perfuração

Após entender o balanço de materiais em fluidos de perfuração, é possível agora explorar o processo de adensamento de fluidos base água, que se refere ao aumento da densidade, com ou sem alteração do volume (AMOCO, 1994).

Para o caso do adensamento sem o aumento de volume, dado um fluido com massa específica e volume determinados, esse procedimento consiste em adicionar material densificante ao fluido de perfuração existente, sem alterar o volume total. Para isso, é necessário descartar um volume de fluido de perfuração equivalente ao volume do material densificante adicionado. O balanço de materiais é representado pela seguinte equação (Equação 3.6):

$$\rho_{FP}^i V_{FP}^i + \rho_{MA} V_{MA} = \rho_{FP}^f V_{FP}^f \rightarrow \boxed{\rho_{FP}^i (V_{FP}^i - V_X) + \rho_{MA} V_X = \rho_{FP}^f V_{FP}} \quad (3.6)$$

Nesta equação, ρ_{FP}^i e V_{FP}^i são a massa específica e o volume do fluido de perfuração antes do adensamento, ρ_{FP}^f e V_{FP}^f são a massa específica e o volume do fluido de perfuração após o adensamento.

Como o volume de fluido não aumenta, logo $V_{FP}^i = V_{FP}^f = V_{FP}$ e o volume do material densificante a ser adicionado, que corresponde ao volume de fluido de perfuração a ser descartado, é representado por V_X .

Para o caso do adensamento com o aumento de volume, o objetivo é aumentar a densidade do fluido de perfuração, independentemente do volume final. O balanço de materiais segue a Equação 3.7:

$$\rho_{FP}^i V_{FP}^i + \rho_{MA} V_{MA} = \rho_{FP}^f V_{FP}^f \rightarrow \boxed{\rho_{FP}^i V_{FP}^i + \rho_{MA} V_X = \rho_{FP}^f (V_{FP} + V_X)} \quad (3.7)$$

A diferença entre os dois métodos é que, no caso sem aumento de volume, a quantidade de material densificante necessária é menor. A escolha entre um método e outro depende dos custos e da disponibilidade de materiais, sendo o primeiro geralmente preferido. Esse efeito é mais significativo quanto maior for a diferença entre as densidades do material densificante e do fluido de perfuração, pois um menor volume precisa ser adicionado (AMOCO, 1994).

3.1.5.3 Diluição de fluidos de perfuração

Por outro lado, o processo de diluição visa reduzir a densidade dos fluidos de perfuração, também podendo ocorrer com ou sem aumento de volume (AMOCO, 1994).

Neste cenário, a diluição do fluido de perfuração é realizada pela adição de água sem alterar o volume total. Isso requer o descarte de um volume de fluido de perfuração equivalente ao volume de água adicionada. O balanço de materiais é expresso pela Equação 3.8:

$$\rho_{FP}^i V_{FP}^i + \rho_A V_A = \rho_{FP}^f V_{FP}^f \rightarrow \boxed{\rho_{FP}^i (V_{FP}^i - V_X) + \rho_A V_X = \rho_{FP}^f V_{FP}^f} \quad (3.8)$$

Neste caso, V_X representa o volume de água a ser adicionado ao fluido, que é o mesmo volume que deve ser purgado do fluido de perfuração. E, ρ_A e V_A são a massa específica e volume da água, respectivamente.

Já no caso da diluição com aumento de volume, o balanço material segue a Equação 3.9:

$$\rho_{FP}^i V_{FP}^i + \rho_A V_A = \rho_{FP}^f V_{FP}^f \rightarrow \boxed{\rho_{FP}^i V_{FP}^i + \rho_A V_X = \rho_{FP}^f (V_{FP} + V_X)} \quad (3.9)$$

3.1.6 Propriedades de fluidos de perfuração

3.1.6.1 Densidade

A densidade dos fluidos de perfuração pode ser definida como uma medida de massa por unidade de volume, sendo reportada em campo nas unidades g/cm^3 (grama por centímetro cúbico) ou lb/gal (libra por galão). A densidade, como visto no tópico anterior, é uma propriedade ajustável que está diretamente relacionada ao controle das pressões hidrostáticas do poço, à remoção dos cascalhos para a superfície e ao suporte das tubulações durante a etapa de cimentação, entre outras funções (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017).

Os fluidos podem ter alta ou baixa densidade, sendo devidamente ajustadas de acordo com as pressões avaliadas no poço (CHEN *et al.*, 2023; LIU, 2021). Ainda, esses valores podem se alterar durante a perfuração, devido a variações de pressão e temperatura ao longo da profundidade vertical do poço. É importante ressaltar que, embora a temperatura diminua e a pressão aumente a densidade do fluido, esses efeitos não se cancelam (ALIZADEH *et al.*, 2021). As interações de pressão e temperatura ocorre de forma complexa e devem sempre ser

estudadas. De fato, diversos estudos têm sido realizados, não só para avaliar o efeito em altas pressões e altas temperaturas em fluidos de perfuração convencionais e complexos, mas também para prever essas alterações de forma a remediá-las previamente à perfuração (AL-RUBAII *et al.*, 2023; PENG *et al.*, 2016).

3.1.6.2 Reologia

A reologia é o estudo do comportamento de deformação e escoamento da matéria, permitindo a caracterização de fluidos, incluindo os fluidos de perfuração (API, 2003). A reologia aborda de forma ampla a resposta dos materiais, quando submetidos a diferentes condições de esforço, levando em consideração não apenas a viscosidade, mas também parâmetros como elasticidade e plasticidade (REINER, 1958).

A análise reológica de fluidos de perfuração envolve a medição da viscosidade sob diferentes taxas de cisalhamento, permitindo prever como o fluido se comportará em diversas profundidades e pressões. A reologia constante de fluidos auxilia a manter o controle do poço e garantir a retirada de cascalho durante a perfuração (AMOCO, 1994).

A taxa de cisalhamento refere-se à velocidade com que um fluido se deforma, estando diretamente relacionada à velocidade do fluxo cisalhante e expressa em s^{-1} . Durante o fluxo cisalhante, o movimento de camadas paralelas provoca a geração de uma tensão de cisalhamento, que resulta do atrito entre essas camadas. Essa tensão é, geralmente, expressa em unidades de força por área, comumente em Pascal (Pa). O atrito entre as camadas é um fator determinante para a viscosidade do fluido, que é definida como a resistência ao escoamento. A viscosidade é expressa pela relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de cisalhamento, sendo medida em Pascal-segundo (Pa. s) ou em centipoise (cP) (KULKARNI *et al.*, 2016; SÃO, PEREIRA e MACIEL, 2023).

3.1.6.3 Forças géis

A força gel de uma suspensão coloidal refere-se à capacidade desse fluido de formar estruturas em gel em estado de repouso, conferindo-lhe resistência ao cisalhamento. Essa característica é, particularmente, relevante em fluidos de perfuração, uma vez que a força gel está diretamente relacionada à eficácia do fluido em transportar cascalho e manter sólidos em suspensão, tanto durante a perfuração, quanto em períodos de inatividade (HOSSAIN e AL-MAJED, 2015).

As interações entre as partículas sólidas presentes no fluido de perfuração são o principal mecanismo que possibilita o desenvolvimento das forças géis, geralmente associadas a polissacarídeos e argilas em suspensão. A força gel é avaliada em duas etapas: a primeira medida, chamada de gel inicial (G_0), corresponde à tensão de cisalhamento necessária para iniciar o movimento após um repouso de 10 segundos, enquanto a segunda medida, denominada gel final (G_f), é realizada após um repouso de 10 minutos. Os valores de força gel são comumente reportados em libra força por 100 pés quadrados (lbf/100 ft²) (AMOCO, 1994; API, 2019; FATEHA *et al.*, 2021).

Fluidos de perfuração de alto desempenho demandam que as forças géis apresentem valores o mais constantes possível. Teoricamente, um fluido ideal deve ter um valor estável de força gel que seja suficiente para suspender o cascalho gerado. No entanto, é fundamental que a força gel não aumente ao longo do tempo, uma vez que tal elevação resulta em pressões elevadas para a retomada do fluxo, o que pode incrementar os custos operacionais e a complexidade das operações (BERTASA *et al.*, 2020; CAENN, DARLEY e GRAY, 2017).

3.1.7 Reologia em baixa pressão e baixa temperatura de fluidos de perfuração

A avaliação reológica de fluidos de perfuração em condições de baixa pressão e baixa temperatura (LPLT) é um procedimento inicial que permite compreender o comportamento desses fluidos. As condições LPLT referem-se, geralmente, a temperatura e pressão ambiente (25 °C e 1 atm). A análise da reologia é realizada utilizando viscosímetros, sendo o monitoramento periódico necessário, dado que a composição dos fluidos de perfuração em campo varia constantemente, devido à incorporação de água, sais, argilas e fragmentos de rochas (cascalho), bem como pela perda de material por filtração nas formações rochosas e formação de torta de filtro ao longo da profundidade do poço.

Essas mudanças podem alterar drasticamente as propriedades reológicas dos fluidos, o que pode gerar problemas como aumento da carga nas bombas, aprisionamento de tubulações, deterioração da qualidade do cascalho e do reboco, além de redução da taxa de penetração da broca. Por essa razão, diversos modelos matemáticos e computacionais têm sido desenvolvidos para prever o comportamento reológico dos fluidos em diferentes condições de temperatura e pressão (ABDELGAWAD *et al.*, 2019; ELKATATNY, 2017; ELKATATNY, TARIQ e MAHMOUD, 2016).

Entre as propriedades reológicas avaliadas nos fluidos de perfuração, destacam-se as forças géis, a viscosidade aparente (VA), a viscosidade plástica (VP) e o limite de escoamento

(LE). A VA é definida como a viscosidade efetiva do fluido sob uma tensão aplicada (HUANG *et al.*, 2020), enquanto a VP corresponde à resistência do fluido ao escoamento causada pela interação entre partículas líquidas e sólidas suspensas (DAVOODI *et al.*, 2018). A VA descreve o comportamento global do fluido em condições dinâmicas, enquanto a VP reflete a viscosidade na porção linear do comportamento do fluido, sendo influenciada pela fricção entre partículas.

Conforme Beck, Powell e Zamora (1995) e Paiaman *et al.* (2009), o aumento da VP reduz a taxa de penetração da broca, sendo que a VP tende a crescer com a redução do tamanho das partículas e o aumento da concentração de sólidos (RAMSEY, 2019; SINGH *et al.*, 2021). Consequentemente, valores elevados de VP resultam em maiores custos operacionais, devido à necessidade de maior energia para bombear o fluido no poço.

O LE é a tensão mínima necessária para superar as forças de interação entre as partículas do fluido e iniciar seu movimento. O aumento na concentração de sólidos tende a elevar o LE, similar ao comportamento observado com a VP (SAUKI *et al.*, 2020).

Okrajni e Azar (1986) analisaram o transporte de cascalho em poços direcionais e identificaram a concentração de cascalho no anular como um parâmetro crítico. Eles classificaram o transporte em três regiões: Região 1 (0° a 45°), Região 2 (45° a 55°) e Região 3 (55° a 90°). Em regime turbulento, as propriedades reológicas do fluido, como LE e a razão LE/VP, têm pouca influência no transporte. Em regime laminar, um LE elevado reduz a concentração de cascalho, especialmente em poços de baixa inclinação (Região 1), enquanto em poços de alta inclinação (Região 3), o efeito é menos relevante. Além disso, razões LE/VP maiores diminuem a concentração de cascalho, com maior impacto em velocidades mais baixas. O transporte é mais difícil em inclinações de 40°-45°, principalmente com baixas taxas de fluxo. Por fim, a rotação do tubo de perfuração melhora a remoção de cascalho, especialmente em poços de alta inclinação.

As propriedades VA, VP e LE são obtidas por meio de leituras em viscosímetros em diferentes taxas de cisalhamento, conforme apresentado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Relação das propriedades reológicas obtidas através das leituras realizadas em viscosímetro Fann modelo 35A

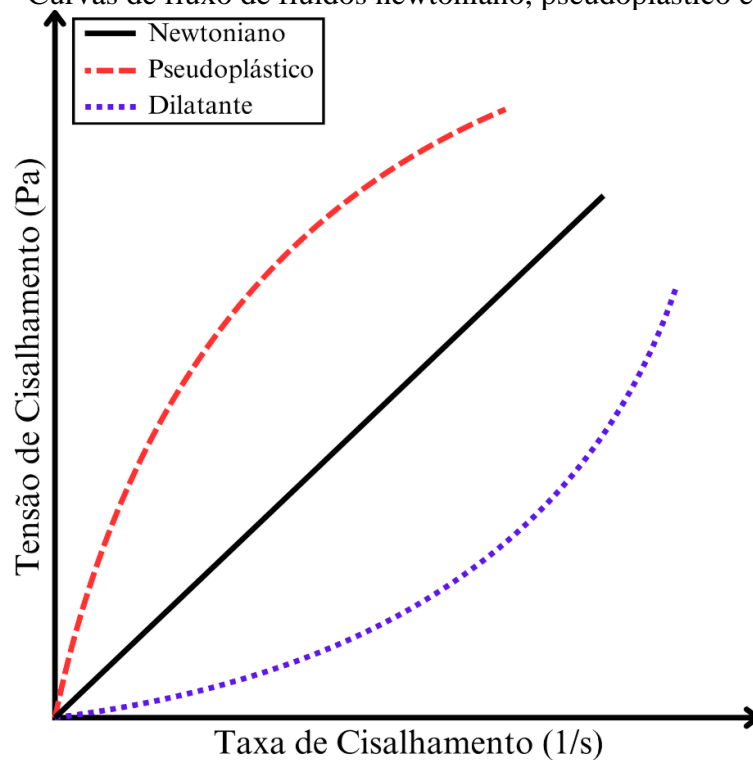
Propriedade	Descrição	Unidades API	Unidades SI
Viscosidade aparente (VA)	$L_{600}/2$	cP	1 cP = 1 mPa.s
Viscosidade plástica (VP)	$L_{600} - L_{300}$	cP	
Gel inicial (G_0)	L_3 depois 10 s	Lbf/100 ft ²	1 Lbf/100 ft ² = 0,48 Pa
Gel final (Gf)	L_3 depois 10 min	Lbf/100 ft ²	
Limite de escoamento (LE)	$L_{300} - PV$	Lbf/100 ft ²	

Outras conversões de unidade: 1 dial = 0.511 Pa = 1.065 lbf/100 ft² e 1 rpm = 1.7023 s⁻¹

Fonte: API (2019) adaptado

As curvas de fluxo, que representam o comportamento geral de um fluido, são traçadas com base nas tensões de cisalhamento observadas em função das taxas de cisalhamento aplicadas, permitindo a classificação dos fluidos de perfuração como newtonianos ou não-newtonianos, como ilustrado na Figura 3.6.

Figura 3.6 – Curvas de fluxo de fluidos newtoniano, pseudoplástico e dilatante



3.1.7.1 Fluidos newtonianos

Fluidos newtonianos são aqueles cujo comportamento reológico não depende da taxa de cisalhamento aplicada, ou seja, a VA permanece constante independentemente do cisalhamento. Como mostrado na Figura 3.6, a curva de fluxo de um fluido newtoniano é linear, passando pela origem (0,0), quando a taxa de cisalhamento é nula (BRAUN e ROSEN, 1999).

3.1.7.2 Fluidos não-newtonianos

Os fluidos não-newtonianos, por outro lado, apresentam comportamento reológico dependente da taxa de cisalhamento, com variações nas tensões e na VA conforme a aplicação de diferentes taxas de cisalhamento. Esses fluidos podem ser classificados em duas categorias principais: pseudoplásticos e dilatantes (BRAUN e ROSEN, 1999).

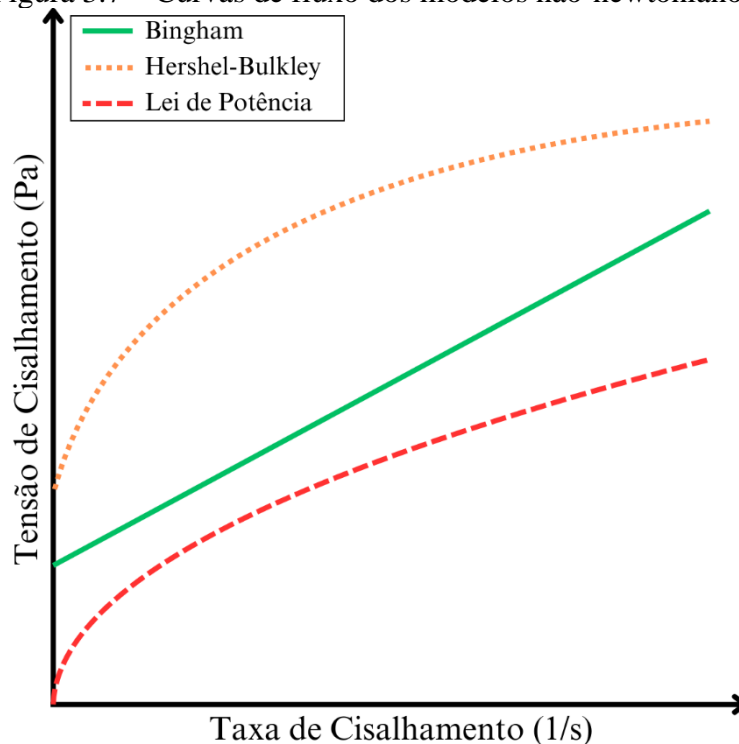
Fluidos pseudoplásticos exibem uma redução na VA à medida que a taxa de cisalhamento aumenta, geralmente devido à quebra de estruturas microscópicas sob maior cisalhamento. Em alguns casos, pode ser necessário um estresse inicial para que o fluido inicie o movimento (MANDAL, PANDA e NAYAK, 2023).

Fluidos dilatantes apresentam o comportamento oposto, com um aumento na VA à medida que a taxa de cisalhamento aumenta. Esse comportamento é reversível, ou seja, a viscosidade retorna ao valor original após a retirada do cisalhamento. Esse fluido é dito ter um comportamento sólido sob altas taxas de estresse (DRUETTA, RAFFA e PICCHIONI, 2019; JI *et al.*, 2023).

3.1.7.3 Modelos para fluidos não-newtonianos

Ao longo dos anos, diversos modelos têm sido empregados para descrever o comportamento reológico de fluidos de perfuração. Entre os mais citados na literatura, e que melhor representam a maioria desses fluidos, estão os modelos de Bingham (BINGHAM, 1922), Lei de Potência (METZNER, 1956) e Herschel-Bulkley (HERSCHEL e BULKLEY, 1926) (Figura 3.7).

Figura 3.7 – Curvas de fluxo dos modelos não-newtonianos



Os fluidos de Bingham se diferenciam do modelo Newtoniano pela presença de uma tensão mínima necessária para que o fluido comece a se movimentar, conhecida como LE. Além disso, esse modelo é caracterizado pela VP, que representa a resistência ao fluxo após o movimento ter sido iniciado (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017). A Equação 3.9 apresenta a equação do modelo de Bingham:

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \gamma \quad (3.9)$$

Em que: τ é a tensão de cisalhamento, τ_0 é o LE, μ_p corresponde à VP do fluido e γ é a taxa de cisalhamento. Essa equação permite concluir que o modelo de Bingham caracteriza um fluido com comportamento Newtoniano após o início do movimento. Nesse contexto, a VA do fluido torna-se dependente do estresse aplicado, apresentando uma diminuição à medida que esse estresse aumenta (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017).

Os fluidos de perfuração podem apresentar variações na tensão em função do aumento do estresse. Para aqueles fluidos que não possuem LE, utiliza-se o modelo de Lei de Potência. Esse modelo é, também, denominado pseudoplástico, pois, em altas taxas de cisalhamento, apresenta comportamento Newtoniano (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017). A Equação 3.10 descreve os fluidos pseudoplásticos:

$$\tau = k\gamma^n \quad (3.10)$$

Em que: τ é a tensão de cisalhamento, k corresponde ao índice de consistência do fluido, γ é a taxa de cisalhamento e n é o índice de comportamento do fluido. Este último termo classifica o fluido em três regimes: pseudoplástico, quando $n < 1$; newtoniano, quando $n = 1$; ou dilatante, quando $n > 1$.

O modelo de Herschel-Bulkley é utilizado para oferecer mais flexibilidade que os modelos de Lei de Potência e Bingham. A sua principal vantagem sobre os modelos anteriores é a capacidade de representar o LE, algo ausente no modelo de Lei de Potência. Após o LE, o modelo de Herschel-Bulkley descreve o comportamento do fluido de maneira não-linear, o que o torna mais preciso que o modelo de Bingham (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017; HUANG e GARCÍA, 1998; MOHEBBI e SELIER, 2022).

A equação do modelo de Herschel-Bulkley é (Equação 3.11):

$$\tau = \tau_0 + k\gamma^n \quad (3.11)$$

Em que: τ é a tensão de cisalhamento, τ_0 é o LE, k corresponde ao índice de consistência do fluido, γ é a taxa de cisalhamento e n é o índice de comportamento do fluido.

3.1.8 Filtração em baixa pressão e baixa temperatura de fluidos de perfuração

O ensaio de filtração em condições de baixa pressão e baixa temperatura (LPLT) para fluidos de perfuração tem como finalidade avaliar a capacidade de selagem do fluido por meio da formação de uma torta de filtro, visando impedir a infiltração do fluido na formação rochosa. Esse fenômeno de infiltração ocorre quando a pressão no poço ultrapassa a pressão da formação. O ensaio é realizado em um filtro prensa de forma estática, onde o fluido de perfuração é submetido a uma pressão de 100 psi (API, 2009).

A infiltração de fluido para a formação é influenciada pela permeabilidade e pela porosidade da rocha, bem como pela qualidade da torta de filtro produzida no poço. Os parâmetros de filtração são importantes para avaliar a eficiência do fluido de perfuração em produzir um reboco eficiente, garantindo a estabilidade do poço ao evitar problemas associados à penetração do fluido na formação rochosa. O fluido que permeia a rocha, conhecido como filtrado, pode interagir fisicamente ou quimicamente com os minerais ou argilas presentes, ocasionando inchamentos, fissuras ou até eventuais colapsos no poço.

A eficiência do reboco gerado pelo fluido de perfuração é determinada em laboratório por meio da análise dos parâmetros de filtração. Para garantir a formação de uma torta de filtro de baixa permeabilidade, fina e flexível, adicionam-se aditivos redutores de filtrado à composição dos fluidos. Esses aditivos devem possuir partículas de tamanho compatível com os poros da rocha, além de estar presentes em quantidades suficientes para bloquear esses poros (BA GERI *et al.*, 2017; FARIAS *et al.*, 2006). Adicionalmente, é desejável que o fluido contenha um agente ligante, geralmente um polímero, que, em combinação com as partículas sólidas, forme um selo eficaz na formação rochosa.

Os principais parâmetros de filtração avaliados incluem a espessura do reboco (ε), o volume de filtrado (V_f), o jato inicial (do inglês, *spurt loss*) (SL), a taxa de filtração estática (TF_E) e a permeabilidade do reboco (k) (ALSABAGH *et al.*, 2015; API, 2009; BAGERI *et al.*, 2013; TORNO e TORAÑO, 2023). A espessura do reboco corresponde à medida média da camada de torta de filtro formada sobre um papel de filtro ou outro meio poroso utilizado para simular as condições da formação rochosa. O $V_{f,30 \text{ min}}$, representa o volume coletado durante um período de filtração de 30 min, enquanto o SL (Equação 3.12) representa o volume de fluido expelido no início do processo de filtração, sendo relevante por indicar o fluido que, inicialmente, penetra na formação antes da consolidação do reboco. A TF_E (Equação 3.13) é a velocidade de passagem do fluido pelo meio filtrante, e a permeabilidade (Equação 3.14) é determinada pela aplicação da lei de Darcy, avaliando a facilidade de escoamento do fluido através do reboco (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017).

$$SL = V_{7.5 \text{ min}} - (V_{f,30 \text{ min}} - V_{7.5 \text{ min}}) \quad (3.12)$$

$$TF_E = \frac{(V_{30 \text{ min}} - V_{7.5 \text{ min}})}{2.739} \quad (3.13)$$

$$k = V_f \cdot \mu \cdot \varepsilon \cdot (8,95 \times 10^{-5}) \quad (3.14)$$

Em que: $V_{7.5 \text{ min}}$ e $V_{30 \text{ min}}$ são os volumes de filtrado após 7,5 minutos e 30 minutos, respectivamente, expressos em mililitros (mL). Na Equação 3.14, o termo V_f corresponde ao $V_{f,30 \text{ min}}$, expresso em centímetros cúbicos (cm³), ε refere-se à espessura da torta de filtro, expressa em milímetros (mm) e μ denota a viscosidade da fase líquida do fluido de perfuração, expressa em centipoises (cP).

É importante observar que, os cálculos são aplicáveis para uma área de filtração padrão de 45,2 cm² (API, 2019). Caso seja utilizada uma prensa ou papel de filtro com uma área de

filtração diferente, é necessário calcular um fator de correção a ser aplicado aos resultados para garantir a equivalência das medições.

Embora o ensaio de filtração estática seja fundamental para a caracterização dos fluidos de perfuração, os resultados obtidos devem ser interpretados com cautela. Isso se deve ao fato de que a torta de filtro formada nesses ensaios não é submetida à erosão, como ocorre durante a operação de perfuração real. Consequentemente, os valores de taxa de filtração e espessura do reboco representam apenas uma aproximação das condições observadas no poço. Em contraste, a permeabilidade do reboco é um parâmetro mais confiável para descrever o comportamento da filtração, tanto estática quanto dinâmica, podendo ser calculada a partir dos dados obtidos no ensaio estático (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017).

3.1.9 Envelhecimento térmico dinâmico de fluidos de perfuração

O envelhecimento térmico dinâmico de fluidos de perfuração segue um procedimento padrão, que submete o fluido a diferentes temperaturas sob agitação constante. O fluido é colocado em cápsulas seladas e mantido em rotação por 16 horas em um forno que atinge temperaturas de até 175 °C (API, 2009). Em algumas metodologias, também se aplica pressão interna com o uso de células específicas (APOSTOLIDOU, SARRIS e GEORGAKOPOULOS, 2022). Os objetivos do envelhecimento térmico variam conforme o fluido e as condições operacionais. Segundo a API (2009), o principal objetivo é expor o fluido a condições de cisalhamento constante por tempo suficiente para permitir a completa hidratação dos componentes, a ocorrência de reações químicas e o desenvolvimento de suas propriedades reológicas e de filtração. A performance do fluido envelhecido é avaliada comparando-se suas propriedades antes e depois do envelhecimento, podendo-se modificar as condições do regime para uma análise mais detalhada.

Os regimes de envelhecimento, conforme API (2009), são classificados pela temperatura como: ambiente (25 °C), moderado (25 – 65 °C) e elevado (acima de 65 °C). O envelhecimento em temperatura ambiente visa principalmente a homogeneização do fluido e o desenvolvimento completo das reações internas. Já os regimes de temperaturas moderadas e elevadas têm como foco a avaliação da degradação do fluido e os efeitos da temperatura nas interações entre as partículas, incluindo a aceleração de reações químicas e a variação da eficácia dos aditivos.

Em um estudo realizado por Apostolidou, Sarris e Georgakopoulos (2022), avaliou-se o uso de carvões de baixo teor, como leonardita e lignito, como aditivos ambientalmente

amigáveis para fluidos de perfuração à base de água, em condições de HPHT. O envelhecimento térmico dinâmico foi realizado em fluidos pressurizados com 1 psi, 12 psi, 25 psi e 150 psi, e submetidos a temperaturas de 25 °C, 50 °C, 100 °C e 177 °C, respectivamente, com o objetivo de evitar a evaporação dos componentes. Os resultados mostraram que esses aditivos melhoraram as propriedades reológicas dos fluidos, como o LE e a VP, especialmente após o envelhecimento. O modelo reológico de Herschel-Bulkley foi mais adequado que o modelo Bingham para descrever o comportamento dos fluidos em diferentes taxas de cisalhamento. No entanto, a eficácia dos aditivos diminuiu em temperaturas superiores a 177 °C, com o controle de perda de fluido começando a decair, embora ainda eficaz até 100 °C. O estudo destaca que, a liberação de ácidos húmicos e fúlvicos dos carvões foi um fator importante para o aumento da espessura e das propriedades de cisalhamento dos fluidos em temperaturas elevadas.

A degradação de polímeros em fluidos de perfuração sob condições de alta temperatura reduz sua eficácia (CHRISSAFIS e BIKIARIS, 2011), o que exige o uso de estabilizantes térmicos (HAMAD *et al.*, 2020; MISBAH *et al.*, 2023; ZHANG *et al.*, 2023). O estudo conduzido por Huang *et al.* (2019) explorou o uso de nanopartículas de laponita para melhorar a estabilidade térmica de um fluido de perfuração à base de terpolímero AAD. Testes de envelhecimento térmico foram realizados a 150 °C, 180 °C e 210 °C, revelando que a laponita melhorou significativamente a temperatura inicial de decomposição e manteve maior viscosidade em temperaturas elevadas, especialmente abaixo de 180 °C. Os fluidos de perfuração com laponita apresentaram melhores propriedades reológicas e retenção de viscosidade após o envelhecimento térmico em comparação com aqueles sem laponita, devido às fortes interações eletrostáticas e de ligações de hidrogênio entre a laponita e o terpolímero. Embora a laponita tenha melhorado o desempenho do fluido em condições extremas, sua eficácia diminuiu em temperaturas acima de 180 °C.

3.1.10 Comportamento de fluidos de perfuração em altas pressões e altas temperaturas

Fluidos de perfuração podem operar em condições de alta pressão (até 275 MPa) e alta temperatura (até 315 °C) (API, 2013; HERZHAFT *et al.*, 2001). Enquanto a análise de envelhecimento térmico foca nos efeitos da temperatura sobre as propriedades dos componentes do fluido, a avaliação em condições de altas pressões e altas temperaturas permite examinar a reologia e a filtração do fluido em condições extremas. No entanto, a avaliação de fluidos em alta pressão é, particularmente, desafiadora devido às limitações físicas dos equipamentos de análise e às exigências de segurança operacional. Os viscosímetros HPHT, por exemplo, são

capazes de operar em temperaturas de até 315 °C e pressões de até 275 MPa (BLAND *et al.*, 2006).

De acordo com a API (2013), um poço de petróleo é classificado como HPHT quando apresenta pressões superiores a 103 MPa e temperaturas acima de 177 °C. Por sua vez, a Schlumberger define poços HPHT como aqueles cujas pressões e temperaturas variam entre 69 MPa e 138 MPa e entre 150 °C e 205 °C, respectivamente (SMITHSON, 2016). Valores de pressão e temperatura que excedem esses limites são classificados como Ultra-HPHT ou HPHT-hc, sendo raros os poços que atingem tais condições extremas. Por outro lado, a API (2009) e a API (2012) determinam procedimentos de reologia e filtração em cenários altas pressões e altas temperaturas considerando regimes de pressão e temperatura abaixo dos limites anteriormente mencionados.

Condições de altas pressões e altas temperaturas apresentam desafios para os fluidos de perfuração, causando degradação de polímeros e instabilidade dos fluidos. O estudo conduzido por Da Câmara *et al.* (2021) avaliou o uso de polímeros vinílicos e bentonita em fluidos de perfuração à base de água para melhorar o desempenho nessas condições. Diferentes tipos de polímeros exibiram efeitos distintos, com o polivinilpirrolidona de alta massa molar (HMM PVP) promovendo a floculação e o PVP de baixa massa molar (LMM PVP) melhorando a dispersão da argila. As formulações com LMM PVP demonstraram superior estabilidade térmica e menores volumes de filtrado, mantendo propriedades reológicas estáveis em diferentes temperaturas. Testes piloto com barita melhoraram ainda mais o controle de filtração, tornando o desempenho do fluido comparável ao de fluidos HPHT sintéticos.

3.1.10.1 Reologia em altas pressões e altas temperaturas

A reologia de fluidos sob condições de altas pressões e altas temperaturas envolve o uso de viscosímetros capazes de simular as altas pressões e temperaturas encontradas em poços, como mencionado anteriormente. A expansão e a compressão do fluido nessas condições dependem da sua densidade, do conteúdo de sólidos presentes e das interações entre os componentes e aditivos utilizados, o que pode afetar o comportamento reológico do fluido.

3.1.10.2 Filtração em altas pressões e altas temperaturas

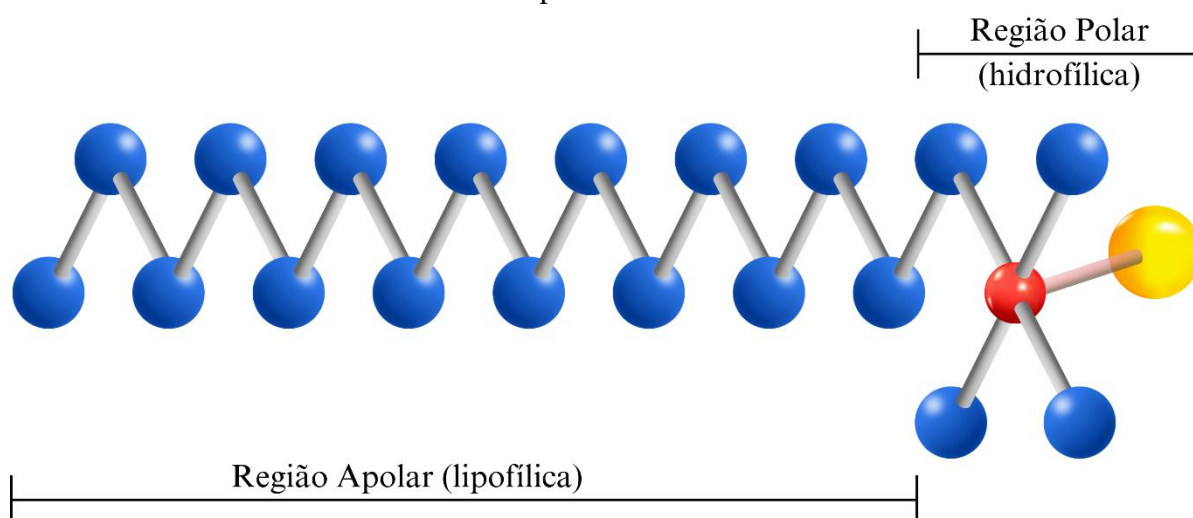
Semelhante à reologia em altas pressões e altas temperaturas, o teste de filtração em altas pressões e altas temperaturas utiliza um filtro prensa aquecido e pressurizado, que simula

as condições de perfuração em poços profundos. Esse ensaio avalia a quantidade de fluido que se filtra através de uma camada de reboco sob condições de pressão e temperatura elevadas, proporcionando informações sobre a formação de reboco e a estabilidade do fluido. A filtragem em altas pressões e altas temperaturas é fundamental para prever o desempenho do fluido no controle de perda de filtrado e na estabilidade do poço em situações críticas.

3.2 TENSOATIVOS

Os tensoativos são moléculas anfifílicas, ou seja, possuem uma estrutura composta por uma região apolar e uma região polar (Figura 3.8). A porção apolar, geralmente constituída por uma cadeia carbônica que pode ser linear, ramificada ou conter estruturas cíclicas, não apresenta concentração de carga eletrostática. Em contraste, a porção polar do tensoativo é caracterizada pela presença de cargas elétricas, que podem ser positivas ou negativas. A combinação dessas duas regiões distintas em uma única molécula permite aos tensoativos reduzir a tensão interfacial entre fases orgânicas e aquosas em solução, devido à sua capacidade de interagir com ambos os ambientes, promovendo maior solubilidade nas duas regiões (DALTIM, 2011). Devido à essas características, tensoativos têm sido utilizados em diversas áreas da indústria (BURILOVA *et al.*, 2018; ELAZZAZY, ABDELMONEIM e ALMAGHRABI, 2015; EL-SHESHTAWY *et al.*, 2016; MAHAMALLIK e PAL, 2017; MNIF e GHRIBI, 2016; VECINO *et al.*, 2017; ZAKHAROVA *et al.*, 2019).

Figura 3.8 – Molécula do tensoativo brometo de cetiltrimetilamônio (CTAB) e suas regiões de polaridade



A natureza das ligações químicas depende da eletronegatividade dos átomos envolvidos. Quando átomos com eletronegatividades iguais se unem, a ligação é apolar ou covalente, com os elétrons sendo distribuídos de forma uniforme. No caso de átomos com eletronegatividades diferentes, ocorre uma ligação polar, na qual os elétrons são atraídos para o átomo mais eletronegativo, criando polos de cargas opostas na molécula. Esse fenômeno explica por que moléculas apolares e polares não se misturam: moléculas apolares interagem entre si por forças fracas, como as de Van de Waals e dipolos induzidos, enquanto as polares formam interações eletrostáticas fortes, que não podem ser substituídas pelas interações apolares (DALTIM, 2011).

Quando substâncias polares e apolares são misturadas, ocorre uma separação gradual, já que as moléculas polares retomam suas interações fortes entre si, expulsando as apolares do meio. No interior de um líquido polar, a atração entre as moléculas é equilibrada, pois cada uma é atraída em todas as direções. No entanto, na superfície do líquido, as moléculas são atraídas apenas pelo interior, gerando uma força resultante que busca reduzir a área superficial para estabilizar o sistema. Esse fenômeno dá origem à tensão superficial, uma força que resiste ao aumento da área superficial e atua como uma barreira que mantém as interações entre moléculas polares nas camadas internas do líquido, tornando-o mais estável (DALTIM, 2011). Assim, a combinação de forças moleculares e polaridades influencia diretamente as propriedades físicas de substâncias líquidas e suas interações com outras fases.

3.2.1 Classificações dos tensoativos

Os tensoativos podem ser classificados como catiônicos, aniônicos, não-iônicos e anfóteros. Os tensoativos catiônicos possuem uma cabeça polar com carga positiva, enquanto os aniônicos apresentam uma carga negativa. Os tensoativos não-iônicos não possuem cargas reais, mas apresentam concentrações de cargas originadas de ligações polares nas suas moléculas. Já os tensoativos anfóteros exibem um comportamento variável, atuando como tensoativos aniônicos em soluções básicas e como catiônicos em soluções ácidas, dependendo do pH do meio (DALTIM, 2011).

3.2.1.1 Tensoativos catiônicos

Os tensoativos catiônicos têm sido usados amplamente na indústria de petróleo e, por exemplo, têm demonstrado um potencial significativo para melhorar a recuperação avançada

de petróleo (EOR), especialmente em ambientes desafiadores como os reservatórios de carbonato. Em um estudo conduzido por Pashapouryeganeh *et al.* (2021), brometo de dodeciltrietilamônio (C12TEAB) e brometo de hexadeciltrietilamônio (C16TEAB) foram sintetizados e avaliados quanto à sua eficácia na redução da tensão interfacial (IFT) e alteração da molhabilidade. Essas propriedades são essenciais para a EOR, uma vez que a redução dos valores de IFT e a melhoria da molhabilidade de condições oleofílicas para hidrofílicas facilitam maiores taxas de extração de petróleo. Ambos os tensoativos apresentaram reduções significativas na IFT, especialmente na presença de água de formação, alcançando 0,023 mN/m para o C12TEAB e 0,0126 mN/m para o C16TEAB, indicando excelente adequação para uso em reservatórios de carbonato. O estudo também revelou que variações de temperatura afetam a IFT, com desempenho ideal observado em torno de 55 °C.

Um outro estudo, conduzido por Massarweh e Abushaikh (2023), explorou os efeitos sinérgicos do tensoativo brometo de hexadeciltrimetilamônio (CTAB) e água do mar modificada (*smart SW*) em rochas carbonáticas de baixa permeabilidade. A combinação de CTAB e *smart SW* mostrou aumentar significativamente a recuperação de petróleo, atingindo até 76,71% do petróleo original no local. Esta melhoria foi atribuída tanto à redução da IFT quanto à alteração da molhabilidade da rocha para condições hidrofílicas.

3.2.1.2 Tensoativos aniônicos

O uso de tensoativos aniônicos tem demonstrado grande eficácia na otimização das propriedades de fluidos de perfuração à base de água, especialmente no controle reológico e de filtração. Um estudo conduzido por Yunita, Irawan e Kania (2016) evidenciou que a adição de tensoativos aniônicos e não-iônicos a esses fluidos melhorou suas propriedades sob altas temperaturas. Após envelhecimento dinâmico a 250 °F e 275 °F, observou-se que os tensoativos aumentaram a viscosidade e a resistência térmica do fluido, minimizando a perda de filtrado. Os tensoativos formaram cadeias moleculares longas que resultaram em fluidos mais viscosos, promovendo a formação de tortas de filtração mais compactas e finas. A eficiência do tensoativo aniônico na redução da perda de filtrado foi superior à do tensoativo não-iônico, com uma redução de até 41,3% a 300 °F. Além disso, os tensoativos ajudaram a estabilizar as propriedades reológicas do fluido após o envelhecimento térmico, mostrando seu potencial na melhoria da eficiência do fluido de perfuração em ambientes de alta temperatura, onde a estabilidade térmica e o controle da filtração são essenciais.

3.2.1.3 Tensoativos anfóteros

Os tensoativos anfóteros têm se destacado na indústria de petróleo por sua versatilidade em ambientes com alta concentração de sal e variações de temperatura. De acordo com Yang *et al.* (2024), tensoativos como a betaína são capazes de formar sistemas de gel altamente viscoelásticos, o que os torna adequados para fluidos de fraturamento hidráulico e recuperação avançada de óleo. Esses tensoativos permitem a criação de fluidos multifuncionais, que, após a fraturação, podem ser convertidos em agentes de deslocamento de óleo, otimizando a recuperação. Além disso, o uso de tensoativos anfóteros facilita a emulsificação entre o fluido e o óleo residual, reduzindo a tensão interfacial e aumentando a eficiência do processo de deslocamento de óleo, especialmente em condições de altas temperaturas e concentrações salinas.

Estudos como o de Kuang *et al.* (2021) ressaltam a aplicação dos tensoativos anfóteros na melhoria da miscibilidade entre dióxido de carbono (CO₂) e o petróleo, favorecendo a eficiência da injeção de CO₂ em reservatórios. Tensoativos anfóteros, mostraram alta solubilidade em CO₂ e capacidade de reduzir a tensão interfacial entre o CO₂ e o petróleo, promovendo uma maior miscibilidade entre as fases e melhorando a eficiência de deslocamento do óleo. Além disso, esses tensoativos ajudam a diminuir a viscosidade do petróleo, tornando o processo de recuperação mais eficiente, especialmente em aplicações de captura e armazenamento de carbono.

3.2.1.4 Tensoativos não-iônicos

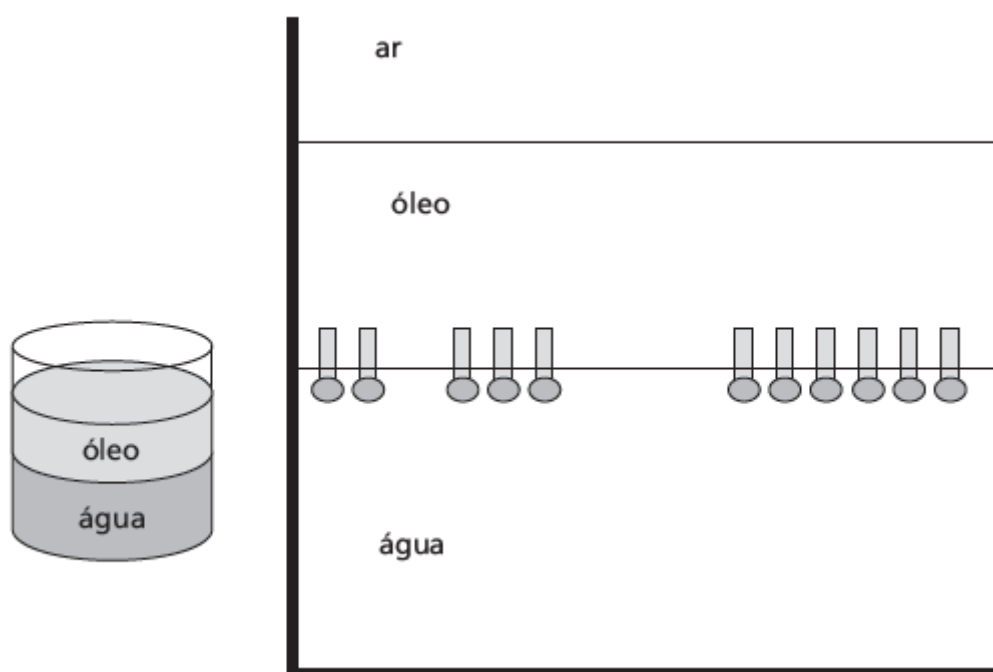
Tensoativos não-iônicos têm ganhado relevância na formulação de fluidos de perfuração devido à sua capacidade de formar microemulsões estáveis e sustentáveis. De Sousa *et al.* (2021) desenvolveram um fluido de perfuração baseado em microemulsão utilizando o tensoativo não-iônico Tween 80, conhecido por ser biodegradável. O fluido, composto por uma fase aquosa de água/glicerol e óleo de pinho, apresentou baixa toxicidade, alta lubricidade e boa estabilidade térmica, sendo classificado como pseudoplástico com comportamento segundo o modelo reológico de Herschel-Bulkley. Além disso, o fluido demonstrou perda de fluido reduzida e baixo teor de sólidos, tornando-o adequado para condições de alta salinidade e permitindo maior concentração de água na formulação. O uso do Tween 80 também contribuiu para a viabilidade econômica do fluido, que utiliza subprodutos de baixo custo, como o glicerol, proporcionando uma solução mais sustentável e reutilizável no processo de perfuração.

Silva *et al.* (2022) investigaram a eficácia de tensoativos não-iônicos em fluidos de perfuração baseados em microemulsão para inibição do inchamento de folhelhos. Os tensoativos Ultranex NP100 e Tween 80 foram utilizados em conjunto com sais de potássio para mitigar a reatividade de formações argilosas com a fase aquosa dos fluidos. A formulação com o tensoativo Ultranex NP100 e sulfato de potássio apresentou a menor variação de inchamento (6,9%), destacando-se como um sistema eficiente para inibir a dispersão de partículas de folhelho. Além disso, os fluidos seguiram o comportamento reológico de Herschel-Bulkley, mantendo viscosidades plásticas e aparentes adequadas para operações de perfuração. Os resultados demonstram que os tensoativos não-iônicos são eficazes em proporcionar estabilidade reológica e controle do inchamento, contribuindo para a estabilidade do poço e a eficiência do processo de perfuração.

3.2.2 Concentração micelar crítica

Quando em meio aquoso ou oleoso, a molécula de tensoativo não apresenta dissolução estável. Se a porção apolar da molécula é maior que a porção polar, o tensoativo permanece solúvel em meio oleoso. De forma similar, quando a porção polar é maior, o tensoativo se dissolve melhor em meio aquoso. Em misturas de água e óleo, os tensoativos se organizam de modo que suas porções polares sejam atraídas pela fase aquosa e suas porções apolares pela fase oleosa, resultando na orientação das moléculas nas interfaces das fases (Figura 3.9).

Figura 3.9 – Representação esquemática da orientação de tensoativos em um recipiente com óleo e água

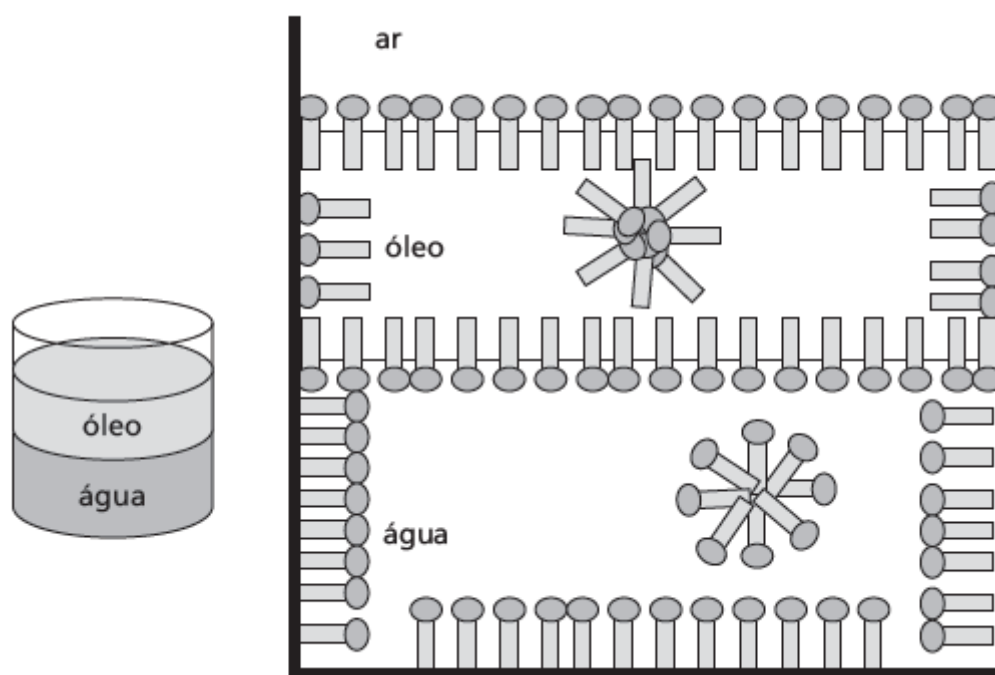


Fonte: Daltin (2011)

Essa organização ocorre porque a parte polar da molécula interage com as moléculas de água, enquanto a porção apolar é repelida pelo meio aquoso. Quando a interface entre as fases água e óleo está totalmente ocupada pelas moléculas de tensoativos, estas começam a migrar para as superfícies do recipiente. Em superfícies polares, os tensoativos reduzem a tensão superficial, separando parcialmente as moléculas presentes, já que estas não interagem fortemente com os tensoativos (DALTIM, 2011).

À medida que mais tensoativos são adicionados, os que permanecem livres em solução começam a se agrupar, pois tendem a ocupar interfaces e superfícies ao invés de se manterem livres na solução. Em meio oleoso, as micelas se formam quando as porções polares das moléculas de tensoativo são repelidas pelo óleo, agrupando-se em estruturas denominadas micelas (Figura 3.10).

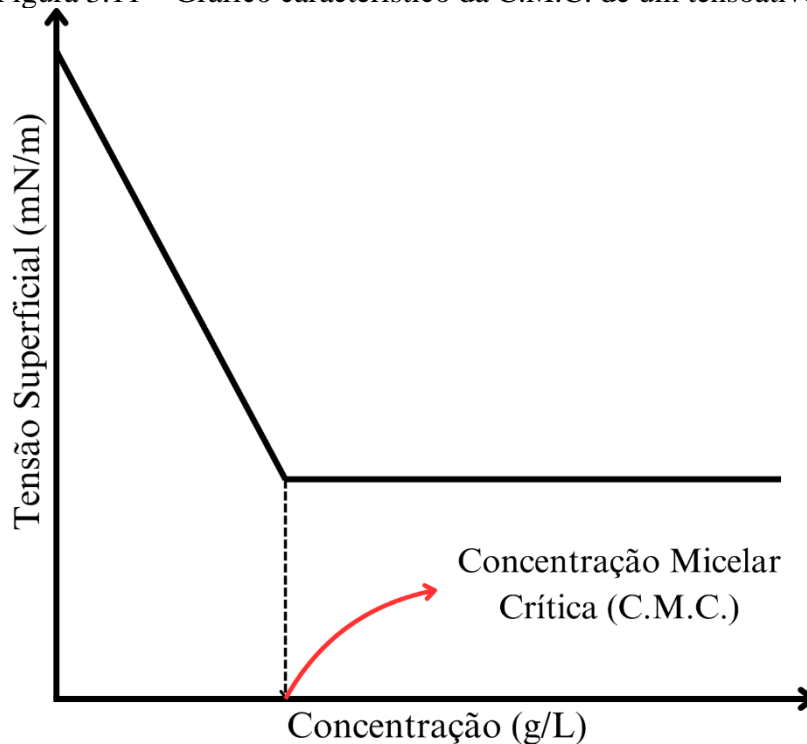
Figura 3.10 – Formação de micelas em um recipiente com água e óleo



Fonte: Daltin (2011)

Cada tipo de tensoativo tem uma concentração mínima, conhecida como concentração micelar crítica (C.M.C.), a partir da qual todas as superfícies estão ocupadas, e as micelas começam a se formar (Figura 3.11). A diminuição da tensão superficial do sistema ocorre até que se atinja a C.M.C., após a qual a formação de micelas se inicia (DALTIM, 2011). A determinação da C.M.C. pode ser feita avaliando mudanças em propriedades físicas da solução, como condutividade elétrica, tensão superficial, viscosidade, pressão osmótica, espalhamento de luz e capacidade de solubilização de solutos (SANTOS *et al.*, 2007).

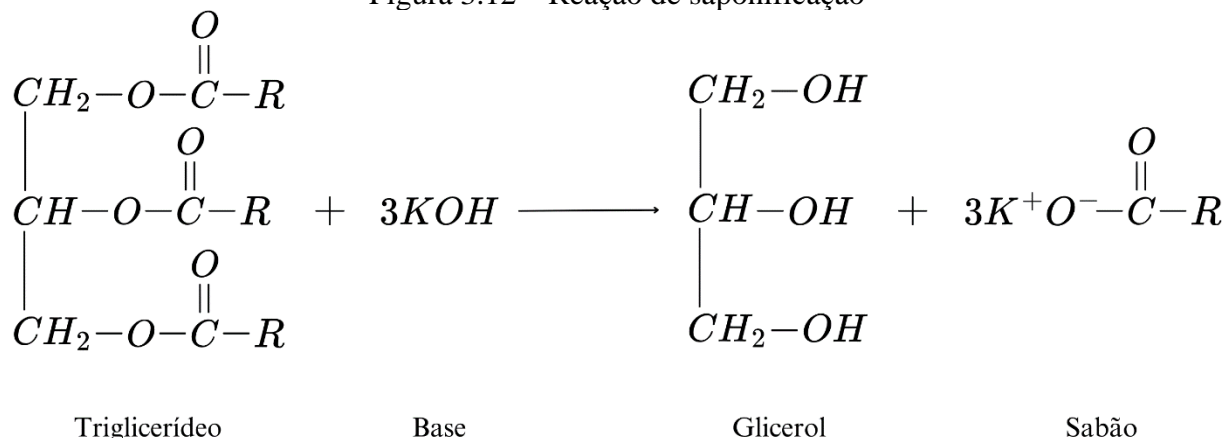
Figura 3.11 – Gráfico característico da C.M.C. de um tensoativo



3.2.3 Saponificação

Sabões são exemplos comuns de substâncias anfifílicas, caracterizadas por sua capacidade de interagir tanto com fases aquosas quanto oleosas. Esses compostos são produzidos por meio da reação de saponificação, um processo químico em que triglicerídeos, presentes em óleos e gorduras, reagem com uma base em meio alcalino sob aquecimento. Nessa reação de hidrólise, que ocorre em uma proporção molar de 1:3 entre a base e os triglicerídeos, formam-se sais de ácidos graxos (sabão) e glicerol como subprodutos (Figura 3.12) (DALTIM, 2011; JAIN, GOSWAMI e PANDEY, 2021). O produto final, o sabão, possui uma estrutura molecular anfifílica, com uma parte hidrofílica e outra hidrofóbica, permitindo sua atuação em processos de emulsificação e limpeza.

Figura 3.12 – Reação de saponificação

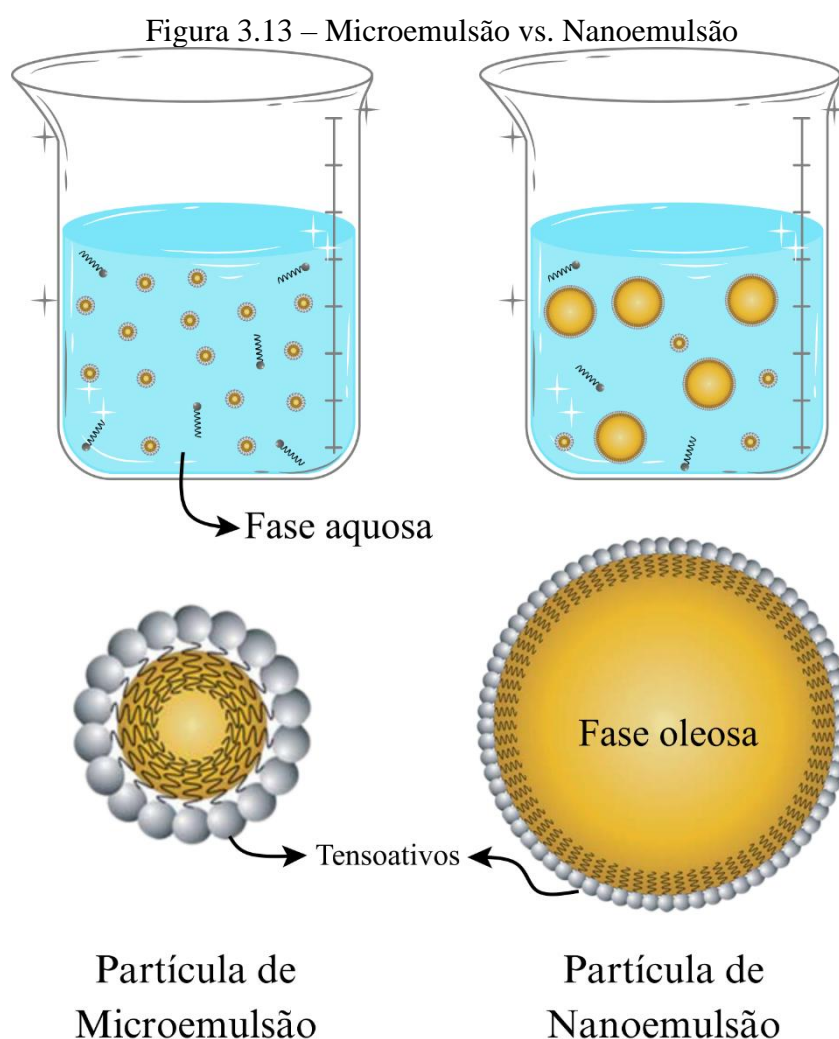


3.3 EMULSÕES, NANOEMULSÕES E MICROEMULSÕES

As emulsões constituem misturas de dois ou mais líquidos imiscíveis, onde um líquido está disperso no outro na forma de pequenas gotas, geralmente com diâmetro superior a 0,1 μm (DICKINSON, 2006; VIEIRA DA SILVA, BARREIRA e OLIVEIRA, 2016). Elas são classificadas em emulsões do tipo óleo em água (O/A) ou água em óleo (A/O), conforme a fase contínua presente. Apesar de sua instabilidade termodinâmica, as emulsões podem manter a estabilidade por períodos prolongados, em decorrência da adição de emulsificantes, que atuam na redução da tensão interfacial entre as fases. A formação desses sistemas é realizada mecanicamente, por meio de cisalhamento, utilizando dispositivos como agitadores, liquidificadores e vórtices (LAM e NICKERSON, 2013). A estabilidade das emulsões é assegurada pela presença de tensoativos nas interfaces entre as fases, os quais inibem a coalescência das gotas (KALE e DEORE, 2016).

As nanoemulsões são caracterizadas por gotas de tamanho extremamente pequeno, geralmente inferior a 500 nm (DEMISLI *et al.*, 2020; GUPTA *et al.*, 2016). Embora também sejam termodinamicamente instáveis, apresentam alta estabilidade cinética, resultante do pequeno tamanho das gotas, que dificulta a floculação e a coalescência ao longo do tempo (ANTON e VANDAMME, 2011). Sua formação ocorre por meio de métodos de alta energia, que promovem um aumento na área interfacial entre as fases. As nanoemulsões são particularmente relevantes na indústria petrolífera, devido à sua considerável estabilidade na formação de dispersões uniformes (ALJABRI, SHI e CAVAZOS, 2022; KUMAR e MANDAL, 2020; MENG, WANG e SHEN, 2020; PAL e MANDAL, 2020; WANG *et al.*, 2016).

As microemulsões, por sua vez, consistem em sistemas isotrópicos e transparentes, compostos por uma mistura de água, hidrocarbonetos e compostos anfifílicos (Figura 3.13). Diferentemente das nanoemulsões, as microemulsões são termodinamicamente estáveis e se formam espontaneamente por meio da auto-organização das moléculas de tensoativos (MCCLEMENTS, 2012; WINSOR, 1948). Estes sistemas apresentam estruturas diversas, que dependem de variáveis termodinâmicas, como temperatura e composição, podendo originar uma, duas ou até três fases em equilíbrio (ANTON e VANDAMME, 2011; MCCLEMENTS, 2012). A estabilidade e as propriedades isotrópicas das microemulsões conferem a elas ampla aplicação em processos industriais, incluindo a recuperação avançada de petróleo (MAHBOOB *et al.*, 2022), formulação de fluidos de perfuração (DE SOUSA *et al.*, 2021; LEAL *et al.*, 2022; SILVA *et al.*, 2022) e colchões lavadores (CURBELO *et al.*, 2019; QUINTERO *et al.*, 2007a, 2007b, 2012; QUINTERO, JONES e PIETRANGELI, 2011; WANDERLEY NETO *et al.*, 2020).

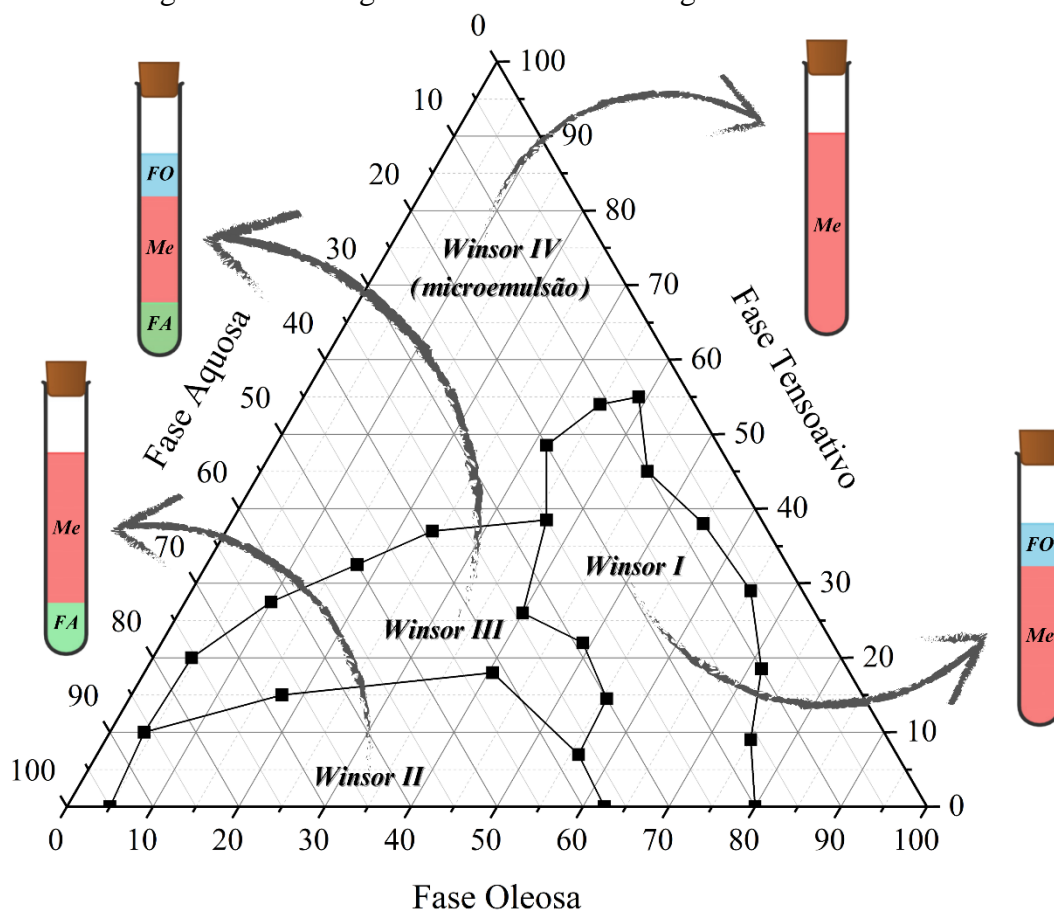


Fonte: Adaptado de McClements (2012)

3.3.1 Diagramas de fases

Os diagramas de fase ternários ou pseudoternários são ferramentas amplamente utilizadas para analisar o comportamento de microemulsões (KUMAR e MITTAL, 1999). As investigações de Winsor (1948, 1968) sobre diversas configurações micro e macroscópicas de emulsões resultaram na classificação das regiões de Winsor I e II, que correspondem a sistemas microemulsionados com excesso de fase oleosa e aquosa, respectivamente. A região Winsor III abrange microemulsões que contêm um excesso de ambas as fases, enquanto o sistema de microemulsão pura é denominado Winsor IV (Figura 3.14).

Figura 3.14 – Diagrama de fases com as regiões de Winsor



Além dessas, outros tipos de regiões podem ser identificados nos diagramas, como regiões que incluem sólidos, áreas de emulsão e nanoemulsão, bem como sistemas que consistem em géis ou que incorporam ar, formando uma espuma densa na fase oleosa em excesso. O estudo do equilíbrio de fases de sistemas ternários/pseudoternários é importante, pois permite compreender as estruturas associativas dos tensoativos e os intervalos de

concentração dos componentes que podem ser utilizados, dependendo do tipo de sistema desejado e de sua aplicação. A compreensão das interações entre essas variáveis permite o desenvolvimento de sistemas microemulsionados mais eficientes e econômicos em diversas aplicações industriais, especialmente na área do petróleo (QUINTERO *et al.*, 2012).

Em geral, os sistemas ternários são compostos por uma fase aquosa, uma fase oleosa e um tensoativo. Quando mais de um componente é incluído em uma fase, o sistema é classificado como pseudoternário. Isso ocorre, por exemplo, quando são utilizados cotensoativos ou misturas de óleos.

A construção dos diagramas de fases envolve a formulação de sistemas binários, como fases aquosa e oleosa, com a adição gradual de um tensoativo, permitindo a observação das mudanças de fase no sistema conforme este é incorporado.

Além da variação nas proporções entre as fases, investiga-se também a composição dessas fases, por exemplo, utilizando diferentes proporções de dois ou mais óleos na fase oleosa, ou uma combinação de tensoativo/cotensoativo com várias razões entre os eles. Além disso, propriedades externas às composições das fases podem ser alteradas para avaliar como diferentes condições impactam os sistemas.

Um estudo realizado por Ferreira *et al.* (2015) explorou a formação da região Winsor IV por meio de diagramas de fase ternários de sistemas microemulsionados compostos por óleo de pinho, água e diferentes composições de tensoativos e cotensoativos. Foram analisados sistemas de microemulsões utilizando tensoativos DBB-7107 e DBB-7191, bem como microemulsões contendo os cotensoativos álcool etílico ou álcool isopropílico nas proporções de cotensoativo/tensoativo (C/T) iguais a 1, 5 e 10. Observou-se que as microemulsões com tensoativos puros resultaram em menores regiões de Winsor IV em comparação às microemulsões com adição de cotensoativos. Constatou-se que, à medida que a proporção C/T da microemulsão aumentava, a região de Winsor IV também se ampliava, embora para o tensoativo DBB-7191 não tenha sido identificada diferença significativa entre as razões C/T de 5 e 10. Além disso, uma maior concentração de cotensoativo na solução reduziu os custos, visto que os cotensoativos são mais econômicos do que os tensoativos. O cotensoativo mais eficaz foi o álcool isopropílico, devido a sua maior fração molecular apolar, que proporciona maior estabilidade ao equilibrar as interações eletrostáticas da porção polar da molécula.

A seguir, discute-se alguns dos componentes dos sistemas nanoemulsionados utilizados neste trabalho.

3.3.2 Glicerina

A glicerina, também conhecida como glicerol ou 1,2,3-propanotriol ($C_3H_8O_3$), é um composto natural que se apresenta na forma de um líquido viscoso, incolor, inodoro e com sabor adocicado. Suas propriedades químicas são notáveis, sendo classificada como um poliol devido à presença de três grupos hidroxila (-OH). Essas características lhe conferem alta afinidade com a água, tornando-a um composto higroscópico e um excelente umectante. Além disso, a glicerina é miscível em água e álcool, com ponto de ebulição de 290 °C e ponto de congelamento de 17 °C (ALASHEK, KESHE e ALHASSAN, 2022; FARSALINOS, 2017).

A produção de glicerol está diretamente relacionada a processos industriais de grande escala, como a saponificação de gorduras animais e a transesterificação de óleos vegetais, especialmente na fabricação de biodiesel e sabões (FARSALINOS, 2017; LEDESMA-AMARO e NICAUD, 2016). Na produção de biodiesel, o glicerol é gerado como principal subproduto, correspondendo a, aproximadamente, 10% do peso do biodiesel produzido (YANG, HANNA e SUN, 2012).

Devido a sua abundância e as suas propriedades versáteis, o glicerol encontra uma ampla gama de aplicações industriais. Ele é utilizado na formulação de rações animais, conversão em polímeros ambientalmente sustentáveis, produção de cosméticos, e como aditivo em diversos produtos (BECKER *et al.*, 2019; MANDALAWI *et al.*, 2014; WANG *et al.*, 2024; YANG, HANNA e SUN, 2012).

Na indústria do petróleo, a glicerina tem se mostrado um aditivo valioso. Esse produto é empregado como componente em fluidos de perfuração (NUNES *et al.*, 2014), recuperação avançada de petróleo (CURBELO *et al.*, 2020; FERREIRA *et al.*, 2018) e nas etapas de cimentação (CURBELO *et al.*, 2018), principalmente devido a sua capacidade de modificar as propriedades reológicas dos fluidos.

3.3.3 Óleos vegetais

3.3.3.1 Óleo de coco

O coco, proveniente da palmeira tropical *Cocos nucifera L.*, é amplamente encontrado em regiões costeiras e possui grande relevância no mercado brasileiro. Esse fruto é utilizado na produção de uma variedade de produtos, como doces, bolos, chocolates, além de subprodutos derivados, como água de coco, coco ralado e leite de coco (DE PINHO e SOUZA, 2018; LIMA

et al., 2014). O coco é caracterizado como um fruto esférico e oco, contendo em seu interior uma polpa branca que se desenvolve a partir dos nutrientes presentes na água de coco. À medida que o fruto permanece mais tempo na palmeira, sua polpa se torna progressivamente mais consistente (ARAGÃO, CRUZ e HELVECIO, 2001).

A polpa do coco é a fonte do óleo de coco, um produto amplamente valorizado devido a sua alta concentração de ácidos graxos saturados e de baixo peso molecular (DAYRIT, 2015; MARINA *et al.*, 2009). Em um estudo sobre as propriedades químicas do óleo de coco virgem, Marina *et al.* (2009) avaliaram amostras de óleo de coco virgem de diferentes origens: cinco da Malásia, cinco da Indonésia e uma de óleo refinado, descolorido e desodorizado. A análise foi conduzida utilizando cromatografia gasosa com detector de ionização por chama como método quantitativo. A composição incluiu os ácidos graxos saturados C6, C8, C10, C12, C14, C16 e C18, nas porcentagens de 0,61%, 8,10%, 6,30%, 47,30%, 17,83%, 8,80% e 3,20%, respectivamente. Além disso, foram observadas quantidades de 6,20% de ácido oleico (C18:1) e 1,40% de ácido linoleico (C18:2).

3.3.3.2 Óleo de pinho

O óleo de pinho é um composto derivado, principalmente, da destilação a vapor da madeira de diferentes espécies de pinheiros, especialmente *Pinus sylvestris* (HOAI *et al.*, 2015). Ele é constituído por uma mistura de hidrocarbonetos monoterpênicos, como alfa e beta-pineno, e monoterpênicos oxigenados, como terpineol, borneol e acetato de bornila (BAE PARK, AN e UN PARK, 2021). Como subproduto da indústria de celulose, o óleo de pinho também contém pequenas quantidades de derivados fenólicos. Seus principais componentes incluem α -pineno, β -pineno, cânfeno, 3-careno e mirceno, que são responsáveis pela formação do óleo essencial nas diversas espécies de pinheiro (DORNA *et al.*, 2021; SILORI, KUSHWAHA e KUMAR, 2019).

Os métodos de extração do óleo de pinho têm avançado consideravelmente, com técnicas que variam desde métodos convencionais, como a destilação a vapor, até técnicas mais modernas como extração com fluido supercrítico e extração assistida por micro-ondas, permitindo maior eficiência na obtenção e quantificação de seus componentes (MORA *et al.*, 2022; TUMEN *et al.*, 2010).

As aplicações do óleo de pinho são amplamente diversificadas, englobando indústrias como a medicina (MARKOWSKA-SZCZUPAK *et al.*, 2022; NIKOLIC *et al.*, 2023), cosméticos (YAP *et al.*, 2024), produtos de limpeza (KORE e KIESCHE-NESELRODT,

1990; PRICE *et al.*, 2002) e, também, as indústrias de petróleo e gás (DE SOUSA *et al.*, 2021; SILVA *et al.*, 2022).

3.3.4 Óleo de coco saponificado

O óleo de coco saponificado (OCS) é um tensoativo aniônico produzido através da saponificação do óleo de coco.

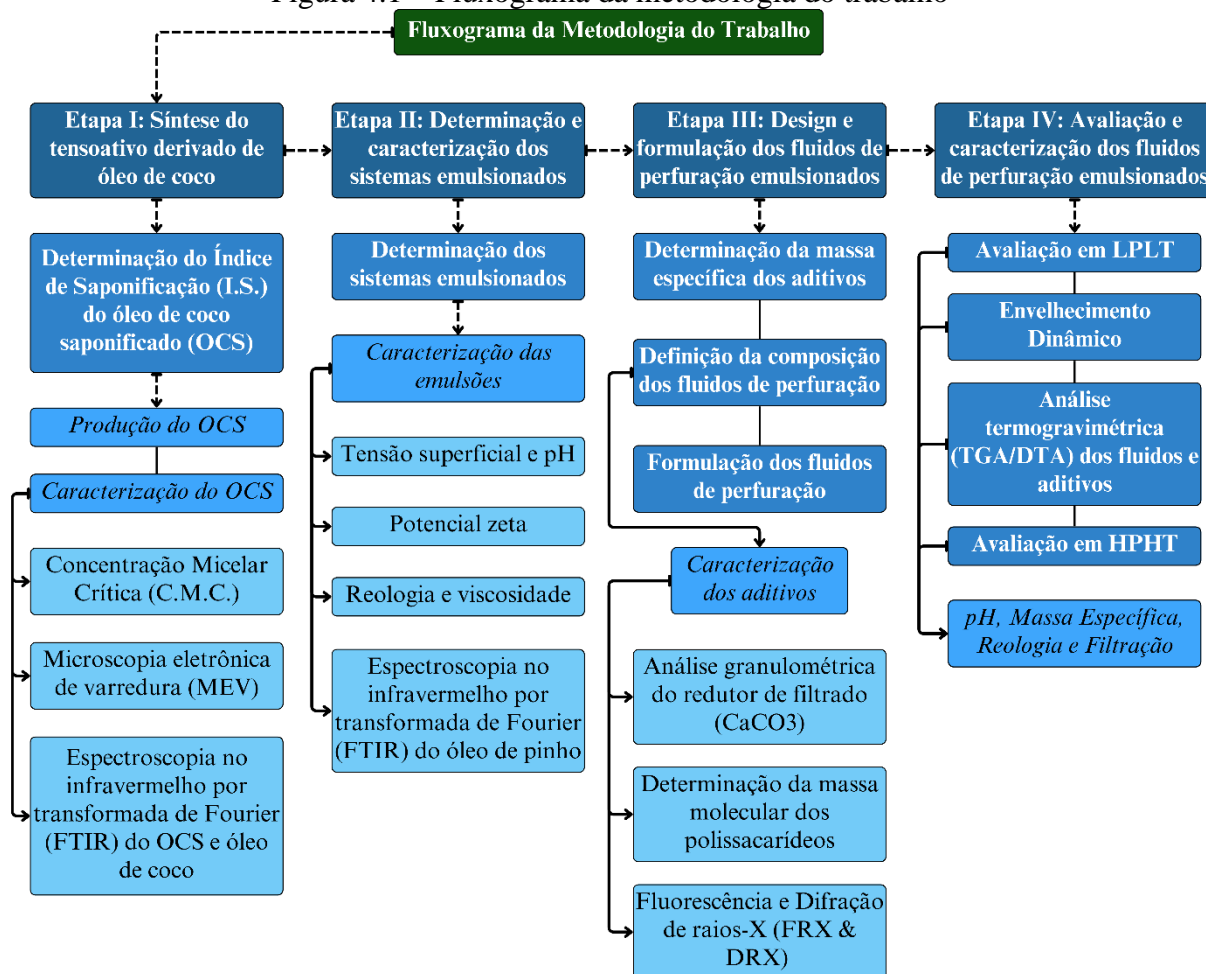
Na indústria de petróleo, tensoativos saponificados, como o OCS, têm sido amplamente estudados para processos de recuperação avançada de óleo. Esses tensoativos apresentam a capacidade de reduzir a tensão interfacial água/óleo, facilitando a mobilidade do óleo no reservatório e, conseqüentemente, melhorando a eficiência da recuperação. Curbelo *et al.* (2020) estudaram a eficácia do OCS não iônico combinado com glicerol em soluções salinas em testes de adsorção e recuperação de óleo em arenitos. O glicerol, ao ser adicionado à solução de tensoativo, aumentou a viscosidade da solução, contribuindo para uma melhor eficiência de varrido e deslocamento do óleo. Esse aumento de viscosidade, aliado à redução da tensão interfacial, resultou em uma recuperação de óleo 53% maior do que na solução de tensoativo sem glicerol, destacando a importância do equilíbrio entre adsorção e eficiência de varrido para o sucesso do EOR.

Dantas *et al.* (2021) propõe um método de microemulsão monofásica para EOR em reservatórios de arenito, utilizando polímero, carbonato de sódio e OCS. A aplicação inovadora do OCS como tensoativo biodegradável melhora o deslocamento de óleo ao reduzir a IFT e alterar a molhabilidade das rochas de lipofílica para hidrofílica. De acordo com dados experimentais, o fator de recuperação de petróleo pode atingir até 97%. A simplicidade do sistema facilita sua operação, pois não requer técnicas de inundação química em múltiplas etapas. Em reservatórios onde a redução da IFT e a alteração da molhabilidade são fatores críticos, este método sustentável demonstra como o OCS pode ser utilizado para criar microemulsões eficazes em aplicações de EOR.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Esta seção apresenta em detalhes a metodologia científica empregada para a realização das etapas de análise descritas nos objetivos deste trabalho. A especificação dos materiais utilizados e dos métodos desenvolvidos garante a transparência e assegura a reprodutibilidade do estudo. A Figura 4.1 ilustra o fluxograma do planejamento dos experimentos realizados.

Figura 4.1 – Fluxograma da metodologia do trabalho



4.1 REAGENTES

A execução das etapas representadas na Figura 4.1 envolveu uma série de experimentos, desde a determinação do índice de saponificação e a saponificação do óleo de coco até a formulação dos fluidos de perfuração. Assim, diversos reagentes foram empregados em múltiplas etapas experimentais. Os reagentes utilizados, suas principais características e as etapas em que foram aplicados estão listados no Quadro 4.1.

Quadro 4.1 – Lista de reagentes utilizados

Reagente Marca Característica	Procedimentos
Água destilada	---
Hidróxido de potássio (KOH) Alphatec 85% P.A.	Índice de saponificação
Ácido clorídrico (HCl) Alphatec 37% P.A.	Índice de saponificação e formulação dos fluidos de perfuração
Hidróxido de sódio (NaOH) Ciavikko >99% P.A.	Índice de saponificação
Biftalato de potássio Proquímios 99,85% (teor)	Índice de saponificação
Fenoltaleína Alphatec P.A.	Índice de saponificação
Cloreto de sódio (NaCl) Alphatec 99,5% P.A. (teor)	C.M.C. e formulação dos fluidos de perfuração (aditivo)
Álcool etílico absoluto Ciavikko 99,84° GL	Índice de saponificação e saponificação
Soluções padrão para pHmetro Neon	Medida de pH
Óleo de coco Copra Extravirgem	Índice de saponificação e saponificação e formulação das emulsões e dos fluidos de perfuração
Óleo de pinho NC Aromas 65% (conc.)	Formulação das emulsões e dos fluidos de perfuração
Cloreto de potássio (KCl) Ciavikko 99% P.A. (teor)	Potencial zeta
Óleo de coco saponificado Síntese em lab.	---
Glicerina bidestilada Ciavikko 99,50% P.A. (teor)	
Carbonato de cálcio (CaCO ₃) Chemiflex	Formulação das emulsões e dos fluidos de perfuração
Bentonita	
Barita	
Carboximetilcelulose (CMC)	
Goma xantana (GX)	

4.2 EQUIPAMENTOS

Os equipamentos empregados nos experimentos estão descritos no Quadro 4.2.

Quadro 4.2 – Lista de equipamentos utilizados

Equipamento Modelo	Procedimentos e/ou Função
Estufa <i>AmericanLab</i> AL 102/250	Secagem dos reagentes
Dessecador	Manter os reagentes secos

Equipamento Modelo	Procedimentos e/ou Função
Espátulas de metal	---
Pipetas de Pasteur de plástico	---
Balança analítica (220 g) <i>Shimadzu</i> AUY220	Pesar os reagentes
Balança digital (3200 g) <i>Shimadzu</i> BL3200H	Pesar os reagentes
Capela	---
Almofariz e pistilo	Saponificação
Manta de aquecimento (balão de 500 mL) <i>Marconi</i>	Índice de saponificação e saponificação
Manta de aquecimento (balão de 1000 mL)	Índice de saponificação e saponificação
Banho ultratermostático <i>Solab</i> SL 152/10	Índice de saponificação e saponificação
Agitador magnético com aquecimento <i>Matoli</i> 100M042	Saponificação e formulação dos fluidos de perfuração
Agitador magnético com aquecimento <i>Tecnal</i> TE-0853	Saponificação e formulação dos fluidos de perfuração
Peneira mesh 200# <i>Bertel</i>	Peneirar amostras para análises de FRX, DRX e MEV
Tensiômetro <i>SensaDyne</i> PV500	C.M.C. e tensão superficial
Agitador vortex <i>Even</i> VX-38	Determinação das emulsões
Cuba ultrassônica <i>Bio Art</i> BioWash	Determinação das emulsões
Centrífuga <i>Centrilab</i> 80-2B-15ML	Determinação das emulsões
Difratômetro <i>Biobrix</i>	DLS
pHmetro <i>Testo</i> 206	Formulação dos fluidos de perfuração
Agitador <i>IKA</i> RW20	Formulação dos fluidos de perfuração
Agitador <i>Hamilton Beach</i> HMD200	Formulação dos fluidos de perfuração
Balança de lama <i>Fann</i> 140	Medir massa específica dos fluidos de perfuração
Viscosímetro <i>Fann</i> 35A	Reologia LPLT
Filtro prensa <i>Fann</i> Series 300 API LPLT	Filtração LPLT
Papéis de filtro especiais <i>Fann</i> 9 cm e 5,5 cm	Filtração LPLT e altas pressões e altas temperaturas
Estufa roller oven <i>Fann</i> 705ES	Envelhecimento dinâmico
Reômetro rotativo de cone <i>TA Instruments</i> AR2000ex	Reologia das emulsões e volumes filtrados e viscosidade
Viscosímetro <i>Chandler</i> 7500	Reologia altas pressões e altas temperaturas
Filtro prensa <i>Fann</i> Series 387 API HPHT	Filtração altas pressões e altas temperaturas
Vidrarias de laboratório	---

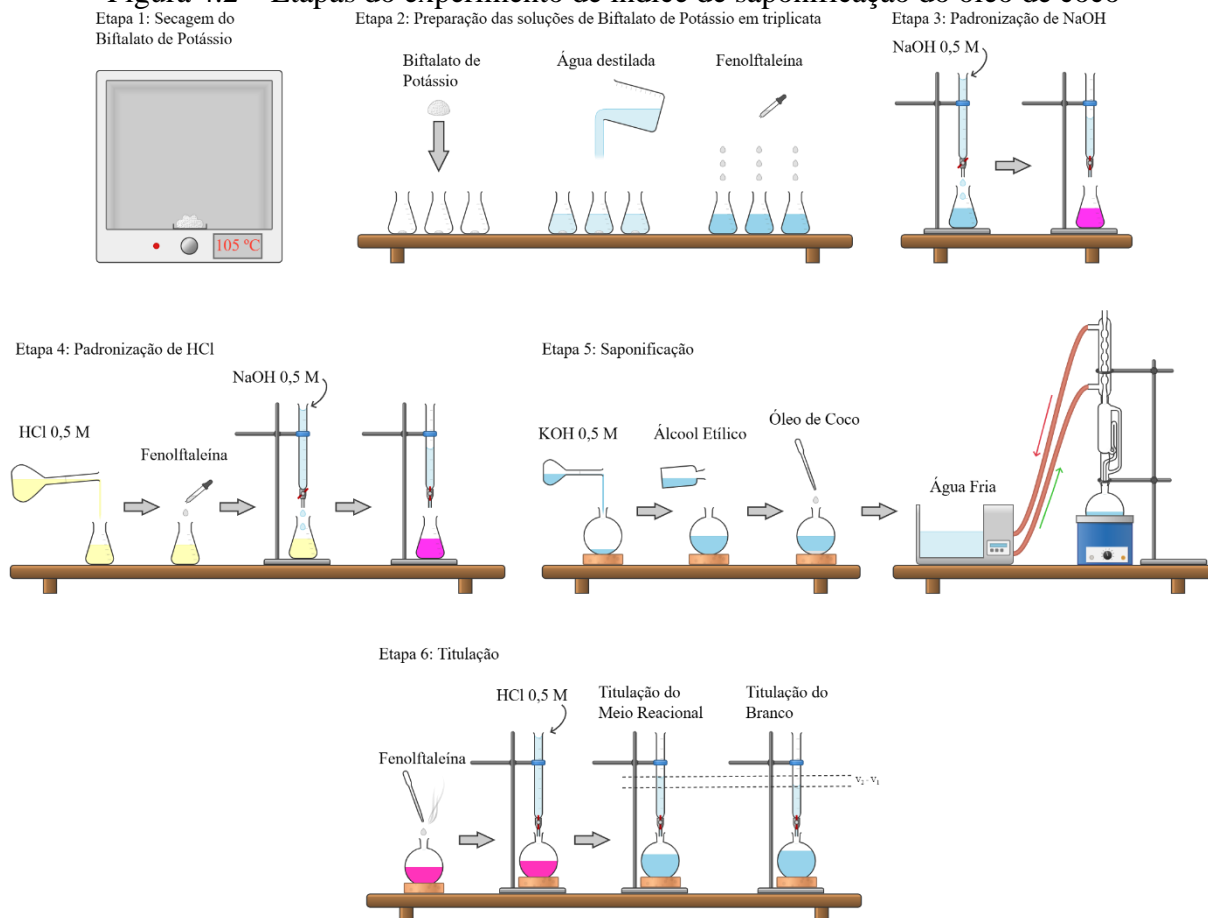
4.3 SÍNTESE DO TENSOATIVO SAPONIFICADO DE ÓLEO DE COCO

O tensoativo utilizado para a formulação das emulsões, que compõem as fases contínuas dos fluidos de perfuração formulados neste estudo, é o óleo de coco saponificado (OCS). A saponificação de óleos resulta na formação de sais de ácidos graxos, a partir da reação com bases fortes. De acordo com Nebot *et al.* (2022), as bases comumente empregadas no processo de saponificação são o hidróxido de sódio (NaOH) e o hidróxido de potássio (KOH). A norma técnica ABNT (2020) estabelece o uso do KOH como padrão para a determinação do índice de saponificação de óleos.

4.3.1 Determinação do índice de saponificação do óleo de coco

A determinação do índice de saponificação do óleo de coco é a primeira etapa do processo de produção do tensoativo. Este índice possui uma função que vai além da simples caracterização, pois auxilia na identificação e diferenciação de óleos e gorduras, além de verificar a presença de adulterações ou misturas indesejadas. No contexto da fabricação de produtos como sabões e cosméticos, o conhecimento do índice de saponificação ajuda a garantir uma formulação correta e a qualidade do produto final (AOC, 1990). Para que o processo de saponificação seja executado, é necessário determinar a quantidade de base requerida para saponificar uma dada quantidade de óleo. A Figura 4.2 apresenta o esquema do processo.

Figura 4.2 – Etapas do experimento de índice de saponificação do óleo de coco



O experimento de determinação do índice de saponificação, conforme ilustrado na Figura 4.2, consiste na reação de um volume determinado de KOH 0,5 mol/L com uma massa específica de óleo de coco. Esta reação ocorre em um balão de fundo redondo, com adição de álcool etílico para aumentar o volume reacional. O balão, contendo os reagentes, é aquecido sobre uma manta aquecedora, e um Soxhlet e um destilador são acoplados ao balão para evitar a evaporação do álcool.

A quantidade de KOH adicionada ao balão inclui um excesso de base em relação à quantidade teoricamente necessária para a completa saponificação da massa de óleo de coco. Esse valor é calculado com base na literatura existente sobre óleos de coco similares (DE PINHO e SOUZA, 2018; MARINA *et al.*, 2009; SURYANI *et al.*, 2020).

O experimento é conduzido aquecendo-se o meio reacional a, aproximadamente, 79 °C, por um período de 2 horas. Ao término da reação, o balão é retirado da manta, resfriado e 4 a 5 gotas de fenolftaleína são adicionadas ao meio reacional. Um volume da solução de HCl 0,5 mol/L é medido em uma bureta e o meio reacional é titulado com esta solução. O volume consumido na titulação é registrado como V_1 e comparado com o volume V_2 em uma titulação

em branco, realizada em triplicata, sem a adição de óleo. A diferença entre esses valores corresponde à quantidade de KOH, em mol, consumida pela massa de óleo. A fórmula utilizada para o cálculo do índice de saponificação, expresso em mg de KOH necessários para saponificar 1 g de óleo, é apresentada na Equação 4.1.

$$IS = \frac{56,1 \times F \times (V_2 - V_1)}{P} \quad (4.1)$$

O valor 56,1 refere-se à massa molecular do KOH, F é o fator de correção da concentração de HCl padronizada, V_2 é o volume consumido na titulação em branco, V_1 é o volume consumido na titulação do meio reacional após a saponificação e P é a massa de óleo utilizada. O índice de saponificação, IS, é expresso na unidade: [mg KOH/g óleo].

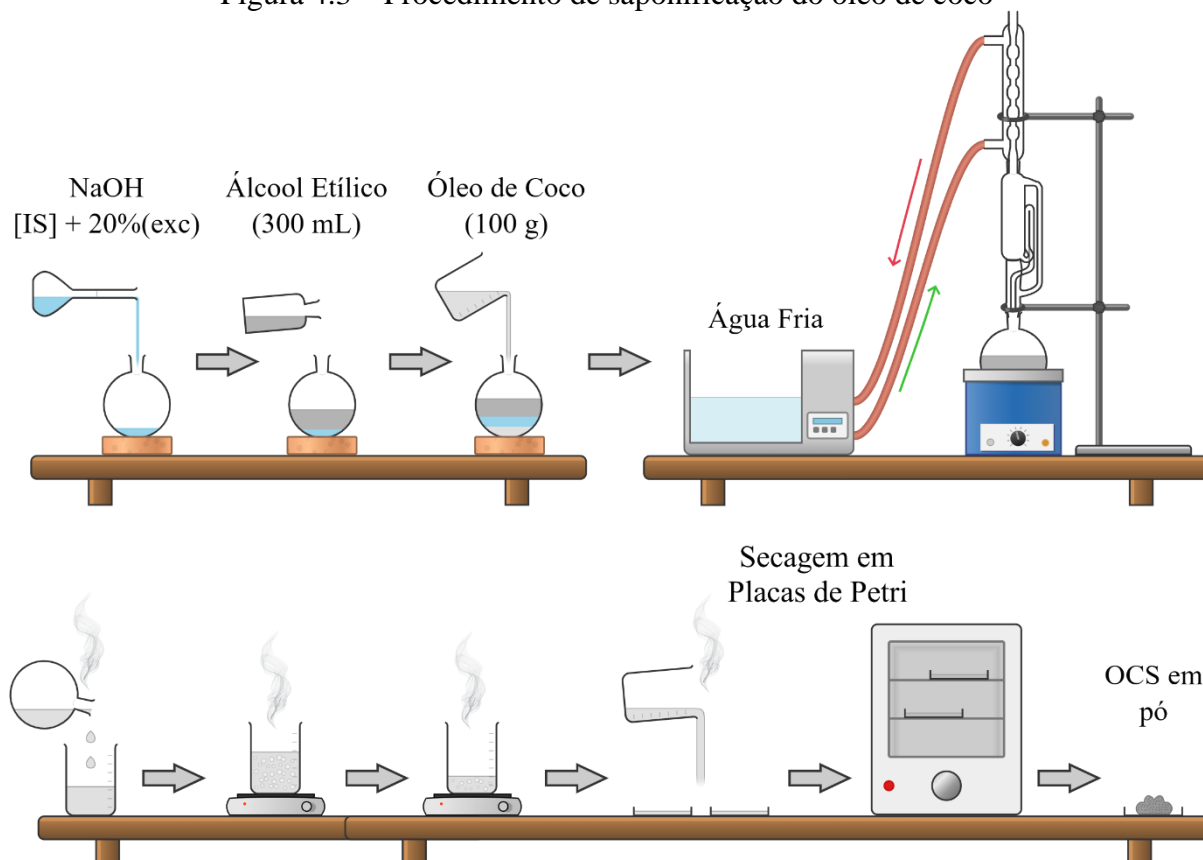
Procedimentos detalhados de padronização e determinação do índice de saponificação estão disponíveis nos Apêndices A, B e C.

4.3.2 Saponificação do óleo de coco

Com o índice de saponificação calculado, torna-se possível realizar a síntese do tensoativo aniônico de óleo de coco. O procedimento experimental segue de forma similar ao descrito na seção de determinação do índice de saponificação, porém, a base utilizada para a produção do OCS foi o NaOH. A escolha dessa base foi motivada pela disponibilidade dos reagentes no laboratório, o custo reduzido de produção e a formação de um sal de ácido graxo com o mesmo cátion presente nos reagentes de controle de pH dos fluidos de perfuração.

O procedimento experimental de saponificação do OCS está ilustrado na Figura 4.3 e descrito em detalhes no Apêndice D.

Figura 4.3 – Procedimento de saponificação do óleo de coco



4.3.3 Determinação da concentração micelar crítica

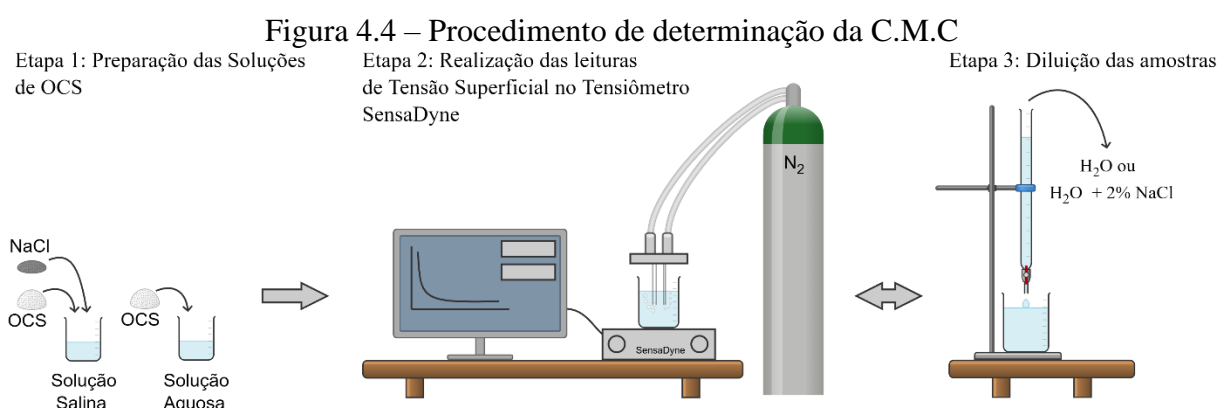
Para a determinação da concentração micelar crítica (C.M.C.) do OCS, foi empregada a técnica de leitura da tensão superficial. O tensiômetro utilizado foi o modelo QC6000 da SensaDyne, que opera a partir da imersão da solução a ser analisada em um conjunto de dois tubos vazados com raios $r_1 > r_2$. Por meio destes tubos, um fluxo de gás nitrogênio circula, permitindo que bolhas sejam geradas e rompam na solução alvo. O software do equipamento converte a diferença de pressão gerada pelas bolhas em tensão superficial, utilizando correlações de Laplace.

Para a medição da C.M.C., foi preparada uma solução aquosa de 3,0 g/L de OCS em duplicata. O procedimento consistiu na leitura da tensão superficial da solução inicial e em subseqüentes diluições com água destilada utilizando uma pipeta. A concentração da solução foi calculada por meio da Equação 4.2.

$$C_i V_i = C_f V_f \quad (4.2)$$

Em que: C_i e C_f representam as concentrações iniciais e finais e V_i e V_f representam os volumes iniciais e finais, respectivamente.

As medidas de tensão superficial foram realizadas tanto com a solução de OCS em água destilada quanto com a solução aquosa de OCS com 2% (m/m) de NaCl, sendo que, neste último caso, a solução de 2% de NaCl foi utilizada para diluir as amostras, conforme ilustrado na Figura 4.4.



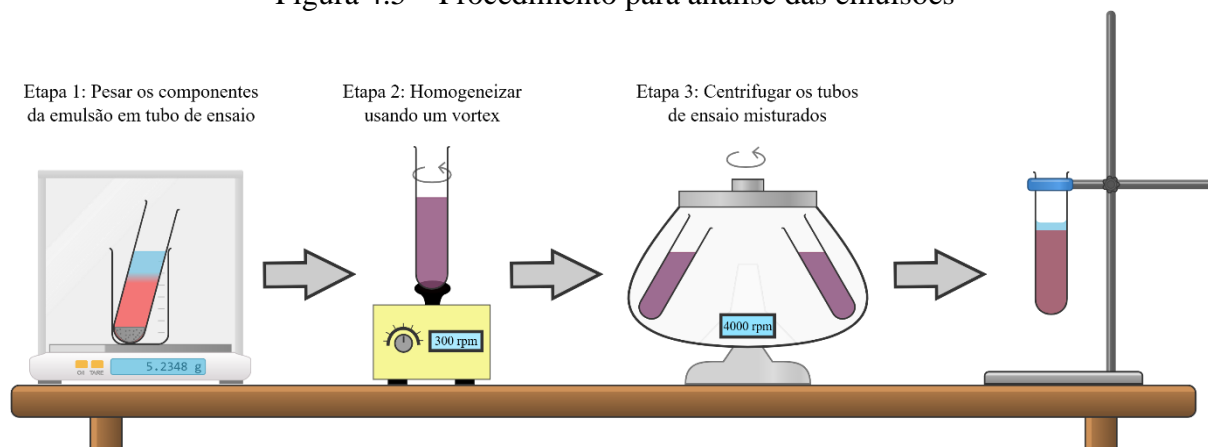
4.4 DETERMINAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS SISTEMAS EMULSIONADOS

4.4.1 Determinação dos sistemas emulsionados

De acordo com os objetivos deste trabalho, os sistemas emulsionados, que constituíram a fase contínua dos fluidos de perfuração, continham óleo de coco ou óleo de pinho, e água como fase aquosa predominante, podendo incluir proporções variáveis de glicerina. O OCS atuou como tensoativo em tais sistemas.

A avaliação das proporções dos componentes foi conduzida conforme o procedimento ilustrado na Figura 4.5.

Figura 4.5 – Procedimento para análise das emulsões



A formulação e análise das emulsões envolvem três etapas principais: pesagem, mistura e centrifugação. A pesagem dos componentes foi realizada em balança analítica de quatro casas decimais, sendo o OCS adicionado juntamente com uma das fases aquosas ou uma das fases oleosas em diferentes proporções. Após a pesagem, as misturas foram homogeneizadas em misturador vórtex e, posteriormente, levadas à centrífuga, que acelera a separação de fases para avaliação por observação.

Os critérios para seleção das composições incluíram a viscosidade das amostras, evitando formações de sólidos e géis; transparência das fases, dando preferência à presença de fases transparentes e/ou semitransparentes, o que indicaria presença de um sistema nano ou microemulsionado; e a minimização do uso de tensoativos, devido aos custos.

As composições selecionadas são apresentadas na Tabela 4.1.

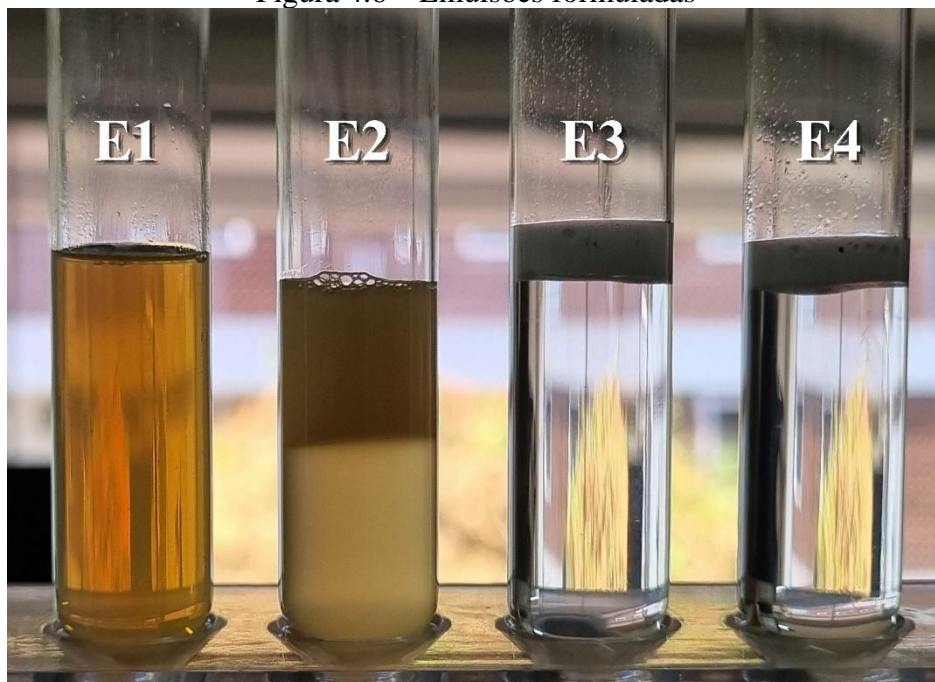
Tabela 4.1 – Composições dos sistemas emulsionados e avaliação visual

Sistema	Fase Aquosa	Fase Oleosa	Fase Tensoativo
E1	A – 75%	Pinho – 10%	OCS – 15%
E2	A/G (3:1) – 75%	Pinho – 10%	OCS – 15%
E3	A – 90%	Coco – 5%	OCS – 5%
E4	A/G (3:1) – 90%	Coco – 5%	OCS – 5%

E1 a E4 = Emulsões 1 a 4; A = Água destilada; A/G = Solução aquosa de glicerina nas proporções indicadas; OCS = Óleo de Coco Saponificado.

Os sistemas emulsionados podem ser observados na Figura 4.6.

Figura 4.6 – Emulsões formuladas



A Figura 4.6 evidencia que a emulsão E1 apresenta uma aparência translúcida, permitindo a passagem parcial de luz, e caracteriza-se pela presença de apenas uma fase. Em contraste, todas as demais emulsões exibem a separação em duas fases distintas. No caso da segunda emulsão de óleo de pinho (E2), observa-se uma elevada turbidez em ambas as fases. A fase superior é predominantemente oleosa e opaca, não permitindo a passagem de luz, enquanto a fase inferior é majoritariamente aquosa e translúcida. Já as emulsões formuladas com óleo de coco, E3 e E4, apresentam aparências bastante semelhantes, com uma fina camada oleosa localizada na parte superior do tubo de ensaio. As porções aquosas dessas emulsões exibem uma aparência transparente, permitindo a total passagem da luz através do meio.

4.4.2 Tensão superficial

As análises de tensão superficial dos sistemas emulsionados foram realizadas em temperatura ambiente utilizando o tensiômetro PV500LV da SensaDyne, o mesmo equipamento utilizado para medir a C.M.C. do OCS. A tensão superficial é uma propriedade relevante em diversos fluidos envolvidos nas operações relacionadas à produção de petróleo. Para os perfuração de poços, a tensão superficial afeta fatores como a penetração do fluido na formação rochosa e o controle de pressões no poço (ABANG, PIN e RIDZUAN, 2021).

4.4.3 Potencial zeta

As análises de potencial zeta das emulsões foram realizadas um equipamento da Malvern, modelo Zetasizer Nano Series, LAMAB-UFPB. As amostras foram diluídas em água destilada na proporção 1:10 para dispersão e melhor visualização das partículas.

O potencial zeta, definido como o potencial elétrico entre a camada de Stern e o seio do fluido dispersante, é uma característica importante de partículas suspensas em sistemas coloidais. Valores elevados de potencial zeta, com valores absolutos superiores a 25 mV, indicam um alto grau de repulsão entre as partículas, promovendo a estabilidade coloidal (SHARMA *et al.*, 2014).

Contribuições das energias potenciais de repulsão, conhecidas como forças repulsivas de dupla camada, e de atração, associadas às forças de Van der Waals, são determinantes para a avaliação da energia potencial total de um sistema coloidal. Entre os fatores que afetam essas energias, o potencial zeta exerce uma influência direta sobre a energia de repulsão. A teoria DLVO, proposta por Derjaguin e Landau (1993) e Verwey e Overbeek (1948), descreve o comportamento de um sistema coloidal com base nas interações entre forças repulsivas e atrativas, sendo que a energia total do sistema é determinada pela soma dessas energias. Nessa teoria, elevados valores de energia repulsiva produzem uma resultante energética não-nula, o que leva à repulsão entre partículas no sistema coloidal. Esse fenômeno reduz a tendência à floculação ou coagulação das partículas, promovendo, assim, a estabilidade do sistema (ADAIR, SUVACI e SINDEL, 2001; SHARMA *et al.*, 2014; TADROS, 2014).

4.4.4 Reologia e viscosidade

A reologia e a viscosidade das emulsões foram avaliadas utilizando um reômetro de cones da marca TA Instruments, modelo AR2000ex, LAPAMA-UFPB. As análises foram conduzidas a 25 °C e utilizando um cone CP40, variando a taxa de cisalhamento entre 1 e 1000 s⁻¹ e intervalos de leitura de 10 segundos. As leituras foram realizadas em até 24 horas após a formulação.

4.5 FORMULAÇÃO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DOS ADITIVOS

A formulação dos fluidos de perfuração baseia-se na avaliação dos componentes que compõem a suspensão coloidal, sendo que cada aditivo, em concentrações específicas, confere características específicas ao fluido. A influência dessas propriedades depende de variáveis como temperatura, pressão, salinidade e pH, com manuais e literatura fornecendo valiosas referências sobre os efeitos dos aditivos comumente utilizados na indústria.

O desenvolvimento dos fluidos de perfuração para este estudo foi conduzido em três etapas principais: (i) revisão da literatura, com foco nos efeitos de aditivos amplamente utilizados, como CMC, GX, CaCO_3 e bentonita; (ii) consulta a manuais contendo formulações industriais de referência (AMOCO, 1994; PETROBRÁS, 2014a, 2023a, 2023b); e (iii) análise de estudos que investigam fluidos de perfuração baseados em emulsões ou microemulsões (LEAL *et al.*, 2022; PASWAN *et al.*, 2016; SILVA *et al.*, 2022).

O Quadro 4.3 apresenta os aditivos selecionados para os fluidos de perfuração deste trabalho.

Quadro 4.3 – Aditivos selecionados para os fluidos de perfuração

Aditivo	Função
Carboximetilcelulose (CMC)	Controlador de filtrado e Viscosificante
Goma Xantana (GX)	Viscosificante
Argila Bentonita / Montmorillonita (Mt)	Modificador reológico
Carbonato de Cálcio (CaCO_3)	Controlador de filtração
Cloreto de Sódio (NaCl)	Sal
Barita	Adensante

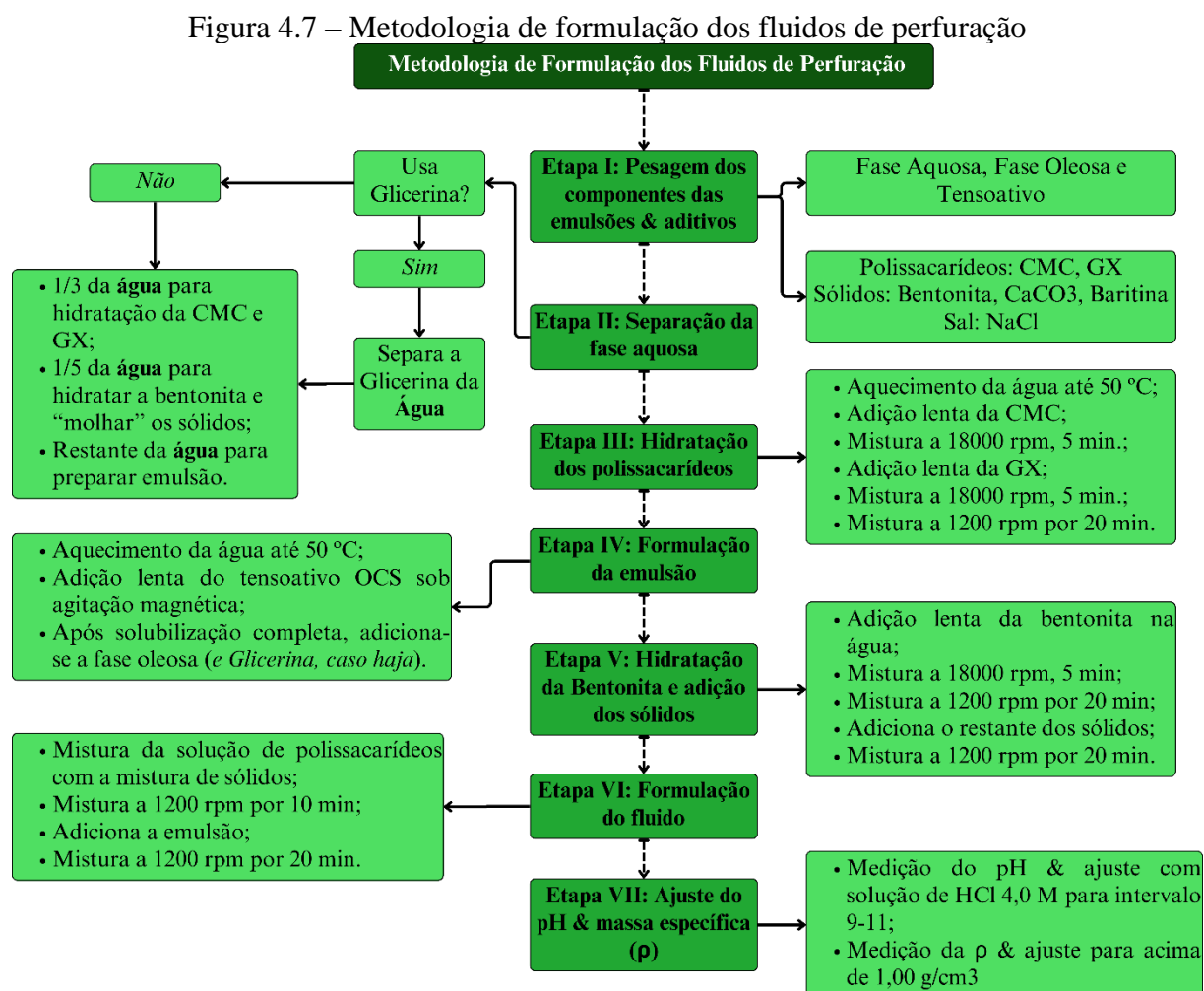
A formulação inicial dos fluidos foi orientada por balanços de massa, conforme as Equações 3.1 a 3.9, que requerem a determinação da massa específica dos aditivos.

4.5.1 Determinação da massa específica dos aditivos dos fluidos de perfuração

A massa específica dos aditivos foi determinada utilizando o picnômetro modelo AccuPycII 1340 da Micromeritics Instrument Corporation, LabCim-UFRN, sendo as amostras analisadas sem qualquer tratamento prévio.

4.6 FORMULAÇÃO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO

A formulação dos fluidos de perfuração foi realizada conforme ilustrado na Figura 4.7.



É importante observar que, os misturadores utilizados operam a duas velocidades de agitação distintas: 18000 rpm e 1200 rpm. Essas velocidades correspondem a diferentes equipamentos: o agitador Hamilton Beach HMD200, a 18000 rpm, e o IKA RW20, operando a 1200 rpm.

4.7 AVALIAÇÃO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO EM BAIXA PRESSÃO E BAIXA TEMPERATURA

4.7.1 Massa específica

As massas específicas dos fluidos de perfuração foram determinadas em uma balança de lama Fann 140, no LaPet-UFPB. Essa balança de lama é constituída por um copo com tampa, fixado a um braço graduado que possui um peso deslizante. Entre o copo e o braço, há um nível de bolha que permite a aferição do equilíbrio da balança. Na caixa de armazenamento, encontra-se uma peça de metal pontiaguda que serve como ponto de apoio para o balanceamento da balança.

A determinação da massa específica do fluido de perfuração é realizada preenchendo o copo da balança até alguns centímetros abaixo da borda, de modo que, ao fechar a tampa, o fluido extravase pelo orifício central, indicando o completo preenchimento. Após limpar o exterior do copo, a balança é equilibrada sobre a peça metálica da caixa. Em seguida, desliza-se o peso acoplado ao braço até que o nível de bolha esteja alinhado à marca de referência. A posição final do peso, observada na escala gravada no corpo da balança, fornece a leitura da massa específica do fluido em g/cm^3 e lb/gal .

4.7.2 pH

O pH dos fluidos de perfuração foi medido utilizando um pHmetro de bancada Testo 206, no LaPet-UFPB. Para calibrar o pHmetro, foram utilizadas duas soluções padrão da marca Neon, com valores de pH de 4,0 e 7,0. A calibração foi realizada inserindo o pHmetro nas amostras até que a leitura se estabilizasse, conforme indicado pelo equipamento.

A aferição do pH dos fluidos ocorreu após a formulação, enquanto o fluido permanecia em agitação. Devido à alta viscosidade do fluido, a medição do pH durante a agitação revelou-se mais eficaz para contabilizar todo o volume em vez de apenas uma amostra. O ajuste do pH foi realizado para manter os valores entre 9,0 e 11,0, conforme recomendado por (AMOCO, 1994). Em geral, o pH dos fluidos formulados situou-se no intervalo de 12,5 a 12,8. Assim, foi preparada uma solução de HCl com concentração molar de 4,0 mol/L, e cerca de 20 mL dessa solução foi adicionada a cada fluido, assegurando que o pH permanecesse dentro do intervalo desejado.

4.7.3 Reologia em baixa pressão e baixa temperatura

A reologia LPLT dos fluidos de perfuração foi avaliada após um período mínimo de 24 horas da formulação. Esse intervalo é necessário para assegurar que as reações internas entre os componentes dos fluidos estejam completas, evitando modificações em suas propriedades durante a realização do teste, além de garantir a representatividade da reologia do fluido.

A medição da reologia foi realizada utilizando um viscosímetro rotacional Fann 35A, no LaPet-UFPB. Antes de cada leitura, o fluido a ser analisado foi mantido à temperatura ambiente e homogeneizado por 10 minutos em rotações de 1200 a 1800 rpm.

O viscosímetro Fann 35A é composto por um conjunto de rotor, bob, mola de torsão e copo de metal. O rotor, que é um cilindro de metal vazio conectado ao motor do viscosímetro, envolve o bob, um cilindro sólido de metal suspenso por uma haste conectada a uma mola de torsão na parte superior do equipamento. O bob é posicionado dentro do rotor, separado por um espaço anular, simulando, de forma inversa, um poço de perfuração. Na operação de perfuração, o poço é estático, enquanto a coluna de perfuração gira.

No viscosímetro, o rotor (representando o poço) rotaciona, enquanto o bob (representando a coluna de perfuração) permanece "semi-estático". O termo "semi-estático" refere-se à inércia do bob, que reage à tensão aplicada por um agente externo, o fluido. A rotação do rotor promove o movimento do fluido que, por sua vez, aplica uma tensão sobre o bob. O bob reage, movendo-se na direção da rotação, tensionando a mola até que a tensão da mola se iguale à tensão aplicada. Essa tensão é, então, convertida em uma leitura em um mostrador analógico graduado de 0 a 300.

A operação do viscosímetro ocorre conforme os seguintes passos: (1) o copo do viscosímetro é preenchido com o fluido de perfuração até a marca indicada, que corresponde a 350 mL; (2) o rotor é conectado ao motor; (3) o copo é encaixado na base e elevado até que a marca indicada fique coberta pelo fluido; (4) o motor é ligado por meio de uma alavanca na parte de trás do equipamento, ajustando a marcha localizada no topo do viscosímetro para alternar entre as velocidades de 600, 300, 200, 100, 6 e 3 rpm de forma crescente e decrescente; (5) após as leituras do perfil reológico, a velocidade é mantida em 600 rpm por 1 minuto, seguida pela desativação, aguardando 10 segundos e, então, a velocidade é ajustada para 3 rpm, permitindo a leitura no ponto máximo do mostrador para medir G_0 ; (6) o procedimento de medição de G_0 é repetido após um intervalo de 10 minutos para obter G_f . O procedimento completo de leitura da reologia no viscosímetro pode ser encontrado no Apêndice E.

4.7.4 Filtração em baixa pressão e baixa temperatura

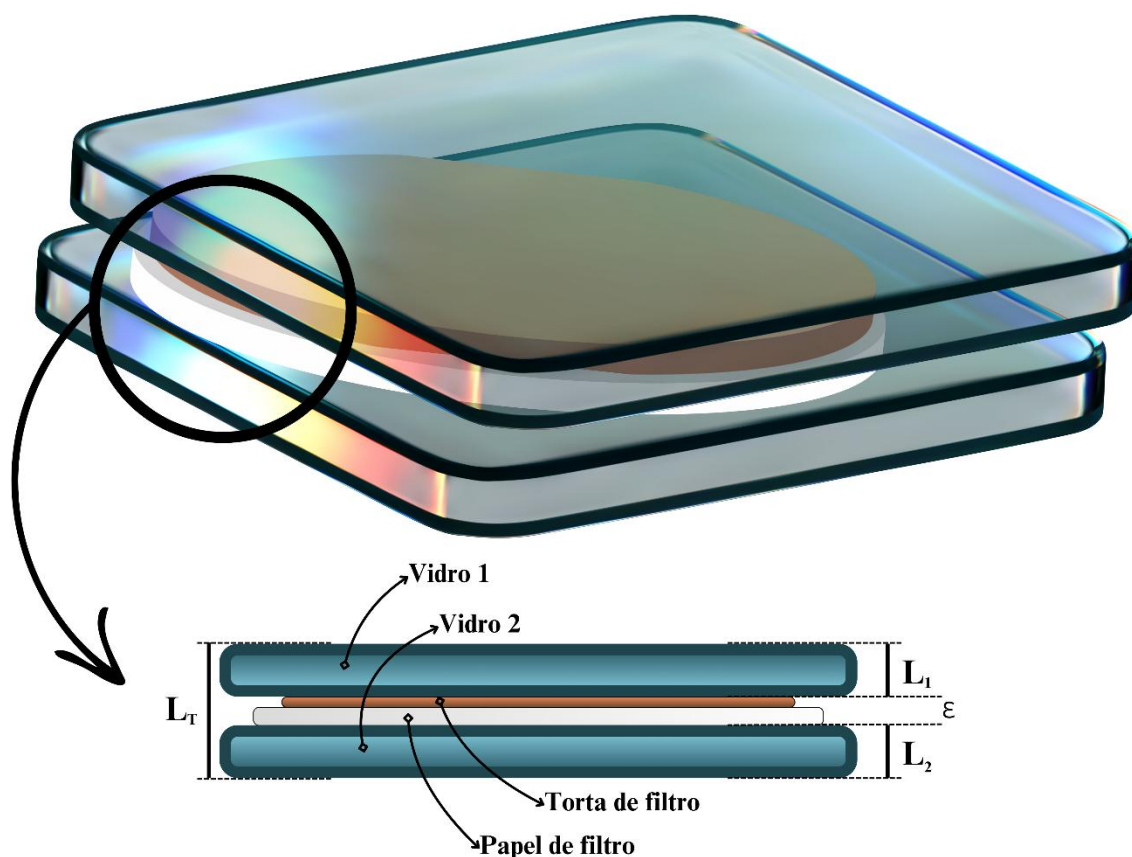
O procedimento de filtração LPLT dos fluidos de perfuração foi conduzido utilizando um filtro prensa da API *Series 300*, no LaPet-UFPB. Antes da filtração, foram medidos aproximadamente 300 mL do fluido, que foram transferidos para um recipiente e agitados a 1200 rpm por 15 minutos para garantir a homogeneização completa. As filtrações dos fluidos foram realizadas à 25 °C e 100 psi, conforme estabelecido pela norma padrão (API, 2009).

O procedimento de filtração é realizado conforme os seguintes passos: (1) após a homogeneização do fluido, a célula de filtração é montada, colocando a borracha de vedação I na base da célula, seguida pela tela de metal e pelo filtro de papel da marca Fann; (2) em seguida, coloca-se a borracha de vedação II e o corpo da célula, encaixando o pino do corpo na fenda de forma a assegurar a fixação da estrutura; (3) o fluido de perfuração homogeneizado é vertido dentro da célula, que é, então, fechada com a tampa e a borracha de vedação III; (4) a célula montada é posicionada na prensa, encaixando o tubo rosqueado na parte inferior da base da célula na fenda designada; (5) a manivela de segurança é apertada para garantir a segurança da operação; (6) para coletar o filtrado, um tubo de ensaio graduado é colocado sobre o suporte e elevado até encostar na barra de metal onde a célula está apoiada, alinhando a abertura do tubo com o tubo da célula; (7) por fim, aciona-se a válvula de pressão conectada à célula para iniciar o procedimento, enquanto o cronômetro é acionado para contar 30 minutos. A descrição completa do procedimento experimental encontra-se no Apêndice F.

Durante os 30 minutos, o volume de filtrado é registrado ao longo do tempo, com atenção especial aos volumes coletados nos intervalos de 7,5 e 30 minutos. Ao final do experimento, a válvula de pressão é fechada e a válvula de alívio é acionada, liberando a pressão interna da célula, que pode então ser desmontada. O fluido é vertido de volta para o recipiente de origem, e a célula é invertida para permitir a drenagem do excesso de fluido de perfuração. Na superfície do papel de filtro, uma torta de filtro é formada e deve ser medida.

Ao desmontar a célula, o papel de filtro é, cuidadosamente, removido da grade de metal. A torta de filtro é levemente lavada com água destilada para eliminar o excesso de fluido na superfície, expondo a estrutura do reboco. Em seguida, a espessura da torta de filtro é medida, conforme ilustrado na Figura 4.8.

Figura 4.8 – Medição da torta de filtro



Todas as tortas de filtro produzidas foram medidas utilizando a metodologia descrita anteriormente. Por fim, a viscosidade dos volumes de filtrado de todos os fluidos foi determinada utilizando o viscosímetro AR2000ex, da marca TA Instruments, LAPAMA-UFPB. A viscosidade do filtrado é fundamental para o cálculo da permeabilidade da torta de filtro, que é obtida a partir da Equação 4.3.

$$k = (8,95 \times 10^{-5}) \cdot V_f \cdot \varepsilon \cdot \mu \quad (4.3)$$

Em que: k é a permeabilidade da torta de filtro, em mD; V_f é o volume de filtrado, em mL; ε é a espessura da torta de filtro, em mm; e μ é a viscosidade do volume de filtrado, em cP (BAGERI, AL-MUTAIRI e MAHMOUD, 2013; LEAL *et al.*, 2022).

4.7.5 Microscopia eletrônica de varredura das tortas de filtro LPLT

A visualização da morfologia da superfície e da seção transversal das tortas de filtro produzidas em LPLT foi realizada por MEV utilizando um microscópio TESCAN VEGA4 LMS, no LAMAB-UFPB. As tortas de filtro foram secas à temperatura ambiente, por 24 horas, para assegurar uma evaporação lenta, evitando que, ao serem colocadas na estufa com o reboco ainda úmido, a rápida evaporação da água comprometesse significativamente a estrutura das tortas. Após esse período, as tortas foram submetidas a uma estufa à 70 °C, por 12 horas, a fim de garantir a evaporação completa da água. Este material foi armazenado em dessecadores vedados, em placas de *petri*, e recoberto com papel filme.

As micrografias foram obtidas por meio de cortes realizados nas extremidades dos papéis de filtro que continham as tortas de filtro. Para cada papel de filtro, foram recortados dois pedaços. Os recortes correspondentes a cada fluido foram fixados em *stubs* com fita de carbono, sendo um posicionado horizontalmente, com a superfície da torta voltada para cima, e outro verticalmente, expondo a seção transversal. As amostras foram revestidas com uma fina camada de ouro em um processo denominado metalização, o qual melhora a visualização ao tornar a superfície da amostra condutiva. As imagens foram capturadas com uma intensidade de 5 kV.

4.8 ENVELHECIMENTO DINÂMICO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO

O envelhecimento dos fluidos de perfuração foi realizado em uma estufa Roller Oven da Fann, modelo 705ES, no LaPet-UFPB. Após um período de 24 h da formulação, os fluidos tiveram suas reologias medidas. Em seguida, os fluidos foram vertidos nas células de rolamento, que foram devidamente lacradas. Os fluidos foram mantidos em movimento por 16 horas, a uma temperatura de 66 °C (API, 2009, 2019). Após o período de envelhecimento, as células foram resfriadas e os fluidos foram vertidos no copo do reômetro. Em seguida, foi realizada a leitura da reologia, seguida pelo ensaio de filtração.

4.9 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA DOS FLUIDOS

O estudo da degradação térmica dos fluidos de perfuração foi conduzido utilizando um analisador termogravimétrico da TA Instruments, modelo SDT650, no Labfilm-UFPB. As amostras em pó foram peneiradas em peneira de 200#. As análises foram realizadas por meio

de termogravimetria (TGA) com avaliação diferencial (DTA), utilizando cadinhos de platina, em um intervalo de temperatura de 25 °C a 600 °C. A taxa de aquecimento das amostras foi estabelecida em 10 °C/min, e o gás utilizado durante as análises foi o nitrogênio, promovendo uma atmosfera inerte, com um fluxo fixo de 50 mL/min.

4.10 AVALIAÇÃO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO EM ALTAS PRESSÕES E ALTAS TEMPERATURAS

Foram realizadas avaliações da reologia e da filtração dos fluidos sob condições elevadas de temperatura e pressão. Conforme discutido anteriormente, embora a classificação de poços como HPHT exija pressões superiores a 69 MPa (10.000 psi) e temperaturas acima de 150 °C (SMITHSON, 2016), neste trabalho, a terminologia altas pressões e altas temperaturas foi empregada com base nos parâmetros de pressão e temperatura definidos pelas práticas padronizadas pela API (2009, 2012).

4.10.1 Reologia em altas pressões e altas temperaturas

A reologia dos fluidos de perfuração em condições de altas pressões e altas temperaturas foi investigada com o objetivo de simular o comportamento do fluido em diversas condições possíveis em poços de grande profundidade. Os ensaios foram realizados utilizando um viscosímetro da marca Chandler, modelo 7500, na LabCim-UFRN.

Os parâmetros de operação para a avaliação em altas pressões e altas temperaturas variam e dependem do objetivo específico do estudo. Os limites operacionais do viscosímetro utilizado são de 30.000 psi e 316 °C. Os parâmetros de avaliação selecionados para os fluidos desta pesquisa estão detalhados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Parâmetros para reologia em altas pressões e altas temperaturas

Condição	Pressão	Temperatura
1 (LPLT)	14,7 psig	25,0 °C
2	830,0 psig	25,0 °C
3	4000,0 psig	60,0 °C
4	5700,0 psig	80,0 °C
5	7700,0 psig	103,0 °C

A metodologia de teste consiste na homogeneização dos fluidos antes das análises, seguida do preenchimento do copo do viscosímetro. A programação do equipamento é realizada pelo operador, e as leituras são efetuadas de maneira automatizada.

4.10.2 Filtração em alta pressão e alta temperatura

A filtração em alta pressão e alta temperatura foi realizada para todos os fluidos utilizando um filtro prensa da Fann Series 387 API HPHT, no LabCim-UFRN. Os parâmetros selecionados para os testes foram: 500 psig e 150 °F (equivalente a 66 °C).

A metodologia utilizada para a realização das análises é semelhante à descrita na seção 4.7.4, com as únicas diferenças práticas sendo a necessidade de aquecer a célula e o fluido à temperatura de operação antes de iniciar o procedimento e a montagem da célula, que é diferente da LPLT. Adicionalmente, o papel de filtro utilizado é menor em comparação ao empregado na filtração LPLT, o que requer o cálculo de um fator de correção da área de filtração para ajustar os valores de perda inicial de fluido (*spurt loss*), velocidade de filtração e volume de filtrado. O valor calculado foi de 2,1156.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 ÓLEO DE COCO SAPONIFICADO

Antes de realizar a síntese do óleo de coco saponificado (OCS), o índice de saponificação (IS) do óleo de coco foi determinado. Para garantir a precisão dos resultados, as padronizações das soluções utilizadas foram realizadas em triplicata, e a determinação do IS foi feita em duplicata. Os resultados obtidos para o IS encontram-se na Tabela 5.1:

Tabela 5.1 – Dados experimentais para o índice de saponificação do óleo de coco

Ensaio	m _{óleo} (g)	V _{branco, triplicata} (mL)	V _{tit.} (mL)	IS (mg/g óleo)
1	2,0015	20,78 ± 0,17	2,8	269,19
2	2,0500		2,6	265,75

m_{óleo} é a massa de óleo utilizada em cada ensaio, V_{branco, triplicata} é o valor da triplicata da titulação do branco da reação, V_{tit} é o volume titulado após a saponificação para cada ensaio, e IS é o índice de saponificação para cada ensaio.

O valor médio do IS do óleo de coco foi determinado como $267,47 \pm 1,72$ mg de KOH/g de óleo, consistente com os valores reportados na literatura para óleo de coco (APCC, 2009; SENEVIRATNE e JAYATHILAKA, 2016). Marina *et al.* (2009) avaliaram o IS de óleos de coco virgens comercializados na Malásia e Indonésia, encontrando valores entre 250,07 e 260,67 mg de KOH/g de óleo. Martins, Santos e Conceição (2020), por sua vez, analisaram amostras de óleo de coco extravirgem e artesanal, encontrando valores inferiores, variando de 222 a 233 mg de KOH/g de óleo. O índice de saponificação elevado do óleo de coco, quando comparado a outros óleos vegetais, é atribuído à menor média de tamanho de cadeia de seus ácidos graxos (SENEVIRATNE e JAYATHILAKA, 2016).

Com o valor do IS calculado, deu-se continuidade ao processo de síntese do OCS. A Figura 5.1 mostra o OCS produzido.

Figura 5.1 – Óleo de coco saponificado produzido



O rendimento médio da síntese de OCS obtido a partir de cada 100 g de óleo de coco extravirgem foi de $157,82 \pm 3,61$ g, imediatamente após a etapa de evaporação do álcool. Após um período de 24 horas do término do experimento, o rendimento médio do OCS seco foi de $144,02 \pm 0,88$ g para cada 100 g de óleo. Para assegurar a reprodutibilidade dos resultados, foram realizadas cinco bateladas, empregando cinco frascos de óleo de coco da mesma marca e tipo.

O valor de $144,02 \pm 0,88$ g refere-se à massa total de OCS e glicerina obtida, conforme ilustrado pela equação da reação apresentada na Figura 3.12. De acordo com o balanço estequiométrico da saponificação, para cada mol de óleo reagido, 1 mol de glicerol e 3 mols de sabão são produzidos. Assim, o rendimento obtido corresponde, aproximadamente, a 108 g de OCS e 36 g de glicerina. Contudo, essa massa inclui a presença de umidade e excesso de NaOH, os quais necessitam de quantificação para avaliação precisa do produto final.

A caracterização adicional do OCS por meio de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) estão localizadas nos apêndices G e H, respectivamente.

5.1.1 Concentração micelar crítica

A concentração micelar crítica (C.M.C.) do OCS foi determinada por meio da análise da tensão superficial em um tensiômetro de pressão de bolha. A avaliação da C.M.C. foi realizada em duplicata para o OCS em água destilada (Figura 5.2) e em solução salina com 2% de NaCl (Figura 5.3).

Figura 5.2 – Curvas de C.M.C. para OCS em água destilada em duplicata, sendo (a) ensaio 1 e (b) ensaio 2

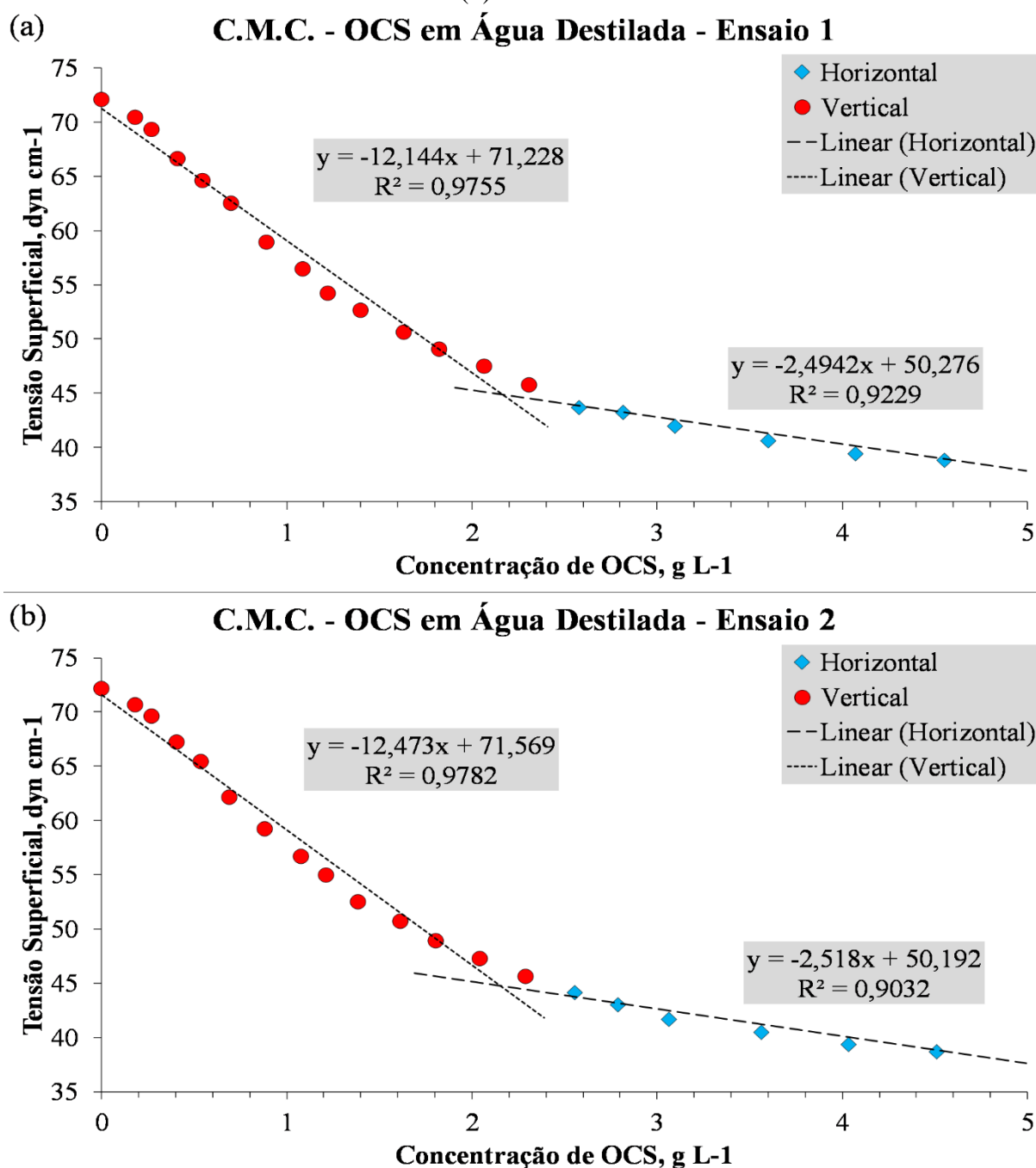
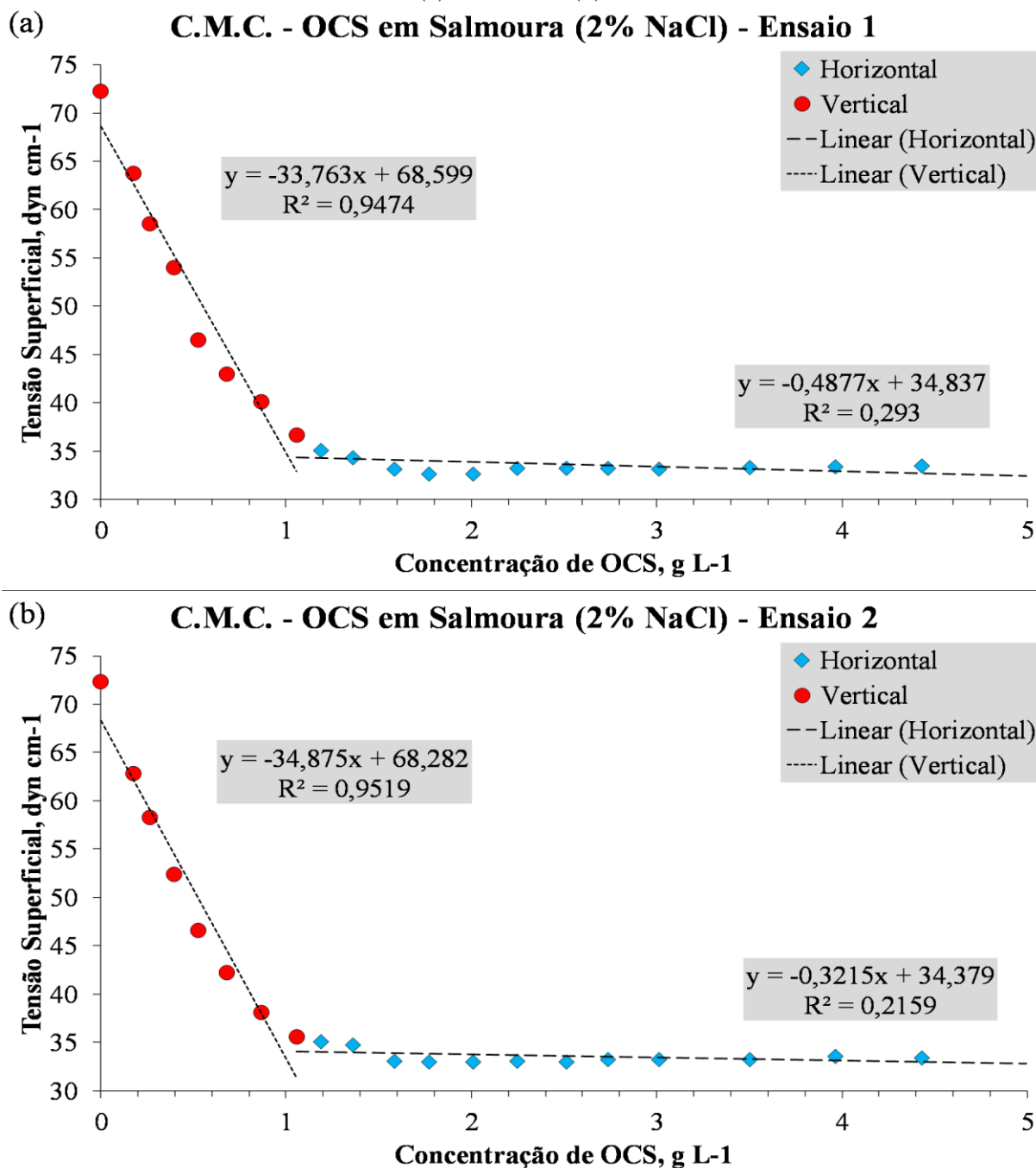


Figura 5.3 – Curvas de C.M.C. para OCS em solução salina com 2% NaCl em duplicata, sendo (a) ensaio 1 e (b) ensaio 2



Para identificar o ponto de inflexão das curvas, as equações correspondentes a cada reta do gráfico foram igualadas, considerando a intersecção das retas em $y_1 = y_2$. Assim, o valor da C.M.C. corresponde ao valor de x obtido nesse cálculo. A Tabela 5.2 apresenta os valores da C.M.C. para o OCS em água destilada e em solução salina com 2% de NaCl.

Tabela 5.2 – Valores da C.M.C. do OCS

Solução	C.M.C. (g/L)
Água Destilada	$2,159 \pm 0,012$
Salmoura (2% NaCl)	$0,998 \pm 0,02$

A C.M.C. do OCS é significativamente reduzida pela presença de sal, apresentando uma diminuição de, aproximadamente, 53,8%.

A redução da C.M.C. de tensoativos iônicos em meio salino ocorre devido à interação dos íons do sal com os grupos hidrofílicos dos tensoativos, promovendo a blindagem das cargas e diminuindo a repulsão eletrostática entre as porções polares. Esse mecanismo facilita a organização das moléculas em micelas, aumentando a proximidade entre as porções polares e afastando as cadeias hidrofóbicas do meio aquoso. Como resultado, a energia necessária para a formação de micelas é reduzida, diminuindo a C.M.C. Em tensoativos não-iônicos, a redução ocorre principalmente pela desidratação da porção hidrofóbica (BHATTARAI, SHRIVASTAV e ADHIKARI, 2014; MIYAGISHI, OKADA e ASAKAWA, 2001).

Os dados completos dos experimentos, incluindo a construção dos gráficos e a determinação da C.M.C., estão disponíveis no Apêndice I. Ainda,

5.2 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA SISTEMAS EMULSIONADOS

Os sistemas emulsionados apresentam diversas características vantajosas para a indústria de petróleo, tais como baixa tensão superficial, capacidade de inibir o inchamento de argilas e solubilização de fase oleosa. No contexto dos fluidos de perfuração, algumas dessas propriedades dos sistemas emulsionados contribuem para funções essenciais, como a formação de um reboco eficaz e flexível, controle de pressão do poço, aumento da resistência térmica e melhoria da lubricidade.

Para avaliar essas características das emulsões, foram analisadas propriedades específicas: pH, tensão superficial, potencial zeta, reologia e viscosidade.

5.2.1 Tensão superficial e pH

A baixa tensão superficial de tensoativos solúveis em água é desejada para a formulação de fluidos emulsionados do tipo óleo-em-água (O/W). Isso ocorre porque a

solubilização do tensoativo em água reduz a tensão superficial do sistema, facilitando o encapsulamento das gotículas de óleo, que adquirem forma devido à curvatura na interface água-óleo, promovendo a formação de emulsões mais estáveis (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017; JHA, MAHTO e SAXENA, 2015).

O pH das emulsões também influencia diretamente sua estabilidade, especialmente quando o tensoativo possui caráter iônico. O balanço de cargas torna-se, então, um fator determinante. O pH das emulsões impacta, ainda, o pH do fluido de perfuração, o qual deve permanecer entre 9 e 11 para uma performance adequada (AMOCO, 1994; KUMAR e MITTAL, 1999).

Na Tabela 5.3, estão apresentados os valores de tensão superficial e pH das emulsões formuladas para este estudo.

Tabela 5.3 – Dados físico-químicos das emulsões

Emulsão	FA	FO	FT	$\rho_{\text{emulsão}}$ (g/cm ³)	pH	Tens. Sup. (mN/m)
E1	75%	10%	15%	1,0020 ± 0,0075	10,45	33,6
E2	75%	10%	15%	1,0900 ± 0,0169	10,55	32,6
E3	90%	5%	5%	1,0150 ± 0,0125	10,60	37,5
E4	90%	5%	5%	1,0295 ± 0,0208	10,56	39,3

FA = fase aquosa (água destilada ou solução glicerina-água); FO = fase oleosa (óleo de coco ou óleo de pinho); FT = fase tensoativo (OCS); Tens. Sup. = tensão superficial

Para a aferição das massas específicas das emulsões, utilizou-se a técnica de picnometria em balança analítica (precisão de 0,1 mg) em triplicata. Inicialmente, determinaram-se os volumes dos picnômetros a partir da massa de água contida em cada um; posteriormente, as mesmas medições foram realizadas com as emulsões, permitindo o cálculo da massa específica das amostras através da pesagem desses sistemas. Os dados na Tabela 5.3 indicam pouca variação nas massas específicas entre as emulsões. Emulsões com glicerina na fase aquosa (E2 e E4) apresentaram maior densidade em relação às emulsões com água destilada.

As emulsões mostraram-se levemente alcalinas e com baixa variação de pH entre as formulações, o que se deve em grande parte ao tensoativo, que contém excesso de NaOH de sua síntese. Esse hidróxido de sódio residual eleva o pH das emulsões, o que é favorável para a

formulação dos fluidos, considerando que outros componentes dos fluidos de perfuração, como íons carbonato, podem aumentar ainda mais o pH.

Para as medições de tensão superficial, empregou-se água destilada e álcool etílico 99,5%, conforme recomendado pelo manual do tensiômetro SensaDyne QC6000. Em 25 °C, as tensões superficiais da água e do álcool etílico são, respectivamente, de 72 mN/m e 32 mN/m. As emulsões E1 e E2 apresentaram menores valores de tensão superficial em comparação com E3 e E4, devido à maior concentração de tensoativos nas primeiras. Os valores de tensão superficial das emulsões de pinho foram muito próximos do limite inferior da calibração do equipamento, o que evidencia a eficiência do tensoativo em diminuir as tensões superficiais das emulsões.

5.2.2 Potencial zeta

O potencial zeta é outro parâmetro relevante na avaliação das emulsões, especialmente quando essas possivelmente estarão sob condições de pressão e temperatura variadas, comuns em fluidos de perfuração. Os valores de potencial zeta das emulsões estão dispostos na Tabela 5.4.

Tabela 5.4 – Valores de potencial zeta das emulsões

Emulsão	Potencial Zeta (mV)
E1	-61,03 ± 10,04
E2	-47,63 ± 14,34
E3	-37,77 ± 2,36
E4	-24,57 ± 0,58

As emulsões com maior concentração de tensoativo (E1 e E2) demonstraram potenciais zeta mais elevados, sugerindo alta estabilidade. Embora as emulsões formuladas com óleo de coco (E3 e E4) tenham potenciais zeta absolutos inferiores às emulsões de óleo de pinho, ainda assim são estáveis, de acordo com os critérios da literatura, que estabelecem ± 25 mV como limite para emulsões estáveis (CHOUAIBI, 2022; CLOGSTON e PATRI, 2011; SHARMA *et al.*, 2014; TADROS, 2014). Observa-se, porém, que a emulsão E4 está abaixo desse limite, o que pode significar uma tendência maior a coalescer. A presença de glicerina, substância menos polar que a água, reduziu o potencial zeta das emulsões através da diminuição da repulsão eletrostática entre as partículas, o que pode impactar a estabilidade do sistema.

Os valores negativos do potencial zeta nas emulsões analisadas confirmam o caráter aniônico do tensoativo utilizado, o que favorece a repulsão eletrostática entre partículas e contribui para a estabilidade dos fluidos de perfuração, cuja formulação inclui componentes com carga negativa, como carbonato de cálcio (CaCO_3), goma xantana (GX), carboximetilcelulose (CMC) e bentonita.

5.2.3 Reologia e viscosidade

Estudos de reologia e viscosidade das emulsões revelam informações sobre a estabilidade e resistência ao cisalhamento, fundamentais para fluidos de perfuração. As figuras abaixo apresentam o comportamento reológico das emulsões E1 a E4 e dos óleos de pinho e de coco.

Figura 5.4 – Reologias das emulsões de óleo de pinho

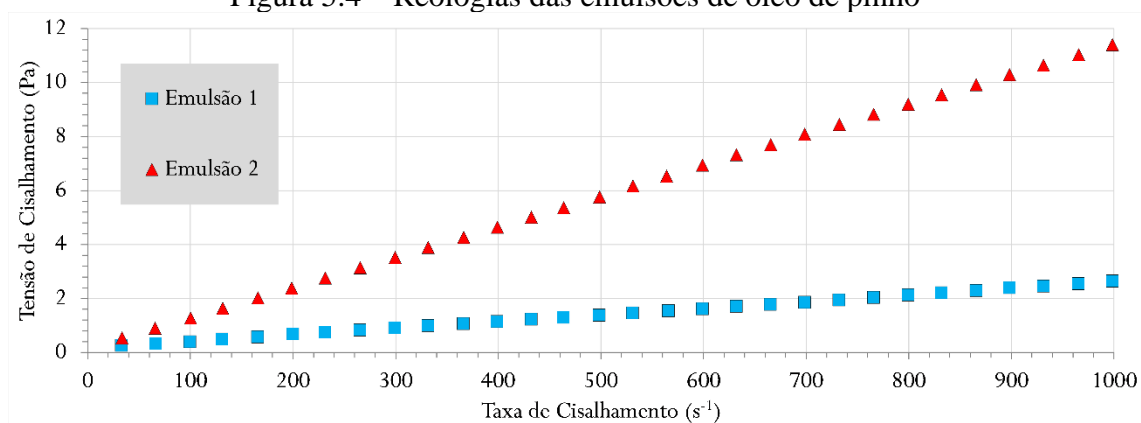


Figura 5.5 – Reologias das emulsões de óleo de coco

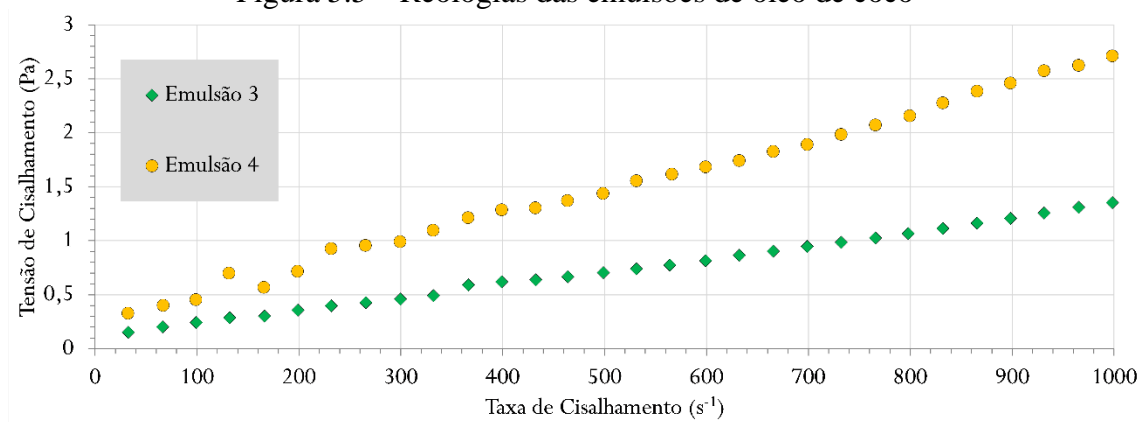


Figura 5.6 – Reologia do óleo de pinho

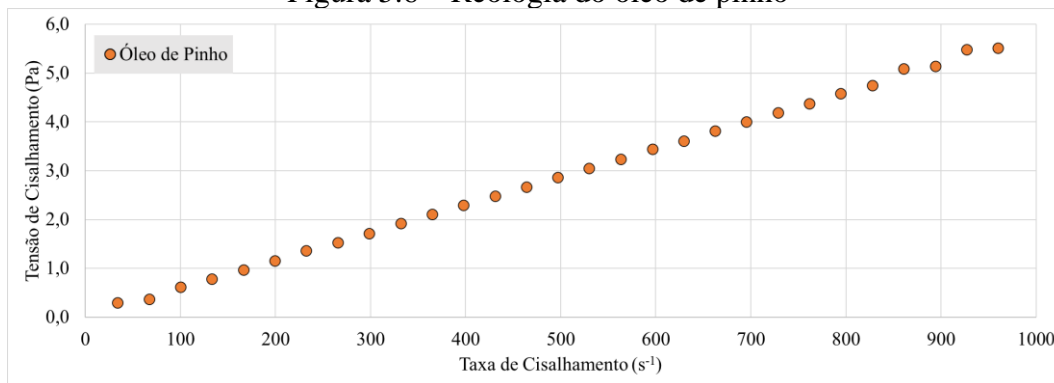
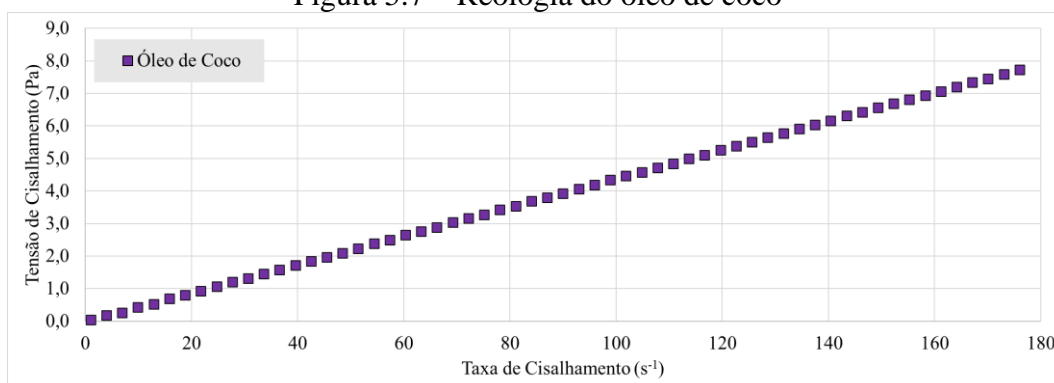


Figura 5.7 – Reologia do óleo de coco



Observou-se um comportamento linear em relação à taxa de cisalhamento aplicada às emulsões e aos óleos, indicando um possível comportamento newtoniano. A modelagem desses sistemas permite analisar se os comportamentos observados se classificam ou não como newtonianos. A Tabela 5.5 dispõe os resultados das modelagens em termos dos parâmetros dos modelos, erro total (SEQ) e coeficiente de determinação do modelo.

Tabela 5.5 – Modelagem reológica para as emulsões e os óleos

	Modelo Power Law				Modelo Bingham			
	k (Pa.s ⁻ⁿ)	n	SEQ	R ²	τ ₀ (Pa)	μ _P (Pa.s)	SEQ	R ²
E1	0,007	0,866	0,051	0,997	0,169	0,002	0,005	1,000
E2	0,014	0,971	0,039	1,000	0,148	0,011	0,011	1,000
Pinho	0,006	1,004	0,044	0,999	-	-	-	-
E3	0,004	0,836	0,030	0,993	0,109	0,001	0,008	0,998
E4	0,011	0,794	0,155	0,990	0,265	0,002	0,072	0,995
Coco	0,042	1,007	0,009	1,000	-	-	-	-

k = coeficiente de consistência; n = coeficiente de comportamento; SEQ = soma dos erros ao quadrado; τ₀ = tensão crítica de escoamento; μ_P = viscosidade plástica; R² = coeficiente de determinação

A análise experimental mostrou que os óleos de pinho e coco apresentam comportamento newtoniano ($n = 1,0$), enquanto todas as emulsões indicaram valores de n diferentes de 1,0. A modelagem pelo modelo de Bingham ajustou-se bem aos dados experimentais, com erros baixos e coeficientes de determinação próximos de 1,0.

Por fim, os valores de viscosidades à 25 °C para as emulsões e os óleos são mostrados na Tabela 5.6.

Tabela 5.6 – Viscosidade das emulsões e dos óleos vegetais

Sistema	μ (mPa.s)
E1	$2,655 \pm 0,011$
E2	$11,47 \pm 0,048$
Pinho	$5,787 \pm 0,062$
E3	$1,344 \pm 0,005$
E4	$2,724 \pm 0,021$
Coco	$9,653 \pm 0,040$

1 mPa.s = 1 cP

Em geral, emulsões contendo glicerina são mais viscosas que aquelas com água destilada. Apesar da alta viscosidade do óleo de coco a temperatura ambiente, suas emulsões são menos viscosas devido à baixa concentração de óleo (5%) e tensoativo (5%). Por outro lado, emulsões de pinho, em especial a E2, apresentam viscosidade consideravelmente maior devido à maior concentração de óleo (10%) e tensoativo (15%). Observou-se que as interações entre fases no sistema contribuem mais para a viscosidade do que os componentes individuais (KUMAR e MITTAL, 1999).

5.3 AVALIAÇÃO DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO

5.3.1 Caracterização dos aditivos dos fluidos de perfuração

As caracterizações adicionais dos aditivos dos fluidos de perfurações estão localizadas nos apêndices G, para a espectroscopia de infravermelho do óleo de pinho; J, para a análise granulométrica do redutor de filtrado; K, para o potencial zeta e tamanho de partícula dos polissacarídeos goma xantana e carboximetilcelulose; e L, para a difração de raios-X dos aditivos redutor de filtrado (CaCO_3) e argila (bentonita).

5.3.1.1 Determinação da massa específica dos aditivos

As massas específicas dos aditivos foram determinadas para auxiliar na formulação dos fluidos de perfuração conforme os balanços de massa apresentados nas seções 3.1.5 e 4.5, com os resultados expostos na Tabela 5.7.

Tabela 5.7 – Massas específicas dos aditivos de fluido de perfuração

Aditivo	ρ (g/cm ³)	ρ (lb/bbl)
Barita	4,516	1582,89
Bentonita	2,3494	823,481
CaCO ₃	2,8362	994,108
GX	1,5003	525,866
CMC	1,6701	585,382

lb/bbl = libra por barril; 1 g/cm³ = 350,51 lb/bbl

5.3.2 Formulação dos fluidos de perfuração

A formulação dos fluidos foi baseada nos balanços de massa (seção 3.1.5), utilizando as massas específicas das emulsões (Tabela 5.3) e dos aditivos (Tabela 5.7). As composições resultantes estão na Tabela 5.8.

Tabela 5.8 – Composições dos fluidos de perfuração

			Fluidos			
		Funções	F1	F2	F3	F4
Componentes das Emulsões (g)	Água		241,66	202,23	294,85	225,23
	Glicerina		–	67,41	–	75,08
	Óleo de Coco	Base do fluido	–	–	16,38	16,68
	Óleo de Pinho		32,22	35,95	–	–
	OCS		48,33	53,93	16,38	16,68
Massa total da emulsão (g)		-	322,22	359,52	327,61	333,67
Aditivos (g)	Barita	Adensante	65,00	28,00	60,00	54,00
	CaCO ₃	Redutor de filtrado	15,00	15,00	15,00	15,00
	Bentonita	Modificador reológico	5,00	5,00	5,00	5,00
	CMC	Redutor de filtrado	3,00	3,00	3,00	3,00
	GX	Viscosificante	1,75	1,75	1,75	1,75
	NaCl	Eletrólito	7,79	7,79	7,79	7,79
HCl (sol, 4,0 mol/L) (cm ³)		-	20,00	20,00	20,00	20,00
$\rho_{\text{projetado}}$ (g/cm ³)			1,20	1,20	1,20	1,20
$V_{\text{projetado}}$ (cm ³)			350,0	350,0	350,0	350,0

Observa-se que as massas totais das emulsões diferem entre os fluidos devido às variações de densidade entre elas. A quantidade de aditivos é constante em todos os fluidos, exceto para a barita, um material inerte, cuja massa varia de acordo com o fluido para manter a massa específica projetada. Isso é necessário, pois fases contínuas/dispersas com diferentes densidades produzem volumes distintos caso a mesma massa seja aplicada a ambos os fluidos, o que alteraria a concentração dos aditivos.

A formulação dos fluidos de perfuração considerou o volume total dos fluidos fixo em 350 cm³, garantindo que esse é o valor máximo que supre todas as análises subsequentes. A massa específica planejada foi de 1,20 g/cm³. Para ajustar o pH, foi adicionado 20 cm³ de uma solução de HCl a 4,0 mol/L, visto que valores de pH acima de 12 foram inicialmente observados durante a formulação. Por fim, para garantir uniformidade nas concentrações de aditivos entre os fluidos, os volumes equivalentes dos aditivos foram calculados e os resultados estão na Tabela 5.9.

Tabela 5.9 – Cálculo do volume dos aditivos dos fluidos de perfuração

Aditivos	ρ (g/cm ³)	F1		F2		F3		F4	
		m (g)	V (cm ³)	m (g)	V (cm ³)	m (g)	V (cm ³)	m (g)	V (cm ³)
Barita	4,516	65,00	14,39	28,00	6,20	60,00	13,29	54,00	11,96
CaCO ₃	2,836	15,00	3,32	15,00	3,32	15,00	3,32	15,00	3,32
Bentonita	2,349	5,00	1,11	5,00	1,11	5,00	1,11	5,00	1,11
CMC	1,670	3,00	0,66	3,00	0,66	3,00	0,66	3,00	0,66
GX	1,500	1,75	0,39	1,75	0,39	1,75	0,39	1,75	0,39
NaCl	2,160	7,79	1,72	7,79	1,72	7,79	1,72	7,79	1,72
Totais		97,54	21,60	60,54	13,41	92,54	20,49	86,54	19,16

Os mesmos cálculos foram realizados para as emulsões, como apresentado na Tabela 5.10.

Tabela 5.10 – Cálculo do volume das emulsões

Emulsões	m (g)	ρ (g/cm ³)	V (cm ³)
E1	322,22	1,002	321,574
E2	359,52	1,090	329,834
E3	327,61	1,015	322,768
E4	333,67	1,030	324,111

Com base nos dados da Tabela 5.9 e da Tabela 5.10, foram calculados a massa e o volume dos fluidos de perfuração, conforme ilustrado na Tabela 5.11.

Tabela 5.11 – Cálculo dos volumes e densidades dos fluidos de perfuração

Fluidos	m _F (g)	V _F (cm ³)	ρ_F (g/cm ³)
F1	419,76	343,17	1,223
F2	420,06	343,24	1,224
F3	420,15	343,26	1,224
F4	420,21	343,27	1,224

F = fluido

A Tabela 5.11 mostra que os volumes dos fluidos estão ligeiramente abaixo dos 350 cm³ projetados e que os fluidos são um pouco mais densos do que o inicialmente previsto, devido a ajustes de arredondamento para converter massas teóricas em valores práticos. Essas variações permanecem dentro de uma margem aceitável de 2% dos valores projetados.

Com os volumes dos fluidos calculados, as concentrações dos aditivos nos fluidos de perfuração foram finalmente determinadas, como demonstrado na Tabela 5.12.

Tabela 5.12 – Concentrações dos aditivos nos fluidos de perfuração

Aditivos	F1		F2		F3		F4	
	(g/cm ³)	(lb/bbl)	(g/cm ³)	(lb/bbl)	(g/cm ³)	(lb/bbl)	(g/cm ³)	(lb/bbl)
Barita	0,1894	66,39	0,0816	28,59	0,1748	61,27	0,1573	55,14
CaCO ₃	0,0437	15,32	0,0437	15,32	0,0437	15,32	0,0437	15,32
Bentonita	0,0146	5,11	0,0146	5,11	0,0146	5,11	0,0146	5,11
CMC	0,0087	3,06	0,0087	3,06	0,0087	3,06	0,0087	3,06
GX	0,0051	1,79	0,0051	1,79	0,0051	1,79	0,0051	1,79
NaCl	0,0227	7,96	0,0227	7,95	0,0227	7,95	0,0227	7,95

lb/bbl = libra por barril; 1 g/cm³ = 350,51 lb/bbl

As concentrações de CaCO₃, bentonita, CMC, GX e NaCl são mantidas iguais em todos os fluidos formulados, garantindo que esses fluidos possuam propriedades comparáveis no que diz respeito a esses componentes. Isso permite que apenas as emulsões sirvam como fator de variação no comportamento observado nos testes realizados.

5.3.3 Avaliação dos fluidos de perfuração em baixa pressão e baixa temperatura

Os fluidos de perfuração formulados foram avaliados em condições de LPLT, considerando medições reológicas e de filtração estática. A massa específica final e o pH dos fluidos foram medidos em laboratório e estão apresentados na Tabela 5.13.

Tabela 5.13 – Massa específica e pH dos fluidos de perfuração

Propriedade	F1	F2	F3	F4
	(Pinho; Água)	(Pinho; GA 1:3)	(Coco; Água)	(Coco; GA 1:3)
pH	10,41 ± 0,12	10,69 ± 0,13	10,50 ± 0,15	10,26 ± 0,39
ρ (g/cm ³)	1,11 ± 0,01	1,04 ± 0,03	1,02 ± 0,02	1,05 ± 0,01
ρ (lb/gal)	9,22 ± 0,04	8,68 ± 0,25	8,47 ± 0,13	8,72 ± 0,38

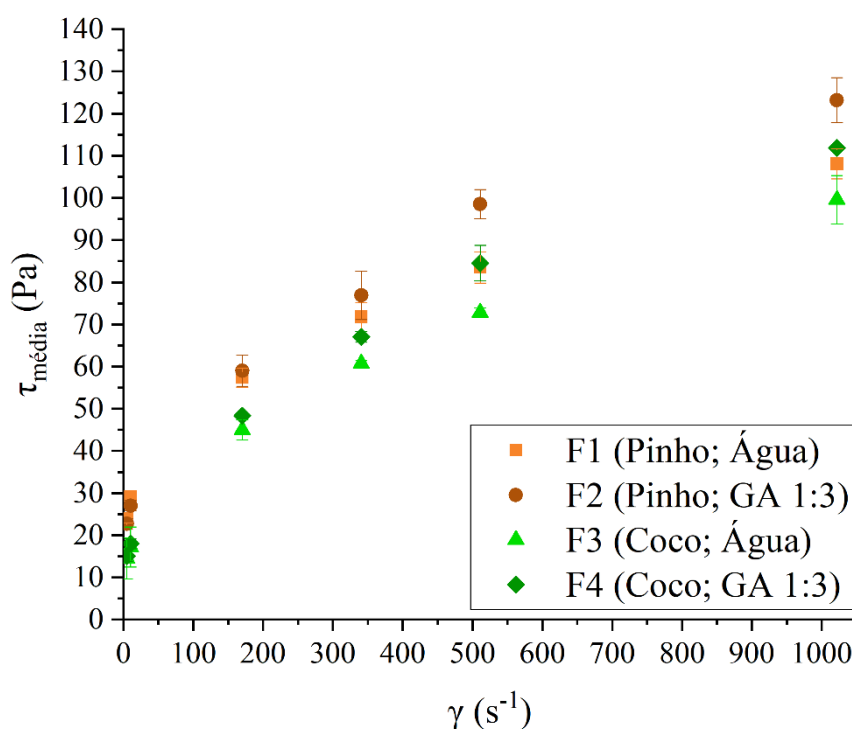
lb/gal = libra por galão; 1 g/cm³ = 8,345 lb/gal

Todos os fluidos de perfuração apresentaram densidade acima de 1,0 g/cm³, valor inferior ao projetado (1,2 g/cm³). Essa diferença deve-se à formação de espuma durante a formulação, que impediu o uso do misturador Hamilton Beach HMD200, equipamento amplamente utilizado para homogeneizar fluidos de perfuração (AMOCO, 1994; CAENN; DARLEY; GRAY, 2017). A adição de uma solução de ácido clorídrico 4,0 mol/L foi eficaz

para ajustar o pH dos fluidos, inicialmente em torno de $12,45 \pm 0,25$, para os valores apresentados na tabela. O pH foi medido na superfície sob agitação para obter uma média representativa do fluido. Além disso, apesar de os fluidos terem sido formulados com sistemas emulsionados bifásicos, não foi observada qualquer separação de fases, mesmo após 30 dias de armazenamento. Cabe ressaltar que, embora as emulsões E2 a E4 tenham apresentado duas fases bem definidas, os fluidos de perfuração formulados não exibiram separação de fases após sua preparação. Durante todas as análises realizadas neste estudo, não foi observada qualquer evidência de separação de fases nos fluidos de perfuração investigados, o que indica a estabilidade das formulações sob as condições avaliadas.

Os ensaios reológicos dos fluidos foram realizados em duplicata, com os resultados reológicos apresentados na Figura 5.8.

Figura 5.8 – Curvas de fluxo dos fluidos de perfuração em LPLT

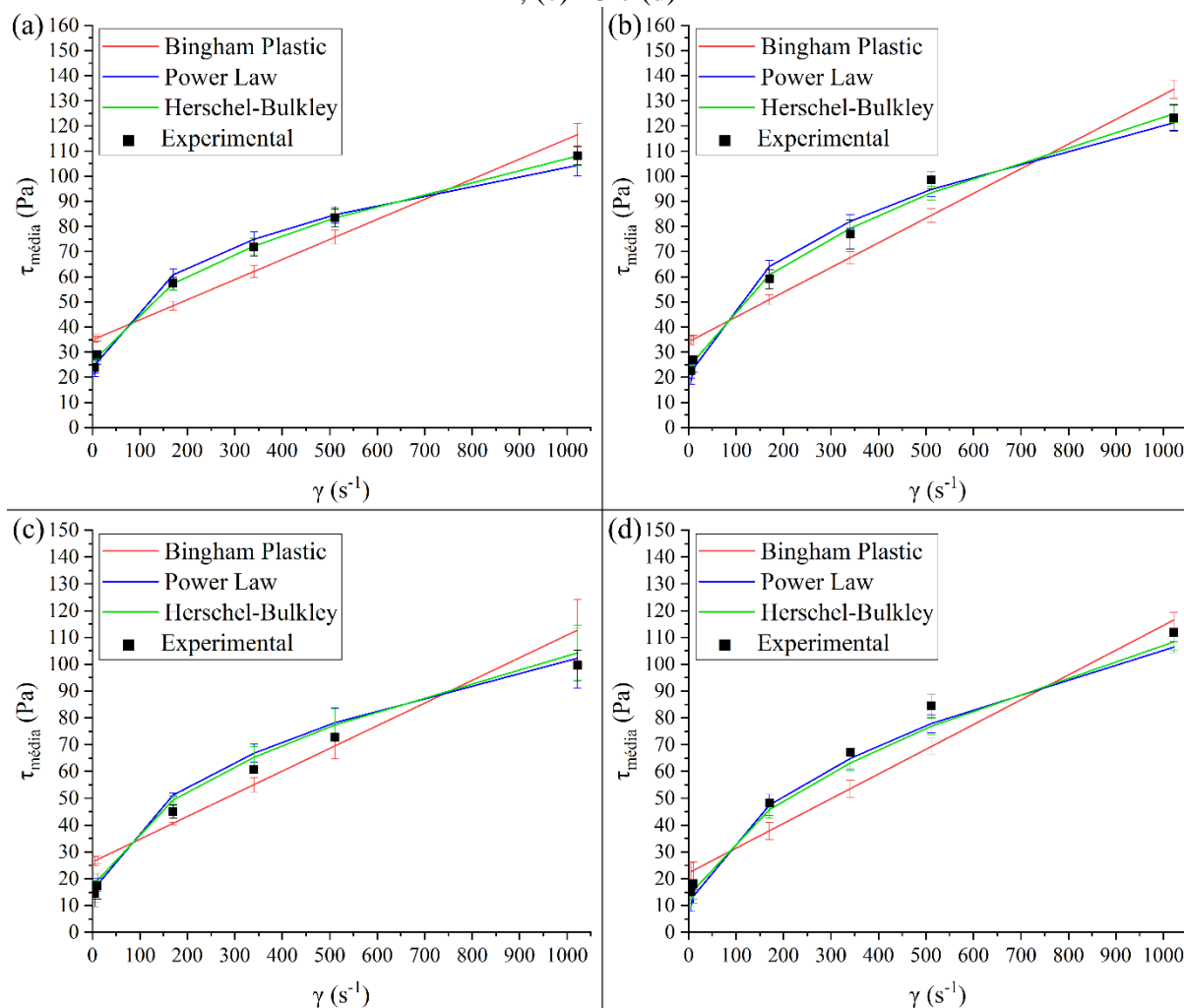


Analisando os dados dos fluidos F1 a F4, observa-se um comportamento não-newtoniano em todos os fluidos. Destaca-se que, os fluidos F1 e F2 apresentaram propriedades reológicas superiores às dos fluidos F3 e F4, resultado das maiores viscosidades das emulsões E1 e E2 utilizadas em suas formulações. Em baixas taxas de cisalhamento, os fluidos que compartilham a mesma fase oleosa apresentaram valores de tensão semelhantes; entretanto, com o aumento da taxa de cisalhamento, as diferenças se tornaram mais evidentes. Além disso,

os fluidos contendo 25% da fase aquosa composta por glicerina apresentaram maior resistência reológica, atribuída ao incremento de viscosidade proporcionado por esse composto. Todos os fluidos analisados exibiram comportamento com histerese.

A Figura 5.9 ilustra a modelagem das reologias dos fluidos F1 a F4 utilizando os modelos de Lei de Potência, Bingham e Herschel-Bulkley.

Figura 5.9 – Modelagem das curvas de fluxo em LPLT dos fluidos de perfuração (a) F1, (b) F2, (c) F3 e (d) F4



Na Figura 5.9, observa-se que o modelo plástico de Bingham apresentou uma discrepância considerável entre os dados calculados e os experimentais, em todas as taxas de cisalhamento. Já os modelos de Lei de Potência e Herschel-Bulkley ajustaram-se bem aos dados experimentais, sendo que, para taxas de cisalhamento elevadas, o modelo de Herschel-Bulkley demonstrou melhor precisão nas previsões de tensão, especialmente para os fluidos F1 e F2.

Para melhor avaliação da modelagem da reologia dos fluidos, os parâmetros dos modelos estão detalhados na Tabela 5.14.

Tabela 5.14 – Parâmetros dos modelos calculados para modelagem da reologia LPLT

Modelos		F1	F2	F3	F4
Plástico de Bingham	τ_0 (Pa)	$34,85 \pm 1,28$	$34,19 \pm 1,60$	$26,22 \pm 1,71$	$22,14 \pm 3,24$
	μ_P (Pa.s)	$0,08 \pm 0,00$	$0,10 \pm 0,00$	$0,08 \pm 0,01$	$0,09 \pm 0,00$
	SEQ	$481,2 \pm 81,5$	$747,7 \pm 105,0$	$566,0 \pm 200,9$	$727,1 \pm 309,1$
	R^2	$0,910 \pm 0,01$	$0,905 \pm 0,02$	$0,925 \pm 0,01$	$0,924 \pm 0,01$
Lei de Potência	k (Pa.s)	$12,9 \pm 0,40$	$10,3 \pm 0,81$	$7,4 \pm 1,899$	$4,8 \pm 1,28$
	n	$0,30 \pm 0,00$	$0,36 \pm 0,01$	$0,38 \pm 0,05$	$0,45 \pm 0,04$
	SEQ	$56,2 \pm 12,5$	$156,3 \pm 82,7$	$199,9 \pm 162,6$	$231,0 \pm 179,2$
	R^2	$0,99 \pm 0,00$	$0,981 \pm 0,01$	$0,994 \pm 0,00$	$0,994 \pm 0,00$
Herschel-Bulkley	τ_0 (Pa)	$16,53 \pm 0,96$	$14,31 \pm 1,54$	$8,59 \pm 3,84$	$7,22 \pm 3,42$
	k (Pa.s)	$4,03 \pm 0,77$	$3,89 \pm 0,02$	$3,53 \pm 0,32$	$2,44 \pm 0,05$
	n	$0,45 \pm 0,02$	$0,48 \pm 0,00$	$0,48 \pm 0,01$	$0,54 \pm 0,00$
	SEQ	$3,5 \pm 3,1$	$94,7 \pm 92,5$	$176,8 \pm 176,5$	$200,0 \pm 199,6$
	R^2	$0,999 \pm 0,00$	$0,988 \pm 0,01$	$0,999 \pm 0,00$	$0,996 \pm 0,00$

τ_0 = tensão de cisalhamento inicial, ou limite de escoamento; μ_P = viscosidade plástica; n = índice de comportamento; k = fator de consistência; SEQ = soma dos erros quadráticos; R^2 = coeficiente de determinação

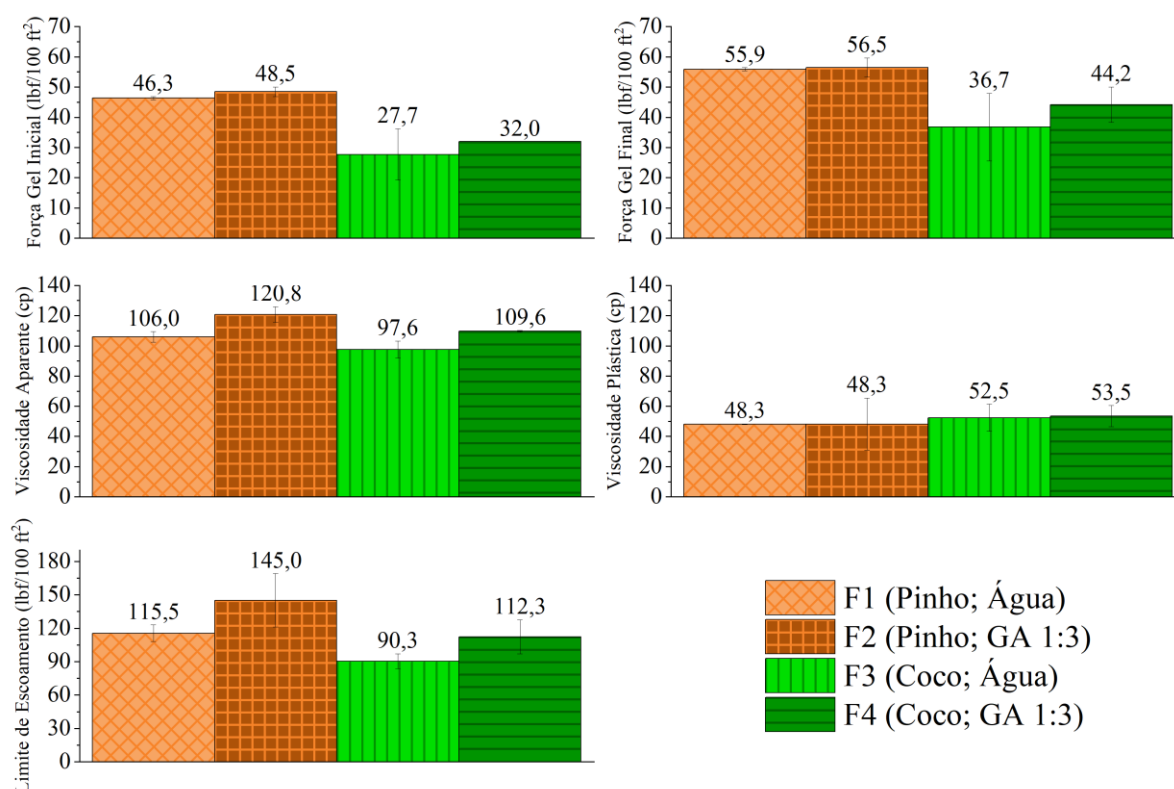
Os modelos de Lei de Potência e Herschel-Bulkley oferecem os melhores ajustes aos dados experimentais, conforme os coeficientes de determinação (R^2). Entretanto, o coeficiente de determinação avalia apenas a qualidade do ajuste geral, não considerando discrepâncias em pontos individuais. Assim, calculou-se o SEQ para cada modelo, sendo este a soma dos quadrados das diferenças entre os valores experimentais e os calculados para cada ponto. O modelo de Herschel-Bulkley obteve os menores valores de SEQ, confirmando ser o melhor ajuste para os dados reológicos em condições LPLT.

No modelo de Herschel-Bulkley, o parâmetro n representa o índice de comportamento do fluido, indicando o caráter newtoniano ou não-newtoniano do fluido. Valores de $n = 1$ indicam comportamento newtoniano (quando associados a τ_0 nulo), enquanto valores diferentes de 1 apontam para comportamentos dilatante ou pseudoplástico, respectivamente. Os fluidos F1 a F4 apresentaram valores de n menores que 0,55, caracterizando comportamento pseudoplástico, adequado para fluidos de perfuração. Observa-se que, os fluidos formulados com óleo de pinho apresentam limites de escoamento cerca de duas vezes superiores aos obtidos com óleo de coco.

O índice de consistência k , expresso em Pa.s, representa a capacidade do fluido em transportar cascalhos e sua resistência ao fluxo. Embora as viscosidades das emulsões bases dos fluidos sejam bastante diferentes, os fluidos F1, F2 e F3 apresentaram valores de k semelhantes.

A Figura 5.10 apresenta as propriedades reológicas dos fluidos, incluindo viscosidade aparente e plástica (VA e VP, respectivamente), limite de escoamento (LE) e forças de gel inicial (G_0) e final (G_f).

Figura 5.10 – Propriedades reológicas em LPLT dos fluidos de perfuração



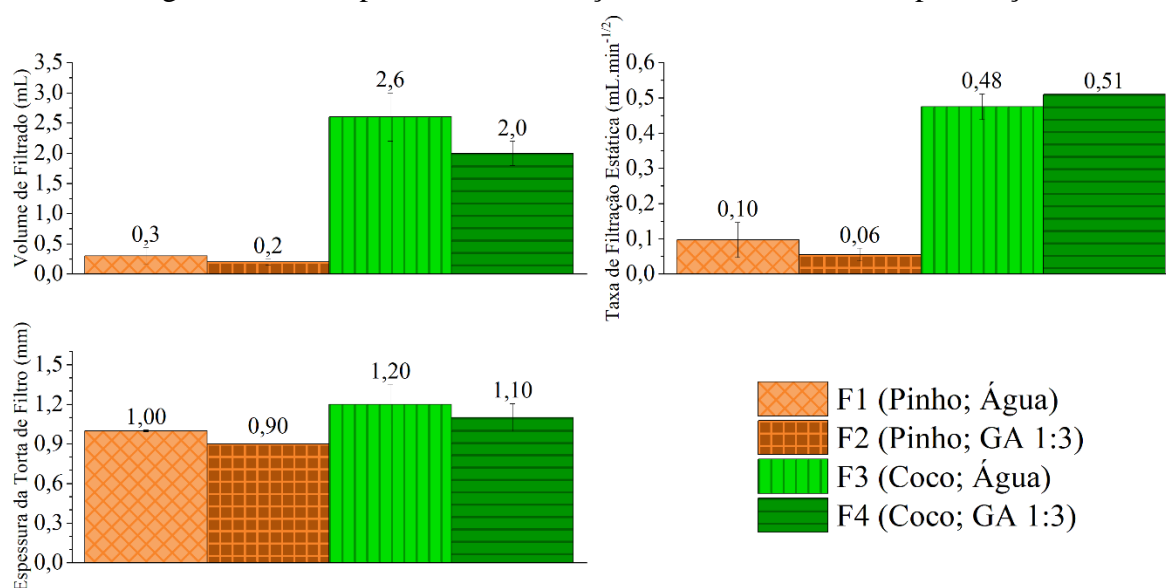
A VP reflete a concentração e forma das partículas em suspensão, sendo praticamente equivalente entre os fluidos, devido à similaridade dos materiais particulados, exceto a barita. A VA, que reflete a viscosidade global, foi maior para os fluidos F2 e F4 em relação a F1 e F3, respectivamente, devido à presença de glicerina nas emulsões base. Observou-se, um comportamento similar no LE, que foi mais elevado nos fluidos F2 e F4, associado ao aumento da VA. Os fluidos de óleo de coco apresentaram valores globais de LE inferiores aos de óleo de pinho, o que pode ser atribuído à maior concentração de tensoativos nos fluidos F1 e F2, que

conferem maior consistência e estabilidade entre as fases, além de promoverem repulsão eletrostática elevada e interações com o sal presente.

Quanto aos géis desenvolvidos, a presença de glicerina mostrou pouca influência sobre os valores de G_0 e G_f para os fluidos F1 e F2, ao passo que os fluidos F3 e F4 apresentaram ligeira variação entre os valores. Para a estabilidade dos fluidos, o ideal é que a diferença entre G_0 e G_f seja nula ou a mínima possível, indicando pouca dependência do tempo para o desenvolvimento de estrutura gel (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017; RAMSEY, 2019). Nos fluidos F1 a F4, o desenvolvimento das estruturas de gel ao longo do tempo resultou em um aumento nos valores de gel de 20,7%, 16,5%, 32,7% e 38,3%, respectivamente, com base na diferença relativa entre os valores finais e iniciais. Observou-se um maior desenvolvimento de gel nos fluidos com maior conteúdo de água, o que pode ser atribuído à hidratação dos polímeros e da bentonita presentes na formulação.

Além da avaliação reológica, foram realizados ensaios de filtração estática cujos resultados estão na Figura 5.11.

Figura 5.11 – Propriedades de filtração LPLT dos fluidos de perfuração



As propriedades de filtração dos fluidos de perfuração foram avaliadas para determinar a capacidade dos fluidos em formar reboco e a eficiência deste na formação em termos de quantidade de líquido filtrado durante os ensaios. Na Figura 5.11, são apresentadas propriedades como o volume de filtrado, correspondente ao volume total coletado; a taxa de filtração estática, que mede a velocidade de filtração com base nos volumes obtidos aos 7,5 minutos (primeiro quarto do tempo total) e aos 30 minutos; e a espessura da torta de filtro, que

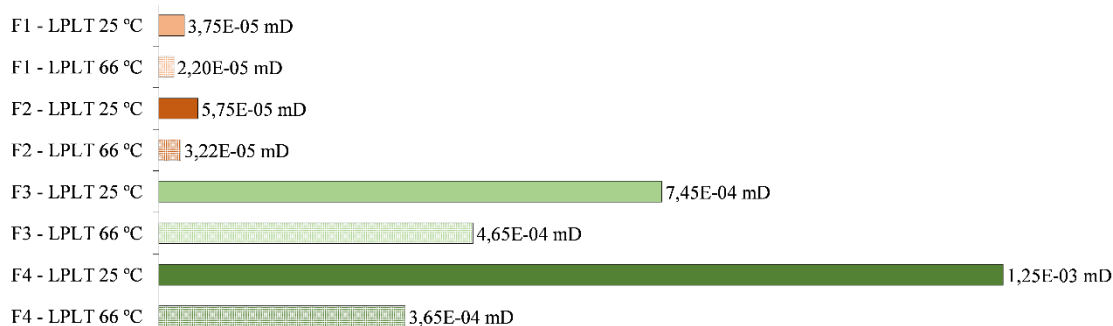
possui grande importância em operações de perfuração, pois rebocos muito espessos podem causar a aderência da coluna de perfuração.

Os cálculos dos volumes de jato inicial para todos os fluidos resultaram em valores iguais a zero, indicando que nenhum dos fluidos apresentou infiltração de líquido antes da consolidação do reboco. Esse comportamento evidencia uma elevada eficiência na formação da torta de filtro. A ocorrência de jato inicial é geralmente associada a fluidos com baixa viscosidade e baixo teor de sólidos ou a fluidos com controle inadequado de filtrado e alta viscosidade. No primeiro caso, a baixa viscosidade facilita a rápida infiltração do fluido sob o aumento de pressão na célula de filtração, especialmente em fluidos com poucos sólidos, dificultando a formação imediata da torta de filtração. No segundo caso, a má qualidade do controlador de filtrado, aliada à alta viscosidade, retarda a formação do reboco, permitindo uma infiltração inicial de fluido, que tende a reduzir à medida que o reboco se consolida. Assim, observa-se que o volume de jato inicial é um parâmetro relevante para avaliar a eficiência dos fluidos na formação do reboco (ALSABAGH *et al.*, 2015; KUMAR, 2010).

Os volumes coletados nas filtrações para os fluidos F3 e F4 foram maiores do que os coletados para os fluidos F1 e F2, o que se refletiu em taxas de filtração mais baixas para os fluidos formulados com óleo de pinho. Em todos os quatro fluidos, os volumes foram inferiores para aqueles contendo glicerina. Em alguns ensaios, o volume de filtrado foi inferior a 0,2 mL, menor que o volume mínimo mensurável pelas provetas usadas. Para garantir a representatividade adequada dos resultados, os volumes finais foram calculados a partir do nível de líquido apresentado nas provetas e aferindo esse volume com pipetas volumétricas.

A Figura 5.12 apresenta os valores de permeabilidade das tortas de filtro para os fluidos de perfuração F1, F2, F3 e F4 em condições de LPLT, avaliados a 25 °C e 66 °C.

Figura 5.12 – Permeabilidade das tortas de filtro em LPLT



Os resultados mostram uma variação significativa nos valores de permeabilidade, evidenciando a influência da temperatura e da composição dos fluidos na eficiência do controle

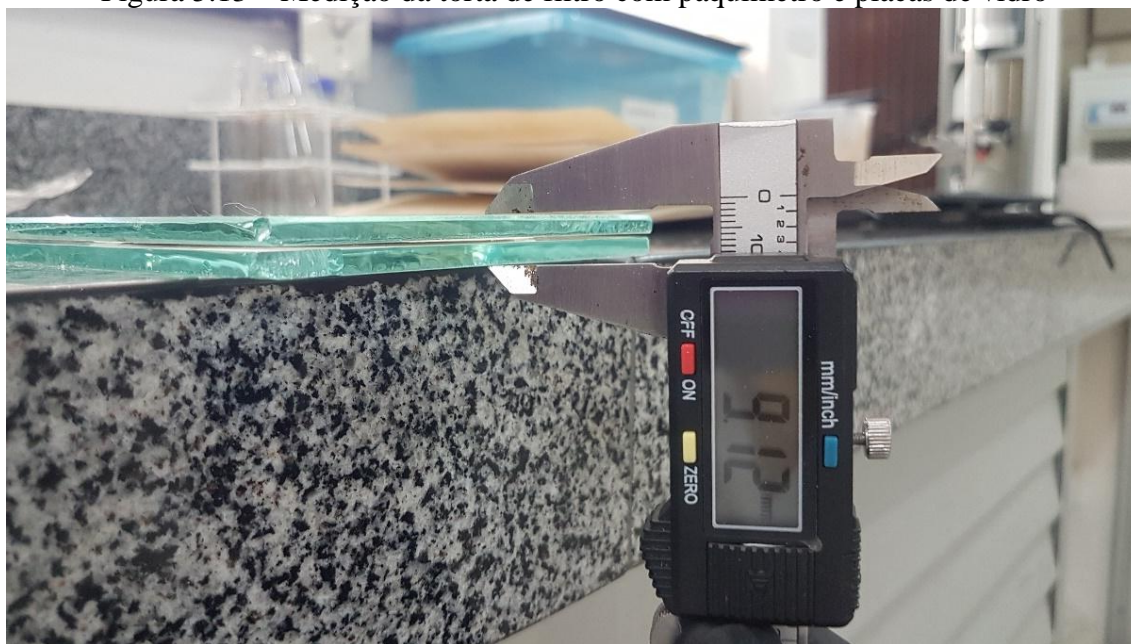
de filtração. Para o fluido F1, a permeabilidade da torta foi reduzida de $3,75 \times 10^{-5}$ mD a 25 °C para $2,20 \times 10^{-5}$ mD a 66 °C. Da mesma forma, o fluido F2 apresentou uma redução de permeabilidade de $5,75 \times 10^{-5}$ mD a 25 °C para $3,22 \times 10^{-5}$ mD a 66 °C. Esses resultados sugerem que o aquecimento favorece o rearranjo das partículas do reboco e a consequente compactação das tortas formadas por esses fluidos, reduzindo sua permeabilidade.

Já os fluidos F3 e F4 exibiram valores de permeabilidade significativamente maiores em ambas as temperaturas, indicando menor eficiência no controle da infiltração. Para o fluido F3, os valores de permeabilidade foram de $7,45 \times 10^{-4}$ mD a 25 °C e $4,65 \times 10^{-4}$ mD a 66 °C, enquanto o fluido F4 apresentou os maiores valores de permeabilidade, sendo $1,25 \times 10^{-3}$ mD a 25 °C e $3,65 \times 10^{-4}$ mD a 66 °C. Similarmente ao observado para os fluidos de pinho, também foi observada uma tendência de redução da permeabilidade com o aumento da temperatura para esses fluidos.

Segundo Caenn, Darley e Gray (2017), uma revisão da literatura sobre a permeabilidade de tortas de filtro indica que esses valores estão geralmente na ordem de 10^{-3} mD. Assim, observa-se que as permeabilidades das tortas de filtro geradas pelos fluidos F1–F4 em condições de LPLT estão alinhadas com os valores típicos reportados na literatura.

A espessura das tortas de filtro foi medida utilizando duas placas de vidro, conforme ilustrado na Figura 4.8. Os fluidos emulsionados geraram tortas finas e eficientes. A Figura 5.13 ilustra uma dessas tortas.

Figura 5.13 – Medição da torta de filtro com paquímetro e placas de vidro



Além dos cálculos, realizou-se uma avaliação da flexibilidade do reboco, que é uma característica relevante, pois o reboco deve se adaptar a formações rochosas irregulares. Todas as tortas apresentaram flexibilidade satisfatória, sem fissuras, separação de camadas ou deslizamento ao serem submetidas a estresse. A avaliação consistiu em movimentar o papel de filtro com a torta sobre um cilindro de 2 cm de diâmetro, onde o papel formou um ângulo entre 150° e 180°, como ilustrado na Figura 5.14.

Figura 5.14 – Teste de flexibilidade da torta de filtro



Além dessa inspeção de flexibilidade, a homogeneidade das tortas foi observada. Todas as amostras apresentaram boa homogeneidade, com tortas de espessura fina, conforme ilustrado na Figura 5.14. A Figura 5.15 mostra as tortas de filtro em duplicata para os ensaios realizados em LPLT.

Figura 5.15 – Fotos das tortas de filtro LPLT em duplicata



Para uma análise detalhada das tortas de filtro, incluindo a avaliação do empacotamento das partículas do reboco e das estruturas complexas formadas pelos fluidos emulsionados que resultaram em tortas flexíveis, de baixa permeabilidade e espessura reduzida, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura. Esse equipamento permitiu a obtenção de micrografias das superfícies dos rebocos, bem como de suas seções transversais, proporcionando uma visão aprofundada das características morfológicas das tortas de filtro.

No Apêndice H estão apresentadas as análises complementares do papel de filtro e das tortas de filtro LPLT por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

5.3.4 Envelhecimento dinâmico dos fluidos de perfuração

O envelhecimento dinâmico dos fluidos de perfuração emulsionados foi conduzido em uma estufa Roller Oven da Fann, modelo 705ES, a uma temperatura de 66 °C e por um período de 16 horas. De acordo com a norma API 13I, a temperatura de 66 °C é considerada o início do intervalo de temperaturas elevadas (API, 2009). No entanto, em condições de alta pressão, as temperaturas de fundo de poços de perfuração alcançam 150 °C e, em casos de altíssimas pressões, até 315 °C (AMANI e AL-JUBOURI, 2012; CAENN, DARLEY e GRAY, 2017; HERZHAFT *et al.*, 2001).

5.3.4.1 Massa específica e pH

Os primeiros parâmetros analisados antes e após o envelhecimento foram o pH e a massa específica dos fluidos, cujos resultados são apresentados na Tabela 5.15.

Tabela 5.15 – Comparação entre massa específica e pH dos fluidos envelhecidos				
Propriedade	F1 (Pinho; Água)	F2 (Pinho; GA 1:3)	F3 (Coco; Água)	F4 (Coco; GA 1:3)
pH _{antes}	10,29	10,56	10,65	9,87
pH _{depois}	10,01	9,82	9,96	9,67
ρ (g/cm ³) _{antes}	1,10	1,01	1,00	1,00
ρ (g/cm ³) _{depois}	1,11	1,12	1,08	1,17
ρ (lb/gal) _{antes}	9,18	8,43	8,34	8,34
ρ (lb/gal) _{depois}	9,26	9,35	9,01	9,76

lb/gal = libra por galão; 1 g/cm³ = 8,345 lb/gal

Observou-se, uma redução nos valores de pH e um aumento na massa específica em todos os fluidos de perfuração. A diminuição do pH indica reações químicas internas entre os componentes dos fluidos, causadas pela constante agitação e elevação da temperatura. Os fluidos F1 e F4 apresentaram uma ligeira redução no pH de 2,72% e 2,03%, respectivamente, enquanto os fluidos F2 e F3 exibiram reduções mais acentuadas, de 7,01% e 6,48%.

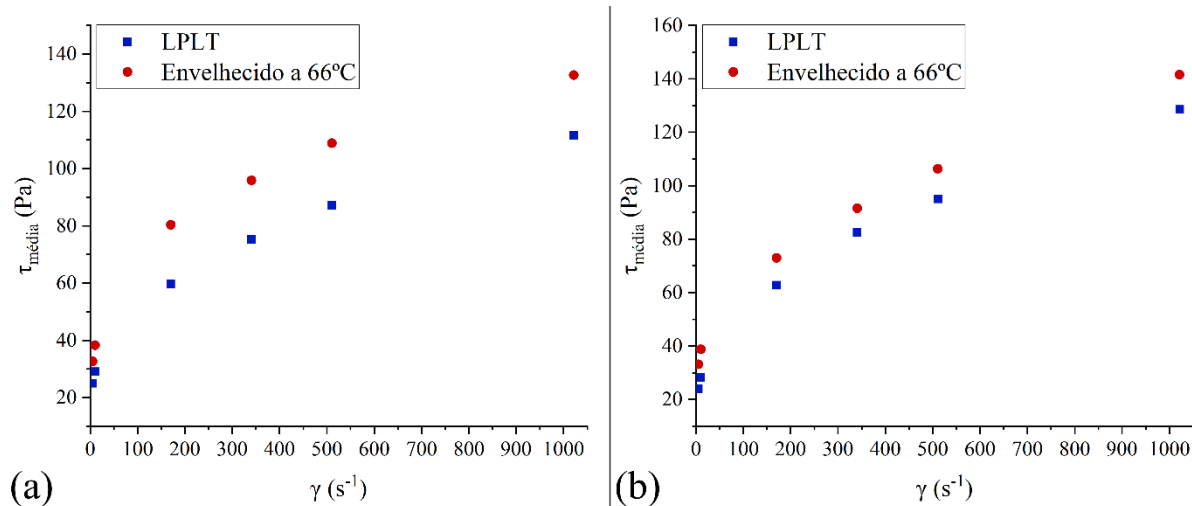
O aumento da massa específica deve-se à eliminação parcial de bolhas geradas durante a preparação dos fluidos. Em fluidos muito viscosos, a incorporação de microbolhas oriundas da formação rochosa é um problema comum. A agitação contínua e o aumento da temperatura reduzem a viscosidade, facilitando a liberação dessas bolhas e, conseqüentemente, aumentando a densidade do fluido. Enquanto o fluido F1 apresentou um aumento de 0,91% na massa

específica, os fluidos F2, F3 e F4 tiveram incrementos de 10,89%, 8,00% e 17,00%, respectivamente. Os valores de pH e massa específica dos fluidos de perfuração são parâmetros que dependem diretamente das características específicas da operação de perfuração, tais como a formação geológica, a inclinação do poço, entre outros fatores (AMOCO, 1994; CAENN, DARLEY e GRAY, 2017). Assim, não é possível realizar julgamentos conclusivos sobre o comportamento observado, limitando-se o registro de que tais variações ocorrem nos fluidos analisados.

5.3.4.2 Fluidos emulsionados de óleo de pinho

Os resultados dos testes reológicos dos fluidos emulsionados com óleo de pinho, antes e após o envelhecimento, estão representados na Figura 5.16.

Figura 5.16 – Curvas de fluxo dos fluidos emulsionados de pinho (a) F1 e (b) F2, antes e após o envelhecimento



Os fluidos envelhecidos apresentaram reologia superior aos fluidos não envelhecidos, sugerindo que a agitação constante à 66 °C promoveu uma maior hidratação dos polímeros CMC e XG e da bentonita. O envelhecimento tende a intensificar as interações entre as partículas do fluido (AMOCO, 1994; API, 2009).

O efeito da glicerina nos fluidos formulados com óleo de pinho foi evidente, com o fluido F1 apresentando maior diferença reológica em comparação ao F2. Isso reflete a maior hidratação dos polímeros e argila no F1. No F2, a presença de glicerina reduziu o efeito da hidratação, promovendo maior similaridade entre as condições testadas. A glicerina, sendo higroscópica, diminui a disponibilidade de água, atenuando esse efeito (CHEN *et al.*, 2022).

Os resultados das modelagens das curvas de fluxo estão apresentados na Figura 5.17 e na Tabela 5.16.

Figura 5.17 – Modelagem das curvas de fluxo dos fluidos emulsionados envelhecidos de pinho (a) F1 e (b) F2

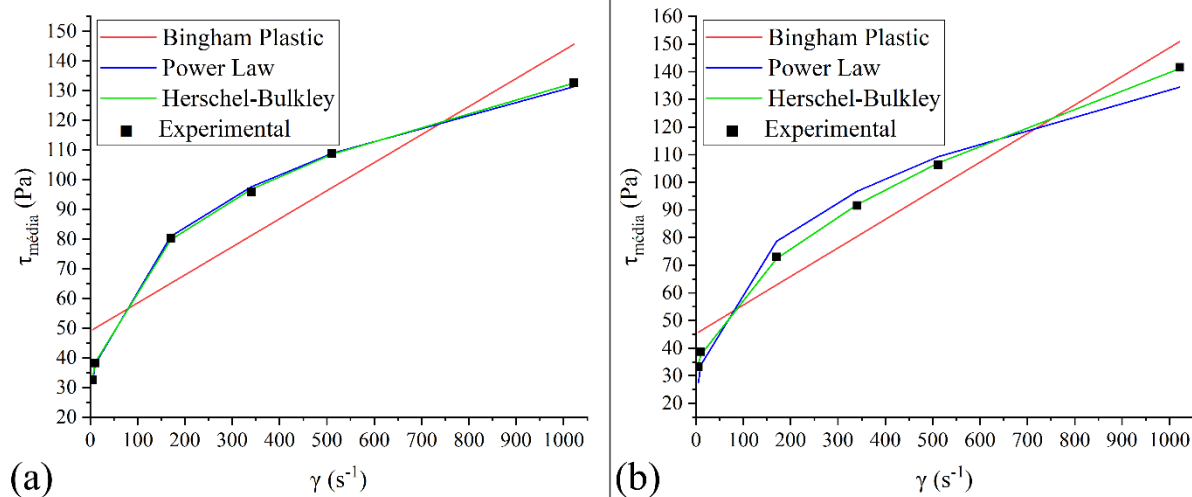


Tabela 5.16 – Parâmetros da modelagem das curvas de fluxo dos fluidos emulsionados envelhecidos de pinho

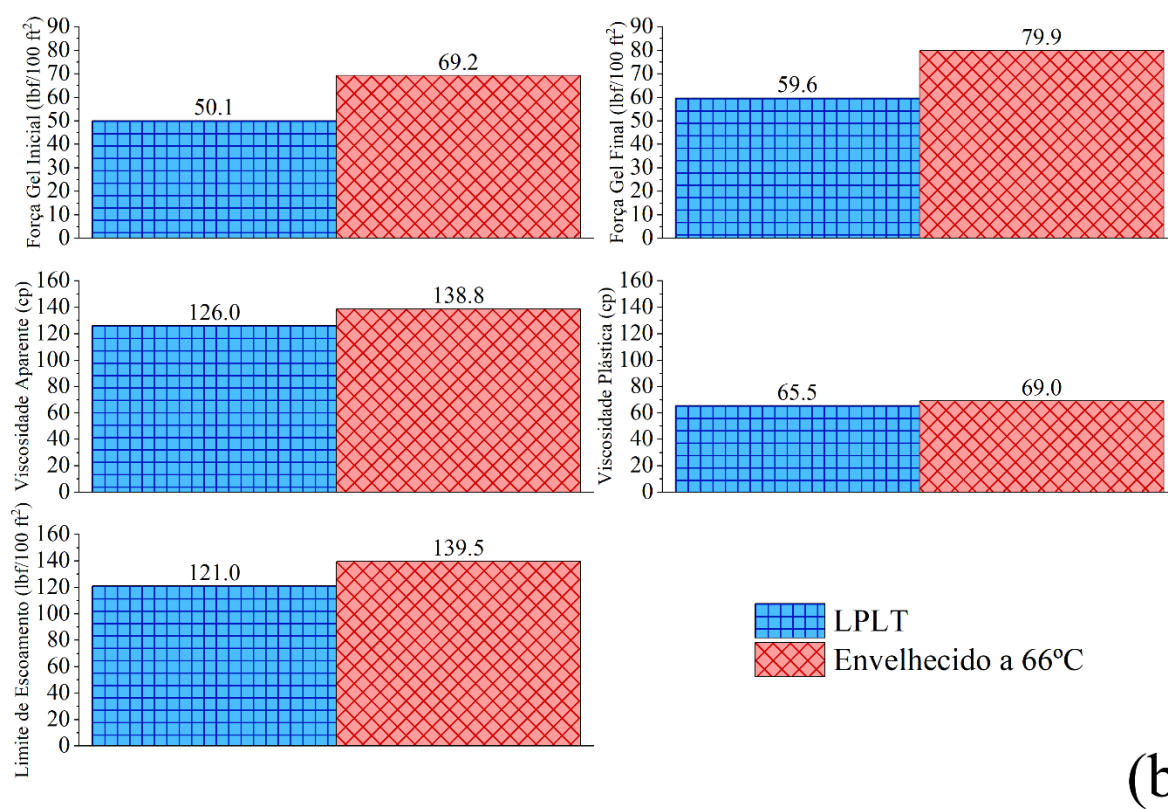
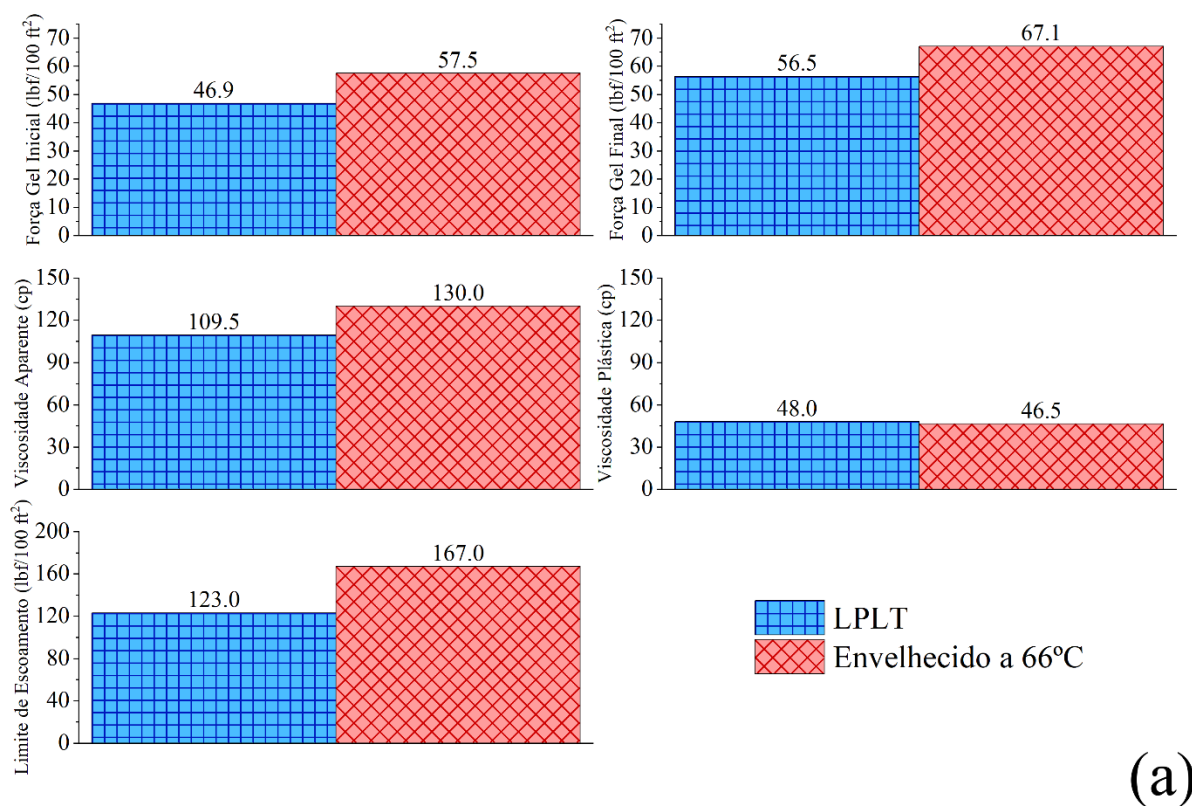
Modelos		F1	F2
Plástico de Bingham	τ_0 (Pa)	48,97	45,21
	μ_p (Pa.s)	0,09	0,10
	SEQ	1171,5	596,7
	R^2	0,85	0,93
Lei de Potência	k (Pa.s)	20,21	16,90
	n	0,27	0,30
	SEQ	6,69	173,94
	R^2	1,00	0,98
Herschel-Bulkley	τ_0 (Pa)	8,62	26,78
	k (Pa.s)	14,47	3,27
	n	0,31	0,51
	SEQ	1,26	3,73
	R^2	1,00	1,00

τ_0 = tensão de cisalhamento inicial, ou limite de escoamento; μ_p = viscosidade plástica; n = índice de comportamento; k = fator de consistência; SEQ = soma dos erros quadráticos; R^2 = coeficiente de determinação

Os resultados da modelagem das curvas de fluxo demonstraram que o modelo de Herschel-Bulkley é o que melhor representa os dados experimentais.

A avaliação dos parâmetros reológicos dos fluidos está mostrada na Figura 5.18.

Figura 5.18 – Propriedades reológicas dos fluidos de perfuração emulsionados antes e após o envelhecimento (a) F1 e (b) F2

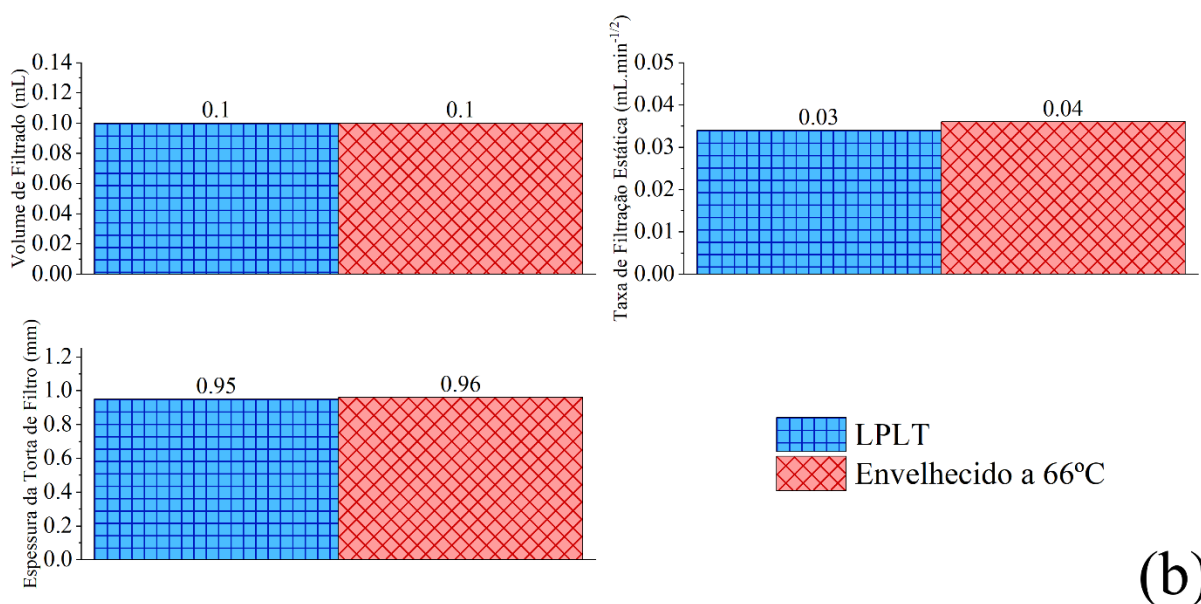
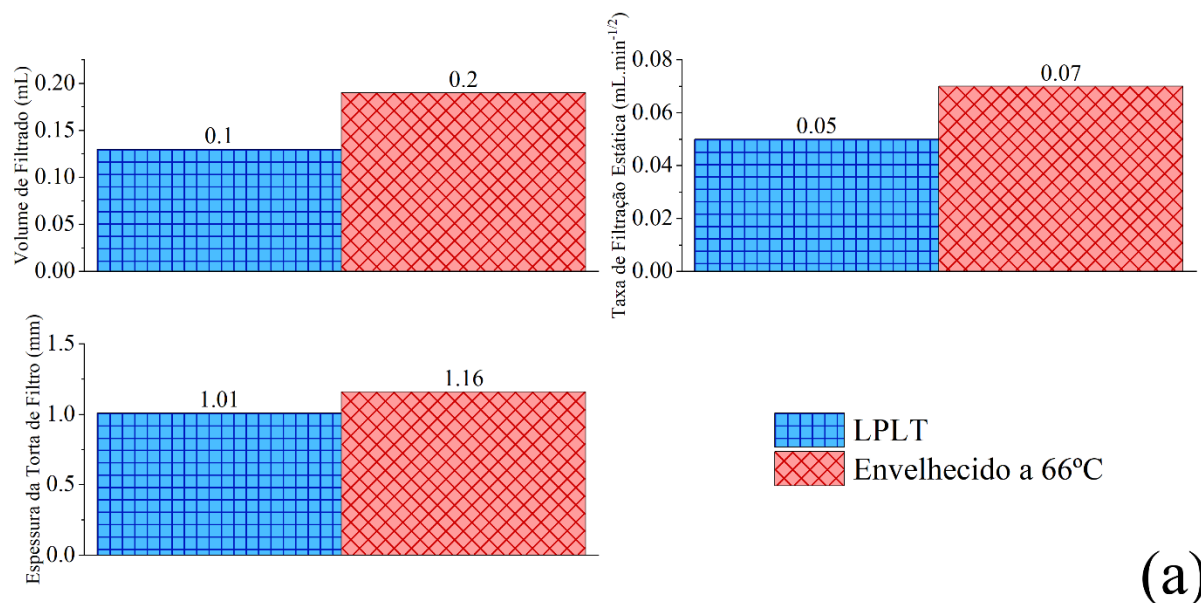


A Figura 5.18 destaca o desenvolvimento das reações internas dos fluidos envelhecidos, evidenciado pelo aumento da VA, LE, G_0 e G_f . O envelhecimento do fluido F1 resultou em um aumento mais significativo nos valores de VA e LE em comparação ao observado no fluido F2. Tais efeitos são atribuídos ao desenvolvimento das estruturas poliméricas que aumentaram a resistência ao cisalhamento. A glicerina no F2 contribuiu para a formação de géis mais consistentes.

Como descrito por Apostolidou, Sarris e Georgakopoulos (2022) a inclinação entre as leituras de θ_{300} e θ_{600} pode indicar alterações na VP. Nos fluidos F1 e F2, as curvas de fluxo acima de θ_{100} permaneceram paralelas, com variações de viscosidade plástica inferiores a $\pm 5,5\%$, conforme ilustrado na Figura 5.18.

Os ensaios de filtração LPLT foram realizados após as análises reológicas, com os resultados apresentados na Figura 5.19.

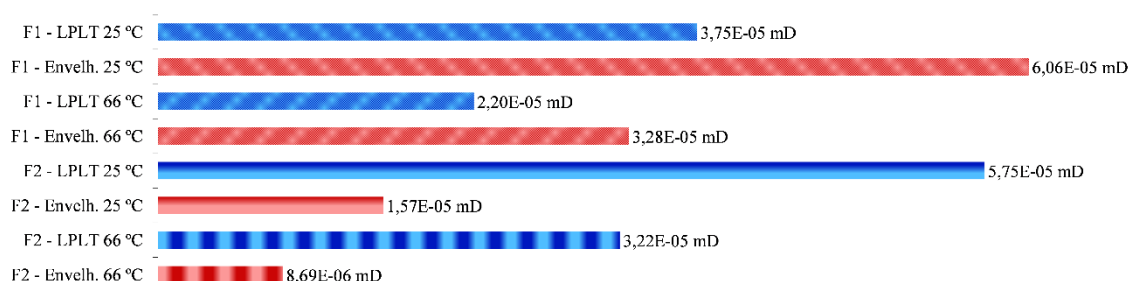
Figura 5.19 - Propriedades de filtração dos fluidos de perfuração emulsionados antes e após o envelhecimento (a) F1 e (b) F2



O fluido F2 não exibiu alterações significativas nas propriedades de filtração após o envelhecimento, enquanto, para o fluido F1, o volume de filtrado passou de 0,1 mL para 0,2 mL e um aumento de 40% na taxa de filtração estática. A espessura da torta de filtro aumentou em 0,15 mm (14,9%) em relação ao fluido antes do envelhecimento, atribuído ao aumento da VA, retardando a formação eficiente da torta. Apesar dos impactos observados no F1, os resultados ainda são considerados satisfatórios conforme a literatura (AMOCO, 1994; APOSTOLIDOU, SARRIS e GEORGAKOPOULOS, 2022; BAKER HUGHES, 1998; SEHLY *et al.*, 2015).

A Figura 5.20 mostra as permeabilidades das tortas de filtro antes e depois do envelhecimento para os fluidos F1 e F2.

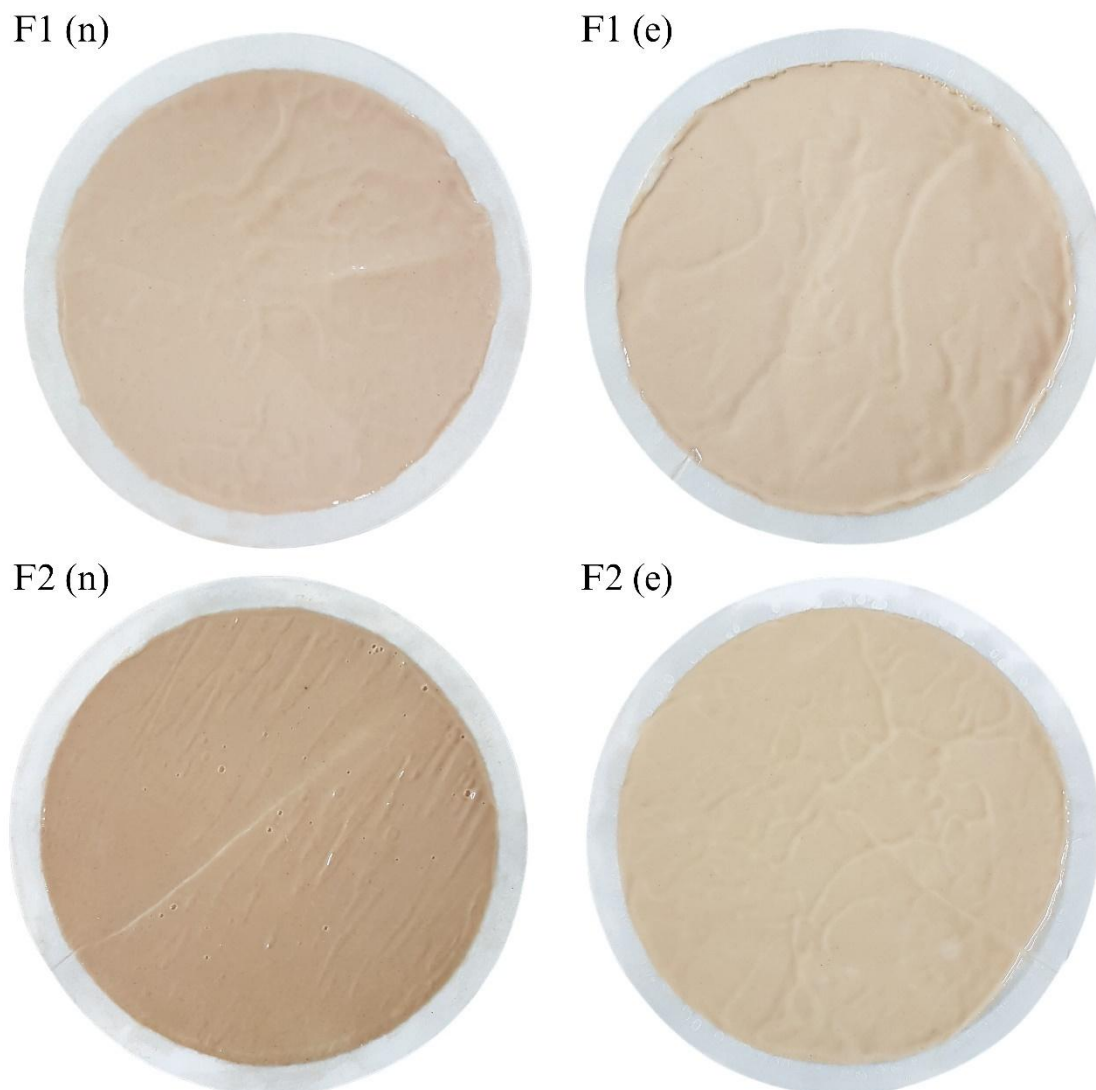
Figura 5.20 – Permeabilidade das tortas de filtro dos fluidos F1 e F2 antes e após o envelhecimento



A permeabilidade dos fluidos, de modo geral, apresenta valores significativamente inferiores ao valor de referência de 10^{-3} mD relatado por Caenn, Darley e Gray (2017). Além disso, observa-se que, enquanto a permeabilidade das tortas formadas pelo fluido F1 aumenta com o envelhecimento, ocorre o comportamento oposto para o fluido F2, indicando que este último forma um reboco mais estável. Esse fenômeno pode ser atribuído aos efeitos da presença de glicerina na formação do reboco e à maior resistência do fluido F2 ao envelhecimento, uma hipótese corroborada pelas demais propriedades de filtração previamente analisadas.

A Figura 5.21 apresenta uma comparação das tortas de filtro obtidas antes e após o envelhecimento.

Figura 5.21 – Tortas de filtro produzidas em filtração LPLT dos antes (n) e após o envelhecimento (e) para os fluidos F1 e F2

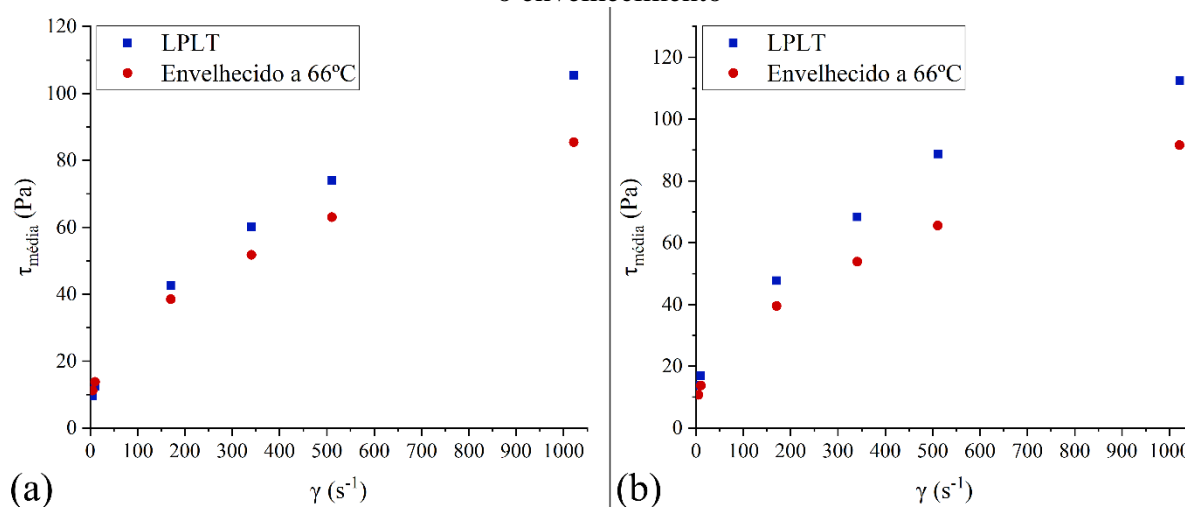


Todas as tortas apresentaram ausência de fissuras e demonstraram boa flexibilidade.

5.3.4.3 Fluidos emulsionados de óleo de coco

As propriedades reológicas dos fluidos emulsionados com óleo de coco, tanto em sua antes quanto após o envelhecimento, são apresentadas na Figura 5.22.

Figura 5.22 – Curvas de fluxo dos fluidos emulsionados de coco (a) F3 e (b) F4, antes e após o envelhecimento



Observou-se que os fluidos envelhecidos apresentaram desempenho reológico inferior, indicando uma mudança na formação de estruturas que estabilizam o fluido, principalmente relacionada à natureza das interações entre as partículas. No entanto, o fluido F3 mostrou uma mudança menor em relação ao fluido F4. A variação de pH reportada na Tabela 5.15, associada à comparação entre os fluidos antes e após o envelhecimento, sugere que a agitação constante em uma temperatura elevada de 66 °C intensificou a hidratação dos polímeros CMC e XG, bem como da bentonita. Esse efeito foi mais acentuado no fluido F3, provavelmente, devido ao seu maior teor de água.

Conforme discutido anteriormente, a glicerina possui características higroscópicas (CHEN *et al.*, 2022). A menor disponibilidade de água e a presença de glicerina no fluido F4 resultou em uma hidratação de polímeros menos intensa, o que refletiu na diminuição da reologia de forma mais acentuada em comparação com o fluido F3. Assim, os comportamentos reológicos dos fluidos emulsionados com óleo de coco indicaram dois efeitos contrastantes: a mudança reológica dos fluidos e a hidratação dos polímeros. Enquanto o primeiro efeito resultou na redução dos valores das propriedades reológicas, o segundo efeito proporcionou um aumento.

Os resultados das modelagens das curvas de fluxo para os fluidos F3 e F4 são apresentados na Figura 5.23 e na Tabela 5.17.

Figura 5.23 – Modelagem das curvas de fluxo dos fluidos emulsionados envelhecidos de coco (a) F3 e (b) F4

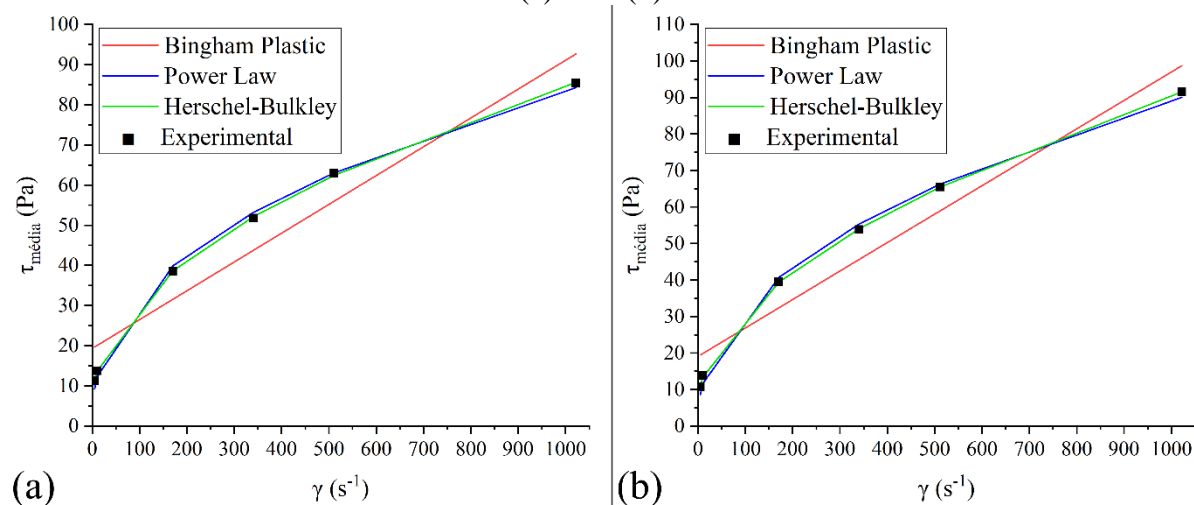


Tabela 5.17 – Parâmetros da modelagem das curvas de fluxo dos fluidos emulsionados envelhecidos de coco

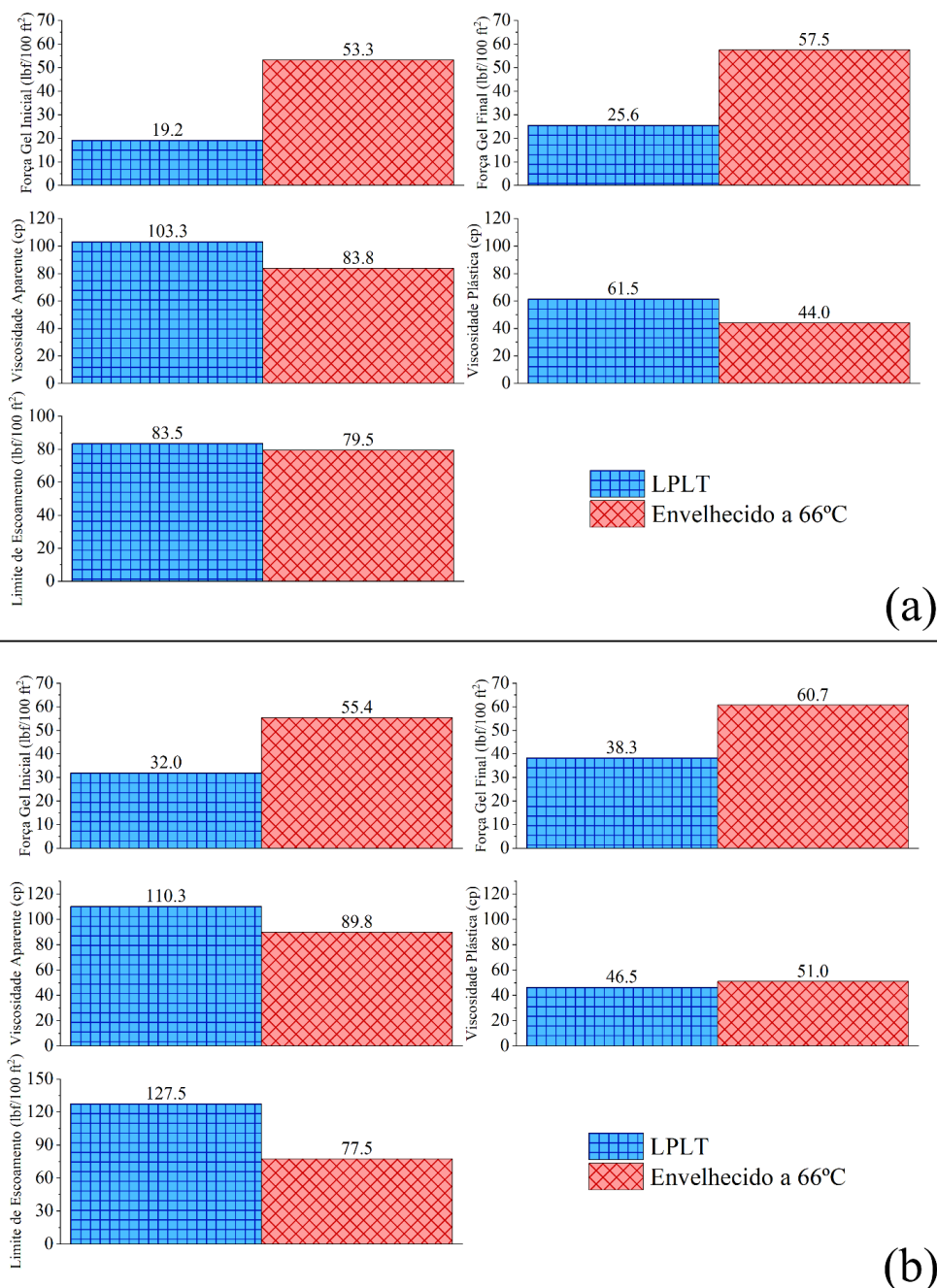
Modelos		F3	F4
Plástico de Bingham	τ_0 (Pa)	19,32	19,08
	μ_P (Pa.s)	0,07	0,08
	SEQ	324,9	328,0
	R^2	0,92	0,93
Lei de Potência	k (Pa.s)	4,65	4,17
	n	0,42	0,44
	SEQ	11,58	15,19
	R^2	1,00	1,00
Herschel-Bulkley	τ_0 (Pa)	5,30	5,60
	k (Pa.s)	2,67	2,33
	n	0,49	0,52
	SEQ	0,48	0,34
	R^2	1,00	1,00

τ_0 = tensão de cisalhamento inicial, ou limite de escoamento; μ_P = viscosidade plástica; n = índice de comportamento; k = fator de consistência; SEQ = soma dos erros quadráticos; R^2 = coeficiente de determinação

A modelagem revelou que o modelo de Herschel-Bulkley (HB) representa os dados experimentais com maior precisão. Apesar de tanto o modelo de Lei de Potência quanto o de HB apresentarem coeficientes de determinação de 1,00, o modelo de HB mostrou uma soma de erros inferior. Segundo essa modelagem, os fluidos apresentaram comportamento pseudoplástico, com índices de comportamento de 0,49 para F3 e 0,52 para F4. Os valores do fator de consistência e da tensão de cisalhamento inicial entre os fluidos foram semelhantes.

A Figura 5.24 ilustra a avaliação das propriedades reológicas dos fluidos.

Figura 5.24 – Propriedades reológicas dos fluidos de perfuração emulsionados antes e após o envelhecimento (a) F3 e (b) F4



Os fluidos F3 e F4 exibiram diferenças significativas nos valores de géis inicial e final antes e após o envelhecimento. Para o fluido F3, o gel inicial aumentou de 19,2 lb/100 ft² para 53,3 lb/100 ft² (incremento de 178%), enquanto o gel final subiu de 25,6 lb/100 ft² para 57,5 lb/100 ft² (incremento de 125%). No caso do fluido F4, devido à substituição de 33% da água

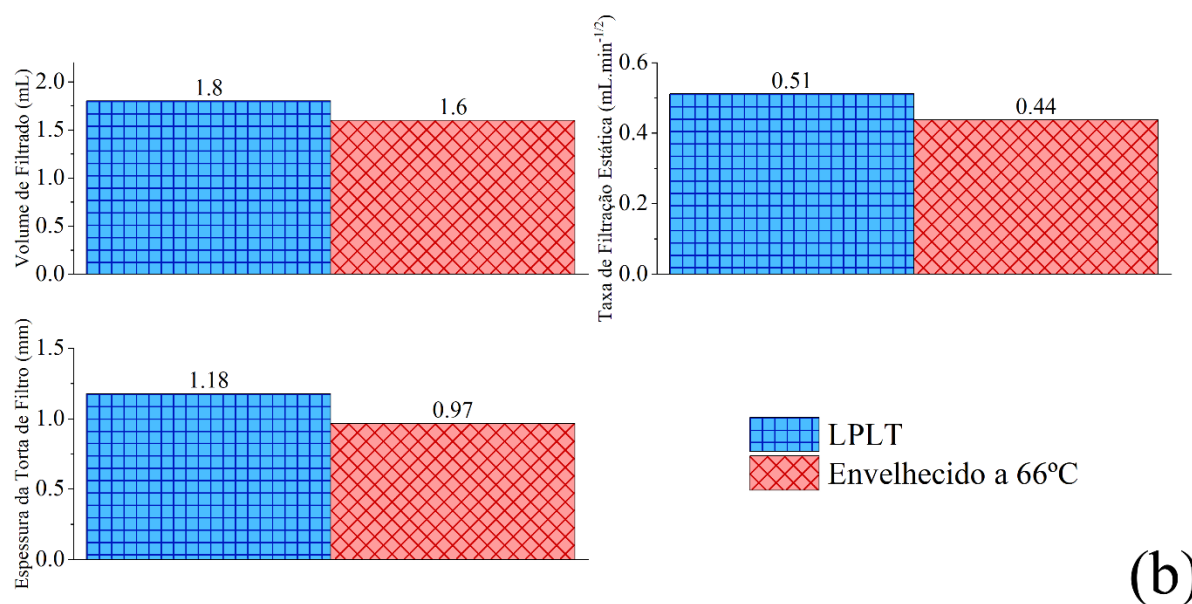
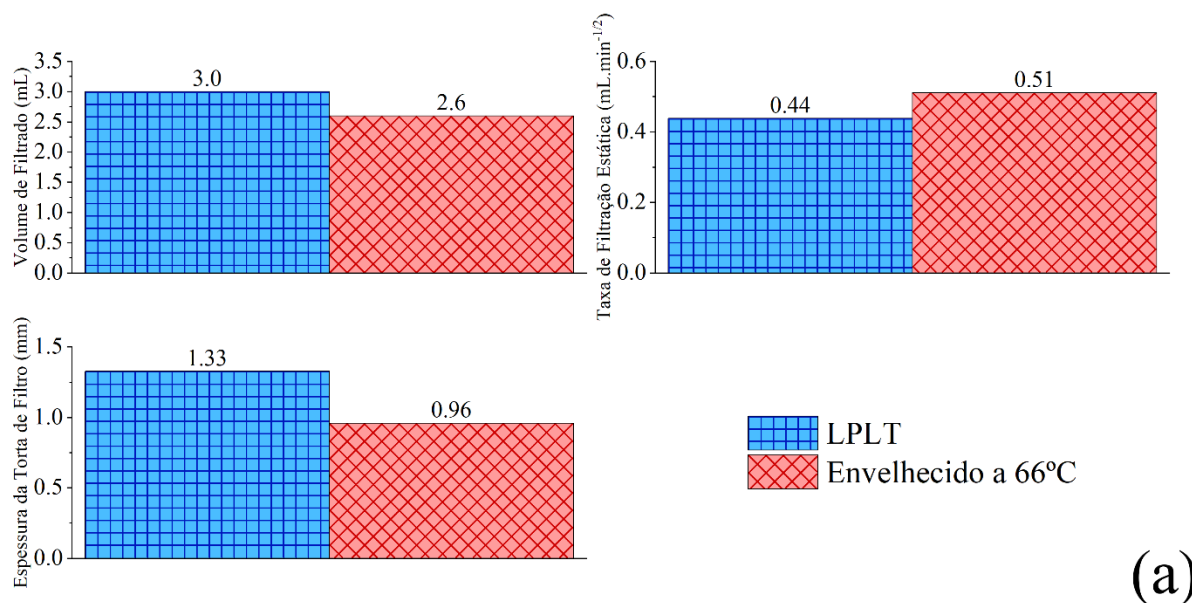
por glicerina, uma substância hidrofílica, os aumentos nos valores de gel foram menores que os do fluido F3, com o gel inicial passando de 32,0 lbf/100 ft² para 55,4 lbf/100 ft² (aumento de 73%) e o gel final subindo de 38,3 lbf/100 ft² para 60,7 lbf/100 ft² (aumento de 58%).

A VA de ambos os fluidos apresentou um comportamento semelhante, com uma diminuição geral, como evidenciado nas curvas de fluxo da Figura 5.22. No entanto, a VP e o LE exibiram comportamentos distintos. No fluido F3, a VP reduziu de 61,50 cP para 44,00 cP, enquanto no fluido F4 houve um leve aumento de 9,7% em relação ao valor inicial de 46,50 cP, atingindo o valor de 51,0 cP. O LE do fluido F3 apresentou uma variação negativa de 4,8%, passando de 83,5 lbf/100 ft² para 79,5 lbf/100 ft², enquanto no fluido F4 houve uma queda acentuada de 39,2%, diminuindo de 127,5 lbf/100ft² para 77,5 lbf/100ft².

Considerando que o LE representa a resistência inicial ao escoamento, a interação polimérica contribui para um aumento desse parâmetro. Embora os fluidos F3 e F4 tenham sofrido mudanças na reologia atribuída, principalmente, às reações nos sistemas emulsionados e à baixa concentração de tensoativo, o fluido F3 apresentou um aumento substancial nos géis, o que pode justificar a manutenção do LE, mesmo após o envelhecimento.

Após as análises reológicas, foram realizados testes de filtração em LPLT para ambos os fluidos, cujos dados estão apresentados na Figura 5.25.

Figura 5.25 - Propriedades de filtração dos fluidos de perfuração emulsionados antes e após o envelhecimento (a) F3 e (b) F4

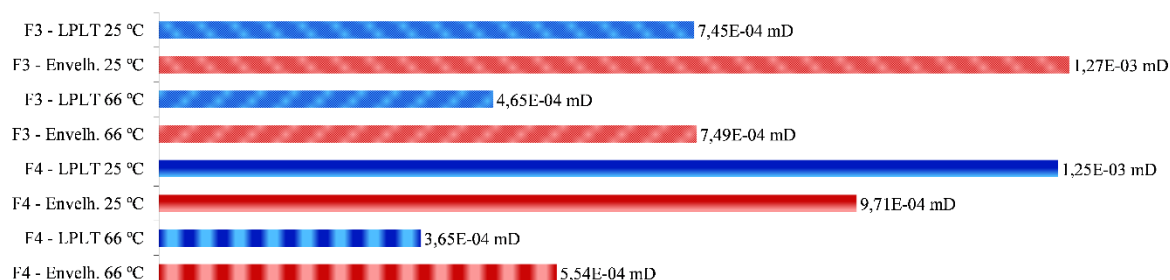


Os parâmetros de filtração indicaram que o envelhecimento aprimorou aspectos que são considerados importantes nas operações de perfuração, com reduções nos volumes de filtrado. O fluido F3 antes do envelhecimento apresentou um jato inicial de 0,6 mL, enquanto que envelhecido esse valor foi nulo. O fluido F4 não apresentou jato inicial nem antes e nem após o envelhecimento. As velocidades de filtração, que avaliam a evolução da filtração ao longo do tempo, também foram analisadas. No fluido F3, a velocidade de filtração aumentou de 0,44 mL/min para 0,51 mL/min no estado envelhecido, enquanto no fluido F4 essa velocidade diminuiu de 0,51 mL/min para 0,44 mL/min.

A qualidade das tortas de filtro melhorou, com reduções nas espessuras de 1,33 mm para 0,96 mm (27,8%) no fluido F3 e de 1,18 mm para 0,97 mm (17,8%) no fluido F4.

A Figura 5.26 abaixo apresenta os valores de permeabilidade das tortas de filtro para os fluidos F3 e F4 antes e depois do envelhecimento dinâmico.

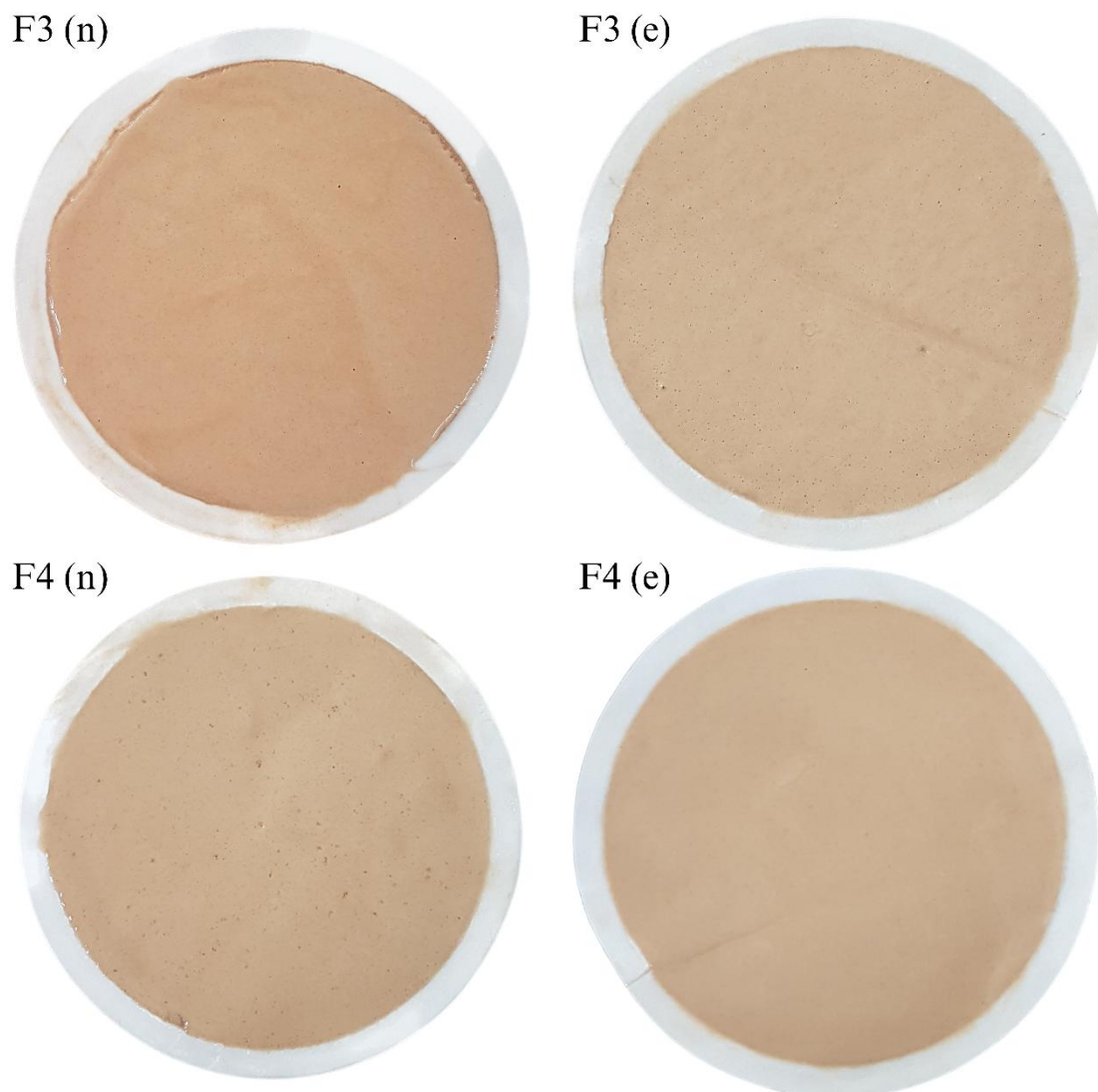
Figura 5.26 – Permeabilidade das tortas de filtro dos fluidos F3 e F4 antes e após o envelhecimento



Assim como nos fluidos F1 e F2, a permeabilidade dos fluidos F3 e F4 apresenta, de modo geral, valores inferiores ao valor de referência de 10^{-3} mD relatado por Caenn, Darley e Gray (2017). Observa-se ainda que, para os fluidos F3 e F4, o envelhecimento tende a reduzir os valores de permeabilidade das tortas de filtro, indicando uma perda de qualidade nos rebocos formados por esses fluidos. No entanto, o comportamento do fluido F4 apresentou uma particularidade: embora a permeabilidade tenha diminuído com o envelhecimento à 25 °C, essa tendência foi revertida quando a temperatura aumentou para 66 °C, o que pode estar relacionado à composição do filtrado.

A Figura 5.27 apresenta as tortas de filtro produzidas pelas filtrações dos fluidos antes e após o envelhecimento.

Figura 5.27 – Tortas de filtro produzidas em filtração LPLT dos fluidos antes (n) e após o envelhecimento (e) para os fluidos F3 e F4

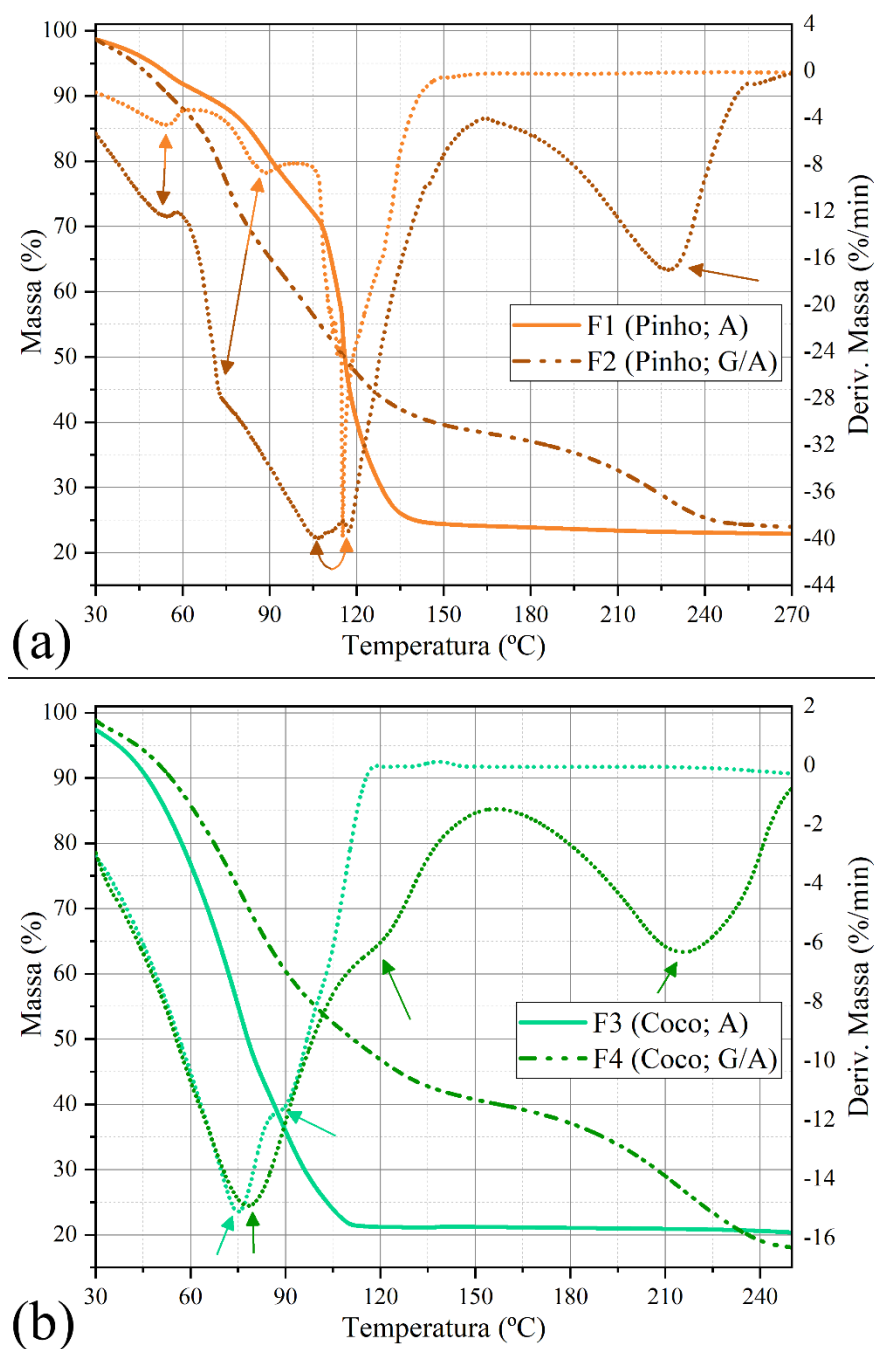


A inspeção visual das tortas dos fluidos antes do envelhecimento F3 (n) e F4 (n) revelou a presença de partículas poliméricas com aparência de gel dispersas em suas superfícies. Essas partículas podem ser identificadas pelas regiões de coloração mais escura desses rebocos mostrados na Figura 5.27. Contudo, essas partículas não foram observadas nas tortas dos fluidos envelhecidos, indicando uma incorporação mais eficiente dos polímeros e justificando o aumento dos géis. Ambos os fluidos normais, F3 e F4, apresentaram alta concentração de bolhas, grande parte das quais foi eliminada durante o processo de envelhecimento dinâmico, resultando em fluidos mais densos, conforme reportado na Tabela 5.15. Todas as tortas de filtro demonstraram elasticidade e ausência de fissuras em suas superfícies.

5.3.5 Análise termogravimétrica dos fluidos

Para avaliar a degradação térmica dos fluidos formulados, foi realizada a análise termogravimétrica (TGA) acompanhada de análise térmica diferencial (DTA). As curvas termogravimétricas dos fluidos de perfuração estão mostradas na Figura 5.28.

Figura 5.28 – Análise termogravimétrica com DTA dos fluidos de perfuração (a) F1 e F2, de pinho; (b) F3 e F4 (de coco)



As curvas de TGA/DTA dos fluidos F1, F2, F3 e F4 revelam múltiplas etapas de perda de massa que ocorrem continuamente, indicando a presença de componentes com estabilidade térmica próximas. Nos fluidos, a primeira perda significativa é atribuída à evaporação da água, evidenciado entre 75 °C e 100 °C, seguida pela decomposição gradual das estruturas de GX e CMC, a 120 °C. Nos fluidos F1 e F2, essa primeira etapa também consiste, em parte, à evaporação dos compostos voláteis do óleo de pinho, conforme confirmado pela análise individual desse componente no Apêndice M. Os fluidos F2 e F4 possuem picos característicos da decomposição de glicerina, localizados em 228,1 °C e 216,15 °C, respectivamente.

Nos fluidos, em uma temperatura de 66 °C, temperatura essa utilizada para os ensaios de envelhecimento, os fluidos F1, F2, F3 e F4 apresentaram perdas de massa de 9,54%, 14,97%, 30,88% e 18,8%, respectivamente. Já em uma temperatura de 90 °C, as perdas de massa foram de 19,5%, 34,77%, 64,09% e 39,56%. Assim, os fluidos de óleo de pinho apresentaram melhores estabilidades térmicas em pressão ambiente em comparação com os fluidos de óleo de coco.

Além disso, no Apêndice N, é apresentada a caracterização do comportamento de degradação térmica dos principais aditivos dos fluidos.

5.3.6 Avaliação dos fluidos de perfuração em altas pressões a altas temperaturas

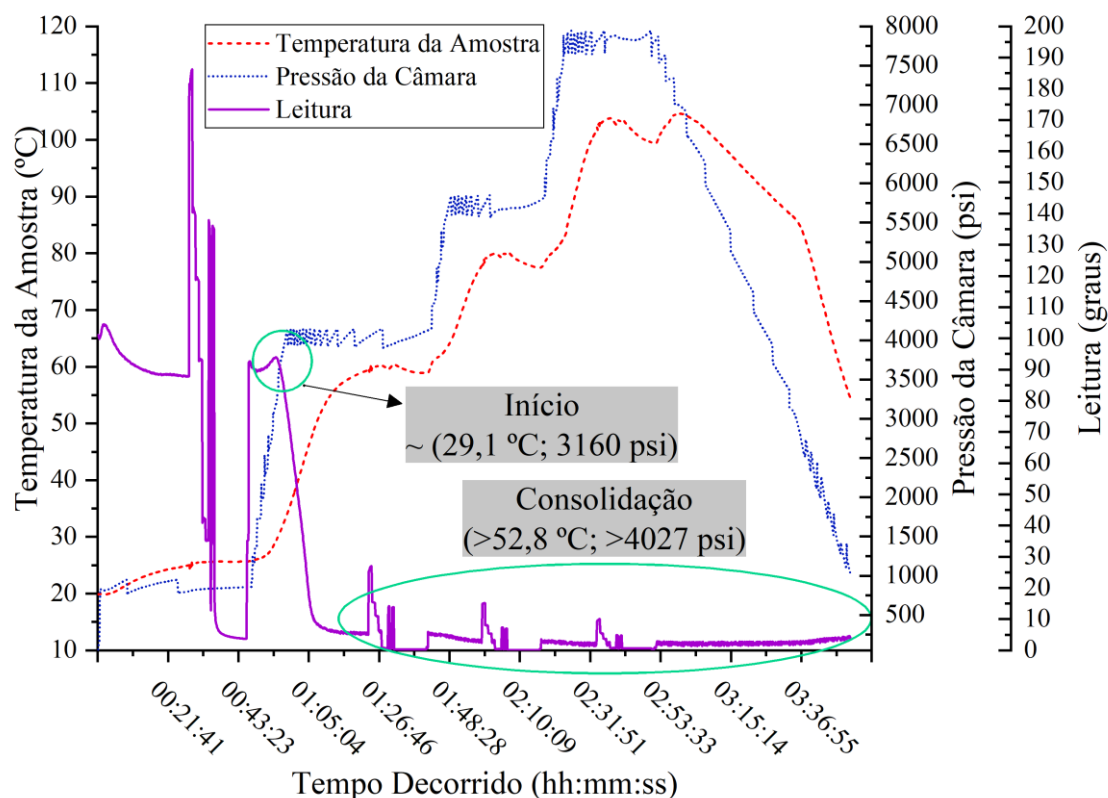
Os fluidos de perfuração utilizados neste estudo foram analisados em relação ao seu comportamento sob condições de alta pressão e alta temperatura. Para isso, foram realizados ensaios de reologia e de filtração nessas condições. Além dos ensaios em condições de altas pressões e altas temperaturas, foram também consideradas as avaliações de reologia e filtração em condições de baixa pressão e baixa temperatura para efeito de comparação.

Em relação às condições operacionais, conforme ilustrado na Tabela 4.2, foram escolhidas amplas faixas de altas pressões e altas temperaturas para os testes de reologia. No entanto, como será observado nas tabelas e gráficos subsequentes, o equipamento utilizado para medir a reologia dos fluidos apresentou pequenas variações entre os valores do *setpoint* e os valores efetivamente medidos nos fluidos. Apesar disso, tais variações não comprometem as análises, uma vez que os fluidos são avaliados de forma individualizada.

5.3.6.1 Fluido 1 (água; óleo de pinho; OCS)

A Figura 5.29 apresenta as leituras de temperatura e pressão, juntamente com as medições de reologia ao longo do tempo para o fluido F1.

Figura 5.29 – Curvas de fluxo de altas pressões e altas temperaturas para o fluido F1



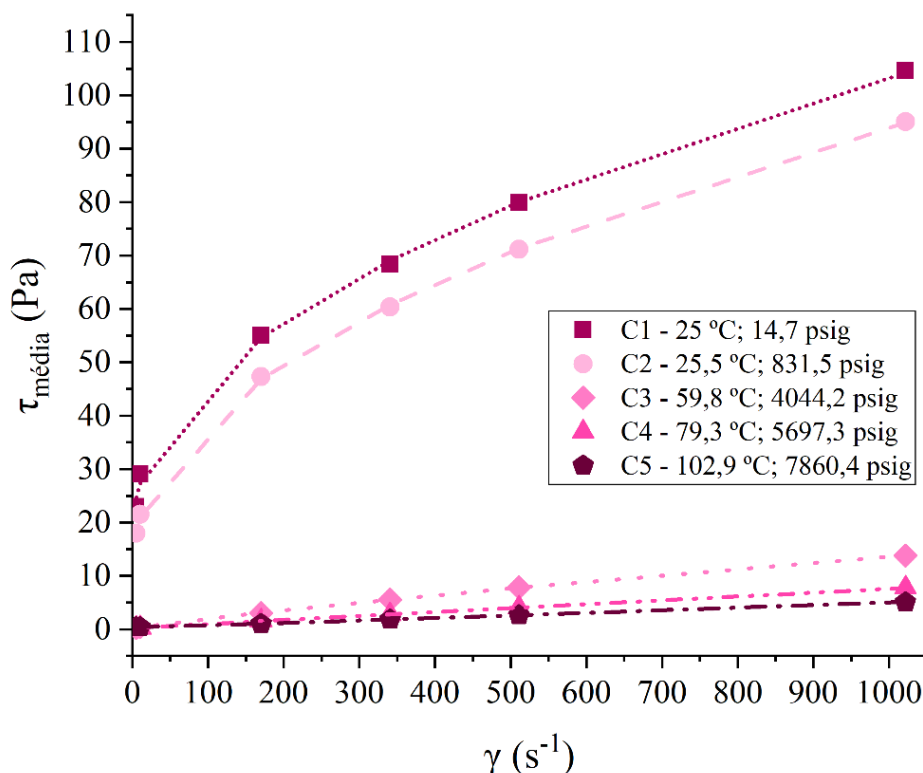
As linhas vermelha e azul indicam, respectivamente, a temperatura e a pressão da amostra na célula, enquanto a curva roxa representa as leituras de reologia em graus de deflexão. A oscilação ascendente e descendente da curva roxa, dividida em quatro grupos distintos, refere-se às medições reológicas. Os pontos de mínimo observados, onde a deflexão do bob é zero, indicam o período em que o fluido está em repouso para a avaliação da força gel final.

Os platôs subsequentes correspondem às deflexões durante a estabilização da temperatura e pressão da célula, ajustadas de acordo com os *setpoints* da programação. Essas deflexões ocorrem porque o reômetro é acionado a 100 rpm para homogeneizar o fluido e facilitar a troca de calor entre a camisa da célula e o fluido. Na Figura 5.29, o primeiro platô, em torno de 45 minutos, mostra uma queda acentuada na deflexão, indicando a drástica

diminuição da reologia do fluido a, aproximadamente, 29,1 °C e 3160 psig. A estabilização da reologia em um novo platô ocorreu a 52,8 °C e 4027 psig.

A diminuição da reologia do fluido em elevadas condições de temperatura e pressão foi confirmada pelas curvas de fluxo, como mostrado na Figura 5.30.

Figura 5.30 – Reologia em altas pressões e altas temperaturas e modelagem em Herschel-Bulkley do fluido F1



Na Figura 5.30, os pontos representam dados experimentais de tensão de cisalhamento, e as curvas pontilhadas são as modelagens de Herschel-Bulkley. Entre C1 (LPLT) e C2, a diferença é mínima, mas C2 apresenta reologia inferior a C1. Nas condições C3 a C5, a linearidade das curvas evidencia a perda total das interações entre partículas, resultando em uma reologia significativamente menor e uma transição para um comportamento newtoniano, comprovada pela quase nulidade dos fatores de consistência e tensão de cisalhamento inicial. Os valores das leituras de reologia estão apresentados em maiores detalhes no Apêndice N.

A Tabela 5.18 apresenta os parâmetros dos modelos de curvas de fluxo em condições de altas pressões e altas temperaturas.

Tabela 5.18 – Parâmetros dos modelos das reologias em altas pressões e altas temperaturas do fluido F1

Modelos	Parâmetros	C1	C2	C3	C4	C5
Plástico de Bingham	τ_0 (Pa)	33,57	26,89	0,00	0,00	0,30
	μ_P (Pa.s)	0,08	0,07	0,01	0,01	0,00
	SEQ	399,70	351,07	1,81	0,17	0,02
	R^2	0,92	0,92	0,99	1,00	1,00
Lei de Potência	k (Pa.s)	12,49	8,52	0,04	0,01	0,01
	n	0,30	0,34	0,83	0,92	0,90
	SEQ	68,71	40,29	0,02	0,06	0,22
	R^2	0,99	0,99	1,00	1,00	0,99
Herschel-Bulkley	τ_0 (Pa)	17,49	12,03	0,10	0,17	0,35
	k (Pa.s)	3,27	2,92	0,04	0,01	0,00
	n	0,47	0,48	0,84	0,97	1,06
	SEQ	6,56	0,90	0,01	0,01	0,00
	R^2	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00

τ_0 = tensão de cisalhamento inicial, ou limite de escoamento; μ_P = viscosidade plástica; n = índice de comportamento; k = fator de consistência; SEQ = soma dos erros quadráticos; R^2 = coeficiente de determinação

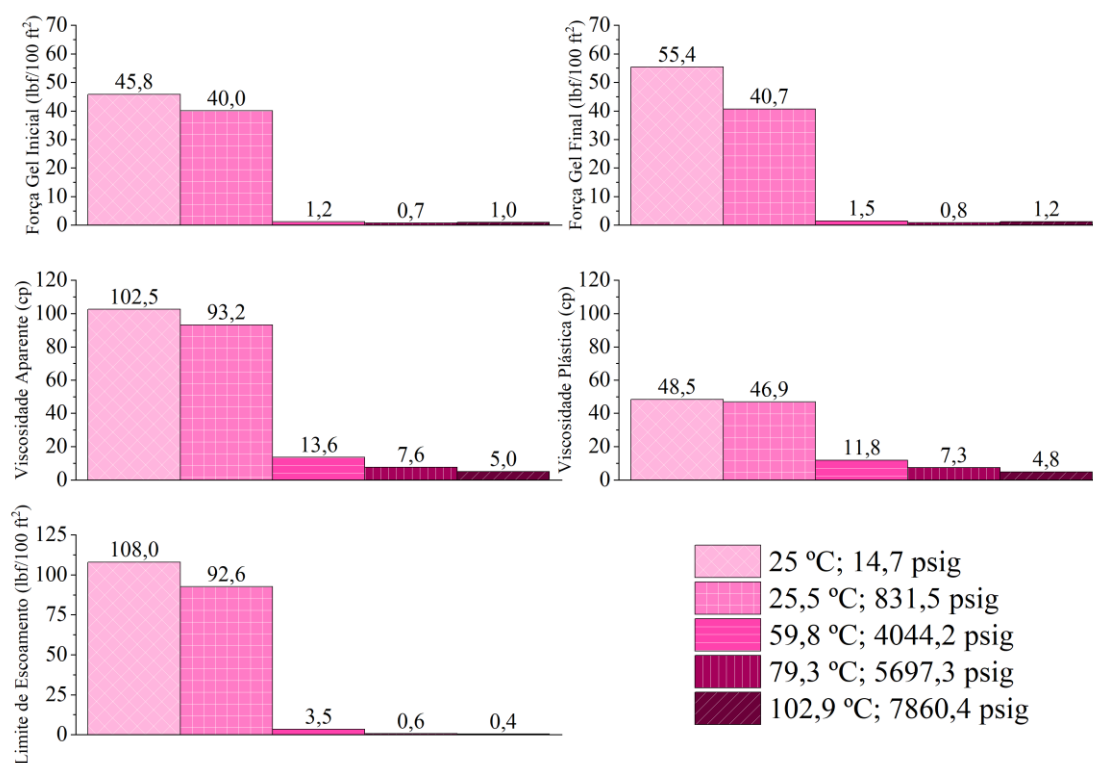
As modelagens realizadas com os modelos de Lei de Potência e Herschel-Bulkley demonstraram bom ajuste aos dados experimentais, com coeficientes de determinação superiores a 0,99 e baixos valores de somas dos erros. No entanto, o modelo de Herschel-Bulkley apresentou os melhores resultados em termos de precisão.

Para as condições C1 e C2, os índices de comportamento obtidos pelo modelo de Herschel-Bulkley foram de 0,47 e 0,48, respectivamente. Nas condições C3 a C5, esses valores aumentaram significativamente, aproximando-se de 1,00, o que indica uma transição para um comportamento mais próximo ao de um fluido newtoniano, com isso, os fatores de consistência e a tensão de cisalhamento inicial do fluido F1, nessas condições, foram praticamente nulos.

Nas modelagens de Lei de Potência, os fatores de consistência (k) para as condições C3, C4 e C5 foram de 0,04, 0,01 e 0,01, respectivamente. Já na modelagem de Bingham, os valores do limite de escoamento foram quase inexistentes. Esses resultados confirmam que o fluido de perfuração perdeu suas propriedades pseudoplásticas originais e passou a se comportar como um fluido newtoniano em condições C3 a C5.

A Figura 5.31 detalha as propriedades reológicas do fluido em condições de altas pressões e altas temperaturas.

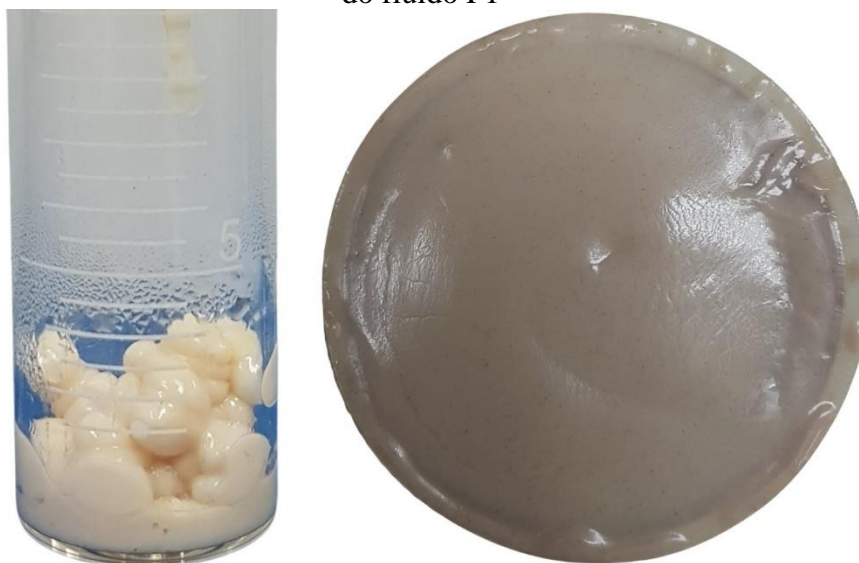
Figura 5.31 – Propriedades reológicas em altas pressões e altas temperaturas do fluido F1



A Figura 5.31 mostra uma redução acentuada na força gel para C3 a C5, 40 vezes menor em comparação a C1 e C2. A VP permaneceu estável entre C1 e C2, indicando pouca degradação, mas reduziu drasticamente em C3, C4 e C5, corroborando as observações prévias. O LE em C4 e C5 foi praticamente nulo, evidenciando a perda de resistência ao fluxo.

A filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F1 resultou no volume de filtrado e torta de filtro mostrados na Figura 5.32.

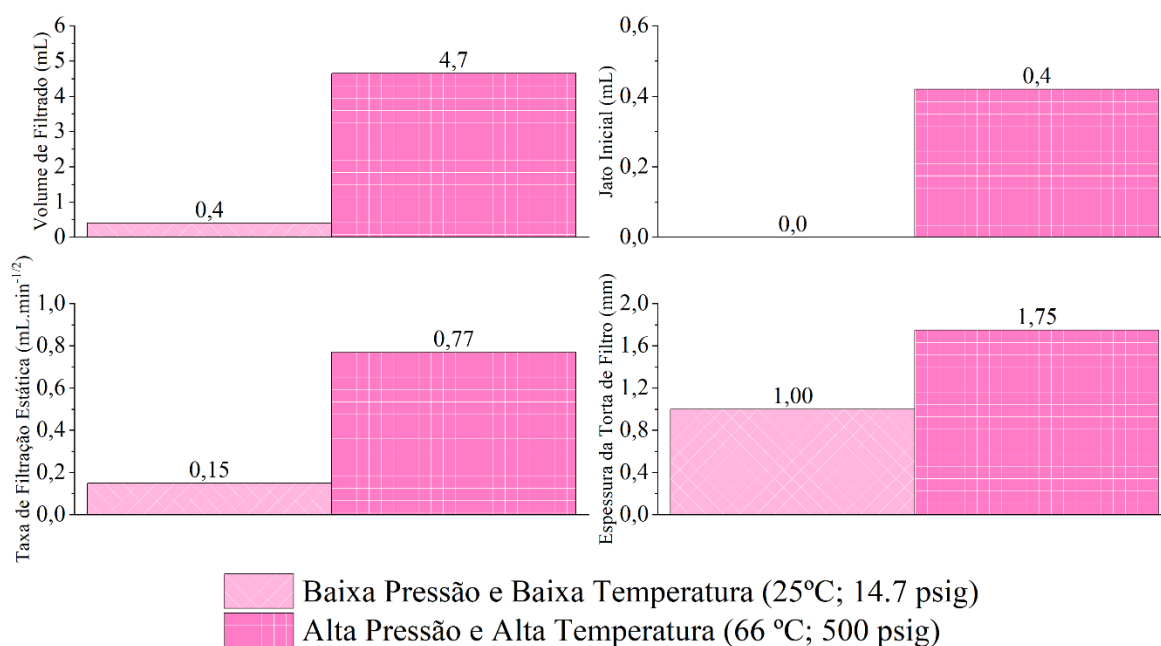
Figura 5.32 – Volume filtrado e torta de filtro da filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F1



A filtração em alta pressão e alta temperatura, conforme mostrado na Figura 5.32, revelou um volume de filtrado com aparência leitosa, o que sugere a presença de tensoativos, polímeros e óleo emulsionados com água e incorporação de ar. A torta de filtro apresentava rachaduras e estruturas escamosas, indicando degradação polimérica, possivelmente devido à baixa estabilidade térmica do óleo de pinho, que compromete a emulsão.

A Figura 5.33 mostra os parâmetros da filtração em alta pressão e alta temperatura.

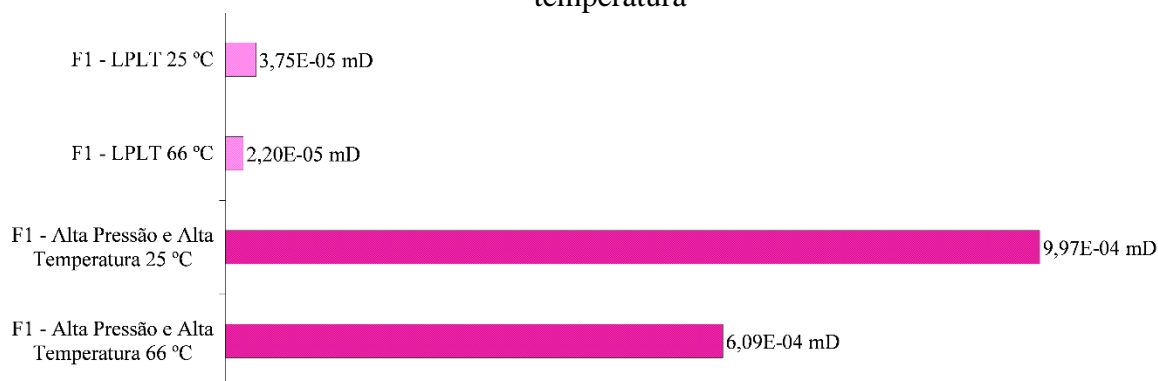
Figura 5.33 – Propriedades de filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F1



O volume de filtrado em alta pressão e alta temperatura aumentou em comparação à filtração LPLT, como esperado devido à redução da viscosidade com o aquecimento e o aumento da força de filtração com a pressão, que é 5 vezes maior em alta pressão e alta temperatura. A torta de filtro formada em alta pressão e alta temperatura foi 75% mais espessa que a da filtração LPLT, com uma espessura de 1,75 mm, refletindo a possível degradação do fluido e piora na formação do reboco.

A Figura 5.34 apresenta os valores de permeabilidade calculados para as tortas de filtro formadas durante as filtrações realizadas sob condições de LPLT e alta pressão e alta temperatura.

Figura 5.34 – Permeabilidade das tortas de filtro do fluido F1 em LPLT e alta pressão e alta temperatura

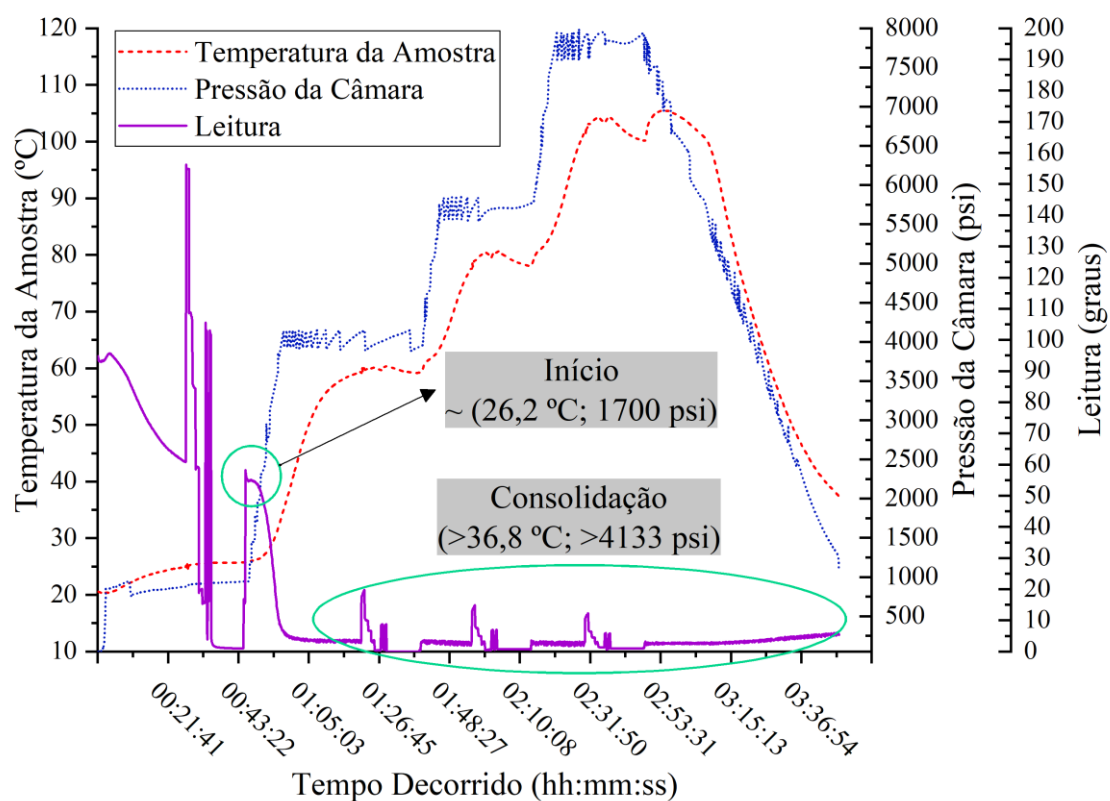


Nota-se que as permeabilidades dos rebocos formados em condições de filtração em alta pressão e alta temperatura aumentaram significativamente em comparação às obtidas em regime LPLT. Esse aumento pode ser atribuído tanto à condição elevada de pressão e temperatura na filtração quanto à menor qualidade do reboco formado. Esses resultados corroboram as observações realizadas anteriormente sobre as propriedades reológicas e de filtração do fluido F1 em condições de alta pressão e alta temperatura. Por outro lado, os valores de permeabilidade ainda refletem a qualidade superior da torta de filtro em relação à valores reportados na literatura (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017).

5.3.6.2 Fluido 2 (água/glicerina; óleo de pinho; OCS)

O comportamento do fluido de perfuração emulsificado 2 durante o ensaio em altas pressões e altas temperaturas é detalhado na Figura 5.35.

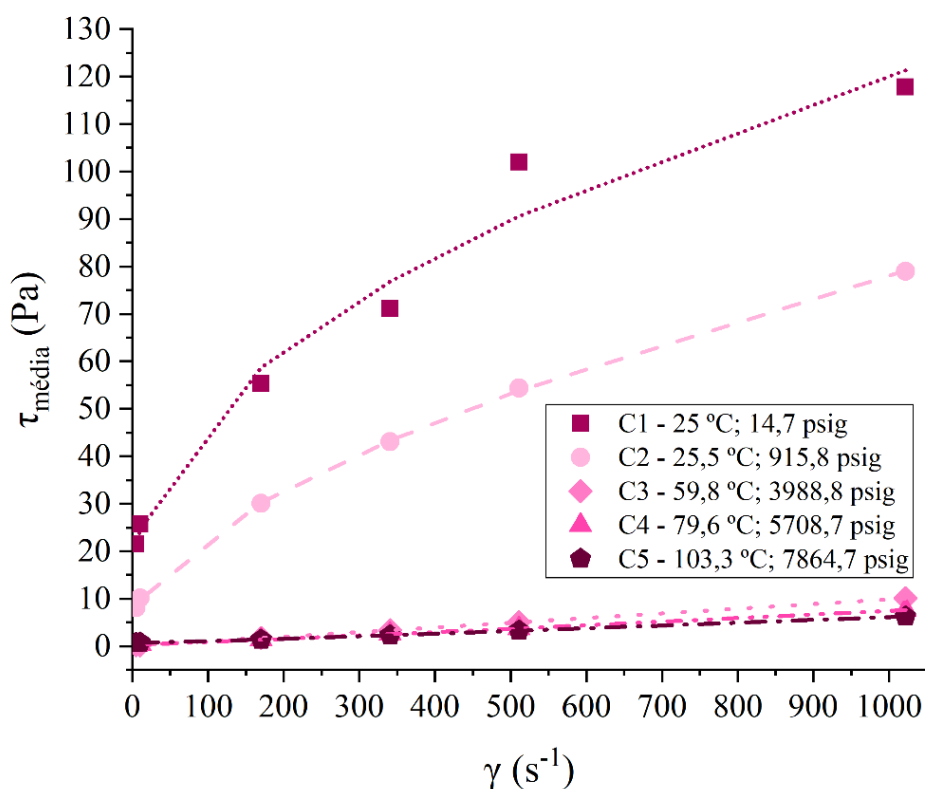
Figura 5.35 – Curvas de fluxo em altas pressões e altas temperaturas para o fluido F2



Esse fluido exibiu um comportamento semelhante ao do fluido 1, o que era esperado, uma vez que a principal diferença entre eles é a inclusão de glicerina em uma proporção de um quarto da fase aquosa. O ponto de diminuição drástica da reologia do fluido 2 ocorreu a 26,2 °C e 1700 psig, consolidando-se a 36,8 °C e 4133 psig, o que indica a diminuição mais precoce em comparação ao fluido 1. Essa observação sugere que a presença de glicerina piorou o desempenho reológico do fluido em condições de altas pressões e altas temperaturas.

A Figura 5.36 mostra as curvas de fluxo do fluido 2.

Figura 5.36 – Reologia em altas pressões e altas temperaturas e modelagem em Herschel-Bulkley do fluido F2



Na condição C2, já é evidente uma degradação em comparação à reologia LPLT, embora o fluido ainda mantenha características não-newtonianas. A pressão de C2 para o fluido 2 foi de 915,8 psig, representando um aumento de 10,1% em relação à pressão de C2 para o fluido 1 (831,5 psig). Contudo, o desempenho do fluido 2 em C3 a C5 foi inferior ao do fluido 1, apresentando degradação completa, com baixos valores reológicos e comportamento predominantemente newtoniano. A modelagem das curvas de fluxo foi realizada pelo modelo de Herschel-Bulkley, que melhor representou os dados, com coeficientes de determinação superiores a 0,98. Os valores das leituras de reologia estão apresentados em maiores detalhes no Apêndice O.

Os modelos de Bingham e Lei de Potência também foram aplicados para comparação. Os resultados dessas modelagens estão dispostos na Tabela 5.19.

Tabela 5.19 – Parâmetros dos modelos das reologias em altas pressões e altas temperaturas do fluido F2

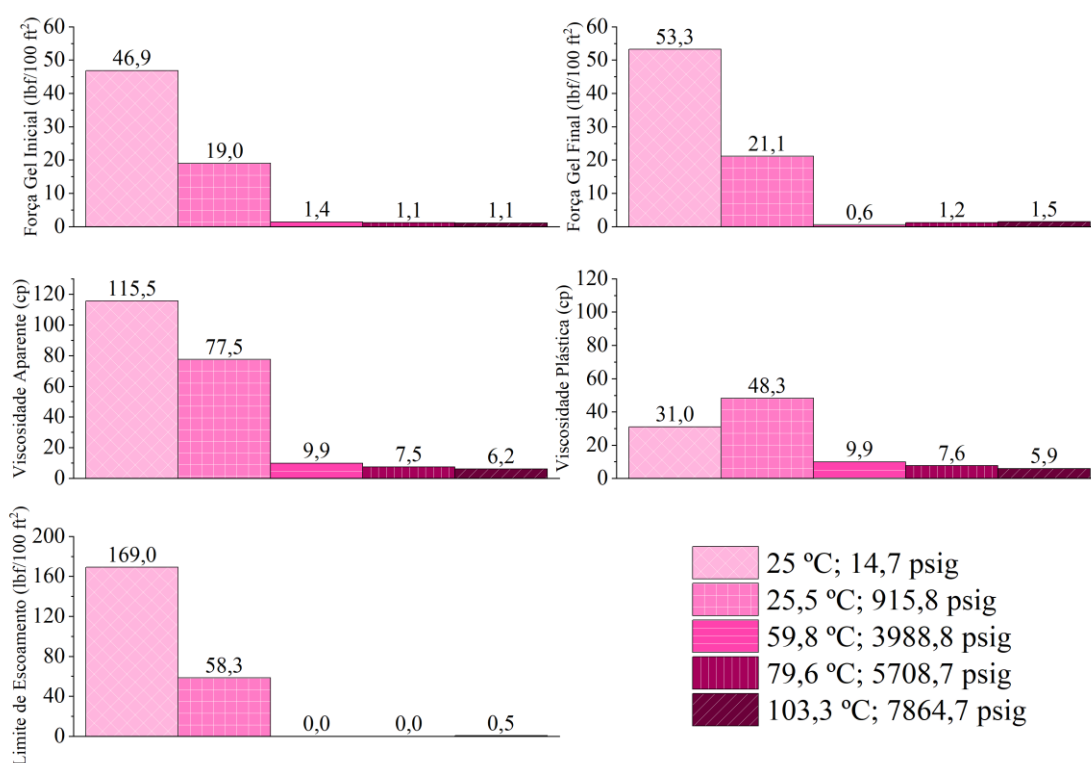
Modelos	Parâmetros	C1	C2	C3	C4	C5
Plástico de Bingham	τ_0 (Pa)	32,59	13,77	0,00	0,00	0,00
	μ_P (Pa.s)	0,10	0,07	0,01	0,01	0,01
	SEQ	852,63	166,08	0,04	0,12	0,96
	R^2	0,89	0,96	1,00	1,00	1,00
Lei de Potência	k (Pa.s)	9,49	2,34	0,01	0,01	0,02
	n	0,36	0,51	0,99	0,99	0,86
	SEQ	238,98	19,98	0,03	0,11	0,76
	R^2	0,97	1,00	1,00	1,00	0,98
Herschel-Bulkley	τ_0 (Pa)	12,78	5,26	0,14	0,24	0,66
	k (Pa.s)	3,90	1,12	0,01	0,00	0,00
	n	0,48	0,60	1,02	1,07	1,12
	SEQ	187,21	0,52	0,00	0,01	0,00
	R^2	0,98	1,00	1,00	1,00	1,00

τ_0 = tensão de cisalhamento inicial, ou limite de escoamento; μ_P = viscosidade plástica; n = índice de comportamento; k = fator de consistência; SEQ = soma dos erros quadráticos; R^2 = coeficiente de determinação

Na modelagem de Bingham, os limites de escoamento em C3 a C5 foram nulos, e as viscosidades plásticas foram de apenas 0,01 Pa.s, indicando comportamento newtoniano. O modelo de Lei de Potência evidenciou índices de comportamento próximos de 1,0, reforçando essa conclusão. A modelagem de Herschel-Bulkley confirmou essa transição, com fatores de consistência e limites de escoamento quase nulos e índices de comportamento que indicam comportamento newtoniano.

A Figura 5.37 detalha as propriedades reológicas em altas pressões e altas temperaturas do fluido 2.

Figura 5.37 – Propriedades reológicas em altas pressões e altas temperaturas do fluido F2



Observou-se uma redução significativa na formação de géis já na condição 2, com uma diminuição de 59,5% e 60,4% nas forças géis inicial e final, respectivamente. O limite de escoamento também foi afetado, caindo de 169,0 lbf/100 ft² para 58,3 lbf/100 ft². A viscosidade plástica, entretanto, aumentou de 31,0 cP para 48,3 cP com o aumento da pressão de 14,7 psig para 915,8 psig, o que é consistente com a tendência de maior interação entre partículas em suspensão sob pressão.

A filtração em alta pressão e alta temperatura produziu o volume de filtrado e torta de filtro apresentados na Figura 5.38.

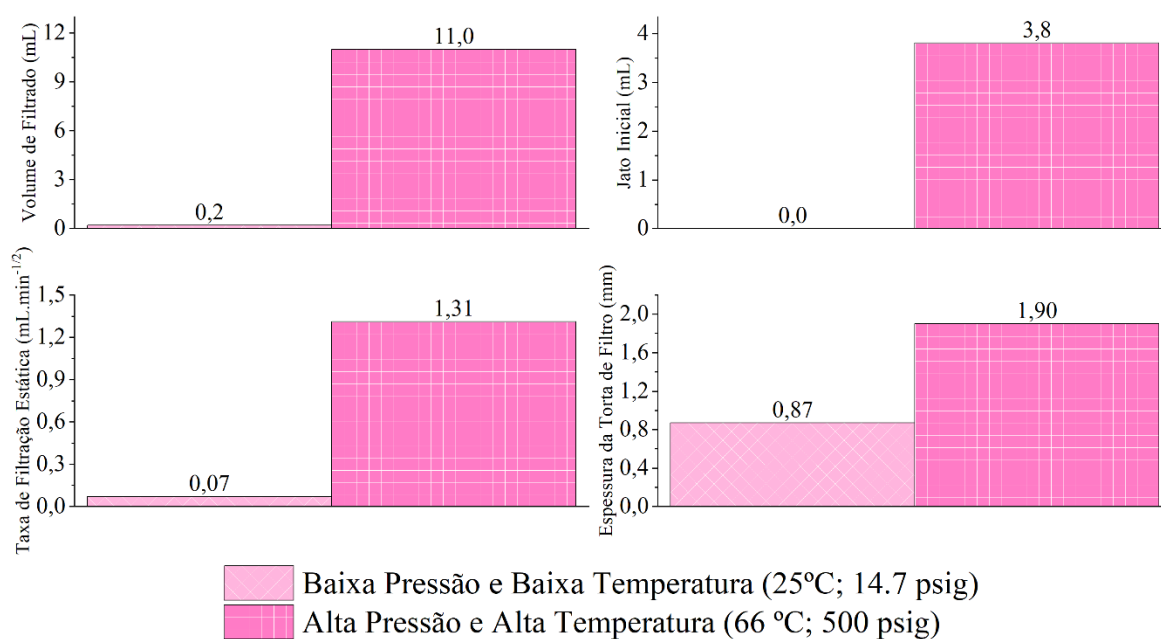
Figura 5.38 – Volume filtrado e torta de filtro em alta pressão e alta temperatura do fluido F2



A filtração em alta pressão e alta temperatura produziu um volume de filtrado com presença de particulados, possivelmente constituídos de polímeros, tensoativos e óleo de pinho emulsionados. Diferente do fluido 1, a torta de filtro do fluido 2 não apresentou rugosidade, rachaduras ou escamas superficiais. Embora a temperatura e pressão não sejam tão elevadas em comparação às condições aplicadas durante a reologia, esse comportamento demonstra uma evidência de fragilidade do fluido a condições de altas pressões e altas temperaturas.

A Figura 5.39 detalha os parâmetros de filtração.

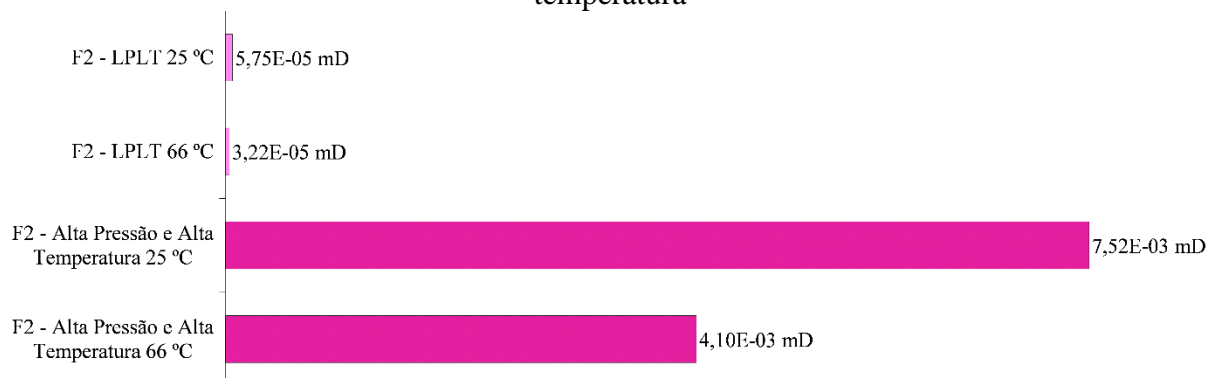
Figura 5.39 – Propriedades de filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F2



A Figura 5.39 mostra um volume de filtrado de 11,0 mL, superior ao do fluido 1. O jato inicial de 3,81 mL reforça a má qualidade do reboco, que demorou a se formar e apresentou degradação devido à instabilidade da emulsão. A espessura do reboco em alta pressão e alta temperatura foi de 1,90 mm, 118,4% mais espessa que a torta de LPLT para o mesmo fluido e 8,5% mais espessa que a do fluido 1, indicando maior degradação estrutural.

A Figura 5.40 ilustra os valores de permeabilidade calculados para as tortas de filtro formadas durante as filtrações realizadas sob condições de LPLT e alta pressão e alta temperatura.

Figura 5.40 – Permeabilidade das tortas de filtro do fluido F2 em LPLT e alta pressão e alta temperatura

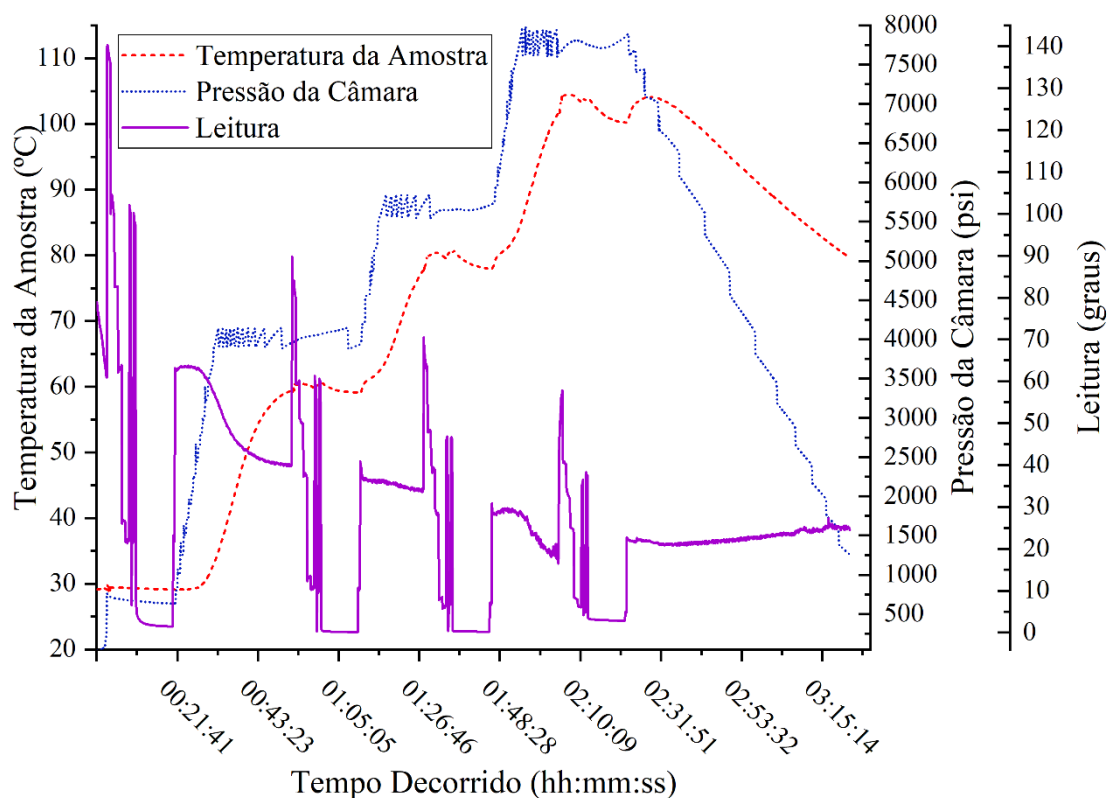


Similarmente ao observado para o fluido F1, verifica-se que as permeabilidades dos rebocos obtidos em regime de alta pressão e alta temperatura aumentaram substancialmente em comparação às condições de LPLT, efeito que pode ser atribuído às elevadas pressões e temperaturas da filtração em alta pressão e alta temperatura, bem como à menor qualidade do meio filtrante empregado. Esses resultados estão em acordo com as propriedades reológicas e de filtração previamente observadas para o fluido F1 em regimes de alta pressão e alta temperatura. Ainda assim, os valores de permeabilidade refletem a qualidade superior da torta de filtro em comparação aos valores reportados na literatura (Caenn, Darley e Gray, 2017).

5.3.6.3 Fluido 3 (água; óleo de coco; OCS)

A Figura 5.41 detalha o comportamento reológico do fluido F3 durante os ensaios em altas pressões e altas temperaturas.

Figura 5.41 – Curvas fluxo em altas pressões e altas temperaturas para o fluido F3



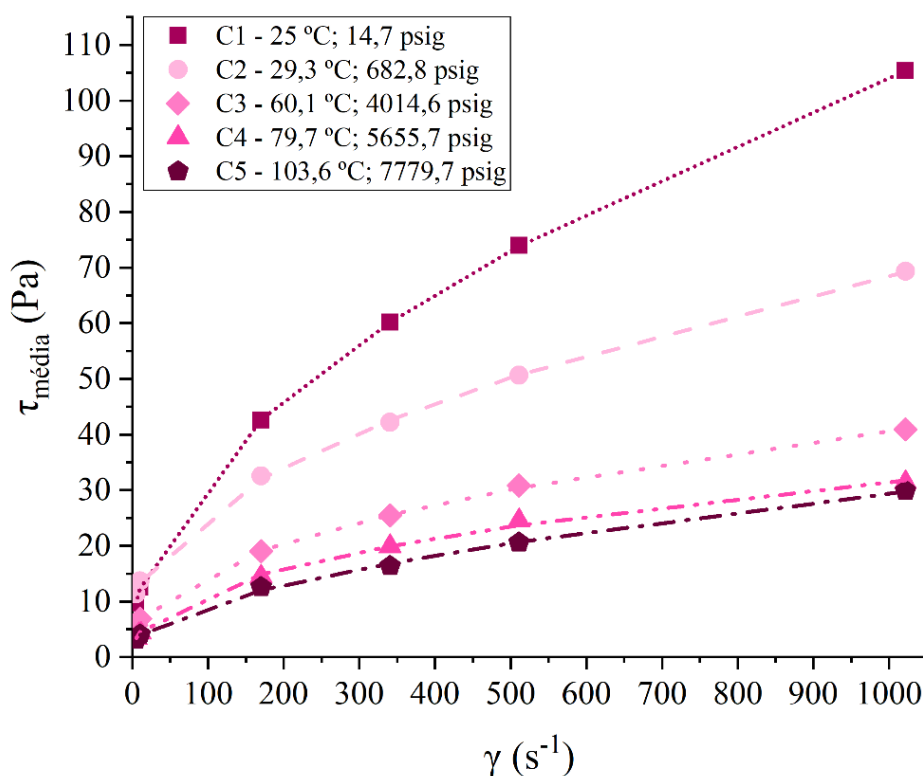
Diferentemente dos fluidos F1 e F2, o fluido F3 apresentou maior resistência à diminuição da reologia com o aumento da pressão e temperatura. Observou-se que a reologia de F3 diminuiu com o aumento da temperatura e pressão, refletida pela redução da amplitude

das leituras. O aumento da temperatura intensifica o movimento browniano, reduzindo a interação molecular e, consequentemente, a viscosidade. Já o aumento da pressão eleva a densidade e a viscosidade devido à compressibilidade. Além disso, em fluidos alcalinos, a elevação da temperatura promove reações internas que afetam a reologia (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017).

Os platôs observados no ensaio revelam comportamentos distintos. A primeira rampa de temperatura e pressão reduziu a reologia significativamente, enquanto a segunda teve impacto menor. A terceira rampa apresentou nova diminuição, mas com menor amplitude que a primeira. A redução de pressão ao final resultou em um leve aumento nas leituras, indicando retenção parcial das propriedades originais.

As curvas de fluxo do fluido F3 nas condições de altas pressões e altas temperaturas estão mostradas na Figura 5.42.

Figura 5.42 – Reologia em altas pressões e altas temperaturas e modelagem em Herschel-Bulkley do fluido F3



A Figura 5.42 ilustra a redução dos valores das propriedades e do comportamento reológico com o aumento de temperatura e pressão, mostrando que as curvas de fluxo entre C4 e C5 estão mais próximas do que entre C3 e C4, sugerindo uma estabilização do fluido. Em

todas as condições, o comportamento pseudoplástico foi mantido, e as modelagens seguiram o modelo de Herschel-Bulkley, indicadas pelas linhas pontilhadas. Detalhes completos das leituras de reologia estão no Apêndice P.

A Tabela 5.20 destaca os parâmetros dos modelos de reologia.

Tabela 5.20 – Parâmetros dos modelos das reologias em altas pressões e altas temperaturas do fluido F3

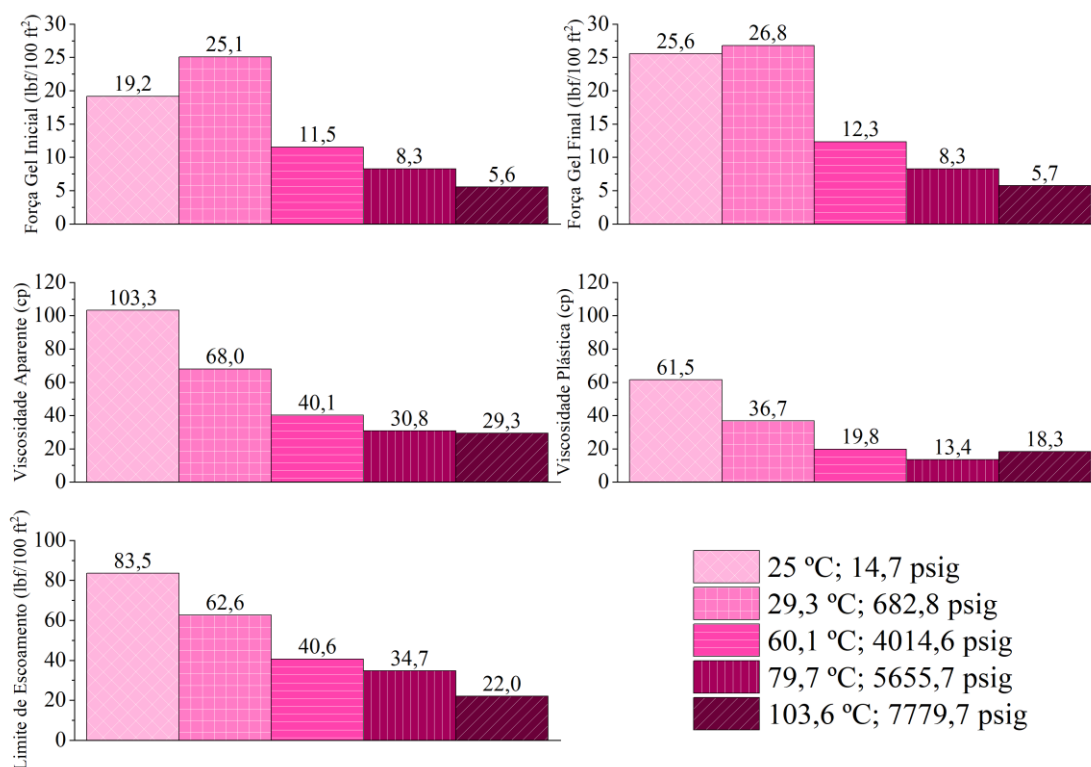
Modelos	Parâmetros	C1	C2	C3	C4	C5
Plástico de Bingham	τ_0 (Pa)	18,90	17,51	9,78	7,00	5,60
	μ_P (Pa.s)	0,09	0,06	0,03	0,03	0,03
	SEQ	432,54	171,36	83,26	68,17	28,38
	R^2	0,94	0,93	0,91	0,89	0,95
Lei de Potência	k (Pa.s)	3,53	4,81	2,51	1,68	1,08
	n	0,49	0,38	0,40	0,42	0,48
	SEQ	8,26	21,91	2,14	1,09	2,74
	R^2	1,00	0,99	1,00	1,00	1,00
Herschel-Bulkley	τ_0 (Pa)	3,80	7,66	2,38	0,00	1,89
	k (Pa.s)	2,48	1,73	1,55	1,68	0,56
	n	0,54	0,52	0,46	0,42	0,56
	SEQ	0,03	0,56	0,24	1,09	0,67
	R^2	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00

τ_0 = tensão de cisalhamento inicial, ou limite de escoamento; μ_P = viscosidade plástica; n = índice de comportamento; k = fator de consistência; SEQ = soma dos erros quadráticos; R^2 = coeficiente de determinação

O modelo de Bingham não apresentou ajuste ideal, com coeficientes de determinação inferiores a 0,95 e erros elevados. Os modelos de Lei de Potência e Herschel-Bulkley ajustaram-se bem, sendo este último o mais preciso, com menores erros quadráticos. Para C4, ambos os modelos apresentaram parâmetros semelhantes.

O comportamento do fluido F3 pode ser analisado através dos parâmetros reológicos em altas pressões e altas temperaturas, dispostas na Figura 5.43.

Figura 5.43 – Propriedades reológicas em altas pressões e altas temperaturas do fluido F3



Observa-se que todas as propriedades reológicas de F3 diminuíram à medida que as condições de altas pressões e altas temperaturas se intensificaram. Em C2, embora a VA, LE e VP tenham diminuído, as forças géis aumentaram, evidenciando o efeito da pressão na aproximação de partículas, resultando em géis mais rígidos. A proximidade dos valores de G_0 e G_f sustenta essa observação. Em altas pressões e altas temperaturas, os géis se formam instantaneamente, sem aumento progressivo, o que é vantajoso para as operações de perfuração (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017; HOSSAIN e AL-MAJED, 2015).

A VA diminuiu em intervalos menores a cada rampa de pressão e temperatura, com diferença de apenas 4,71% entre C4 e C5. A VP aumentou em C5 em comparação a C4, enquanto LE e os géis mostraram leve redução. F3 apresentou estabilização entre 79,7 °C e 103,6 °C e pressões de 5655,7 a 7779,7 psig.

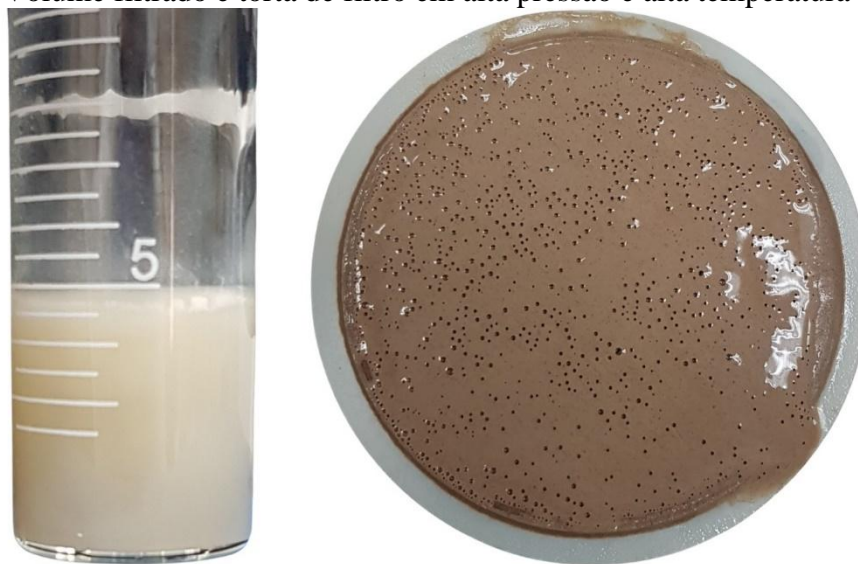
No caso dos fluidos utilizados neste trabalho, reações com os óleos e com a argila são intensificadas em temperaturas acima de 70 °C e 90 °C, respectivamente. Ainda, altas temperaturas tendem a degradar os polímeros presentes nos fluidos, como observado na seção 5.3.4, o que pode prejudicar nas formações dos géis e na capacidade do fluido de carrear cascalho gerado na perfuração. Essas reações causam modificações na composição base do

fluido, possivelmente afetando suas propriedades (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017; DA CÂMARA *et al.*, 2021).

A VP de um fluido de perfuração influencia diretamente na eficiência da perfuração, uma vez que com o aumento de VP diminui a taxa de penetração da broca e aumenta a instabilidade do poço por movimento mecânico (movimento de tubulações), além de gastos elevados para bombeamento do fluido (AKPAN *et al.*, 2019; ALAKBARI *et al.*, 2021; PAIAMAN *et al.*, 2009).

A Figura 5.44 mostra o volume de filtrado e a torta de filtro na filtração em alta pressão e alta temperatura de F3.

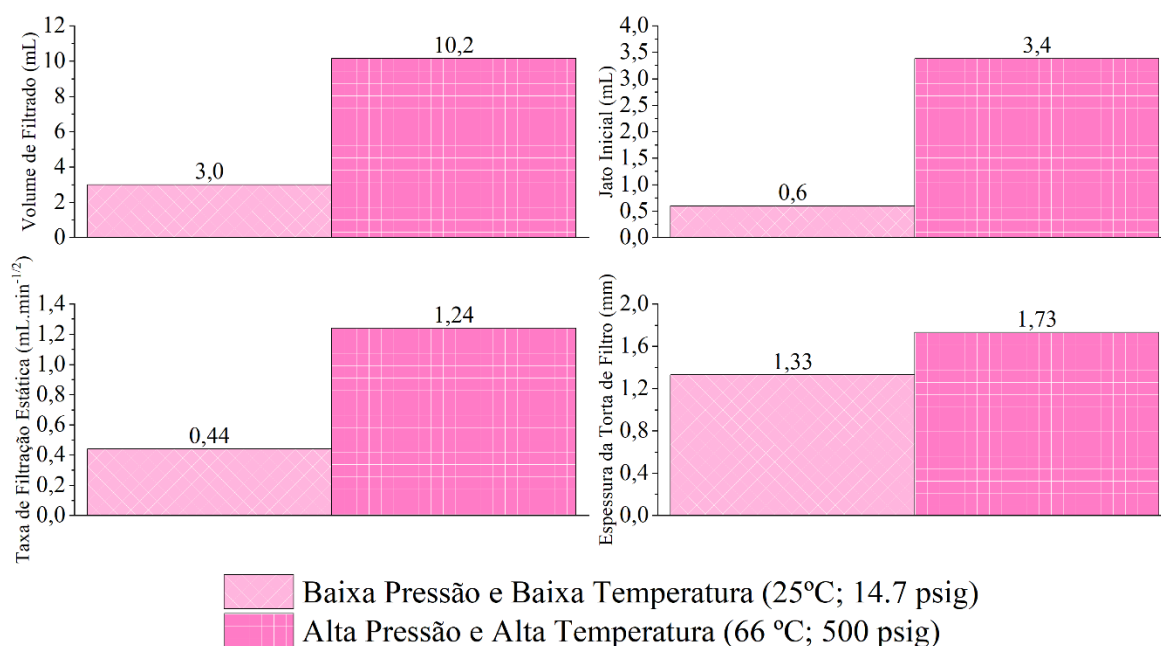
Figura 5.44 – Volume filtrado e torta de filtro em alta pressão e alta temperatura do fluido F3



O volume de filtrado produzido na filtração em alta pressão e alta temperatura apresentou uma aparência líquida e com menor teor aparente de bolhas e polímeros dissolvidos, em comparação com os filtrados dos fluidos F1 e F2. A torta de filtro exibiu bolhas em sua superfície, um comportamento esperado para o fluido F3 e similar ao observado nos ensaios em condições de LPLT, conforme ilustrado na Figura 5.44.

As propriedades de filtração são apresentadas na Figura 5.45.

Figura 5.45 – Propriedades de filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F3

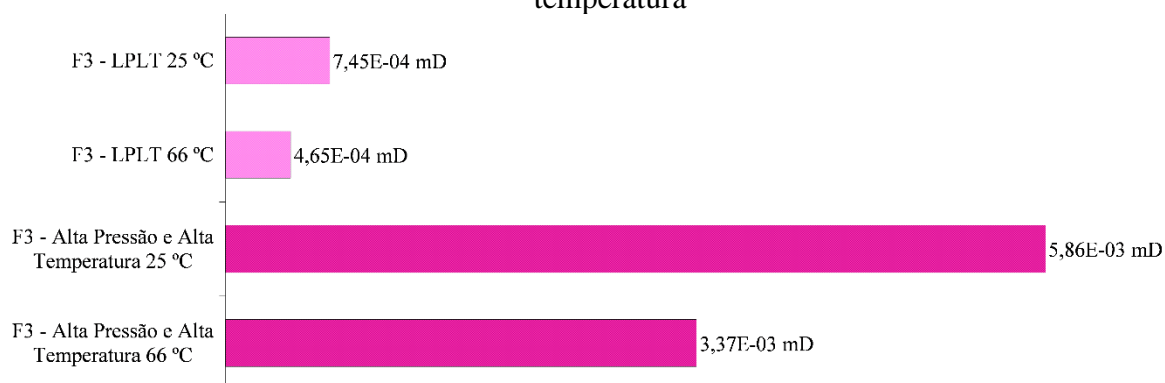


O volume de filtrado aumentou em mais de três vezes em comparação ao regime LPLT, o que é esperado em ensaios realizados sob condições de alta pressão e alta temperatura. Mesmo com esse aumento, o volume de filtrado ainda se encontra compatível com os valores reportados na literatura e do limite operacional de 25 mL estabelecido pela API (ALI, AHMAD e GANAT, 2022; API, 2019). Paswan *et al.* (2016) reportaram volumes de filtrado LPLT e de alta pressão e alta temperatura entre 5 a 5,7 mL e 12 a 12,5 mL, respectivamente, para fluidos de perfuração do tipo óleo em água, com 3,0% de bentonita, 0,7% de CMC sódica e óleo de jatrofa variando de 10-30% em volume.

Um aumento também foi observado na taxa de filtração. Ainda, destaca-se que o jato inicial coletado foi consideravelmente elevado no ensaio de alta pressão e alta temperatura em comparação com o valor observado em LPLT, indicando possível atraso na formação do reboco. Enquanto no regime LPLT o jato inicial representava 20% do volume total coletado, em alta pressão e alta temperatura esse valor subiu para 33,3%. Um jato inicial elevado pode causar quedas de pressão, instabilidade do poço e aumento do volume de filtrado (DECCOD e BARET, 1994). Ademais, a espessura da torta de filtro apresentou um aumento de 30%, passando de 1,33 mm para 1,73 mm.

A Figura 5.46 ilustra os valores de permeabilidade das tortas de filtro formadas durante as filtrações realizadas sob condições de LPLT e alta pressão e alta temperatura.

Figura 5.46 - Permeabilidade das tortas de filtro do fluido F3 em LPLT e alta pressão e alta temperatura



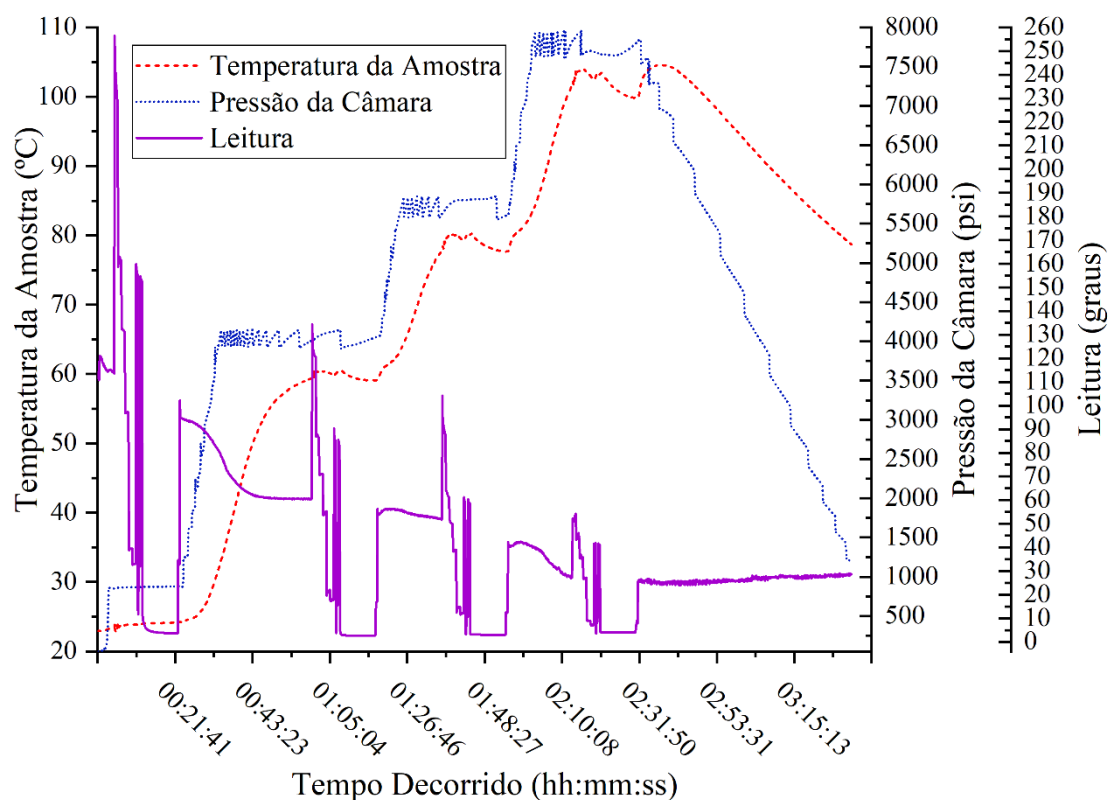
A Figura 5.46 apresenta os valores de permeabilidade das tortas de filtro, evidenciando um aumento significativo ao comparar as condições de filtração LPLT e alta pressão e alta temperatura, embora menos acentuado do que o observado para os fluidos F1 e F2. Assim como nos casos dos fluidos F1 e F2, esse aumento é atribuído às elevadas pressões e temperaturas aplicadas durante a filtração em regime de alta pressão e alta temperatura. Ademais, verifica-se que a permeabilidade das tortas de filtro a 66 °C é menor em comparação à obtida a 25 °C, sugerindo que o aumento da temperatura promove o rearranjo das partículas do reboco, resultando em uma maior compactação e melhor eficiência de vedação do meio filtrante.

Apesar do aumento expressivo nos valores de permeabilidade, estes permanecem dentro dos parâmetros definidos por Caenn, Darley e Gray (2017) de 10^{-3} mD.

5.3.6.4 Fluido 4 (água/glicerina; óleo de coco; OCS)

O comportamento do fluido F4 durante os ensaios de reologia em altas pressões e altas temperaturas é descrito na Figura 5.47.

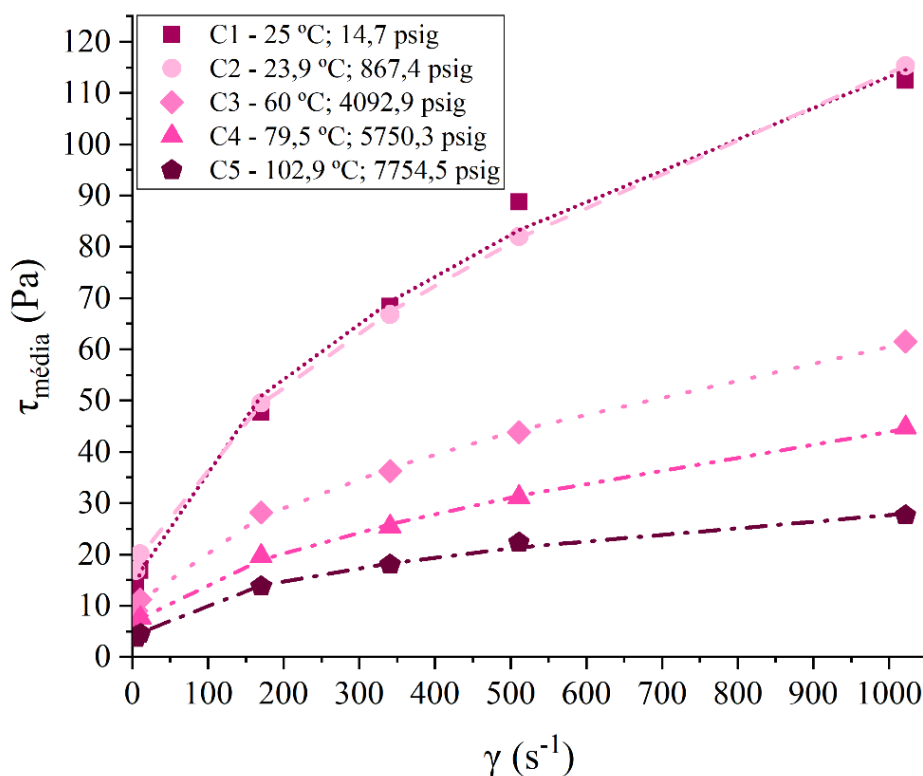
Figura 5.47 – Curvas de fluxo em altas pressões e altas temperaturas para o fluido F4



Semelhante ao fluido F3, o fluido F4 não apresentou sinais de degradação aparente ao longo do teste. Durante o ensaio, o aumento da pressão e da temperatura resultou em uma redução gradual dos valores referentes ao comportamento reológico do fluido, sendo a diminuição observada entre as condições C3 e C4 menor do que a verificada entre C2 e C3 e entre C4 e C5.

A Figura 5.48 exibe as curvas de fluxo experimentais modeladas pelo modelo de Herschel-Bulkley.

Figura 5.48 – Reologia em altas pressões e altas temperaturas e modelagem em Herschel-Bulkley do fluido F4



Nota-se que, na primeira condição de altas pressões e altas temperaturas, a reologia do fluido F4 é quase idêntica à apresentada em LPLT, evidenciando estabilidade frente à variação de pressão de 14,7 psig para 867,4 psig. Nas condições subsequentes, as diminuições nas reologias com o aumento de temperatura e pressão foram consistentes com o comportamento esperado, similar ao do fluido F3. Entretanto, o fluido F4 apresentou valores de reologia superiores aos de F3 nas condições C3 a C5, indicando uma maior resistência a essas variáveis. Essa resistência é reforçada pela maior distância observada entre as curvas de F4. Detalhes adicionais das leituras de reologia estão disponíveis no Apêndice Q.

A Tabela 5.21 apresenta os parâmetros de modelagem das curvas de fluxo.

Tabela 5.21 – Parâmetros dos modelos das reologias em altas pressões e altas temperaturas do fluido F4

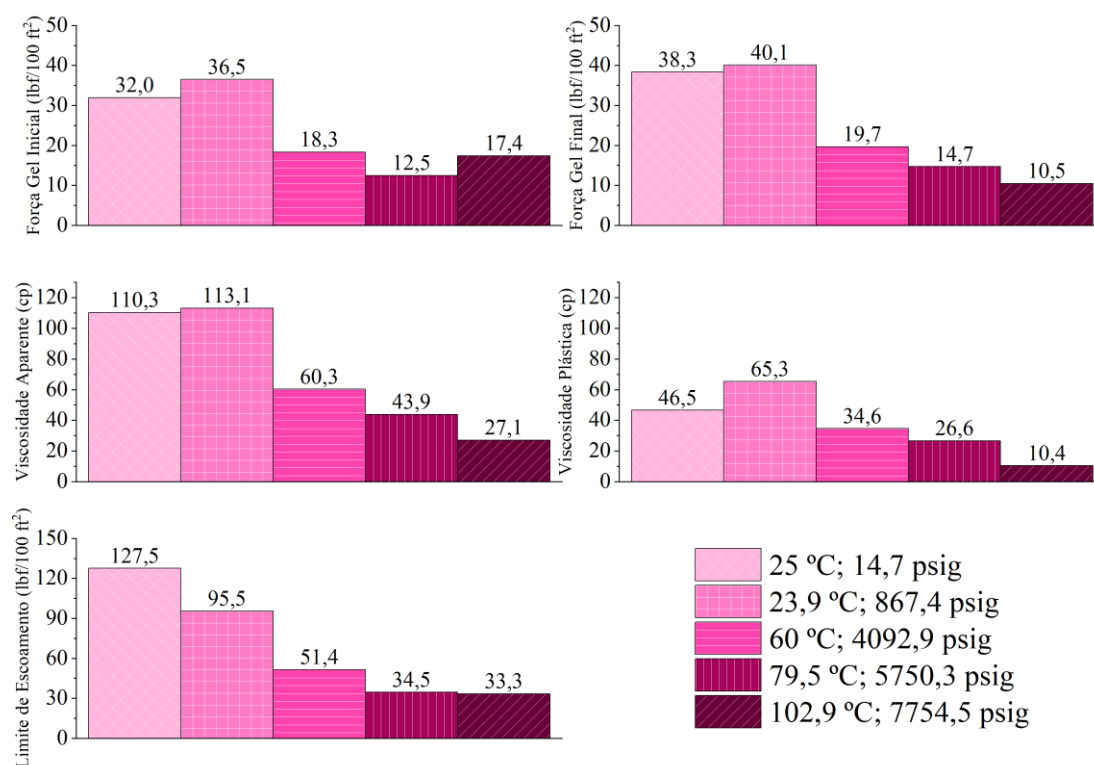
Modelos	Parâmetros	C1	C2	C3	C4	C5
Plástico de Bingham	τ_0 (Pa)	24,50	25,71	14,45	9,79	6,98
	μ_P (Pa.s)	0,10	0,10	0,05	0,04	0,02
	SEQ	701,85	381,68	127,68	56,37	57,62
	R^2	0,91	0,95	0,94	0,95	0,87
Lei de Potência	k (Pa.s)	5,54	5,95	3,64	2,24	1,90
	n	0,44	0,42	0,40	0,43	0,39
	SEQ	55,51	75,98	17,28	11,68	1,16
	R^2	0,99	0,99	0,99	0,99	1,00
Herschel-Bulkley	τ_0 (Pa)	4,75	12,18	6,16	4,59	0,00
	k (Pa.s)	3,85	1,99	1,38	0,76	1,90
	n	0,48	0,57	0,53	0,57	0,39
	SEQ	45,91	0,76	1,51	1,01	1,16
	R^2	0,99	1,00	1,00	1,00	1,00

τ_0 = tensão de cisalhamento inicial, ou limite de escoamento; μ_P = viscosidade plástica; n = índice de comportamento; k = fator de consistência; SEQ = soma dos erros quadráticos; R^2 = coeficiente de determinação

Os resultados da modelagem pelo modelo Plástico de Bingham mostraram somas de erros quadráticos altas e coeficientes de determinação abaixo de 0,95, indicando um ajuste de má qualidade aos dados experimentais. Os modelos de Lei de Potência e Herschel-Bulkley, por outro lado, demonstraram coeficientes de determinação acima de 0,99. Contudo, o modelo de Lei de Potência apresentou erros intermediários, particularmente nas condições de altas pressões e altas temperaturas. Portanto, o modelo de Herschel-Bulkley foi escolhido como o mais adequado para descrever as curvas de fluxo, com valores idênticos em C5 para ambas as modelagens.

A Figura 5.49 ilustra as propriedades reológicas de F4 em altas pressões e altas temperaturas.

Figura 5.49 – Propriedades reológicas em altas pressões e altas temperaturas do fluido F4



Observa-se que na condição C2, a primeira em altas pressões e altas temperaturas, F4 apresentou valores elevados para todas as propriedades, exceto o LE. Isso sugere uma interação mais forte entre as partículas de F4 em comparação a F3, refletida nos aumentos de VP e VA, enquanto em F3 apenas as forças géis mostraram elevação. Com o aumento de temperatura e pressão, essas propriedades diminuíram, e na condição C5, a VP apresentou uma redução significativa. Notou-se também que o valor de G_0 foi superior ao de G_f , comportamento esse incompatível com o observado nas outras condições. Entre as condições C1 a C4, o G_f foi maior que o G_0 , indicando o desenvolvimento de estruturas de gel ao longo do tempo, o que não é ideal para operações de perfuração (CAENN, DARLEY e GRAY, 2017).

A Figura 5.50 apresenta o volume de filtrado e a torta de filtro produzida na filtração em alta pressão e alta temperatura de F4.

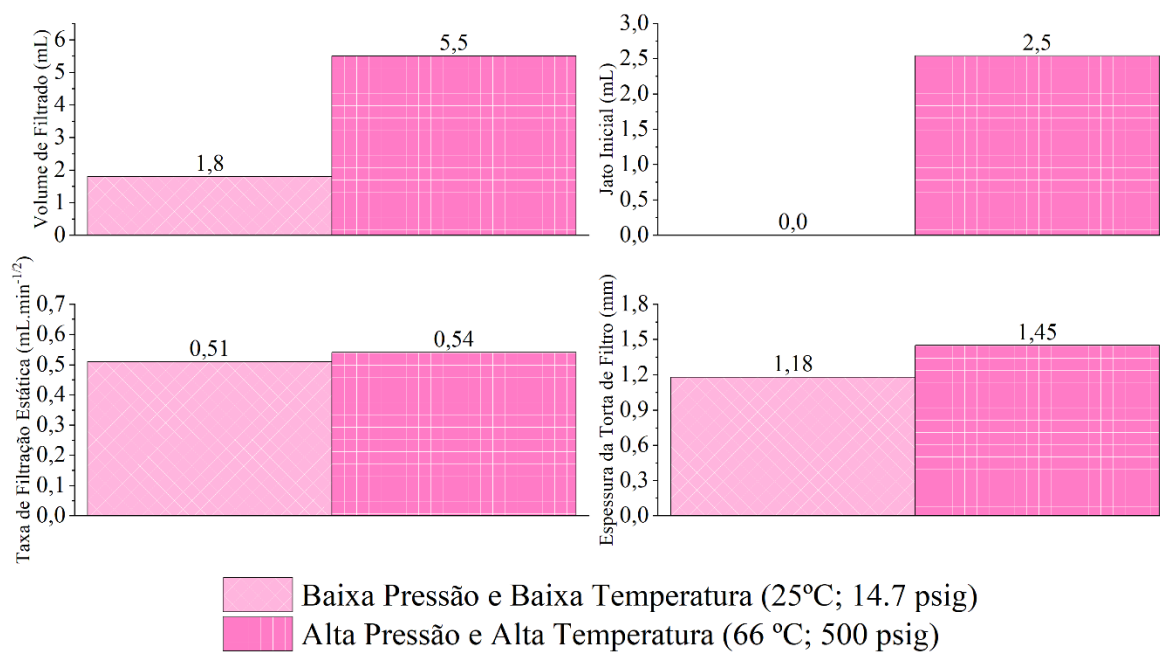
Figura 5.50 – Volume filtrado e torta de filtro em alta pressão e alta temperatura do fluido F4



O filtrado mostrou uma aparência semelhante à de F3, sem partículas visíveis e com aspecto turvo, indicando a presença de óleo, água e tensoativos emulsionados. A torta de filtro de F4 continha poucas bolhas na superfície e apresentou um reboco liso, sem rachaduras ou fissuras.

Na Figura 5.51, as propriedades de filtração em alta pressão e alta temperatura de F4 são comparadas.

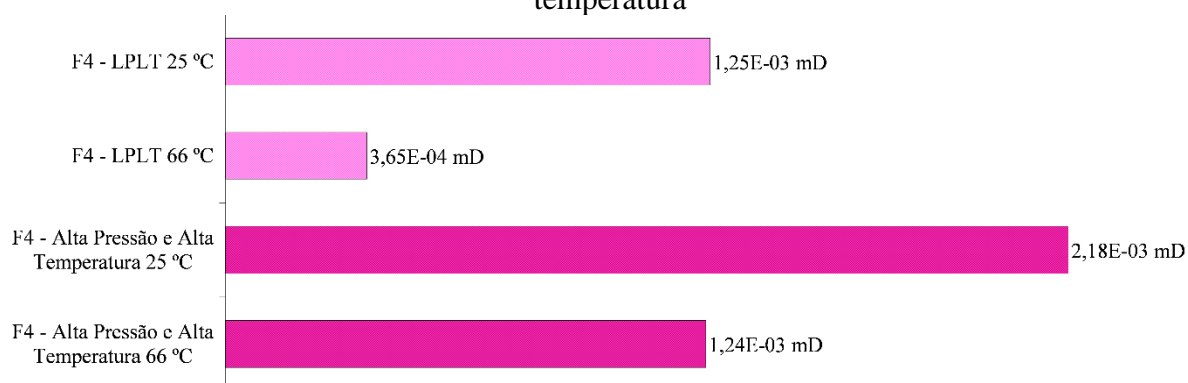
Figura 5.51 – Propriedades de filtração em alta pressão e alta temperatura do fluido F4



Verifica-se que o comportamento de F4 foi semelhante nas filtrações LPLT e alta pressão e alta temperatura. A taxa de filtração manteve-se quase constante, apesar do volume de filtrado ser maior e do jato inicial presente. A espessura da torta de filtro de F4, de 1,45 mm, foi menor em comparação a F3 (1,73 mm), com um aumento de apenas 22,9% entre LPLT e alta pressão e alta temperatura, enquanto F3 apresentou um aumento de 30% entre esses dois regimes.

A Figura 5.52 mostra os valores de permeabilidade das tortas de filtro do fluido F4 sob condições de LPLT e alta pressão e alta temperatura.

Figura 5.52 – Permeabilidade das tortas de filtro do fluido F4 em LPLT e alta pressão e alta temperatura



Para o fluido F4, os valores de permeabilidade das tortas de filtro obtidos nas condições de filtração LPLT e alta pressão e alta temperatura apresentam a menor variação entre os quatro fluidos analisados. Observa-se apenas um leve aumento nos valores de permeabilidade no regime de alta pressão e alta temperatura em comparação ao regime LPLT, resultado das condições de pressão e temperatura elevadas, o que evidencia a estabilidade do reboco formado por esse fluido. Além disso, os valores registrados permanecem dentro dos parâmetros descritos na literatura.

6 CONCLUSÕES

Neste estudo, foram formulados quatro fluidos de perfuração à base de emulsões óleo-em-água (O/A) compostas por tensoativo saponificado de óleo de coco, água e glicerina como fases aquosas, e óleo de coco ou óleo de pinho como fase oleosa, com o objetivo de avaliar o comportamento desses fluidos sob condições de altas pressões e altas temperaturas. O óleo de coco saponificado (OCS) foi sintetizado em laboratório e devidamente caracterizado. As emulsões e os aditivos dos fluidos foram analisados por difração de raios-X (DRX), termogravimetria (TGA/DTA), espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), massa específica, pH, potencial zeta e reologia. As performances dos fluidos foram testadas por ensaios reológicos e de filtração em condições de baixa pressão e baixa temperatura (LPLT), após envelhecimento à 66 °C, por 16 horas, e em condições de altas pressões e altas temperaturas.

As principais conclusões deste estudo são:

- As emulsões formuladas demonstraram elevada estabilidade, conforme indicado pelos valores negativos de potencial zeta superiores a 25 mV, o que sugere um menor risco de coalescência.
- Do ponto de vista reológico, as emulsões apresentaram comportamento não-newtoniano, sendo o modelo de Bingham adequado para descrever os dados experimentais.
- Todos os fluidos formulados foram modelados pelos modelos de Bingham, Lei da Potência e Herschel-Bulkley. Entre eles, o modelo de Herschel-Bulkley apresentou o melhor ajuste aos dados experimentais, com índices de comportamento variando entre 0,31 e 0,54 e coeficientes de determinação superiores a 0,988. Entretanto, em condições mais extremas de pressão e temperatura, os fluidos F1 e F2 apresentaram comportamento reológico newtoniano.
- Em condições de LPLT, os fluidos contendo glicerina apresentaram valores superiores de viscosidade aparente (VA) e limite de escoamento (LE) em comparação aos fluidos formulados apenas com água. No entanto, a viscosidade plástica (VP) permaneceu inalterada, uma vez que os aditivos utilizados mantiveram sua composição uniforme.

- Observou-se um aumento no valor das forças géis em função do tempo para todos os fluidos. No entanto, esses valores não foram considerados significativos o suficiente para comprometer o desempenho das operações de perfuração.
- Os fluidos F1 e F2 apresentaram volumes de filtrado inferiores a 0,3 mL e espessuras de torta de filtro menores que 1,0 mm. Já os fluidos F3 e F4 exibiram volumes de filtrado variando entre 2,0 e 2,6 mL, com espessuras de torta de 1,18 a 1,07 mm. A presença de glicerina nos fluidos influenciou positivamente o desempenho de filtração devido ao aumento da viscosidade. As tortas de filtro formadas foram flexíveis e isentas de fissuras, indicando a alta qualidade do reboco gerado.
- O processo de envelhecimento dinâmico teve um impacto reduzido sobre as propriedades dos fluidos F1 e F2. Em contrapartida, os fluidos F3 e F4 foram significativamente afetados, apresentando redução no comportamento reológico em relação às condições observadas em LPLT. Além disso, foi detectado um aumento significativo nos valores das forças géis nos fluidos envelhecidos em comparação aos valores obtidos antes do envelhecimento.
- O envelhecimento dinâmico também contribuiu para a melhoria da eficiência da filtração em LPLT, reduzindo tanto os volumes de filtrado quanto a espessura das tortas de filtro. Adicionalmente, observou-se uma redução no pH dos fluidos após o envelhecimento, possivelmente decorrente de reações químicas internas nos sistemas analisados.
- As análises de termogravimetria indicaram que os fluidos de perfuração sofreram degradação térmica próxima a 100 °C, resultado da evaporação da fase aquosa. Nos fluidos formulados com óleo de pinho, a degradação foi mais acentuada em temperaturas inferiores a 100 °C, devido à volatilização dos compostos terpênicos presentes neste óleo.
- Nos ensaios conduzidos sob condições de alta pressão e alta temperatura, os fluidos F1 e F2 demonstraram uma redução drástica em seu comportamento reológico. Em contrapartida, os fluidos F3 e F4 apresentaram maior resistência a essas condições adversas. De modo geral, o aumento da pressão e da temperatura resultou na diminuição do desempenho reológico dos fluidos. Os fluidos F1 e F2 mostraram desempenho satisfatório até 25 °C e pressões inferiores a 1000 psig.
- O fluido F4 demonstrou menor perda no comportamento reológico em condições extremas de pressão e temperatura quando comparado ao F3, evidenciado por um

gradiente de reologia mais uniforme e pela manutenção das forças géis. Em torno de 25 °C e 900 psig, o fluido F4 manteve comportamento reológico semelhante ao observado em LPLT, indicando sua capacidade de preservar as propriedades sob variações súbitas de pressão.

- Os fluidos F3 e F4 apresentaram volumes reduzidos de filtrado e tortas de filtro finas e flexíveis em condições de alta pressão e alta temperatura, o que reforça sua adequação para aplicações em perfuração sob essas condições.

Diante dos resultados obtidos, conclui-se que as emulsões aquosas formuladas com óleos vegetais de coco e pinho, associadas ao tensoativo sintetizado a partir do óleo de coco (OCS), são adequadas para a formulação de fluidos de perfuração estáveis, com desempenho satisfatório em termos de reologia e filtração. Os fluidos formulados com óleo de coco demonstraram melhor desempenho sob altas pressões e temperaturas, evidenciando seu potencial como alternativa sustentável aos fluidos à base de óleo mineral. Dessa forma, os resultados deste estudo indicam que emulsões aquosas formuladas com óleos vegetais e tensoativos naturais representam uma alternativa promissora para aplicações industriais, combinando eficiência técnica e menor impacto ambiental.

REFERÊNCIAS

ABANG, Godwin Nten ochuwe; PIN, Yeap Swee; RIDZUAN, Norida. Application of silica (SiO₂) nanofluid and Gemini surfactants to improve the viscous behavior and surface tension of water-based drilling fluids. **Egyptian Journal of Petroleum**, [S. l.], v. 30, n. 4, p. 37–42, 2021. ISSN: 20902468. DOI: 10.1016/j.ejpe.2021.10.002.

ABDELGAWAD, Khaled; ELKATATNY, Salaheldin; MOUSSA, Tamer; MAHMOUD, Mohamed; PATIL, Shirish. Real-time determination of rheological properties of spud drilling fluids using a hybrid artificial intelligence technique. **Journal of Energy Resources Technology, Transactions of the ASME**, [S. l.], v. 141, n. 3, p. 032908, 2019. ISSN: 15288994. DOI: 10.1115/1.4042233.

ABDOU, Mahmoud I.; AHMED, Hany El Sayed. New weighting agent for water-based mud, um-bogma area, central Sinai, Egypt. **Advances in Environmental Research**, [S. l.], v. 6, n. 3, p. 159–171, 2017. DOI: <https://doi.org/10.12989/aer.2017.6.3.159>.

ABNT. **ABNT NBR 10448 - Insumos - Substâncias graxas - Determinação do índice de saponificação**. [s.l.: s.n.].

ADAIR, J. H.; SUVACI, E.; SINDEL, J. Surface and Colloid Chemistry. Em: **Encyclopedia of Materials: Science and Technology**. 2. ed., [s.l.] : Elsevier, 2001. p. 1–10. DOI: 10.1016/b0-08-043152-6/01622-3.

AGWU, Okorie E.; AKPABIO, Julius U.; ALABI, Sunday B.; DOSUNMU, Adewale. Settling velocity of drill cuttings in drilling fluids: A review of experimental, numerical simulations and artificial intelligence studies. **Powder Technology**, [S. l.], v. 339, p. 728–746, 2018. ISSN: 1873328X. DOI: 10.1016/j.powtec.2018.08.064.

AGWU, Okorie E.; ISEMIN, Isemin A.; AKPABIO, Moses G. Cost benefit analysis of vegetable oils used as alternatives to diesel in the formulation of oil-based drilling muds. Em: **SPE NIGERIA ANNUAL INTERNATIONAL CONFERENCE AND EXHIBITION 2015**, Lagos, Nigeria. **Anais** [...]. Lagos, Nigeria: All Days, 2015 DOI: 10.2118/178265-ms.

AGWU, Okorie Ekwe; AKPABIO, Julius Udoh; AKPABIO, Moses Gideon. Potentials of waste seashells as additives in drilling muds and in oil well cements. **Cleaner Engineering and Technology**, [S. l.], v. 1, p. 100008, 2020. ISSN: 26667908. DOI: 10.1016/j.clet.2020.100008.

AHMADI, Mohammad Ali; SHADIZADEH, Seyed Reza; SHAH, Kalpit; BAHADORI, Alireza. An accurate model to predict drilling fluid density at wellbore conditions. **Egyptian Journal of Petroleum**, [S. l.], v. 27, n. 1, p. 1–10, 2018. ISSN: 20902468. DOI: 10.1016/j.ejpe.2016.12.002.

AHMED, Ahmed Wedam; KALKAN, Ekrem. Drilling fluids; types, formation choice and environmental impact. **International Journal of Latest Technology in Engineering, Management & Applied Science (IJLTEMAS)**, [S. l.], v. 8, p. 66–71, 2019.

AHMED, Hafiz Mudaser; KAMAL, Muhammad Shahzad; AL-HARTHI, Mamdouh. **Polymeric and low molecular weight shale inhibitors: A review.** *Fuel* 2019. ISSN: 00162361. DOI: 10.1016/j.fuel.2019.04.038.

AKEJU, Oluwatoni A.; AKINTOLA, Sarah A.; AKPABIO, Julius Udoh. The use of crassostrea virginica as lost circulation material in water-based drilling mud. **International Journal of Engineering & Technology**, [S. l.], v. 4, n. 2, p. 109–117, 2014. ISSN: 2049-3444.

AKPAN, Emmanuel Udofia; ENYI, Godpower C.; NASR, Ghasem; YAHAYA, Aminu A.; AHMADU, Abdullahi A.; SAIDU, Bello. Water-based drilling fluids for high-temperature applications and water-sensitive and dispersible shale formations. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 175, p. 1028–1038, 2019. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2019.01.002.

AL OMARI, M. M. H.; RASHID, I. S.; QINNA, N. A.; JABER, A. M.; BADWAN, A. A. Calcium carbonate. *Em: BRITAIN, Harry G. (org.). Profiles of drug substances, excipients and related methodology.* New Jersey, USA: Academic Press, 2016. v. 48. p. 31–132. DOI: 10.1016/bs.podrm.2015.11.003.

ALAKBARI, Fahd Saeed; MOHYALDINN, Mysara Eissa; AYOUB, Mohammed Abdalla; MUHSAN, Ali Samer; HASSAN, Anas. Apparent and plastic viscosities prediction of water-based drilling fluid using response surface methodology. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [S. l.], v. 616, p. 126278, 2021. ISSN: 18734359. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2021.126278.

ALASHEK, Fatima; KESHE, Mohammad; ALHASSAN, Ghader. **Preparation of glycerol derivatives by entered of glycerol in different chemical organic reactions: A review.** *Results in Chemistry* 2022. ISSN: 22117156. DOI: 10.1016/j.rechem.2022.100359.

AL-AWAD, Musaed N. J.; AL-QASABI, Ahmad O. Characterization and Testing of Saudi Barite for Potential Use in Drilling Operations. **Journal of King Saud University - Engineering Sciences**, [S. l.], v. 13, n. 2, p. 287–298, 2001. ISSN: 10183639. DOI: 10.1016/S1018-3639(18)30738-4.

AL-HAMEEDI, Abo Taleb T.; ALKINANI, Husam H.; DUNN-NORMAN, Shari; AL-ALWANI, Mustafa A.; ALSHAMMARI, Abdullah F.; ALBAZZAZ, Hussien W.; ALKHAMIS, Mohammed M.; ALASHWAK, Naser F.; MUTAR, Rusul A. Insights into the application of new eco-friendly drilling fluid additive to improve the fluid properties in water-based drilling fluid systems. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 183, p. 106424, 2019 a. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2019.106424.

AL-HAMEEDI, Abo Taleb T.; ALKINANI, Husam H.; DUNN-NORMAN, Shari; AL-ALWANI, Mustafa A.; ALSHAMMARI, Abdullah F.; ALKHAMIS, Mohammed M.; MUTAR, Rusul A.; AL-BAZZAZ, Waleed H. Experimental investigation of environmentally friendly drilling fluid additives (mandarin peels powder) to substitute the conventional chemicals used in water-based drilling fluid. **Journal of Petroleum Exploration and Production Technology**, [S. l.], v. 10, n. 2, p. 407–417, 2020. ISSN: 21900566. DOI: 10.1007/s13202-019-0725-7.

AL-HAMEEDI, Abo Taleb T.; ALKINANI, Husam H.; DUNN-NORMAN, Shari; ALASHWAK, Nawaf A.; ALSHAMMARI, Abdullah F.; ALKHAMIS, Mohammed M.; ALBAZZAZ, Hussien W.; MUTAR, Rusul A.; ALSABA, Mortadha T. Environmental friendly drilling fluid additives: Can food waste products be used as thinners and fluid loss control agents for drilling fluid? *Em: SPE SYMPOSIUM: ASIA PACIFIC HEALTH, SAFETY, SECURITY, ENVIRONMENT AND SOCIAL RESPONSIBILITY 2019b*, Kuala Lumpur, Malaysia. **Anais** [...]. Kuala Lumpur, Malaysia: SPE, 2019 DOI: 10.2118/195410-ms.

AL-HAMEEDI, Abo Taleb T.; ALKINANI, Husam H.; DUNN-NORMAN, Shari; ALASHWAK, Nawaf A.; ALSHAMMARI, Abdullah F.; ALKHAMIS, Mohammed M.; MUTAR, Rusul A.; ASHAMMAREY, Alaa. Evaluation of environmentally friendly drilling fluid additives in water-based drilling mud. *Em: SPE EUROPEC FEATURED AT 81ST EAGE CONFERENCE AND EXHIBITION 2019c*, London, UK. **Anais** [...]. London, UK: SPE, 2019 DOI: 10.2118/195510-ms.

ALI, Imtiaz; AHMAD, Maqsood; GANAT, Tarek. Biopolymeric formulations for filtrate control applications in water-based drilling muds: A review. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 210, p. 110021, 2022. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2021.110021.

ALIZADEH, S. M.; ALRUYEMI, Issam; DANESHFAR, Reza; MOHAMMADI-KHANAPOSHTANI, Mohammad; NASERI, Maryam. An insight into the estimation of drilling fluid density at HPHT condition using PSO-, ICA-, and GA-LSSVM strategies. **Scientific Reports**, [S. l.], v. 11, n. 1, p. 7033, 2021. ISSN: 20452322. DOI: 10.1038/s41598-021-86264-5.

ALJABRI, Nouf M.; SHI, Nan; CAVAZOS, Adrian. Nanoemulsion: An emerging technology for oilfield applications between limitations and potentials. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 208, p. 109306, 2022. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2021.109306.

AL-RUBAIL, Mohammed; AL-SHARGABI, Mohammed; ALDAHLAWI, Bayan; AL-SHEHRI, Dhafer; MINAEV, Konstantin M. A Developed Robust Model and Artificial Intelligence Techniques to Predict Drilling Fluid Density and Equivalent Circulation Density in Real Time. **Sensors**, [S. l.], v. 23, n. 14, p. 6594, 2023. ISSN: 14248220. DOI: 10.3390/s23146594.

ALSABA, Mortadha; AL DUSHAISHI, Mohammed F.; NYGAARD, Runar; NES, Olav Magnar; SAASEN, Arild. Updated criterion to select particle size distribution of lost circulation materials for an effective fracture sealing. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 149, 2017. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2016.10.027.

ALSABAGH, Ahmed Mohamed; ABDOL, Mahmoud Ibrahim; AHMED, Hany El Sayed; KHALIL, Ahmed Abdel Salam; ABOULROUS, Amany Ayman. Evaluation of some natural water-insoluble cellulosic material as lost circulation control additives in water-based drilling fluid. **Egyptian Journal of Petroleum**, [S. l.], v. 24, n. 4, p. 461–468, 2015. ISSN: 20902468. DOI: 10.1016/j.ejpe.2015.06.004.

AL-YASIRI, Mortatha. Eco-friendly drilling fluid: A study on the use of broad bean peels as a natural additive. **Geoenergy Science and Engineering**, [S. l.], v. 231, n. Part A, p. 212267, 2023. ISSN: 29498910. DOI: 10.1016/j.geoen.2023.212267.

AMANI, Mahmood; AL-JUBOURI, Mohammed. The Effect of High Pressures and High Temperatures on the Properties of Water Based Drilling Fluids. **Energy Science and Technology**, [S. l.], v. 4, n. 1, p. 27–33, 2012. ISSN: 1927-0550. DOI: 10.3968/j.est.1923847920120401.256.

AMOCO. **Drilling Fluids Manual**. [s.l.: s.n.].

ANTIA, Mfoniso; EZEJIOFOR, Anthonet Ndidiamaka; OBASI, Cecilia Nwadiuto; ORISAKWE, Orish Ebere. Environmental and public health effects of spent drilling fluid: An updated systematic review. **Journal of Hazardous Materials Advances**, [S. l.], v. 7, p. 100120, 2022. ISSN: 27724166. DOI: 10.1016/j.hazadv.2022.100120.

ANTON, Nicolas; VANDAMME, Thierry F. Nano-emulsions and micro-emulsions: Clarifications of the critical differences. **Pharmaceutical Research**, [S. l.], v. 28, n. 5, p. 978–985, 2011. ISSN: 0724-8741. DOI: 10.1007/s11095-010-0309-1.

AOC, American Oil Chemist' Society. **Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society**. 4th ed. Champaign, USA, A.O.C.S., [A.O.C.S. Official method Cc 3-25]. 4. ed., USA. ISSN: 09315985.

APALEKE, Adeleye Sanmi; AL-MAJED, Abdulaziz; HOSSAIN, M. Enamul. Drilling fluid: State of the art and future trend. *Em: NORTH AFRICA TECHNICAL CONFERENCE AND EXHIBITION 2012*, Cairo, Egypt. **Anais [...]**. Cairo, Egypt: All Days, 2012 DOI: 10.2118/149555-ms.

APCC. APCC Quality Standard Virgin Coconut Oil. **Asian and Pacific Coconut Community**, [S. l.], n. August, 2009.

API. **Recommended practice on the rheology and hydraulics of oil-well drilling fluids - API Recommended Practice 13D**. [s.l.: s.n.].

API. **API 13I - Recommended Practice for Laboratory Testing of Drilling Fluids**. [s.l.: s.n.].

API. **API Recommended Practice 13B-2: Field Testing Oil-based Drilling Fluids**. [s.l.: s.n.].

API. **API TR 1PER15K-1 - Protocol for Verification and Validation of High-pressure High-temperature Equipment**. [s.l.: s.n.].

API. **API Recommended Practice 13B-1: Field Testing Water-based Drilling Fluids**. [s.l.: s.n.].

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, 2022. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2021.109758.

ARAGÃO, Wilson Menezes; CRUZ, Elizangela Mercia de Oliveira; HELVECIO, Jaqueline Santos. Caracterização morfológica do fruto e química da água de coco em cultivares de coqueiro anão. **Agrotropica**, [S. l.], v. 13, n. 2, p. 49–58, 2001.

ATTIA, Mohamad; ELSORAFY, Wael; D'ANGELO, Stefano. New engineered approach to replace oil-based fluids with high performance water-based fluids in Mediterranean Sea. *Em: NORTH AFRICA TECHNICAL CONFERENCE AND EXHIBITION 2010*, Cairo, Egypt. **Anais [...]**. Cairo, Egypt: All Days, 2010 DOI: 10.2118/127826-ms.

BA GERI, B. S.; AL-MUTAIRI, S. H.; MAHMOUD, M. A. Different techniques for characterizing the filter cake. *Em: SPE UNCONVENTIONAL GAS CONFERENCE AND EXHIBITION 2013*, Muscat, Oman. **Anais [...]**. Muscat, Oman: All Days, 2013 DOI: 10.2118/163960-ms.

BA GERI, B. S.; GAMAL, Hany; ELKATATNY, Salaheldin; PATIL, Shirish. Effect of Different Weighting Agents on Drilling Fluids and Filter Cake Properties in Sandstone Formations. **ACS Omega**, [S. l.], v. 6, n. 24, p. 16176–16186, 2021. ISSN: 24701343. DOI: 10.1021/acsomega.1c02129.

BA GERI, Badr S.; MAHMOUD, Mohamed; ABDULRAHEEM, Abdulazeez; AL-MUTAIRI, S. H.; ELKATATNY, S. M.; SHAWABKEH, R. A. Single stage filter cake removal of barite weighted water based drilling fluid. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 149, p. 476–484, 2017. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2016.10.059.

BAE PARK, Byung; AN, Ji Young; UN PARK, Sang. Recent studies on pinene and its biological and pharmacological activities. **EXCLI Journal**, [S. l.], v. 20, p. 812–818, 2021. ISSN: 1611-2156. DOI: 10.17179/EXCLI2021-3714.

BAGERI, B. S.; AL-MAJED, A. A.; AL-MUTAIRI, S. H.; UL-HAMID, A.; AL-SULTAN, A. S. Evaluation of filter cake mineralogy in extended reach and maximum reservoir contact wells in sandstone reservoirs. *Em: SPE/IADC DRILLING CONFERENCE 2013*, Amsterdam, The Netherlands. **Anais [...]**. Amsterdam, The Netherlands: All Days, 2013 DOI: 10.2118/163519-ms.

BAGERI, Badr S.; BENAAFI, Mohammed; MAHMOUD, Mohamed; MOHAMED, Abdelmjeed; PATIL, Shirish; ELKATATNY, Salaheldin. Effect of Formation Cutting's Mechanical Properties on Drilling Fluid Properties During Drilling Operations. **Arabian Journal for Science and Engineering**, [S. l.], v. 45, n. 9, p. 7763–7772, 2020. ISSN: 21914281. DOI: 10.1007/s13369-020-04424-7.

BAGERI, Badr S.; MAHMOUD, Mohamed; AL-MUTAIRI, Saleh H.; ABDULRAHEEM, Abdulazeez. Effect of Sand Content on the Filter Cake Properties and Removal during Drilling Maximum Reservoir Contact Wells in Sandstone Reservoir. **Journal of Energy Resources Technology, Transactions of the ASME**, [S. l.], v. 138, n. 3, p. 032901, 2016. ISSN: 15288994. DOI: 10.1115/1.4032121.

BAKER HUGHES. **Fluidos - Manual de Ingeniería 750-500-001 Rev. B.** [s.l.: s.n.].

BALL, Andrew S.; STEWART, Richard J.; SCHLIEPHAKE, Kirsten. A review of the current options for the treatment and safe disposal of drill cuttings. **Waste Management & Research: The Journal for a Sustainable Circular Economy**, [S. l.], v. 30, n. 5, p. 457–473, 2012. ISSN: 0734-242X. DOI: 10.1177/0734242X11419892.

BECK, F. E.; POWELL, J. W.; ZAMORA, Mario. Effect of rheology on rate of penetration. *Em*: SPE/IADC DRILLING CONFERENCE 1995, Amsterdam, Netherlands. **Anais [...]**. Amsterdam, Netherlands: SPE, 1995 DOI: 10.2118/29368-ms.

BECKER, Lillian C. et al. Safety Assessment of Glycerin as Used in Cosmetics. **International Journal of Toxicology**, [S. l.], v. 38, n. 3_suppl, p. 6S-22S, 2019. ISSN: 1092874X. DOI: 10.1177/1091581819883820.

BENNETT, R. B. New Drilling Fluid Technology Mineral Oil Mud. **JPT, Journal of Petroleum Technology**, [S. l.], v. 36, n. 7, p. 975–981, 1984. ISSN: 01492136. DOI: 10.2118/11355-pa.

BERTASA, Moira; DODERO, Andrea; ALLOISIO, Marina; VICINI, Silvia; RIEDO, Chiara; SANSONETTI, Antonio; SCALARONE, Dominique; CASTELLANO, Maila. Agar gel strength: A correlation study between chemical composition and rheological properties. **European Polymer Journal**, [S. l.], v. 123, p. 109442, 2020. ISSN: 00143057. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2019.109442.

BHATTARAI, Ajaya; SHRIVASTAV, Ghanashyam; ADHIKARI, Chom Nath. Study of critical micelle concentration of cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) in pure water in presence and absence of magnesium sulphate and sodium sulphae by measuring conductivity meter. **BIBECHANA**, [S. l.], v. 11, n. 1, p. 123–127, 2014. ISSN: 2091-0762. DOI: 10.3126/bibechana.v11i1.10390.

BINGHAM, Eugene Cook. **Fluidity and Plasticity**. London, UK: McGraw-Hill, 1922.

BLAND, Ron; MULLEN, Greg; GONZALEZ, Yohnny; HARVEY, Floyd; PLESS, Marvin. HP/HT drilling fluids challenges. *Em*: PROCEEDINGS OF THE IADC/SPE ASIA PACIFIC DRILLING TECHNOLOGY CONFERENCE 2006 - MEETING THE VALUE CHALLENGE: PERFORMANCE, DELIVERABILITY AND COST 2006, **Anais [...]**. [s.l.: s.n.] DOI: 10.2118/103731-ms.

BLEIER, Roger; LEUTERMAN, Arthur J. J.; STARK, Cheryl. Drilling Fluids: Making Peace With the Environment. **JPT, Journal of Petroleum Technology**, [S. l.], v. 45, n. 1, p. 6–10, 1993. ISSN: 01492136. DOI: 10.2118/24553-pa.

BOURGOYNE, Adam T.; MILLHEIM, Keith K.; CHENEVERT, Martin E.; YOUNG, F. S. **Applied drilling engineering**. 1. ed., Texas, USA: Society of Petroleum Engineers, 1986. DOI: 10.2118/9781555630010.

BRASIL. LEI No 9.966, DE 28 DE ABRIL DE 2000. . 2000.

BRASIL. Instrução Normativa nº 1/2018. . 2018.

BRAUN, David B.; ROSEN, Meyer R. Practical Rheology. *Em: Rheology Modifiers Handbook*. United States: William Andrew Publishing, 1999. p. 1–69. DOI: 10.1016/b978-0-8155-1441-1.50006-1.

BURILOVA, E. A.; PASHIROVA, T. N.; LUKASHENKO, S. S.; SAPUNOVA, A. S.; VOLOSHINA, A. D.; ZHILTSOVA, E. P.; CAMPOS, J. R.; SOUTO, E. B.; ZAKHAROVA, L. Ya. Synthesis, biological evaluation and structure-activity relationships of self-assembled and solubilization properties of amphiphilic quaternary ammonium derivatives of quinuclidine. **Journal of Molecular Liquids**, [S. l.], v. 272, p. 722–730, 2018. ISSN: 01677322. DOI: 10.1016/j.molliq.2018.10.008.

BURKE, C. J.; VEIL, J. A. Synthetic-based drilling fluids have many environmental pluses. **Oil Gas Journal**, [S. l.], v. 93, n. 48, p. 59–71, 1995.

BURROWS, Kim; EVANS, Joannah; HALL, John; KIRSNER, Jeff. New low viscosity ester is suitable for drilling fluids in deepwater applications. *Em: SPE/EPA/DOE EXPLORATION AND PRODUCTION ENVIRONMENTAL CONFERENCE 2001*, San Antonio, United States. **Anais [...]**. San Antonio, United States: All Days, 2001 DOI: 10.2118/66553-ms.

CAENN, Ryen; CHILLINGAR, George V. Drilling fluids: State of the art. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 14, n. 3–4, p. 221–230, 1996. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/0920-4105(95)00051-8.

CAENN, Ryen; DARLEY, H. C. H.; GRAY, George R. **Composition and properties of drilling and completion fluids**. 7. ed., Houston, USA: Gulf Professional Publishing, 2017.

CAMLIYURT, Gokhan; TAPIQUÉN, Efraín Porto; PARK, Sangwon; KANG, Wonsik; KIM, Daewon; AYDIN, Muhammet; AKYUZ, Emre; PARK, Youngsoo. Enhancing shipboard oil pollution prevention: Machine learning innovations in oil discharge monitoring equipment. **Marine Pollution Bulletin**, [S. l.], v. 208, p. 116946, 2024. ISSN: 0025326X. DOI: 10.1016/j.marpolbul.2024.116946.

CARASCHI, José Cláudio; CAMPANA FILHO, Sérgio P. Influência do grau de substituição e da distribuição de substituintes sobre as propriedades de equilíbrio de carboximetilcelulose em solução aquosa. **Polímeros**, [S. l.], v. 9, n. 2, p. 70–77, 1999. DOI: 10.1590/s0104-14281999000200015.

CHEN, H. J.; LEE, P. Y.; CHEN, C. Y.; HUANG, S. L.; HUANG, B. W.; DAI, F. J.; CHAU, C. F.; CHEN, C. S.; LIN, Y. S. Moisture retention of glycerin solutions with various concentrations: a comparative study. **Scientific Reports**, [S. l.], v. 12, n. 1, p. 10232, 2022. ISSN: 20452322. DOI: 10.1038/s41598-022-13452-2.

CHEN, Haodong; LUO, Ming; ZHANG, Wandong; HAN, Cheng; XU, Peng. Ultra-Low-Density Drilling Fluids for Low-Pressure Coefficient Formations: Synergistic Effects of Surfactants and Hollow Glass Microspheres. **Processes**, [S. l.], v. 11, n. 7, p. 2129, 2023. ISSN: 22279717. DOI: 10.3390/pr11072129.

CHOUAIBI, Moncef. Preparation of oil-in-water (O/W) clove essential oil nanoemulsion: Characterization and stability. *Em: Clove (Syzygium aromaticum): Chemistry*,

Functionality and Applications. London, UK: Academic Press, Elsevier, 2022. p. 559–571. DOI: 10.1016/B978-0-323-85177-0.00016-1.

CHRISSAFIS, K.; BIKIARIS, D. **Can nanoparticles really enhance thermal stability of polymers? Part I: An overview on thermal decomposition of addition polymers.** *Thermochimica Acta* 2011. (1–2) ISSN: 00406031. DOI: 10.1016/j.tca.2011.06.010.

CLARK, R. K. Impact of environmental regulations on drilling-fluid technology. **JPT, Journal of Petroleum Technology**, [S. l.], v. 46, n. 9, p. 804–809, 1994. ISSN: 01492136. DOI: 10.2118/27979-PA.

CLOGSTON, Jeffrey D.; PATRI, Anil K. Zeta Potential Measurement. *Em: Methods in Molecular Biology*. [s.l.: s.n.]. v. 697. p. 63–70. ISSN: 19406029. DOI: 10.1007/978-1-60327-198-1_6.

CUEVAS, Jaime; CABRERA, Miguel Ángel; FERNÁNDEZ, Carlos; MOTA-HEREDIA, Carlos; FERNÁNDEZ, Raúl; TORRES, Elena; TURRERO, María Jesús; RUIZ, Ana Isabel. Bentonite Powder XRD Quantitative Analysis Using Rietveld Refinement: Revisiting and Updating Bulk Semiquantitative Mineralogical Compositions. **Minerals**, [S. l.], v. 12, n. 6, p. 772, 2022. ISSN: 2075163X. DOI: 10.3390/min12060772.

CURBELO, Fabiola Dias da Silva; CAMINHA, Thaine T.; GARNICA, Alfredo Ismael Curbelo; MELO, G. N. A.; ARAÚJO, E. A.; FREITAS, Júlio Cezar de Oliveira. Microemulsion-based flushing fluid for effective removal of filter cake in wells cementation. **Brazilian Journal of Petroleum and Gas**, [S. l.], v. 13, n. 3, p. 119–127, 2019. DOI: 10.5419/bjpg2019-0012.

CURBELO, Fabiola Dias da Silva; GARNICA, Alfredo Ismael C.; LEITE, Danilo F. Q.; CARVALHO, Amanda B.; SILVA, Raphael R.; PAIVA, Evanice M. Study of enhanced oil recovery and adsorption using glycerol in surfactant solution. **Energies**, [S. l.], v. 13, n. 12, p. 3135, 2020. ISSN: 1996-1073. DOI: 10.3390/en13123135.

CURBELO, Fabiola Dias da Silva; GARNICA, Alfredo Ismael Curbelo; ARAÚJO, Edson de Andrade; PAIVA, Evanice M.; CABRAL, A. G.; ARAÚJO, Elayne A.; FREITAS, Júlio Cezar de Oliveira. Vegetable oil-based preflush fluid in well cementing. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 170, p. 392–399, 2018. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2018.06.061.

DA CÂMARA, Paulo C. F.; MADRUGA, Liszt Y. C.; MARQUES, Nívia do N.; BALABAN, Rosangela C. Evaluation of polymer/bentonite synergy on the properties of aqueous drilling fluids for high-temperature and high-pressure oil wells. **Journal of Molecular Liquids**, [S. l.], v. 327, p. 114808, 2021. ISSN: 01677322. DOI: 10.1016/j.molliq.2020.114808.

DA LUZ, Railson C. S.; FAGUNDES, Fábio P.; BALABAN, Rosangela de C. Water-based drilling fluids: The contribution of xanthan gum and carboxymethylcellulose on filtration control. **Chemical Papers**, [S. l.], v. 71, n. 12, p. 2365–2373, 2017. ISSN: 13369075. DOI: 10.1007/s11696-017-0231-7.

DAI, Caili; ZHAO, Fulin. **Oilfield chemistry**. [s.l.: s.n.]. DOI: 10.1007/978-981-13-2950-0.

DALTIN, Decio. Introdução e primeiros conceitos. *Em: Tensoativos: Química, Propriedades e Aplicações*. São Paulo, Brazil: Edgard Blücher Ltda, 2011. p. 1–43.

DANTAS, Tereza Neuma de Castro; VIANA, Flavia Freitas; DE SOUZA, Tamiris Thaise Costa; DANTAS NETO, Afonso Avelino; AUM, Pedro Tupã Pandava. Study of single-phase polymer-alkaline-microemulsion flooding for enhancing oil recovery in sandstone reservoirs. **Fuel**, [S. l.], v. 302, p. 121176, 2021. ISSN: 00162361. DOI: 10.1016/j.fuel.2021.121176.

DAVIES, J. M.; ADDY, J. M.; BLACKMAN, R. A.; BLANCHARD, J. R.; FERBRACHE, J. E.; MOORE, D. C.; SOMERVILLE, H. J.; WHITEHEAD, A.; WILKINSON, T. Environmental effects of the use of oil-based drilling muds in the North Sea. **Marine Pollution Bulletin**, [S. l.], v. 15, n. 10, p. 363–370, 1984. ISSN: 0025326X. DOI: 10.1016/0025-326X(84)90169-3.

DAVOODI, Shadfar; RAMAZANI S. A., Ahmad; JAMSHIDI, Saied; FELLAH JAHROMI, Arash. A novel field applicable mud formula with enhanced fluid loss properties in High Pressure-High Temperature well condition containing pistachio shell powder. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 162, p. 378–385, 2018. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2017.12.059.

DAYRIT, Fabian M. The properties of lauric acid and their significance in coconut oil. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, [S. l.], v. 92, n. 1, p. 1–15, 2015. ISSN: 0003-021X. DOI: 10.1007/s11746-014-2562-7.

DE PINHO, Ana Paula Santos; SOUZA, Aline Francisca. Extração e caracterização do óleo de coco (*Cocos nucifera* L.). **Biológicas & Saúde**, [S. l.], v. 8, n. 26, p. 9–18, 2018. ISSN: 2236-8868. DOI: 10.25242/886882620181241.

DE SOUSA, Roxana P. F.; BRAGA, Glauco S.; DA SILVA, Raphael R.; LEAL, Giovanna L. R.; FREITAS, Júlio C. O.; MADERA, Vivian S.; GARNICA, Alfredo I. C.; CURBELO, Fabiola D. S. Formulation and study of an environmentally friendly microemulsion-based drilling fluid (O/w) with pine oil. **Energies**, [S. l.], v. 14, n. 23, 2021. ISSN: 19961073. DOI: 10.3390/en14237981.

DECCOD, Gerard; BARET, J. F. How fluid loss influences primary cementing: literature review and methodology. **SPE Drilling and Completion**, [S. l.], v. 9, n. 2, p. 133–138, 1994. ISSN: 10646671. DOI: 10.2118/25150-pa.

DEMISLI, Sotiria; MITSOU, Evgenia; PLETSIA, Vasiliki; XENAKIS, Aristotelis; PAPADIMITRIOU, Vassiliki. Development and study of nanoemulsions and nanoemulsion-based hydrogels for the encapsulation of lipophilic compounds. **Nanomaterials**, [S. l.], v. 10, n. 12, p. 2464, 2020. ISSN: 20794991. DOI: 10.3390/nano10122464.

DERJAGUIN, B.; LANDAU, L. Theory of the stability of strongly charged lyophobic sols and of the adhesion of strongly charged particles in solutions of electrolytes. **Progress in Surface Science**, [S. l.], v. 43, n. 1–4, 1993. ISSN: 00796816. DOI: 10.1016/0079-6816(93)90013-L.

DICKINSON, Eric. Interfacial particles in food emulsions and foams. *Em: Colloidal Particles at Liquid Interfaces*. London, UK: Cambridge University Press, 2006. v. 9780521848466. p. 298–327. DOI: 10.1017/CBO9780511536670.009.

DORNA, Hanna; SZOPIŃSKA, Dorota; ROSIŃSKA, Agnieszka; GÓRSKI, Romuald. Chemical composition of fir, pine and thyme essential oils and their effect on onion (*Allium cepa* L.) seed quality. *Agronomy*, [S. l.], v. 11, n. 12, p. 2445, 2021. ISSN: 20734395. DOI: 10.3390/agronomy11122445.

DRUETTA, P.; RAFFA, P.; PICCHIONI, F. Chemical enhanced oil recovery and the role of chemical product design. *Applied Energy*, [S. l.], v. 252, p. 113480, 2019. ISSN: 03062619. DOI: 10.1016/j.apenergy.2019.113480.

ELAZZAZY, Ahmed M.; ABDELMONEIM, T. S.; ALMAGHRABI, O. A. Isolation and characterization of biosurfactant production under extreme environmental conditions by alkali-halo-thermophilic bacteria from Saudi Arabia. *Saudi Journal of Biological Sciences*, [S. l.], v. 22, n. 4, p. 466–475, 2015. ISSN: 1319562X. DOI: 10.1016/j.sjbs.2014.11.018.

ELKATATNY, Salaheldin. Real-Time Prediction of Rheological Parameters of KCl Water-Based Drilling Fluid Using Artificial Neural Networks. *Arabian Journal for Science and Engineering*, [S. l.], v. 42, n. 4, p. 1655–1665, 2017. ISSN: 21914281. DOI: 10.1007/s13369-016-2409-7.

ELKATATNY, Salaheldin; TARIQ, Zeeshan; MAHMOUD, Mohamed. Real time prediction of drilling fluid rheological properties using Artificial Neural Networks visible mathematical model (white box). *Journal of Petroleum Science and Engineering*, [S. l.], v. 146, p. 1202–1210, 2016. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2016.08.021.

EL-SHESHTAWY, H. S.; AIAD, I.; OSMAN, M. E.; ABO-ELNASR, A. A.; KOBISY, A. S. Production of biosurfactants by *Bacillus licheniformis* and *Candida albicans* for application in microbial enhanced oil recovery. *Egyptian Journal of Petroleum*, [S. l.], v. 25, n. 3, p. 293–298, 2016. ISSN: 20902468. DOI: 10.1016/j.ejpe.2015.07.018.

EU. Directive 2008/98/EC of the European Parliament and of the Council of 19 November 2008 on waste and repealing certain Directives. . 2008.

FAGUNDES, Keila Regina Santana; DA SOUZA LUZ, Railson Carlos; FAGUNDES, Fabio Pereira; DE CARVALHO BALABAN, Rosangela. Effect of carboxymethylcellulose on colloidal properties of calcite suspensions in drilling fluids. *Polimeros*, [S. l.], v. 28, n. 4, p. 373–379, 2018. ISSN: 16785169. DOI: 10.1590/0104-1428.11817.

FARIAS, Kássie Vieira; AMORIM, Luciana Viana; FERREIRA, Heber Carolos; PEREIRA, Eugênio. Study of rheology and filter-cake thickness of drilling fluids: influence of anionic dispersants and surfactant. *Cerâmica*, [S. l.], v. 52, n. 324, p. 307–314, 2006. DOI: 10.1590/s0366-69132006000400015.

FARSALINOS, K. E. Review of Compounds of Regulatory Concern. *Em: Analytical Assessment of e-Cigarettes: From Contents to Chemical and Particle Exposure Profiles*. Amsterdam, Netherlands: Elsevier, 2017. p. 75–122. DOI: 10.1016/B978-0-12-811241-0.00005-X.

FATEHA; ULYA, N.; ASMANAH; AGUSMAN. Comparison of Gel Preparation Methods on Gel Strength Measurement of Carrageenan. *Em: IOP CONFERENCE SERIES: EARTH AND ENVIRONMENTAL SCIENCE* 2021, Montreal, Canada. **Anais** [...]. Montreal, Canada: ECS, 2021 p. 012055. ISSN: 17551315. DOI: 10.1088/1755-1315/715/1/012055.

FERREIRA, Gabriela Fontes Deiró; DE SOUZA, Diego Rodrigo Queiroz Alves; DA SILVA, Ana Cristina Moraes; DOS SANTOS, Luiz Carlos Lobato. Determinação de sistemas microemulsionados para aplicação na indústria de petróleo. *Em: CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA DE PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS* 2015, Campina Grande, Brazil. **Anais** [...]. Campina Grande, Brazil: CONEPETRO Proceedings, 2015

FERREIRA, Gabriela Fontes Deiró; DE SOUZA, Diego Rodrigo Queiroz Alves; LIMA, R.; LOBATO, A. K. C. L.; DA SILVA, Ana Cristina Moraes; DOS SANTOS, Luiz Carlos Lobato. Novel glycerin-based microemulsion formulation for enhanced oil recovery. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 167, p. 674–681, 2018. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2018.04.048.

FINK, Johannes Karl. **Water-based chemicals and technology for drilling, completion, and workover fluids**. Houston, USA: Gulf Professional Publishing, 2015. DOI: 10.1016/C2014-0-02960-7.

FRIEDHEIM, J. E. Second-generation synthetic drilling fluids. **JPT, Journal of Petroleum Technology**, [S. l.], v. 49, n. 7, p. 724–728, 1997. ISSN: 01492136. DOI: 10.2118/38251-JPT.

GAO, Xin; ZHONG, Han Yi; ZHANG, Xian Bin; CHEN, An Liang; QIU, Zheng Song; HUANG, Wei An. Application of sustainable basil seed as an eco-friendly multifunctional additive for water-based drilling fluids. **Petroleum Science**, [S. l.], v. 18, n. 4, p. 1163–1181, 2021. ISSN: 19958226. DOI: 10.1016/j.petsci.2021.05.005.

GARCÍA-OCHOA, F.; SANTOS, V. E.; CASAS, J. A.; GÓMEZ, E. Xanthan gum: production, recovery, and properties. **Biotechnology Advances**, [S. l.], v. 18, n. 7, p. 549–579, 2000. ISSN: 07349750. DOI: 10.1016/S0734-9750(00)00050-1.

GHADERI, Saeed; HADDADI, Seyyed Arash; DAVOODI, Shadfar; ARJMAND, Mohammad. Application of sustainable saffron purple petals as an eco-friendly green additive for drilling fluids: A rheological, filtration, morphological, and corrosion inhibition study. **Journal of Molecular Liquids**, [S. l.], v. 315, p. 113707, 2020. ISSN: 01677322. DOI: 10.1016/j.molliq.2020.113707.

GUANCHENG, Jiang; YOURONG, Qi; YUXIU, An; XIANBIN, Huang; YANJUN, Ren. Polyethyleneimine as shale inhibitor in drilling fluid. **Applied Clay Science**, [S. l.], v. 127–128, 2016. ISSN: 01691317. DOI: 10.1016/j.clay.2016.04.013.

GUPTA, Ankur; ERAL, H. Burak; HATTON, T. Alan; DOYLE, Patrick S. Nanoemulsions: Formation, properties and applications. **Soft Matter**, [S. l.], v. 12, n. 11, p. 2826–2841, 2016. ISSN: 17446848. DOI: 10.1039/c5sm02958a.

HAMAD, Bahati Adnan; HE, Miao; XU, Mingbiao; LIU, Weihong; MPELWA, Musa; TANG, Shanfa; JIN, Lijun; SONG, Jianjian. A Novel Amphoteric Polymer as a Rheology Enhancer and Fluid-Loss Control Agent for Water-Based Drilling Muds at Elevated Temperatures. **ACS Omega**, [S. l.], v. 5, n. 15, p. 8483–8495, 2020. ISSN: 24701343. DOI: 10.1021/acsomega.9b03774.

HERSCHEL, Winslow H.; BULKLEY, Ronald. Konsistenzmessungen von Gummi-Benzollösungen. **Kolloid-Zeitschrift**, [S. l.], v. 39, n. 4, p. 291–300, 1926. ISSN: 0303402X. DOI: 10.1007/BF01432034.

HERZHAFT, B.; PEYSSON, Y.; ISAMBOURG, P.; DELEPOULLE, A.; TOURE, A. Rheological properties of drilling muds in deep offshore conditions. *Em: SPE/IADC DRILLING CONFERENCE 2001*, Amsterdam, Netherlands. **Anais [...]**. Amsterdam, Netherlands: SPE, 2001 DOI: 10.2118/67736-ms.

HIEKE, Mark; RULAND, Johannes; ANLAUF, Harald; NIRSCHL, Hermann. Analysis of the porosity of filter cakes obtained by filtration of colloidal suspensions. **Chemical Engineering and Technology**, [S. l.], v. 32, n. 7, p. 1095–1101, 2009. ISSN: 09307516. DOI: 10.1002/ceat.200800609.

HOAI, NguyenThi; DUC, HoViet; THAO, DoThi; ORAV, Anne; RAAL, Ain. Selectivity of Pinus sylvestris extract and essential oil to estrogen-insensitive breast cancer cells Pinus sylvestris against cancer cells. **Pharmacognosy Magazine**, [S. l.], v. 11, n. 44, p. s290–s295, 2015. ISSN: 0973-1296. DOI: 10.4103/0973-1296.166052.

HOSSAIN, M. Enamul; AL-MAJED, Abdulaziz Abdullah. **Fundamentals of sustainable drilling engineering**. 1. ed., Massachusetts, USA: Scrivener Publishing LLC, Wiley, 2015. ISBN: 9781119100300. DOI: 10.1002/9781119100300.

HOSSAIN, M. Enamul; ISLAM, M. R. **Drilling engineering problems and solutions: A field guide for engineers and students**. 1. ed., Massachusetts, USA: Scrivener Publishing LLC, Wiley, 2018. ISBN: 9781118998649.

HUANG, Xianbin; LV, Kaihe; SUN, Jinsheng; LU, Zhen; BAI, Yingrui; SHEN, Haokun; WANG, Jintang. Enhancement of thermal stability of drilling fluid using laponite nanoparticles under extreme temperature conditions. **Materials Letters**, [S. l.], v. 248, 2019. ISSN: 18734979. DOI: 10.1016/j.matlet.2019.04.005.

HUANG, Xin; GARCÍA, Marcelo H. A Herschel-Bulkley model for mud flow down a slope. **Journal of Fluid Mechanics**, [S. l.], v. 374, p. 305–333, 1998. ISSN: 00221120. DOI: 10.1017/S0022112098002845.

HUANG, Yuming; ZHENG, Wenlong; ZHANG, Dingyu; XI, Yawen. A modified Herschel–Bulkley model for rheological properties with temperature response characteristics of poly-sulfonated drilling fluid. **Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects**, [S. l.], v. 42, n. 12, p. 1464–1475, 2020. ISSN: 15567230. DOI: 10.1080/15567036.2019.1604861.

IKRAM, Rabia; JAN, Badrul Mohamed; VEJPRAVOVA, Jana; CHOUDHARY, M. Iqbal; CHOWDHURY, Zaira Zaman. Recent advances of graphene-derived nanocomposites in

water-based drilling fluids. **Nanomaterials**, [S. l.], v. 10, n. 10, p. 1–24, 2020. ISSN: 20794991. DOI: 10.3390/nano10102004.

IKRAM, Rabia; MOHAMED JAN, Badrul; SIDEK, Akhmal; KENANAKIS, George. Utilization of eco-friendly waste generated nanomaterials in water-based drilling fluids; State of the art review. **Materials**, [S. l.], v. 14, n. 15, p. 4171, 2021. ISSN: 19961944. DOI: 10.3390/ma14154171.

IOGP. **Inputs to the North Sea from the offshore oil & gas industry 1989 to 1998**. [s.l.: s.n.].

ISLAM, M. Rafiqul; HOSSAIN, M. Enamul. State-of-the-art of drilling. *Em: **Drilling Engineering***. Massachusetts, United States: Gulf Professional Publishing, 2021. p. 17–178. DOI: 10.1016/B978-0-12-820193-0.00002-2.

ISMAIL, Abdul Razak; ALIAS, Abdul Hadi; SULAIMAN, Wan Rosli Wan; JAAFAR, Mohd Zaidi; ISMAIL, Issham. Drilling fluid waste management in drilling for oil and gas wells. **Chemical Engineering Transactions**, [S. l.], v. 56, p. 1351–1356, 2017. ISSN: 22839216. DOI: 10.3303/CET1756226.

JAIN, Buddhi Prakash; GOSWAMI, Shyamal K.; PANDEY, Shweta. Lipid. *Em: **Protocols in Biochemistry and Clinical Biochemistry***. [s.l.] : Academic Press, 2021. p. 23–30. ISBN: 978-0-12-822007-8. DOI: 10.1016/B978-0-12-822007-8.00006-4.

JHA, Praveen Kumar; MAHTO, Vikas; SAXENA, Vinod Kumar. Effects of Carboxymethyl Cellulose and Tragacanth Gum on the Properties of Emulsion-Based Drilling Fluids. **Canadian Journal of Chemical Engineering**, [S. l.], v. 93, n. 9, p. 1577–1587, 2015. ISSN: 1939019X. DOI: 10.1002/cjce.22259.

JI, Weixiao; LIANG, Jiachen; ZHOU, Jiyao; HUANG, He; QU, Deyang; PANG, Siping; AI, Xinping. Built-in stimuli-responsive designs for safe and reliable electrochemical energy storage devices—A review. **Energy Storage Materials**, [S. l.], v. 63, p. 102945, 2023. ISSN: 24058297. DOI: 10.1016/j.ensm.2023.102945.

KAISER, Mark J. Offshore Overview. *Em: **The Offshore Pipeline Construction Industry***. Massachusetts, United States: Gulf Professional Publishing, 2020. p. 3–38. DOI: 10.1016/B978-0-12-820288-3.00001-9.

KALE, Santosh Nemichand; DEORE, Sharada Laxman. Emulsion Micro Emulsion and Nano Emulsion: A Review. **Systematic Reviews in Pharmacy**, [S. l.], v. 8, n. 1, p. 39–47, 2016. ISSN: 09758453. DOI: 10.5530/srp.2017.1.8.

KARAKOSTA, Kokkoni; MITROPOULOS, Athanasios C.; KYZAS, George Z. A review in nanopolymers for drilling fluids applications. **Journal of Molecular Structure**, [S. l.], v. 1227, p. 129702, 2021. ISSN: 00222860. DOI: 10.1016/j.molstruc.2020.129702.

KELLY, John Jr.; WELLS, Paul; PERRY, G. W.; WILKIE, S. K. How using oil mud solved North Sea drilling problems. **Deep Sea Research Part B. Oceanographic Literature Review**, [S. l.], v. 27, n. 12, p. 931–940, 1980. ISSN: 01980254. DOI: 10.1016/0198-0254(80)96147-6.

KHALIL, Munawar; MOHAMED JAN, Badrul. Herschel-Bulkley rheological parameters of a novel environmentally friendly lightweight biopolymer drilling fluid from xanthan gum and starch. **Journal of Applied Polymer Science**, [S. l.], v. 124, n. 1, p. 595–606, 2012. ISSN: 0021-8995. DOI: 10.1002/app.35004.

KHODJA, Mohamed; KHODJA-SABER, Malika; PAUL, Jean; COHAUT, Nathalie; BERGAY, Faza. Drilling fluid technology: Performances and environmental considerations. *Em*: FUERSTNER, Igor (org.). **Products and Services; from R&D to Final Solutions**. [s.l.] : Intech Open, 2010. DOI: 10.5772/10393.

KHOURYIEH, H. A.; HERALD, T. J.; ARAMOUNI, F.; ALAVI, S. Intrinsic viscosity and viscoelastic properties of xanthan/guar mixtures in dilute solutions: Effect of salt concentration on the polymer interactions. **Food Research International**, [S. l.], v. 40, n. 7, p. 883–893, 2007. ISSN: 09639969. DOI: 10.1016/j.foodres.2007.03.001.

KORE, A. M.; KIESCHE-NESELRODT, A. Toxicology of household cleaning products and disinfectants. **Veterinary Clinics of North America - Small Animal Practice**, [S. l.], v. 20, n. 2, p. 525–537, 1990. ISSN: 01955616. DOI: 10.1016/S0195-5616(90)50043-1.

KUANG, Nianjie et al. Study on Oil and Gas Amphiphilic Surfactants Promoting the Miscibility of CO₂ and Crude Oil. **ACS Omega**, [S. l.], v. 6, n. 41, p. 27170–27182, 2021. ISSN: 24701343. DOI: 10.1021/acsomega.1c03822.

KULKARNI, Vitthal S.; SHAW, Charles; KULKARNI, Vitthal S.; SHAW, Charles. Rheological Studies. *Em*: **Essential Chemistry for Formulators of Semisolid and Liquid Dosages**. [s.l.] : Academic Press, 2016. p. 145–182.

KUMAR, Arunesh. Fluid Loss as a Function of Position around the Wellbore. *Em*: AADE FLUIDS CONFERENCE AND EXHIBITION 2010, Houston, USA. **Anais [...]**. Houston, USA: AADE, 2010 p. AADE-10-DF-HO-18.

KUMAR, Narendra; MANDAL, Ajay. Experimental Investigation of PEG 6000/Tween 40/SiO₂ NPs Stabilized Nanoemulsion Properties: A Versatile Oil Recovery Approach. **Journal of Molecular Liquids**, [S. l.], v. 319, p. 114087, 2020. ISSN: 01677322. DOI: 10.1016/j.molliq.2020.114087.

KUMAR, Promod; MITTAL, K. L. **Handbook of microemulsion science and technology**. New York, USA: Marcel Dekker, Inc., 1999. ISBN: 0-8247-1979-4.

LADVA, Hemant K. J.; CRASTER, Bernadette; JONES, Timothy G. J.; GOLDSMITH, Garry; SCOTT, David. The cement-to-formation interface in zonal isolation. **SPE Drilling and Completion**, [S. l.], v. 20, n. 3, 2005. ISSN: 10646671. DOI: 10.2118/88016-PA.

LAM, Ricky S. H.; NICKERSON, Michael T. Food proteins: A review on their emulsifying properties using a structure-function approach. **Food Chemistry**, [S. l.], v. 141, n. 2, p. 975–984, 2013. ISSN: 18737072. DOI: 10.1016/j.foodchem.2013.04.038.

LE, Nam Nguyen Hai; HAU, Dinh Phuoc; HIEU, Ly Trung; QUANG, Hoang Trong; TAM, Tran Nguyen Thien; DUNG, Tran Trung; KHANH, Do Quang. An eco-friendly fluid loss

control additive for water-based bentonite drilling fluid: Orange peel waste. **Chemical Engineering Transactions**, [S. l.], v. 106, p. 931–936, 2023. ISSN: 22839216. DOI: 10.3303/CET23106156.

LEAL, Giovanna L. R.; GARNICA, Alfredo Ismael Curbelo; SILVA, Raphael Ribeiro; VIANA, Luara R.; JÚNIOR, Agostinho C. Bezerra; FREITAS, Júlio César Oliveira; CURBELO, Fabiola Dias da Silva. Formulation of novel ecofriendly microemulsion-based drilling fluids for improving rheological and filtration characteristics. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 215, p. 110562, 2022. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2022.110562.

LEDESMA-AMARO, Rodrigo; NICAUD, Jean Marc. Metabolic Engineering for Expanding the Substrate Range of *Yarrowia lipolytica*. **Trends in Biotechnology**, [S. l.], v. 34, n. 10, p. 798–809, 2016. ISSN: 18793096. DOI: 10.1016/j.tibtech.2016.04.010.

LI, Shuling; GEORGE, Jeff; PURDY, Cary. Pore-Pressure and Wellbore-Stability Prediction To Increase Drilling Efficiency. **Journal of Petroleum Technology**, [S. l.], v. 64, n. 02, p. 98–101, 2012. ISSN: 0149-2136. DOI: 10.2118/144717-jpt.

LI, Wai; ZHAO, Xionghu; PENG, Hui; GUO, Junyu; JI, Tuo; CHEN, Bin; YOU, Zhiliang; LIU, Lan. A novel environmentally friendly lubricant for water-based drilling fluids as a new application of biodiesel. *Em: IADC/SPE ASIA PACIFIC DRILLING TECHNOLOGY CONFERENCE 2016*, Singapore. **Anais [...]**. Singapore: SPE, 2016 DOI: 10.2118/180565-MS.

LI, Z. Y.; XIE, S.; JIANG, G.; BAO, M.; WANG, Z.; HUANG, X.; XU, F. Bioremediation of offshore oily drilling fluids. **Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects**, [S. l.], v. 37, n. 15, p. 1680–1687, 2015. ISSN: 15567230. DOI: 10.1080/15567036.2011.633968.

LIMA, Elaine Souza; ALVES, Maylin Lopes da Silva; MARQUES, Henrique Marcondes A.; FREITAS, Maria Cristina Jesus; SABAA SRUR, Armando Ubirajara de Oliveira; ZAMITH, Thiago Panaro. Elaboração e caracterização química de coco (*Cocos nucifera* L.) branqueado tipo chips. **Acta Tecnológica**, [S. l.], v. 9, n. 1, p. 31–36, 2014. ISSN: 2236-1774. DOI: 10.35818/acta.v9i1.140.

LIU, Naipeng; ZHANG, Di; GAO, Hui; HU, Yule; DUAN, Longchen. Real-time measurement of drilling fluid rheological properties: A review. **Sensors**, [S. l.], v. 21, n. 11, p. 3592, 2021. ISSN: 14248220. DOI: 10.3390/s21113592.

LIU, Xue; MA, Dong; MU, Pengfei; ZHANG, Zhanhua; YAO, Junbo. Description and Regulation of Drilling Completion Fluid Cake Structure. **Open Journal of Yangtze Oil and Gas**, [S. l.], v. 3, n. 4, p. 293–308, 2018. ISSN: 2473-1889. DOI: 10.4236/ojogas.2018.34025.

LIU, Yingchao; SONG, Yucai; FARD, Mahmoud; HOU, Zengqian; MA, Wang; YUE, Longlong. The Characteristics and Origin of Barite in the Giant Mehdiabad Zn-Pb-Ba Deposit, Iran. **Economic Geology**, [S. l.], v. 118, n. 6, p. 1495–1519, 2023. ISSN: 15540774. DOI: 10.5382/econgeo.5014.

LIU, Youcheng. Field tests of high-density oil-based drilling fluid application in horizontal segment. **Natural Gas Industry B**, [S. l.], v. 8, n. 3, p. 231–238, 2021. ISSN: 23528559. DOI: 10.1016/j.ngib.2021.04.003.

LUMMUS, James L.; AZAR, Jamal J. **Drilling fluids optimization: A practical field approach**. New York, USA: PennWell Books, 1986. ISBN: 978-0878143061.

LV, Kaihe; HUANG, Pan; ZHOU, Zhishi; WEI, Xin; LUO, Qi; HUANG, Ziming; YAN, Hui; JIA, Han. Study of Janus Amphiphilic Graphene Oxide as a High-Performance Shale Inhibitor and Its Inhibition Mechanism. **Frontiers in Chemistry**, [S. l.], v. 8, 2020. ISSN: 22962646. DOI: 10.3389/fchem.2020.00201.

MA, Jingyuan; XU, Junjie; PANG, Shaocong; ZHOU, Wei; XIA, Boru; AN, Yuxiu. Novel environmentally friendly lubricants for drilling fluids applied in shale formation. **Energy & Fuels**, [S. l.], v. 35, n. 9, p. 8153–8162, 2021. ISSN: 0887-0624. DOI: 10.1021/acs.energyfuels.1c00495.

MAHAMALLIK, Prateeksha; PAL, Anjali. Degradation of textile wastewater by modified photo-Fenton process: Application of Co(II) adsorbed surfactant-modified alumina as heterogeneous catalyst. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, [S. l.], v. 5, n. 3, p. 2886–2893, 2017. ISSN: 22133437. DOI: 10.1016/j.jece.2017.05.044.

MAHBOOB, Ahmad; KALAM, Shams; KAMAL, Muhammad Shahzad; HUSSAIN, S. M. Shakil; SOLLING, Theis. EOR Perspective of microemulsions: A review. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 208, p. 109312, 2022. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2021.109312.

MANDAL, Romio; PANDA, Sarat Kumar; NAYAK, Sanket. Rheology of Concrete: Critical Review, recent Advancements, and future perspectives. **Construction and Building Materials**, [S. l.], v. 392, p. 132007, 2023. ISSN: 09500618. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2023.132007.

MANDALAWI, H. A.; KIMIAEITALAB, M. V.; OBREGON, V.; MENOYO, D.; MATEOS, G. G. Influence of source and level of glycerin in the diet on growth performance, liver characteristics, and nutrient digestibility in broilers from hatching to 21 days of age. **Poultry Science**, [S. l.], v. 93, n. 11, p. 2855–2863, 2014. ISSN: 15253171. DOI: 10.3382/ps.2014-04156.

MARINA, A. M.; CHE MAN, Y. B.; NAZIMAH, S. A. H.; AMIN, I. Chemical properties of virgin coconut oil. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, [S. l.], v. 86, n. 4, p. 301–307, 2009. ISSN: 0003-021X. DOI: 10.1007/s11746-009-1351-1.

MARKOWSKA-SZCZUPAK, Agata; WESOŁOWSKA, Aneta; BOROWSKI, Tomasz; SOŁODUCHA, Dawid; PASZKIEWICZ, Oliwia; KORDAS, Marian; RAKOCZY, Rafał. Effect of pine essential oil and rotating magnetic field on antimicrobial performance. **Scientific Reports**, [S. l.], v. 12, n. 1, p. 9712, 2022. ISSN: 20452322. DOI: 10.1038/s41598-022-13908-5.

MARQUES, Daniela C.; RIBEIRO, Paulo R.; SANTOS, Otto L. A. Mathematical correlations of olefin and methane mixtures to be applied to synthetic drilling fluid during

well control operations. *Em: SPE LATIN AMERICAN AND CARIBBEAN PETROLEUM ENGINEERING CONFERENCE 2020, Virtual*. **Anais [...]**. Virtual: SPE, 2020

MARTINS, Jakeline Santos; SANTOS, José Carlos Oliveira; CONCEIÇÃO, Marta Maria Da. Comparative Study of Physico-Chemical Properties of Coconut Oil (*Cocos nucifera* L.) Obtained by Industrial and Artisanal Processes. **BioTechnology: An Indian Journal**, [S. l.], v. 16, n. 3, p. 210, 2020. DOI: 10.37532/tsbt.2020.16(3).210. Disponível em: www.tsijournals.com.

MASSARWEH, Osama; ABUSHAUKHA, Ahmad S. The synergistic effects of cationic surfactant and smart seawater on the recovery of medium-viscosity crude oil from low-permeability carbonates. **Journal of Molecular Liquids**, [S. l.], v. 389, p. 122866, 2023. ISSN: 01677322. DOI: 10.1016/j.molliq.2023.122866.

MCCLEMENTS, David Julian. Nanoemulsions versus microemulsions: terminology, differences, and similarities. **Soft Matter**, [S. l.], v. 8, n. 6, p. 1719–1729, 2012. ISSN: 1744-683X. DOI: 10.1039/C2SM06903B.

MEDVED, Igor; GAURINA-MEĐIMUREC, Nediljka; NOVAK MAVAR, Karolina; MIJIĆ, Petar. Waste mandarin peel as an eco-friendly water-based drilling fluid additive. **Energies**, [S. l.], v. 15, n. 7, p. 2591, 2022. ISSN: 1996-1073. DOI: 10.3390/en15072591.

MENG, Renzhou; WANG, Chengwen; SHEN, Zhonghou. Optimization and characterization of highly stable nanoemulsion for effective oil-based drilling fluid removal. **SPE Journal**, [S. l.], v. 25, n. 3, p. 1259–1271, 2020. ISSN: 1086055X. DOI: 10.2118/199904-PA.

METZNER, A. B. Non-Newtonian Technology: Fluid Mechanics, Mixing, and Heat Transfer. **Advances in Chemical Engineering**, [S. l.], v. 1, n. C, p. 77–153, 1956. ISSN: 00652377. DOI: 10.1016/S0065-2377(08)60311-7.

MIKOS-SZYMAŃSKA, Marzena; RUSEK, Piotr; BOROWIK, Krzysztof; ROLEWICZ, Maciej; BOGUSZ, Paulina; GLUZIŃSKA, Joanna. Characterization of drilling waste from shale gas exploration in Central and Eastern Poland. **Environmental Science and Pollution Research**, [S. l.], v. 25, n. 36, p. 35990–36001, 2018. ISSN: 16147499. DOI: 10.1007/s11356-018-2365-8.

MINAKOV, A. V.; MIKHLENKOVA, E. I.; VORONENKOVA, Y. O.; NEVEROV, A. L.; ZEER, G. M.; ZHARKOV, S. M. Systematic experimental investigation of filtration losses of drilling fluids containing silicon oxide nanoparticles. **Journal of Natural Gas Science and Engineering**, [S. l.], v. 71, p. 102984, 2019. ISSN: 18755100. DOI: 10.1016/j.jngse.2019.102984.

MISBAH, Biltayib; SEDAGHAT, Ahmad; BALHASAN, Saad; ELGADDAFI, Rida; MALAYER, Mahdi Ashtian; MALHAS, Rana N.; OMAR, Mohammed; BENOMRAN, Manal. Enhancing thermal stability and filtration control for water-based drilling fluid using viscosifier polymers and potassium chloride additives. **Geoenery Science and Engineering**, [S. l.], v. 230, p. 212235, 2023. ISSN: 29498910. DOI: 10.1016/j.geoen.2023.212235.

MIYAGISHI, Shigeyoshi; OKADA, Kumiko; ASAKAWA, Tsuyoshi. Salt effect on critical micelle concentrations of nonionic surfactants, N-acyl-N-methylglucamides (MEGA-n).

Journal of Colloid and Interface Science, [S. l.], v. 238, n. 1, p. 91–95, 2001. ISSN: 00219797. DOI: 10.1006/jcis.2001.7503.

MNIF, Inès; GHRIBI, Dhouha. Glycolipid biosurfactants: main properties and potential applications in agriculture and food industry. **Journal of the science of food and agriculture**, [S. l.], v. 96, n. 13, p. 4310–4320, 2016. ISSN: 10970010. DOI: 10.1002/jsfa.7759.

MOHEBBI, Farzad; SELLIER, Mathieu. Identification of rheological parameters of Herschel–Bulkley fluids from free surface data. **International Journal of Thermofluids**, [S. l.], v. 16, p. 100253, 2022. ISSN: 26662027. DOI: 10.1016/j.ijft.2022.100253.

MOKHALALATI, Talal; AL-SUWAIDI, Abdullah; EL-FATAH HENDI, Abdul. Managing onshore drilling wastes - Abu Dhabi experience. *Em: ABU DHABI INTERNATIONAL PETROLEUM EXHIBITION AND CONFERENCE 2000*, Abu Dhabi, United Arab Emirates. **Anais [...]**. Abu Dhabi, United Arab Emirates: All Days, 2000 DOI: 10.2118/87270-ms.

MOKHTARI, Bahram; BAHRAMIAN, Alireza. Production monitoring of multilateral wells by multivariate dynamic interfacial tension. **Measurement: Journal of the International Measurement Confederation**, [S. l.], v. 134, p. 794–803, 2019. ISSN: 02632241. DOI: 10.1016/j.measurement.2018.10.091.

MORA, Mireia; FÀBREGAS, Esteve; CÉSPEDES, Francisco; BARTROLÍ, Jordi; PUY, Neus. Production and separation of value-added compounds from pine wood using pyrolysis and biorefinery techniques. **Fuel Processing Technology**, [S. l.], v. 238, p. 107509, 2022. ISSN: 03783820. DOI: 10.1016/j.fuproc.2022.107509.

MURTAZA, Mobeen; AHMAD, Hafiz Mudaser; ZHOU, Xianmin; AL-SHEHRI, Dhafer; MAHMOUD, Mohamed; SHAHZAD KAMAL, Muhammad. Okra mucilage as environment friendly and non-toxic shale swelling inhibitor in water based drilling fluids. **Fuel**, [S. l.], v. 320, p. 123868, 2022. ISSN: 00162361. DOI: 10.1016/j.fuel.2022.123868.

MURTAZA, Mobeen; TARIQ, Zeeshan; MAHMOUD, Mohamed; KAMAL, Muhammad Shahzad; AL-SHEHRI, Dhafer. Anhydrite (Calcium Sulfate) Mineral as a Novel Weighting Material in Drilling Fluids. **Journal of Energy Resources Technology, Transactions of the ASME**, [S. l.], v. 143, n. 2, p. 023002, 2021. ISSN: 15288994. DOI: 10.1115/1.4047762.

NASCIMENTO, D. R.; OLIVEIRA, B. R.; SAIDE, V. G. P.; MAGALHÃES, S. C.; SCHEID, C. M.; CALÇADA, L. A. Effects of particle-size distribution and solid additives in the apparent viscosity of drilling fluids. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 182, p. 106275, 2019. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2019.106275.

NEBOT, Carolina; CARDELLE-COBAS, Alejandra; CEPEDA, Alberto; VÁZQUEZ, Beatriz. Fat-soluble vitamins (A, E, D, and K). *Em: Food Lipids: Sources, Health Implications, and Future Trends*. [s.l.] : Academic Press, 2022. p. 207–229. DOI: 10.1016/B978-0-12-823371-9.00005-8.

NEFF, J. M.; MCKELVIE, S.; AYERS, R. C. Jr. **Environmental Impacts of Synthetic Based Drilling Fluids** U.S. Department of the interior minerals managment service. New Orleans.

NELSON, Erik B.; GUILLOT, Dominique. **Well Cementing**. 2. ed., New Jersey, USA: Schlumberger, 2006. ISBN: 9780080868868.

NI, Xiaoxiao; JIANG, Guancheng; LI, Yiyang; YANG, Lili; LI, Wuquan; WANG, Kai; DENG, Zhengqiang. Synthesis of superhydrophobic nanofluids as shale inhibitor and study of the inhibition mechanism. **Applied Surface Science**, [S. l.], v. 484, 2019. ISSN: 01694332. DOI: 10.1016/j.apsusc.2019.04.167.

NICORA, Luigi F.; BURRAFATO, Giovanni. Zirconium citrate: A new generation dispersant for environmentally friendly drilling fluids. *Em: IADC/SPE ASIA PACIFIC DRILLING TECHNOLOGY* 1998, Jakarta, Indonesia. **Anais [...]**. Jakarta, Indonesia: SPE, 1998 DOI: 10.2523/47832-ms.

NIKOLIC, Milica et al. Topical Application of Siberian Pine Essential Oil Formulations Enhance Diabetic Wound Healing. **Pharmaceutics**, [S. l.], v. 15, n. 10, p. 2437, 2023. ISSN: 19994923. DOI: 10.3390/pharmaceutics15102437.

NUNES, Denise Gentili; DA SILVA, Andréia de P. M.; CAJAIBA, João; PÉREZ-GRAMATGES, Aurora; LACHTER, Elizabeth Roditi; NASCIMENTO, Regina Sandra Veiga. Influence of glycerides–xanthan gum synergy on their performance as lubricants for water-based drilling fluids. **Journal of Applied Polymer Science**, [S. l.], v. 131, n. 22, p. 41085, 2014. ISSN: 0021-8995. DOI: 10.1002/app.41085.

OKRAJNI, Slavomir S.; AZAR, J. J. The Effects of Mud Rheology on Annular Hole Cleaning in Directional Wells. **SPE Drilling Engineering**, [S. l.], v. 1, n. 4, p. 297–308, 1986. ISSN: 08859744. DOI: 10.2118/14178-PA.

ONWUKWE, S. I.; NWAKAUDU, M. S. Drilling wastes generation and management approach. **International Journal of Environmental Science and Development**, [S. l.], v. 3, n. 3, p. 252–257, 2012. ISSN: 20100264. DOI: 10.7763/ijesd.2012.v3.226.

OTITIGBE, F. E. Evaluation of pH of Drilling Fluid Produced from Local Clay and Additives. **Journal of Applied Sciences and Environmental Management**, [S. l.], v. 25, n. 4, p. 561–566, 2021. ISSN: 1119-8362. DOI: 10.4314/jasem.v25i4.11.

PAIAMAN, Abouzar Mirzaei; AL-ASKARI, M. K. Ghassem; SALMANI, Barat; MASIHI, Mohsen; ALANAZI, Bandar Duraya. Effect of Drilling Fluid Properties on Rate of Penetration. **Nafta**, [S. l.], v. 60, n. 3, p. 129–134, 2009.

PAL, Nilanjan; MANDAL, Ajay. Enhanced oil recovery performance of gemini surfactant-stabilized nanoemulsions functionalized with partially hydrolyzed polymer/silica nanoparticles. **Chemical Engineering Science**, [S. l.], v. 226, p. 115887, 2020. ISSN: 00092509. DOI: 10.1016/j.ces.2020.115887.

PANG, Mengqiang; BA, Jing; CARCIONE, J. M.; ZHANG, Lin; MA, Rupeng; WEI, Yijun. Seismic identification of tight-oil reservoirs by using 3D rock-physics templates. **Journal of**

Petroleum Science and Engineering, [S. l.], v. 201, p. 108476, 2021. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2021.108476.

PARIZAD, Amirhossein; SHAHBAZI, Khalil; TANHA, Abbas Ayatizadeh. SiO₂ nanoparticle and KCl salt effects on filtration and thixotropic behavior of polymeric water based drilling fluid: With zeta potential and size analysis. **Results in Physics**, [S. l.], v. 9, p. 1656–1665, 2018. ISSN: 22113797. DOI: 10.1016/j.rinp.2018.04.037.

PARVIZI GHALEH, Saeed; KHODAPANAH, Elnaz; TABATABAEI-NEZHAD, Seyyed Alireza. Experimental evaluation of thiamine as a new clay swelling inhibitor. **Petroleum Science**, [S. l.], v. 17, n. 6, p. 1616–1633, 2020. ISSN: 1672-5107. DOI: 10.1007/s12182-020-00466-6.

PASHAPOURYEGANEH, Farzad; ZARGAR, Ghasem; TAKASSI, Mohammad Ali; ALI KADKHODAIE; RABIEE, Ahmad. One-Pot synthesis of modified-cationic surfactants for enhanced oil recovery applications in carbonate reservoirs. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 204, p. 108638, 2021. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2021.108638.

PAŠIĆ, Borivoje; GAURINA-MEDIMUREC, Nediljka; MATANOVIĆ, Davorin. Wellbore instability: Causes and consequences. **Rudarsko Geolosko Naftni Zbornik**, [S. l.], v. 19, p. 87–98, 2007. ISSN: 03534529.

PAŠIĆ, Borivoje; GAURINA-MEDIMUREC, Nediljka; MIJIĆ, Petar; MEDVED, Igor. Experimental research of shale pellet swelling in nano-based drilling muds. **Energies**, [S. l.], v. 13, n. 23, p. 6246, 2020. ISSN: 19961073. DOI: 10.3390/en13236246.

PASWAN, Bhola K.; JAIN, Rajat; SHARMA, Sunil K.; MAHTO, Vikas; SHARMA, V. P. Development of Jatropa oil-in-water emulsion drilling mud system. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 144, p. 10–18, 2016. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2016.03.002.

PASWAN, Bhola K.; MAHTO, Vikas. Development of environment-friendly oil-in-water emulsion based drilling fluid for shale gas formation using sunflower oil. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 191, 2020. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2020.107129.

PASWAN, Bhola Kumar; KUMAR, Shailesh; MAHTO, Vikas. Evaluation of a soybean oil derived surfactant in the development of oil-in-water (O/W) emulsion drilling mud for shale formation. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 217, p. 110926, 2022. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2022.110926.

PENG, Qi; FAN, Honghai; ZHOU, Haobo; LIU, Jinge; KANG, Bo; JIANG, Wenlong; GAO, Yuan; FU, Suiyi. Drilling fluid density calculation model at high temperature high pressure. *Em: OFFSHORE TECHNOLOGY CONFERENCE ASIA 2016*, Kuala Lumpur, Malaysia. **Anais [...]**. Kuala Lumpur, Malaysia: OTC, 2016 DOI: 10.4043/26620-ms.

PEREIRA, Laine B.; SAD, Cristina M. S.; CASTRO, Eustáquio V. R.; FILGUEIRAS, Paulo R.; LACERDA, Valdemar. Environmental impacts related to drilling fluid waste and

treatment methods: A critical review. **Fuel**, [S. l.], v. 310, p. 122301, 2022. ISSN: 00162361. DOI: 10.1016/j.fuel.2021.122301.

PETROBRÁS. **PE-2POC-00722 - Viscosificantes para Fluidos Aquosos usados na Perfuração e Completação de Poços**. [s.l.: s.n.].

PETROBRÁS. **PROCELAB - Manual de procedimentos de laboratório para cimentação de poços de petróleo**. [s.l.: s.n.].

PETROBRÁS. **PE-2POC-00445 - Fluidos de Construção de Poços de Base Não Aquosa**. [s.l.: s.n.].

PETROBRÁS. **PE-2POC-00498 - Fluidos de Construção de Poços de Base Aquosa**. [s.l.: s.n.].

PORRAS, David Enrique Vega; ANGÉLICA, Rômulo Simões; DA PAZ, Simone Patrícia Aranha. Practical mineralogical quantification of bentonites supported for a PXRD calibrated hkl model. **Brazilian Journal of Geology**, [S. l.], v. 51, n. 1, p. 1–12, 2021. ISSN: 23174692. DOI: 10.1590/2317-4889202120200088.

POWELL, J. W.; PARKS, C. F.; SEHEULT, J. M. Xanthan and Welan: The effects of critical polymer concentration on rheology and fluid performance. *Em*: INTERNATIONAL ARCTIC TECHNOLOGY CONFERENCE 1991, Alaska, USA. **Anais [...]**. Alaska, USA: All Days, 1991 DOI: 10.2118/22066-MS.

PRICE, Christopher T. D.; SINGH, Vineet K.; JAYASWAL, Radheshyam K.; WILKINSON, Brian J.; GUSTAFSON, John E. Pine oil cleaner-resistant *Staphylococcus aureus*: Reduced susceptibility to vancomycin and oxacillin and involvement of SigB. **Applied and Environmental Microbiology**, [S. l.], v. 68, n. 11, p. 5417–5421, 2002. ISSN: 00992240. DOI: 10.1128/AEM.68.11.5417-5421.2002.

QUINTERO, Lirio. An Overview of Surfactant Applications in Drilling Fluids for the Petroleum Industry. **Journal of Dispersion Science and Technology**, [S. l.], v. 23, n. 1–3, p. 393–404, 2002. ISSN: 0193-2691. DOI: 10.1080/01932690208984212.

QUINTERO, Lirio; JONES, Thomas A.; CLARK, David E.; GABRYSCH, Allen D.; FORGIARINI, Ana; SALAGER, Jean-Louis. **Single phase microemulsions and in situ microemulsions for cleaning formation damage**, US20090008091A1, 2012.

QUINTERO, Lirio; JONES, Thomas A.; CLARK, David E.; TWYNAM, Allan. NAF filtercake removal using microemulsion technology. *Em*: EUROPEAN FORMATION DAMAGE CONFERENCE 2007a, Scheveningen, The Netherlands. **Anais [...]**. Scheveningen, The Netherlands: All Days, 2007 DOI: 10.2118/107499-ms.

QUINTERO, Lirio; JONES, Thomas A.; PIETRANGELI, Gianna. Phase boundaries of microemulsion systems help to increase productivity. *Em*: SPE EUROPEAN FORMATION DAMAGE CONFERENCE 2011, Noordwijk, The Netherlands. **Anais [...]**. Noordwijk, The Netherlands: SPE, 2011 DOI: 10.2118/144209-ms.

QUINTERO, Lirio; JONES, Tom; CLARK, David E.; TORRES, Cristina; CHRISTIAN, Chad. Singlephase microemulsion technology for cleaning oil or synthetic-based mud. *Em: AAE NATIONAL TECHNICAL CONFERENCE AND EXHIBITION 2007b*, Houston, USA. **Anais** [...]. Houston, USA: AAE, 2007

RAMSEY, Mark S. Effects on Drilling Efficiency and Rate of Penetration. *Em: Practical Wellbore Hydraulics and Hole Cleaning*. [s.l.] : Gulf Professional Publishing, 2019. p. 117–162. DOI: 10.1016/b978-0-12-817088-5.00004-6.

RAZALI, S. Z.; YUNUS, R.; ABDUL RASHID, Suraya; LIM, H. N.; MOHAMED JAN, B. Review of biodegradable synthetic-based drilling fluid: Progression, performance and future prospect. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, [S. l.], v. 90, p. 171–186, 2018. ISSN: 18790690. DOI: 10.1016/j.rser.2018.03.014.

REINER, M. Rheology. *Em: Elasticity and Plasticity / Elastizität und Plastizität*. 1. ed., [s.l.] : Springer Berlin, Heidelberg, 1958. p. 434–550. DOI: 10.1007/978-3-642-45887-3_4.

SAASEN, A. et al. Automatic measurement of drilling fluid and drill-cuttings properties. **SPE Drilling and Completion**, [S. l.], v. 24, n. 4, p. 611–625, 2009. ISSN: 10646671. DOI: 10.2118/112687-PA.

SALEH, Tawfik A.; IBRAHIM, Mukaila A. Advances in functionalized Nanoparticles based drilling inhibitors for oil production. **Energy Reports**, [S. l.], v. 5, p. 1293–1304, 2019. ISSN: 23524847. DOI: 10.1016/j.egyr.2019.06.002.

SANTOS, Francisco Klebson G.; ALVES, Juan Vinícius A.; DANTAS, Tereza N. Castro; DANTAS NETO, Afonso A.; DUTRA JR., Tarcílio Viana; BARROS NETO, Eduardo L. Determinação da concentração micelar de tensoativos obtidos a partir de óleos vegetais para uso na recuperação avançada de petróleo. *Em: IV CONGRESSO BRASILEIRO DE P&D EM PETRÓLEO, GÁS E BIOCOMBUSTÍVEIS 2007*, Campinas, Brazil. **Anais** [...]. Campinas, Brazil: Proceedings PDPETRO, 2007 ISSN: 0021-9797.

SÁO, Yuri Taglieri; PEREIRA, João Batista; MACIEL, Geraldo de Freitas. Evaluation of shear rate formulations through steady uniform non-Newtonian fluid flows in the context of shallow-water equations. **Revista Brasileira de Recursos Hídricos**, [S. l.], v. 28, p. 1–12, 2023. ISSN: 23180331. DOI: 10.1590/2318-0331.282320230005.

SATTER, Abdus; IQBAL, Ghulam M. An introduction to reservoir engineering: Advances in conventional and unconventional recoveries. *Em: Reservoir Engineering*. Massachusetts, United States: Gulf Professional Publishing, 2016. p. 1–10. DOI: 10.1016/b978-0-12-800219-3.00001-2.

SAUKI, Arina; KHAMARUDDIN, Putri Nadzrul Faizura Megat; IRAWAN, Sonny; KINIF, Imros; RIDHA, Syahrir. Statistical relationship of drilled solid concentration on drilling mud rheology. **Journal of Advanced Research in Fluid Mechanics and Thermal Sciences**, [S. l.], v. 69, n. 1, p. 122–136, 2020. ISSN: 22897879. DOI: 10.37934/ARFMTS.69.1.122136.

SAVVIDES, A. L.; KATSIFAS, E. A.; HATZINIKOLAOU, D. G.; KARAGOUNI, A. D. Xanthan production by *Xanthomonas campestris* using whey permeate medium. **World**

Journal of Microbiology and Biotechnology, [S. l.], v. 28, n. 8, p. 2759–2764, 2012. ISSN: 0959-3993. DOI: 10.1007/s11274-012-1087-1.

SAYINDLA, Sneha; LUND, Bjørnar; YTREHUS, Jan David; SAASEN, Arild. Hole-cleaning performance comparison of oil-based and water-based drilling fluids. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 159, p. 49–57, 2017. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2017.08.069.

SCHILLING, Keith E. The Hydraulic Effects of Lost Circulation and the Implications for Contaminant Migration During Drilling. **Groundwater Monitoring & Remediation**, [S. l.], v. 15, n. 2, p. 104–113, 1995. ISSN: 17456592. DOI: 10.1111/j.1745-6592.1995.tb00521.x.

SEHLY, Karime; CHIEW, Hui-Leng; LI, Heng; SONG, Alexander; LEONG, Yee-Kwong; HUANG, Weian. Stability and ageing behaviour and the formulation of potassium-based drilling muds. **Applied Clay Science**, [S. l.], v. 104, p. 309–317, 2015. ISSN: 01691317. DOI: 10.1016/j.clay.2014.12.013.

SENEVIRATNE, Kapila; JAYATHILAKA, Nimanthi. **Coconut Oil: Chemistry and Nutrition**. 1. ed., Sri Lanka: Lakva Publishers, 2016. 1–130 p. ISBN: 978-955-1605-36-0.

SHARMA, Shweta; SHUKLA, Prashant; MISRA, Amit; MISHRA, Prabhat R. Interfacial and colloidal properties of emulsified systems: Pharmaceutical and biological perspective. Pharmaceutical and biological perspective. *Em: Colloid and Interface Science in Pharmaceutical Research and Development*. 1. ed., Oxford, UK: Elsevier, 2014. p. 149–172. DOI: 10.1016/B978-0-444-62614-1.00008-9.

SHETTIGAR, Rakshith R.; MISRA, Nirendra M.; PATEL, Khushbu. Cationic surfactant (CTAB) a multipurpose additive in polymer-based drilling fluids. **Journal of Petroleum Exploration and Production Technology**, [S. l.], v. 8, n. 2, p. 597–606, 2018. ISSN: 21900566. DOI: 10.1007/s13202-017-0357-8.

SIDDIQUE, Shohel; KWOFFIE, Lorraine; ADDAE-AFOAKWA, Kofi; YATES, Kyari; NJUGUNA, James. Oil based drilling fluid waste: An overview on environmentally persistent pollutants. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, [S. l.], v. 195, n. 1, p. 012008, 2017. ISSN: 1757899X. DOI: 10.1088/1757-899X/195/1/012008.

SILORI, Gaurav Kumar; KUSHWAHA, Naveen; KUMAR, Vimal. Essential Oils from Pines: Chemistry and Applications. *Em: Essential Oil Research*. [s.l.] : Springer Cham, 2019. p. 275–297. DOI: 10.1007/978-3-030-16546-8_10.

SILVA, Raphael R.; GARNICA, Alfredo I. C.; LEAL, Giovanna L. R.; VIANA, Luara R.; FREITAS, Júlio C. O.; BARROS, Alex N.; SILVA, Thales L. S.; NETO, João Adauto de S.; CURBELO, Fabiola Dias da Silva. Evaluation of novel microemulsion-based (O/W) drilling fluid with nonionic surfactant and shale interaction mechanisms. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 213, p. 110327, 2022. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2022.110327.

SINGH, D. B.; KUMAR, Navneet; KAUSHAL, D. R.; SHARMA, A. K.; YADAV, J. K. Effect of solid concentration and grain size on the rheology of fly ash slurries. *Em:*

MATERIALS TODAY: PROCEEDINGS 2021, Dehradun, India. **Anais** [...]. Dehradun, India p. 10904–10908. ISSN: 22147853. DOI: 10.1016/j.matpr.2021.02.003.

SMITHSON, Tony. **The Defining Series: HPHT Wells Oilfield Review**. Houston, TX, USA.

SOARES, A.; GUIEYSSE, B.; JEFFERSON, B.; CARTMELL, E.; LESTER, J. N.
Nonylphenol in the environment: A critical review on occurrence, fate, toxicity and treatment in wastewaters. **Environment International**, [S. l.], v. 34, n. 7, p. 1033–1049, 2008. ISSN: 18736750. DOI: 10.1016/j.envint.2008.01.004.

SOARES, Andréia Silveira Freire; SCHEID, Cláudia Miriam; MARQUES, Mônica Regina Costa; CALÇADA, Luis Américo. Effect of solid particle size on the filtration properties of suspension viscosified with carboxymethylcellulose and xantham gum. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 185, p. 106615, 2020. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2019.106615.

SOTO, Diana; LEÓN, Orietta; URDANETA, José; MUÑOZ-BONILLA, Alexandra; FERNÁNDEZ-GARCÍA, Marta. Modified starch as a filter controller in water-based drilling fluids. **Materials**, [S. l.], v. 13, n. 12, p. 2794, 2020. ISSN: 19961944. DOI: 10.3390/ma13122794.

STAVROPOULOU, M.; PAPANASTASIOU, P.; VARDOULAKIS, I. Coupled wellbore erosion and stability analysis. **International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics**, [S. l.], v. 22, n. 9, p. 749–769, 1998. ISSN: 03639061. DOI: 10.1002/(SICI)1096-9853(199809)22:9<749::AID-NAG944>3.0.CO;2-K.

SURYANI, Suryani; SARIANI, Sariani; EARNESTLY, Femi; MARGANOF, Marganof; RAHMAWATI, Rahmawati; SEVINDRAJUTA, Sevindrajuta; MAHLIA, Teuku Meurah Indra; FUDHOLI, Ahmad. A comparative study of virgin coconut oil, coconut oil and palm oil in terms of their active ingredients. **Processes**, [S. l.], v. 8, n. 4, p. 402, 2020. ISSN: 2227-9717. DOI: 10.3390/pr8040402.

SUTHERLAND, I. W. Xanthan. *Em*: SWINGS, J. G.; CIVEROLO, E. L. (org.). **Xanthomonas**. Dordrecht, The Netherlands: Springer, 1993. p. 363–388. DOI: 10.1007/978-94-011-1526-1_8.

TADROS, Tharwat. Colloid and interface aspects of pharmaceutical science. *Em*: **Colloid and Interface Science in Pharmaceutical Research and Development**. 1. ed., Oxford, UK: Elsevier, 2014. p. 29–54. DOI: 10.1016/B978-0-444-62614-1.00002-8.

TALUKDAR, Prasenjit; GOGOI, Subrata Borgohain. Use of calcium carbonate as bridging and weighting agent in the non-damaging drilling fluid for some oilfields of Upper Assam Basin. **International Journal of Current Research**, [S. l.], v. 7, n. 8, 2015.

TARAGHIKHAH, S.; KALHOR MOHAMMADI, M.; TAHMASBI NOWTARAKI, K.
Multifunctional nanoadditive in water based drilling fluid for improving shale stability. *Em*: INTERNATIONAL PETROLEUM TECHNOLOGY CONFERENCE 2015, Doha, Qatar. **Anais** [...]. Doha, Qatar: IPTC, 2015 DOI: 10.2523/iptc-18323-ms.

TAUGBØL, Knut; SOLA, Bengt; FORSHAW, Matthew; FJOGSTAD, Arild. Automatic Drilling Fluids Monitoring. *Em: SPE/IADC INTERNATIONAL DRILLING CONFERENCE AND EXHIBITION 2021, Virtual*. **Anais** [...]. Virtual DOI: 10.2118/204041-ms.

THOMAS, José Eduardo. **Fundamentos de engenharia de petróleo**. 2. ed., Rio de Janeiro, Brazil: Interciência. Petrobrás, 2004. ISBN: 9788571930995.

TORNO, Susana; TORAÑO, Javier. Increasing Safety in an Underground Coal Mine through Degasification by Vertical Wells—Influence of the Relationship between the Permeability of Carbon and the Filter Cake of the Bentonite Suspension. **Energies**, [S. l.], v. 16, n. 21, p. 7223, 2023. ISSN: 19961073. DOI: 10.3390/en16217223.

TUMEN, Ibrahim; HAFIZOGLU, Harzemsah; KILIC, Ayben; DÖNMEZ, İlhami Emrah; SIVRIKAYA, Hüseyin; REUNANEN, Markku. Yields and constituents of Essential Oil from cones of Pinaceae spp. Natively grown in Turkey. **Molecules**, [S. l.], v. 15, n. 8, p. 5797–5806, 2010. ISSN: 14203049. DOI: 10.3390/molecules15085797.

VARGAS, Johanna; ROLDÁN, Leidy Johanna; LOPERA, Sergio Hernando; CARDENAS, José Carlo; ZABALA, Richard Disney; FRANCO, Camilo Andrés; CORTÉS, Farid Bernardo. Effect of silica nanoparticles on thermal stability in bentonite free water-based drilling fluids to improve its rheological and filtration properties after aging process. *Em: OFFSHORE TECHNOLOGY CONFERENCE BRASIL 2019, Rio de Janeiro, Brazil*. **Anais** [...]. Rio de Janeiro, Brazil: OTCB, 2019 DOI: 10.4043/29901-ms.

VECINO, X.; CRUZ, J. M.; MOLDES, A. B.; RODRIGUES, L. R. Biosurfactants in cosmetic formulations: trends and challenges. **Critical Reviews in Biotechnology**, [S. l.], v. 37, n. 7, p. 911–923, 2017. ISSN: 15497801. DOI: 10.1080/07388551.2016.1269053.

VERWEY, E. J. W.; OVERBEEK, J. Th. G. **Theory of the Stability of Lyophobic Colloids: The Interaction of Sol Particles Having an Electric Double Layer**. 1. ed., Amsterdam: Elsevier, 1948.

VIEIRA DA SILVA, Beatriz; BARREIRA, João C. M.; OLIVEIRA, M. Beatriz P. P. Natural phytochemicals and probiotics as bioactive ingredients for functional foods: Extraction, biochemistry and protected-delivery technologies. **Trends in Food Science and Technology**, [S. l.], v. 50, p. 144–158, 2016. ISSN: 09242244. DOI: 10.1016/j.tifs.2015.12.007.

VILLADA, Yurany; GALLARDO, Felipe; ERDMANN, Eleonora; CASIS, Natalia; OLIVARES, Laura; ESTENOZ, Diana. Functional characterization on colloidal suspensions containing xanthan gum (XGD) and polyanionic cellulose (PAC) used in drilling fluids for a shale formation. **Applied Clay Science**, [S. l.], v. 149, p. 59–66, 2017. ISSN: 01691317. DOI: 10.1016/j.clay.2017.08.020.

VRYZAS, Zisis; KELESSIDIS, Vassilios C. Nano-Based Drilling Fluids: A Review. **Energies**, [S. l.], v. 10, n. 4, p. 540, 2017. ISSN: 1996-1073. DOI: 10.3390/en10040540.

WANDERLEY NETO, Alcides Oliveira; DA SILVA, Valdic Luiz; RODRIGUES, Daniela Venâncio; RIBEIRO, Laís Sibaldo; DA SILVA, Daniel Nobre Nunes; FREITAS, Júlio César de Oliveira. A novel oil-in-water microemulsion as a cementation flushing fluid for removing

non-aqueous filter cake. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 184, p. 106536, 2020. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2019.106536.

WANG, Chengwen; MENG, Renzhou; XIAO, Fengfeng; WANG, Ruihe. Use of nanoemulsion for effective removal of both oil-based drilling fluid and filter cake. **Journal of Natural Gas Science and Engineering**, [S. l.], v. 36, p. 328–338, 2016. ISSN: 18755100. DOI: 10.1016/j.jngse.2016.10.035.

WANG, Hong; LI, Hongpeng; LEE, Chee Keong; MAT NANYAN, Noreen Suliani; TAY, Guan Seng. A systematic review on utilization of biodiesel-derived crude glycerol in sustainable polymers preparation. **International Journal of Biological Macromolecules**, [S. l.], v. 261, p. 129536, 2024. ISSN: 18790003. DOI: 10.1016/j.ijbiomac.2024.129536.

WINSOR, P. A. Hydrotrophy, solubilisation and related emulsification processes. **Transactions of the Faraday Society**, [S. l.], v. 44, p. 376, 1948. ISSN: 0014-7672. DOI: 10.1039/tf9484400376.

WINSOR, P. A. Binary and multicomponent solutions of amphiphilic compounds. Solubilization and the formation, structure, and theoretical significance of liquid crystalline solutions. **Chemical Reviews**, [S. l.], v. 68, n. 1, p. 1–40, 1968. ISSN: 0009-2665. DOI: 10.1021/cr60251a001.

YAN, Jienian; WANG, Fuhua; JIANG, Guancheng; FAN, Weiqing; SU, Changming. Solid emulsifier used to improve the performance of oil-in-water drilling fluids. *Em: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON OILFIELD CHEMISTRY 1997*, Houston, United States. **Anais [...]**. Houston, United States: International Symposium on Oilfield Chemistry, 1997 DOI: 10.2523/37267-ms.

YANG, Fangxia; HANNA, Milford A.; SUN, Runcang. Value-added uses for crude glycerol—a byproduct of biodiesel production. **Biotechnology for Biofuels**, [S. l.], v. 5, n. 1, p. 1–10, 2012. ISSN: 1754-6834. DOI: 10.1186/1754-6834-5-13.

YANG, Jingwen; WU, Tianjiang; LIU, Qiaona; HUANG, Hai; CHEN, Shijun; CHEN, Gang. Research of a fracturing-oil displacement integrated working fluid based on betaine surfactant. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [S. l.], v. 686, p. 133371, 2024. ISSN: 18734359. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2024.133371.

YANG, Xiao Hong; ZHU, Wei Ling. Viscosity properties of sodium carboxymethylcellulose solutions. **Cellulose**, [S. l.], v. 14, n. 5, p. 409–417, 2007. ISSN: 0969-0239. DOI: 10.1007/s10570-007-9137-9.

YAP, Xing Fui; SAW, Seow Hoon; LIM, Vuanghao; TAN, Chin Xuan. Plant Essential Oil Nanoemulgel as a Cosmeceutical Ingredient: A Review. **Cosmetics**, [S. l.], v. 11, n. 4, p. 116, 2024. ISSN: 2079-9284. DOI: 10.3390/cosmetics11040116.

YUNITA, Putri; IRAWAN, Sonny; KANIA, Dina. Optimization of Water-based Drilling Fluid Using Non-ionic and Anionic Surfactant Additives. *Em: PROCEDIA ENGINEERING 2016*, **Anais [...]**. [s.l.: s.n.] p. 1184–1190. ISSN: 18777058. DOI: 10.1016/j.proeng.2016.06.628.

ZAKHAROVA, Lucia Ya; PASHIROVA, Tatiana N.; DOKTOROVOVA, Slavomira; FERNANDES, Ana R.; SANCHEZ-LOPEZ, Elena; SILVA, Amélia M.; SOUTO, Selma B.; SOUTO, Eliana B. Cationic surfactants: Self-assembly, structure-activity correlation and their biological applications. **International Journal of Molecular Sciences**, [*S. l.*], v. 20, n. 22, p. 5534, 2019. ISSN: 14220067. DOI: 10.3390/ijms20225534.

ZHANG, Qiangui; JIA, Wenyu; FAN, Xiangyu; LIANG, Yongchang; YANG, Yang. A review of the shale wellbore stability mechanism based on mechanical–chemical coupling theories. **Petroleum**, [*S. l.*], v. 1, n. 2, p. 91–96, 2015. ISSN: 24055816. DOI: 10.1016/j.petlm.2015.06.005.

ZHANG, Xianfa; LIU, Jingping; SUN, Jinsheng; LV, Kaihe; WANG, Zonglun; XU, Zhe; SUN, Yuanwei. Novel Modified Styrene-Based Microspheres for Enhancing the Performance of Drilling Fluids at High Temperatures. **Gels**, [*S. l.*], v. 9, n. 9, p. 763, 2023. ISSN: 23102861. DOI: 10.3390/gels9090763.

ZHAO, Xiangyang; LI, Daqi; ZHU, Heming; MA, Jingyuan; AN, Yuxiu. Advanced developments in environmentally friendly lubricants for water-based drilling fluid: a review. **RSC Advances**, [*S. l.*], v. 12, n. 35, p. 22853–22868, 2022. ISSN: 2046-2069. DOI: 10.1039/D2RA03888A.

APÊNDICE A – Procedimento experimental para determinação do índice de saponificação

Materiais:

- Equipamentos:
 - Manta aquecedora;
 - Condensador de refluxo;
 - Banho ultratermostático com circulação de água.
- Vidraria:
 - Balão de fundo redondo de 500 mL;
 - Condensador de refluxo;
 - Proveta de 25 mL;
 - Bureta de 50 mL;
 - Pérolas de vidro ou pedrinhas de cerâmica.
- Reagentes:
 - Amostra de óleo vegetal a ser caracterizado;
 - Etanol;
 - Ácido clorídrico (solução 0,5 M);
 - Hidróxido de potássio (solução etanólica de 0,5 M);
 - Solução alcoólica de fenolftaleína (1%).

Procedimento Experimental:

1. Preparar uma solução de ácido clorídrico (HCl) com concentração de 0,5 M e transferi-la para uma bureta de 50 mL;
2. Preparar uma solução de hidróxido de potássio (KOH) em etanol com concentração de 0,5 M;
3. Aferir exatamente 25 mL da solução alcoólica de KOH 0,5 M utilizando uma proveta de 25 mL e transferir para um balão de fundo redondo de 250 mL;
4. Pesar aproximadamente 2 g de óleo vegetal diretamente no balão de fundo redondo utilizando uma balança analítica;
5. Adicionar ao balão de fundo redondo 200 mL de álcool etílico para possibilitar o refluxo durante a reação;

6. Colocar o balão sobre uma manta aquecedora e conectar o balão a um condensador de refluxo. Manter a saponificação por 2 horas. O condensador deve estar conectado a um banho termostático com recirculação de água a uma temperatura de 5 °C;
7. Durante a saponificação, preparar um branco contendo apenas os 25 mL da solução alcoólica de KOH 0,5 M. Realizar uma titulação deste branco utilizando a solução de HCl 0,5 M, anotando o volume de HCl consumido, denominado como V_2 ;
8. Após o tempo de refluxo, retirar o balão da manta aquecedora. Adicionar 4-5 gotas de um indicador apropriado (por exemplo, fenolftaleína) ao balão;
9. Titular o conteúdo do balão com a solução de HCl 0,5 M até o desaparecimento da cor rósea. Registrar o volume de HCl consumido, denominado como V_1 .

Resultado:

$$IS = \frac{56,1 \times F \times (V_2 - V_1)}{P} \quad (A.1)$$

Em que IS é o índice de saponificação em [mg de KOH por g de óleo], F é o fator de correção da solução de HCl, V_1 é o volume gasto na titulação da amostra, V_2 é o volume gasto na titulação de branco e P é o peso da amostra em gramas. O valor de 56,1 é um multiplicador equivalente à massa molecular do KOH.

APÊNDICE B – Preparação das soluções para determinação do índice de saponificação

Preparação da Solução Etanólica de KOH 0,5 M

Materiais:

- Balança analítica com resolução de 0,0001 g;
- Reagente KOH;
- Reagente Álcool Etílico 99,8%;
- Espátula de aço inox;
- Bastão de vidro;
- Béquer de 250 mL;
- Proveta de 250 mL;
- Balão volumétrico de 500 mL.

Cálculos:

Para preparar 0,5 L de uma solução de 0,5 M de KOH, a massa de reagente necessária deve ser calculada com base na definição de molaridade. A fórmula é a seguinte:

$$\begin{aligned}
 M_{KOH} &= \frac{n_{KOH}}{V_{sol}} = \frac{m_{KOH}}{[MM]_{KOH} V_{sol}} \therefore m_{KOH} = M_{KOH} [MM]_{KOH} V_{sol} \\
 &= \left(0,5 \frac{\text{mol}}{\text{L}}\right) \left(56,1056 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) (0,5 \text{ L}) \therefore m_{KOH, \text{teórica}} \\
 &= \mathbf{14,0264 \text{ g}}
 \end{aligned} \quad (\text{B.1})$$

Dado o teor da embalagem de KOH, tem-se:

$$t = \frac{m_{KOH}}{m_{produto}} \therefore m_{produto} = \frac{m_{KOH}}{t} = \frac{14,0264 \text{ g}}{0,85} \therefore m_{produto} = \mathbf{16,5016 \text{ g}} \quad (\text{B.2})$$

Procedimento:

1. Utilize uma balança analítica para pesar, com o auxílio de uma espátula, 16,5016 g de KOH em um béquer de 250 mL;
2. Em uma capela com circulação de ar ativa, meça 150 mL de álcool etílico em uma proveta e transfira cuidadosamente para o béquer contendo o KOH;

3. Agite a mistura utilizando um bastão de vidro, para facilitar a dissolução completa do KOH no álcool etílico;
4. Após a dissolução total, transfira a solução para um balão volumétrico de 500 mL;
5. Enxágue o béquer com álcool etílico e complete o volume do balão volumétrico até a marca indicada, tampando o frasco imediatamente para evitar a evaporação.

Preparação da Solução de HCl 0,5 M

Materiais:

- Reagente HCl;
- Água destilada;
- Pipeta volumétrica de 20 mL;
- Pipeta graduada de 1,0 mL;
- Béquer de 250 mL;
- Bastão de vidro;
- Balão volumétrico de 500 mL.

Cálculos:

Primeiramente, é necessário verificar a concentração e a densidade do HCl no frasco. A solução a ser preparada deve ter um volume de 250 mL e uma concentração de 0,5 M. Considerando que o HCl é um reagente líquido, antes de calcular o volume necessário, deve-se determinar a massa teórica do reagente a ser utilizada:

$$\begin{aligned}
 M_{HCl} &= \frac{n_{HCl}}{V_{sol}} = \frac{m_{HCl}}{[MM]_{HCl} V_{sol}} \therefore m_{HCl} = M_{HCl} [MM]_{HCl} V_{sol} \\
 &= \left(0,5 \frac{mol}{L}\right) \left(36,458 \frac{g}{mol}\right) (0,5 L) \therefore \mathbf{m_{HCl,teórica}} \\
 &= \mathbf{9,1145 g}
 \end{aligned}
 \tag{B.3}$$

Dada a massa de HCl necessária para a preparação da solução teórica, procede-se com a análise da solução contida no frasco. A densidade fornece a relação entre massa e volume da solução, conforme descrito por:

$$d = \frac{m_{sol}}{V_{sol}} \therefore V_{sol} = \frac{m_{sol}}{d}
 \tag{B.4}$$

O teor da solução indica a relação de massa de HCl em solução. Assim:

$$t = \frac{m_{HCl}}{m_{sol}} \therefore m_{sol} = \frac{m_{HCl}}{t} \quad (B.5)$$

Substituindo as equações:

$$V_{sol} = \frac{m_{sol}}{d} \therefore V_{sol} = \frac{m_{HCl}}{t \times d} \quad (B.6)$$

Seja o teor igual a 37% e a densidade igual a 1,19 g/mL, logo:

$$V_{sol} = \frac{m_{HCl}}{(t)(d)} = \frac{(9,1145 \text{ g})}{(0,37) \left(1,19 \frac{\text{g}}{\text{mL}}\right)} \therefore V_{sol} = \mathbf{20,70 \text{ mL}} \quad (B.7)$$

Procedimento:

1. Adicione 150 mL de água destilada em um béquer de 250 mL;
2. Utilizando uma pipeta volumétrica de 20 mL e uma pipeta graduada de 1,0 mL, meça 20,70 mL da solução de HCl e adicione-a ao béquer;
3. Misture bem a solução no béquer utilizando um bastão de vidro;
4. Quando a solução atingir uma aparência homogênea, transfira-a para um balão volumétrico de 500 mL;
5. Enxágue o béquer com água destilada e complete o volume no balão volumétrico.

Preparação da Solução de NaOH 0,5 M

Materiais:

- Balança analítica com resolução de 0,0001 g;
- Reagente NaOH;
- Água destilada;
- Espátula de aço inox;
- Bastão de vidro;
- Béquer de 250 mL;
- Proveta de 250 mL;

- Balão volumétrico de 250 mL.

Cálculos:

A preparação da solução de NaOH deve considerar que o NaOH é um reagente sólido. Assim, para preparar 0,25 L de uma solução de 0,5 M de NaOH, é necessário calcular a massa do reagente a ser utilizado. O cálculo segue os seguintes passos:

$$\begin{aligned}
 M_{NaOH} &= \frac{n_{NaOH}}{V_{sol}} = \frac{\left[\frac{m_{NaOH}}{MM_{NaOH}} \right]}{V_{sol}} = \frac{m_{NaOH}}{MM_{NaOH} V_{sol}} \therefore m_{NaOH} \\
 &= MM_{NaOH} M_{NaOH} V_{sol} \therefore m_{NaOH} \\
 &= \left(39,997 \frac{g}{mol} \right) \times \left(0,5 \frac{mol}{L} \right) \times (0,1 L) \therefore m_{NaOH} \\
 &= \mathbf{4,9996 g}
 \end{aligned} \tag{B.8}$$

Dado o teor da embalagem de NaOH, tem-se:

$$t = \frac{m_{NaOH}}{m_{produto}} \therefore m_{produto} = \frac{m_{NaOH}}{t} = \frac{4,9996g}{0,98} \therefore m_{produto} = \mathbf{5,1017g} \tag{B.9}$$

Procedimento:

1. Em uma balança analítica, pesar precisamente 5,1017 g de NaOH em um béquer de 250 mL;
2. Em uma capela com sistema de ventilação ativo, medir 150 mL de água destilada utilizando uma proveta e transferir cuidadosamente para o béquer contendo o NaOH;
3. Utilizando um bastão de vidro, misturar a solução para facilitar a dissolução completa do NaOH na água destilada;
4. Após a dissolução total, transferir a solução para um balão volumétrico de 250 mL;
5. Enxaguar o béquer com água destilada e completar o volume do balão volumétrico até a marca de 250 mL.

APÊNDICE C – Padronização das soluções para determinação do índice de saponificação

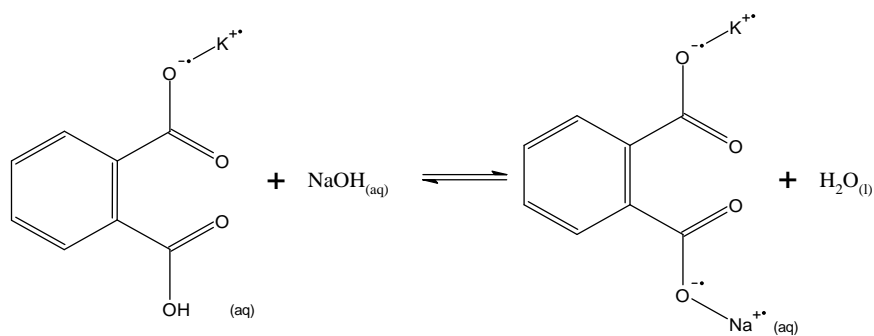
Padronização da Solução de NaOH

Materiais:

- Estufa;
- Dessecador;
- Balança analítica com resolução de 0,0001 g;
- Reagente Biftalato de Potássio PA;
- Solução alcoólica de fenolftaleína (1%).
- Água destilada;
- Espátula de aço;
- Erlenmeyer de 250 mL;
- Bureta de 50 mL.

Reação:

Figura C.1 – Reação entre o biftalato de potássio e o hidróxido de sódio



Procedimento

1. Pesar uma quantidade adequada de biftalato de potássio PA e secar em uma estufa a 105 °C por 1 hora;
2. Resfriar o biftalato em um dessecador até atingir a temperatura ambiente e armazenar o reagente em um dessecador;
3. Pesar 0,3 g do biftalato de potássio seco em um erlenmeyer de 250 mL;
4. Adicionar aproximadamente 50 mL de água destilada ao erlenmeyer, juntamente com 3 a 5 gotas de fenolftaleína;

5. Encher uma bureta de 50 mL com a solução de NaOH que será padronizada;
6. Realizar o procedimento de titulação em triplicata, registrando os volumes utilizados.

- Resultado:

$$C_{NaOH} \left[\frac{mol}{L} \right] = \frac{m_{biftalato} [g]}{MM_{biftalato} \left[\frac{g}{mol} \right] \times V_{NaOH, usado} [L]} \quad (C.1)$$

Padronização da solução de HCl com a solução de NaOH

Materiais

- Solução de HCl a ser padronizada;
- Solução de NaOH já padronizada;
- Solução alcoólica de fenolftaleína (1%);
- Erlenmeyer de 250 mL;
- Pipeta volumétrica de 25 mL;
- Bureta de 50 mL.

Procedimento:

1. Adicionar 25 mL da solução de HCl a ser padronizada em um erlenmeyer de 250 mL e 3-5 gotas de fenolftaleína;
2. Preencher uma bureta de 50 mL com a solução de NaOH;
3. Realizar a titulação em triplicata.

Resultado:

$$C_{HCl} = \frac{C_{NaOH} V_{NaOH, tit}}{V_{HCl}} \quad (C.2)$$

APÊNDICE D – Procedimento experimental de saponificação

O procedimento experimental detalhado para a saponificação do óleo de coco:

1. Preparar o aparato experimental, que deve incluir um banho termostático conectado a um condensador de refluxo (montar e ligar antes das pesagens), uma manta aquecedora, um balão de fundo redondo de 1000 mL e um soxhlet que será acoplado entre o balão e o condensador. As juntas devem ser devidamente seladas com graxa de silicone. Também deve ser separado um prato aquecedor com agitação magnética para a segunda parte do experimento, além de uma bandeja para despejar o sabão;
2. Medir 300 mL de álcool etílico P.A. e adicionar ao balão de fundo redondo de 1000 mL;
3. Inserir esferas de cerâmica no balão para controlar o excesso de turbulência durante a ebulição;
4. Pesar 100 g de óleo de coco em uma balança analítica e adicionar ao balão de fundo redondo;
5. Com base no índice de saponificação do óleo, calcular a quantidade de NaOH necessária para saponificar 100 g de óleo. Para garantir a saponificação total do óleo, pesar a massa de NaOH e adicionar um excesso de aproximadamente 20%;
6. Dissolver a massa de NaOH em 80 mL ou menos de água destilada e adicionar a solução alcalina ao balão de fundo redondo;
7. Colocar o balão com os reagentes sobre a manta de aquecimento e conectar o soxhlet. Em seguida, conectar o condensador ao soxhlet. Ligar a manta aquecedora, monitorando para evitar borbulhamento excessivo;
8. Quando o álcool evaporado começar a pingar dentro do soxhlet, iniciar a contagem de 2 horas;
9. Após 2 horas, despejar a solução final ainda quente em um béquer contendo uma barra magnética e colocar sobre o prato aquecedor por 2 horas para evaporar o álcool e a água;
10. Quando o volume final se aproximar de 175-200 mL, desligar o aquecedor e despejar imediatamente o sabão em uma bandeja. Deixar em um local seco para finalizar a evaporação do álcool e da água residuais;

11. Por fim, macerar o sabão em um pó fino utilizando um mortar e um pistilo (usar máscara durante o processo).

APÊNDICE E – Procedimento de medição da reologia no Fann 35A

O procedimento utilizado para a leitura das reologias é detalhado a seguir:

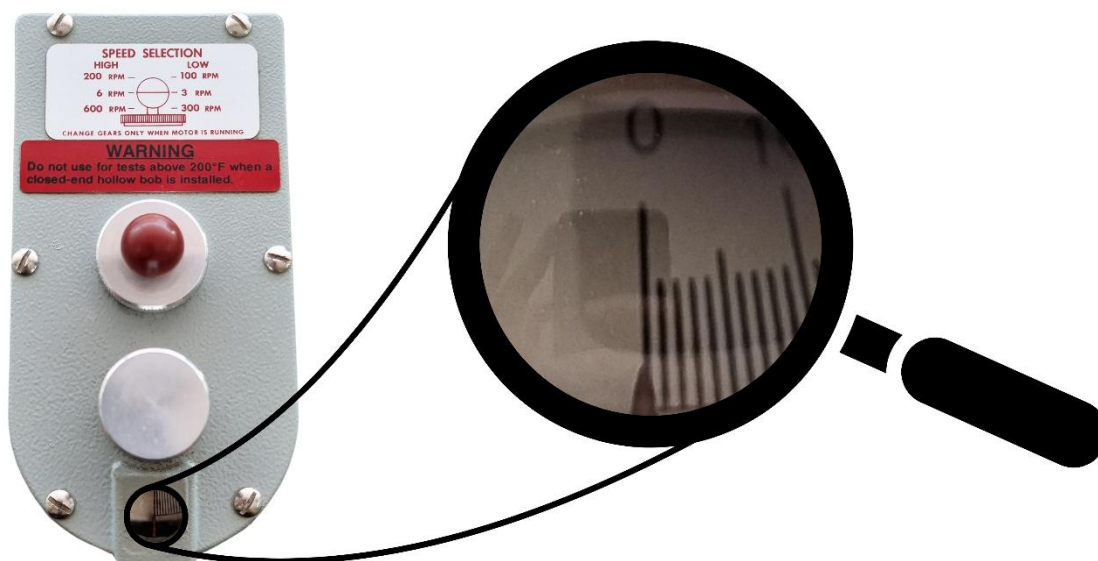
1. Preparação:

- a. Após 24 horas da formulação do fluido de perfuração, verifique a estabilidade do fluido, assegurando que não haja sedimentação de sólidos, separação de fases ou comportamento indesejado;
- b. Se a leitura da reologia for realizada em um fluido que foi refrigerado, coloque-o em banho-maria e misture-o continuamente com uma haste de vidro, monitorando a temperatura até que atinja a temperatura ambiente;
- c. Para os fluidos deste trabalho, transfira o fluido para um misturador convencional e misture em baixa rotação (~1500 rpm) por 15 minutos, garantindo a formação de um leve vórtice para evitar a formação de espuma. Para fluidos de perfuração que não espumam, agite-os por 15 minutos em um Hamilton Beach a 18000 rpm;
- d. Calibre um medidor de pH e meça o pH do fluido, garantindo que esteja entre 9-11. Se não estiver dentro desse intervalo, ajuste o pH.

2. Medição da Viscosidade:

- a. Encaixe o rotor no viscosímetro, garantindo que a trava esteja acionada;
- b. Despeje 350 mL do fluido de perfuração no copo do viscosímetro Fann 35A;
- c. Coloque o copo na base do viscosímetro e eleve o fluido até a profundidade de imersão adequada, indicada por uma linha gravada no rotor (aproximadamente entre os dois furos localizados na lateral do rotor);
- d. Usando a marcha de velocidade (Figura A.1) e a alavanca do motor, inicie as medições a partir da velocidade de 600 rpm, seguindo a seguinte programação: 600, 300, 200, 100, 6, 3, 6, 100, 200, 300, 600 rpm;
- e. Para cada configuração de velocidade, aguarde até que o ponteiro se estabilize em um valor, com um tempo mínimo de espera de 1 minuto;
- f. Se o ponteiro continuar se movendo, registre o valor mais alto que ele alcançar;
- g. Anote a leitura do ponteiro para cada velocidade antes de prosseguir para a próxima.

Figura E.1 – Parte superior do viscosímetro Fann 35A



3. Medição da Força de Gel:

- a. Após registrar os valores de tensão de cisalhamento em todas as velocidades, ajuste a velocidade para 600 rpm e aguarde 1 minuto;
- b. Em seguida, ajuste a velocidade para 3 rpm e desligue o viscosímetro;
- c. Aguarde 10 segundos e ligue o viscosímetro na configuração de 3 rpm, registrando a leitura máxima do ponteiro como a força gel inicial;
- d. Ajuste novamente a velocidade para 600 rpm e aguarde 1 minuto;
- e. Em seguida, ajuste a velocidade para 3 rpm novamente e desligue o viscosímetro;
- f. Aguarde 10 minutos e ligue o viscosímetro na configuração de 3 rpm, registrando a leitura máxima do ponteiro como a força gel final.

APÊNDICE F – Procedimento de filtração em baixa pressão e baixa temperatura

O procedimento completo para realização da filtração em baixa pressão e baixa temperatura (LPLT) segue:

1. Configuração do compressor:

- a. Ligue o compressor de gás e ajuste o regulador para atingir 150 psi. Certifique-se de que o manômetro de saída do compressor indique 100 psi (pressão do teste), mantendo assim uma constante de 100 psi na célula de filtração;
- b. Verifique se as válvulas da célula de filtração e de alívio estão fechadas (no posicionamento perpendicular à direção da linha da mangueira) durante a operação do compressor, a fim de evitar vazamento de ar comprimido.

2. Preparação do fluido:

- a. Se o fluido foi armazenado e resfriado, coloque-o em banho-maria, agitando com um bastão de vidro até que atinja a temperatura ambiente;
- b. Transfira o fluido de perfuração para um béquer e agite-o em um agitador a 1200 – 1800 rpm por 15 minutos;
- c. Misture o fluido em baixa rotação, formando um leve vórtice para evitar a formação de espuma.

3. Montagem da célula de filtração:

- a. Verifique se o tubo de drenagem, localizado no centro da base da célula de filtração, está devidamente rosqueado para evitar vazamentos durante o teste;
- b. Monte a célula de filtração organizando os seguintes itens a partir da seção inferior: borracha de vedação I, tela metálica, papel filtro, borracha de vedação II e corpo da célula;
- c. Fixe o corpo da célula girando-o até que o pino de tranca se encaixe na fenda, garantindo que o corpo não fique folgado;
- d. Verta 300 mL da amostra de fluido de perfuração na célula, feche-a colocando a tampa e rosqueie a manivela de segurança adequadamente.

4. Coleta do filtrado:

- a. Posicione um tubo de ensaio graduado sobre o suporte do tubo coletor, assegurando que esteja verticalmente centralizado com o tubo de drenagem;

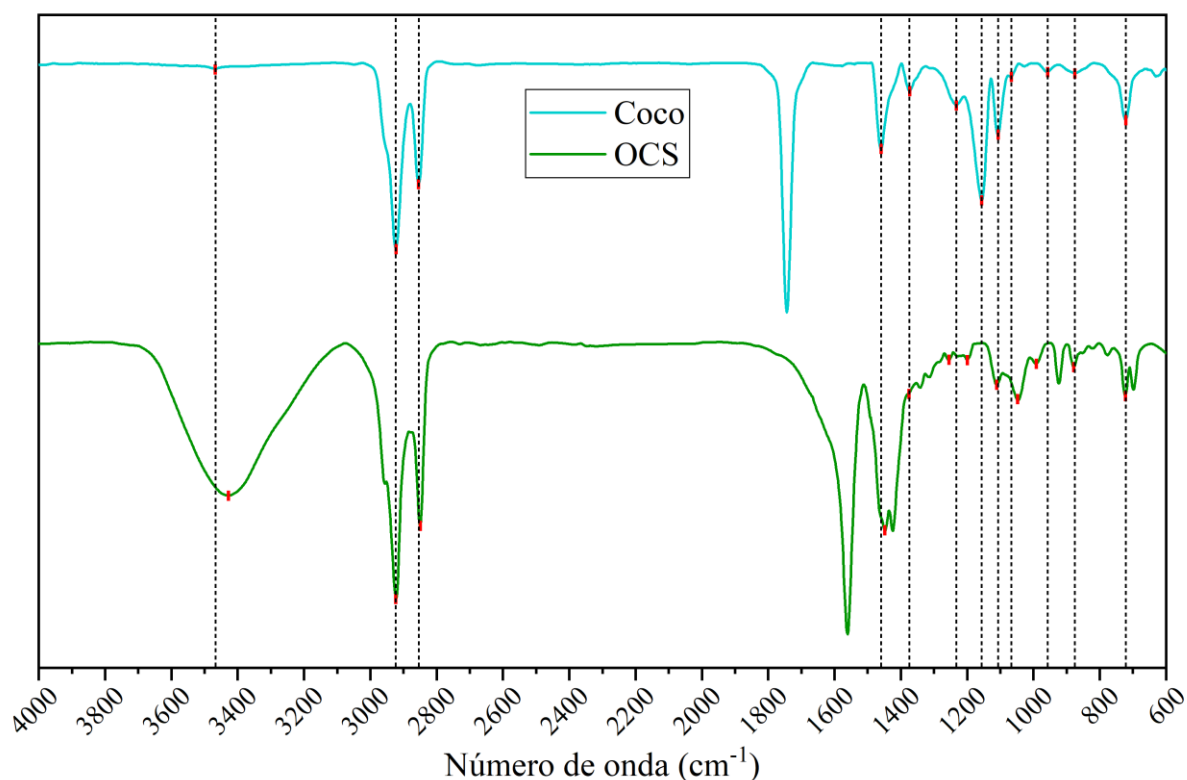
- b. Utilize um cronômetro para registrar o tempo do experimento (máx. 30 minutos) e um meio de registrar os volumes em função do tempo, especialmente os volumes coletados após 7,5 e 30 minutos;
 - c. Tenha tubos de ensaio graduados adicionais à disposição caso o volume do filtrado exceda a capacidade do cilindro inicialmente posicionado;
5. Início da filtração:
- a. Abra a válvula da célula para iniciar o processo de filtração e inicie a contagem do tempo por 30 minutos;
 - b. Ao final dos 30 minutos, remova o cilindro graduado e despeje seu conteúdo em um tubo Falcon para armazenamento;
 - c. Feche a válvula da célula e abra a válvula de alívio para liberar o gás contido dentro do corpo da célula;
 - d. Desrosqueie a manivela de segurança e remova a tampa da célula;
 - e. Despeje a lama de volta no béquer e remova cuidadosamente o corpo da célula.
6. Manuseio do papel de filtro e do reboco:
- a. Usando uma pinça, remova a borracha de vedação II, que está localizada sobre o papel filtro;
 - b. Retire cuidadosamente o papel de filtro posicionada sobre a tela metálica e, com o papel de filtro e reboco repousando em sua mão, derrame água destilada suavemente sobre o reboco para remover o excesso de fluido de perfuração;
 - c. Coloque o papel filtro em uma área seca para permitir que o reboco seque parcialmente antes de prosseguir para a medição da espessura.
7. Medição da espessura do reboco:
- a. Coloque o papel filtro entre duas placas de vidro de dimensões conhecidas;
 - b. Utilizando um paquímetro, meça a espessura combinada de ambas as placas de vidro e do reboco em todos os quadrantes do sistema;
 - c. Calcule a espessura média do reboco a partir da média aritmética das medições.

APÊNDICE G – Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) do OCS e dos óleos de coco e pinho

A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR) foi aplicada para obtenção do espectro de infravermelho dos óleos de coco e pinho e do OCS produzido, utilizando um espectrômetro FTIR SHIMADZU, modelo IRPrestige-21, do Laboratório de Combustíveis e Materiais (LACOM) DQ-UFPB. A análise dos óleos de coco e pinho foram realizadas por meio da técnica de reflexão atenuada total (ATR). A técnica de pastilha de KBr foi utilizada para o OCS. A aquisição dos espectros ocorreu na faixa de 4000 a 600 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} e 20 acumulações.

A análise dos grupos funcionais das amostras de óleo de coco e OCS é apresentada na Figura G.1, que exibe os espectros de infravermelho de ambas as amostras em um único gráfico.

Figura G.1 – Espectros de infravermelho do óleo de coco e do OCS



Através da análise das regiões dos espectros, observa-se a presença das seguintes bandas e suas correspondentes identificações presentes em ambas amostras (Tabela G.1):

Tabela G.1 – Lista de bandas observadas em ambos os espectros de infravermelho do óleo de coco e do OCS

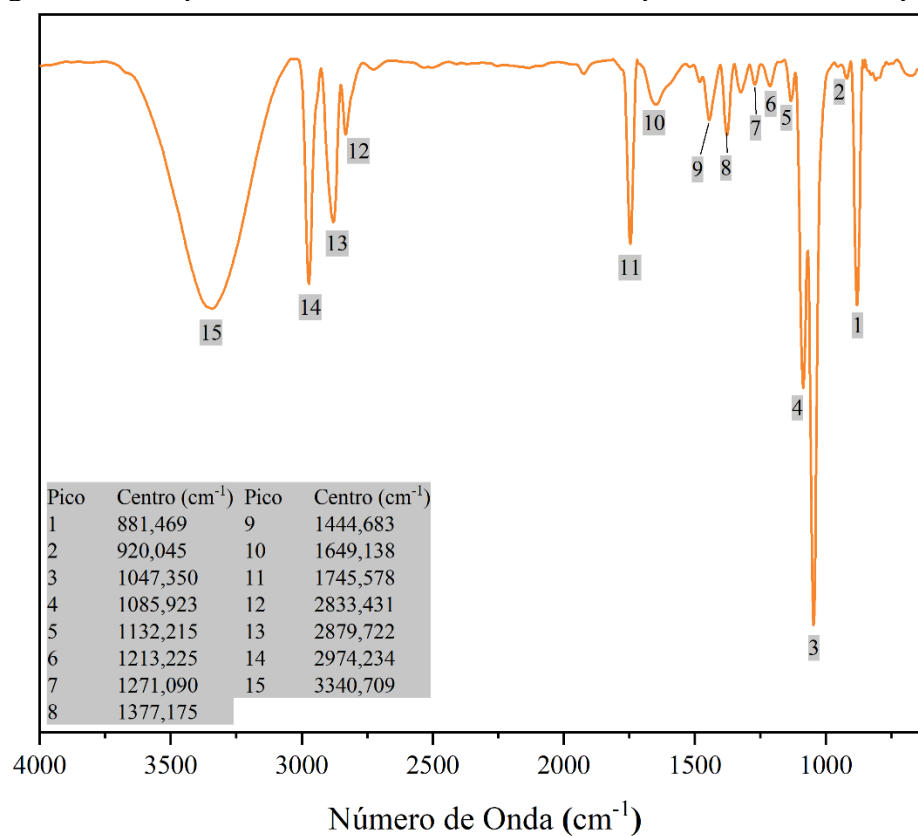
Bandas (cm ⁻¹)		Descrições das Bandas	
Óleo de Coco	OCS	Ligação	Referências
723,3	723,3	Dobramento angular de metileno (4xCH ₂)	(PAVIA et al., 2015)
875,7	877,6	Vibração de oscilação =CH no plano	(GANDHI et al., 2022)
958,6	993,3	Dobramento C–H da dupla ligação trans	(HANRY et al., 2022; PAVIA et al., 2015)
1066,6	1045,4	Ligação C–O–C (alifática)	(PAVIA et al., 2015)
1107,1	1111,0	Estiramento C–O de ésteres	(GANDHI et al., 2022)
1155,4	1199,7	Estiramento C–O em HC–O–(C=O) de ésteres	(BRANDÃO et al., 2021; GANDHI et al., 2022)
1234,4	1255,7	Estiramento C–O no grupo éster O–C(=O)–CH ₃	(PAVIA et al., 2015; YUNUS, FEN e YEE, 2009)
1373,3	1369,5	Dobramento angular do metil (CH ₃)	
1460,1	1446,6	Dobramento angular de metileno (CH ₂)	
2854,6	2850,8	Estiramento axial simétrico (CH ₂)	
2924,1	2922,2	Estiramento axial assimétrico (CH ₂)	
3469,9	3427,5	Estiramento O–H da água	

Observa-se, por meio da listagem apresentada na Tabela G.1, características de grupos funcionais típicos de ácidos graxos, tanto na região apolar (cadeias carbônicas) quanto na porção polar (sal de ácido carboxílico, característico do sabão). Além disso, nota-se a presença de diversos picos associados a ésteres, os quais são característicos dos ácidos graxos e aparecem em bandas próximas às regiões detectadas no óleo de coco, ainda presentes no OCS.

No OCS, também foram identificadas bandas em 923,9 cm⁻¹, correspondentes ao dobramento de ligações O–H, o que sugere a presença de glicerina, uma vez que essa banda está localizada na região de impressão digital da amostra (DANISH et al., 2015). Além disso, foram observadas bandas em 1423,5 cm⁻¹ e 1560,4 cm⁻¹, características de estruturas de sabão (DANISH et al., 2015; HANRY et al., 2022). Por fim, em 2956,9 cm⁻¹, verifica-se o estiramento axial assimétrico de grupos CH₃ (PAVIA et al., 2015).

A análise dos grupos funcionais da amostra de óleo de pinho e é apresentada na Figura G.2.

Figura G.2 – Espectro de infravermelho do óleo de pinho com lista dos picos



Através da análise das regiões do espectro, observa-se a presença das seguintes bandas e suas correspondentes identificações (Tabela G.2):

Tabela G.2 – Lista de bandas observadas no espectro de infravermelho do óleo de pinho

Bandas (cm ⁻¹)	Descrição das Bandas	Referências
881,5	Vibração de deformação =CH no plano	(GANDHI et al., 2022)
920,0	Dobramento O–H	(DANISH et al., 2015)
1047,3	Estiramento (C–O) de álcool saturado	(PAVIA et al., 2015)
1085,9	Ligação C–O–C (alifática)	(HANRY et al., 2022)
1132,2	Estiramento (C–O) de ésteres	(PAVIA et al., 2015)
1213,2	Estiramento (C–O) em HC–O–(C=O) de éster	(GANDHI et al., 2022)
1271,1	Estiramento (C–O) no grupo éster O–C(=O)–CH ₃	(BRANDÃO et al., 2021; GANDHI et al., 2022)
1377,2	Dobramento angular metil (CH ₃)	(PAVIA et al., 2015; YUNUS, FEN e YEE, 2009)
1444,7	Dobramento C–H	(DANISH et al., 2015)
1649,1	Estiramento C=C	(PRADHITA, MASRURI e RAHMAN, 2015)
1745,6	Estiramento (C=O) de aldeído	
2833,4	Estiramento axial simétrico (CH ₂)	(PAVIA et al., 2015)
2879,7		
2974,2	Estiramento axial assimétrico (=CH)	
3340,7	Estiramento O–H da água ou grupo funcional álcool	(YUNUS, FEN e YEE, 2009)

Diferentemente do óleo de coco, o óleo de pinho é predominantemente composto por terpenos, os quais contêm grupos funcionais álcool e éster, além de estruturas cíclicas insaturadas, incluindo compostos aromáticos (DORNA et al., 2021). A análise das bandas espectrais do óleo de pinho revela ligações características desses compostos, como a banda em 1649,1 cm⁻¹, associada à ligação dupla de um ciclo-hexano, possivelmente pertencente ao α -terpineol ou limoneno. Além disso, a presença simultânea das bandas em 2833,4 cm⁻¹, 2879,7 cm⁻¹ e 2974,2 cm⁻¹ é característica do α -terpineol, principal constituinte do óleo de pinho (ZHANG et al., 2023).

REFERÊNCIAS:

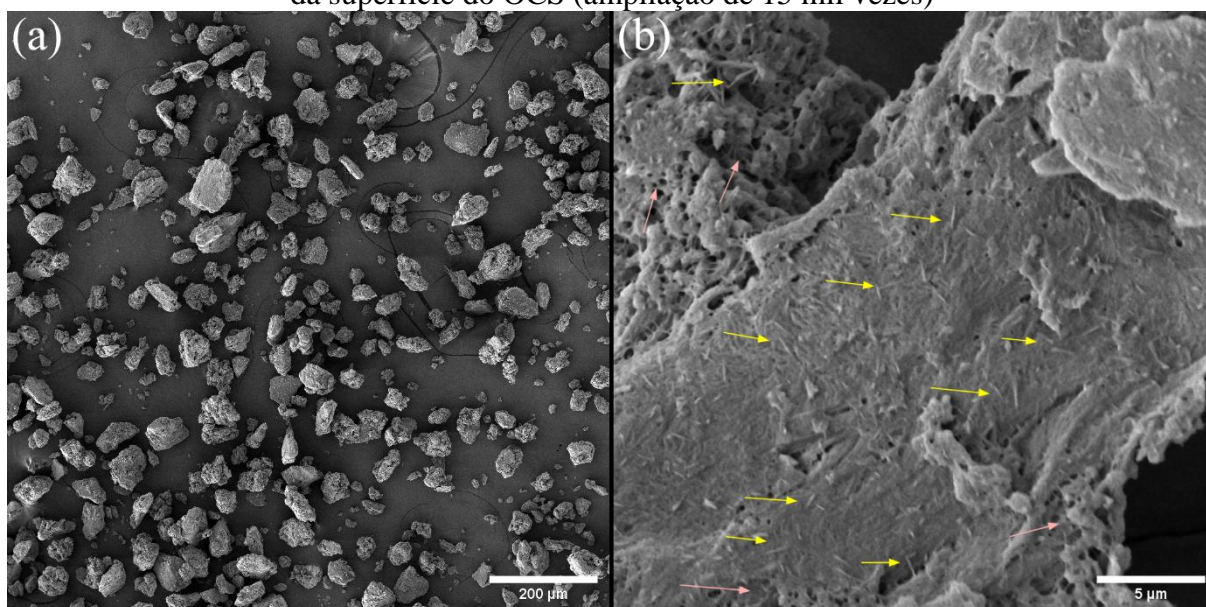
- BRANDÃO, Ruana D.; DE FREITAS JÚNIOR, Antônio M.; OLIVEIRA, Silvia C.; SUAREZ, Paulo A. Z.; PRAUCHNER, Marcos J. The conversion of coconut oil into hydrocarbons within the chain length range of jet fuel. **Biomass Conversion and Biorefinery**, [S. l.], v. 11, n. 3, p. 837–847, 2021. ISSN: 21906823. DOI: 10.1007/s13399-020-01046-9.
- DANISH, Muhammad; UMER RASHID, Ts; MAI SCI, Chiang J.; WASEEM MUMTAZ, Muhammad; FAKHAR, Mahpara; RASHID, Umer. Response Surface Methodology: An Imperative Tool for the Optimized Purification of the Residual Glycerol from Biodiesel Production. Chiang Mai **J. Sci**, [S. l.], v. 43, n. X, p. 1–13, 2015.
- DORNA, Hanna; SZOPIŃSKA, Dorota; ROSIŃSKA, Agnieszka; GÓRSKI, Romuald. Chemical composition of fir, pine and thyme essential oils and their effect on onion (*Allium cepa* L.) seed quality. **Agronomy**, [S. l.], v. 11, n. 12, p. 2445, 2021. ISSN: 20734395. DOI: 10.3390/agronomy11122445.
- GANDHI, Kamal; SHARMA, Rajan; SETH, Raman; MANN, Bimlesh. Detection of coconut oil in ghee using ATR-FTIR and chemometrics. **Applied Food Research**, [S. l.], v. 2, n. 1, 2022. ISSN: 27725022. DOI: 10.1016/j.afres.2021.100035.
- HANRY, E. L.; REDZWAN, N. F. M.; BADEGES, N. F. A. K.; SURUGAU, N. Characterization of biofilms developed from alginate extracted from *Padina* sp. incorporated with calcium chloride (CaCl₂). Em: **JOURNAL OF PHYSICS: CONFERENCE SERIES 2022**, Virtual. Anais [...]. Virtual: IOP Publishing, 2022 p. 2314. ISSN: 17426596. DOI: 10.1088/1742-6596/2314/1/012022.
- PAVIA, Donald L.; LAMPMAN, Gary M.; KRIZ, George S.; VYVYAN, James R. Introduction to Spectroscopy. 5. ed., Stanford, USA: Cengage Learning, 2015.
- PRADHITA, Merry; MASRURI, Asruri; RAHMAN, Mohammad Farid. Study catalytic oxidation of α -pinene using hydrogen peroxide-iron(III) chloride. Em: **INTERNATIONAL CONFERENCE ON SCIENCE AND SCIENCE EDUCATION 2015**, Salatiga, Indonesia. Anais [...]. Salatiga, Indonesia
- YUNUS, W. Mahmood Mat; FEN, Yap Wing; YEE, Lim Mei. Refractive index and fourier transform infrared spectra of virgin coconut oil and virgin olive oil. **American Journal of Applied Sciences**, [S. l.], v. 6, n. 2, p. 328–331, 2009. ISSN: 15543641. DOI: 10.3844/ajas.2009.328.331.
- ZHANG, Xian; ZHANG, Luyun; ZHENG, Dan; XIA, Zhenzhen; PENG, Maomin; SUN, Danling; HU, Xizhou; PENG, Xitian. A Natural Monoterpene Enol for Dispersive Liquid–Liquid Microextraction Based on Solidification of Floating Organic Droplets for Determination of Benzophenone Compounds in Water Samples. **Separations**, [S. l.], v. 10, n. 1, 2023. ISSN: 22978739. DOI: 10.3390/separations10010001.

APÊNDICE H – Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) do OCS e das tortas de filtro

A morfologia das partículas de OCS foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando um microscópio TESCAN, modelo VEGA4 LMS, LAMAB-UFPB. As micrografias foram obtidas após dispersão das partículas secas peneiradas em malha metálica de 200# em um *stub* coberto com fita de carbono, seguido pela deposição de uma fina camada de ouro nas amostras. A captura das imagens ocorreu com intensidade de 5 kV.

As micrografias obtidas estão apresentadas na Figura H.1.

Figura H.1 – Micrografias das (a) partículas de OCS (ampliação 250 vezes) e (b) morfologia da superfície do OCS (ampliação de 15 mil vezes)



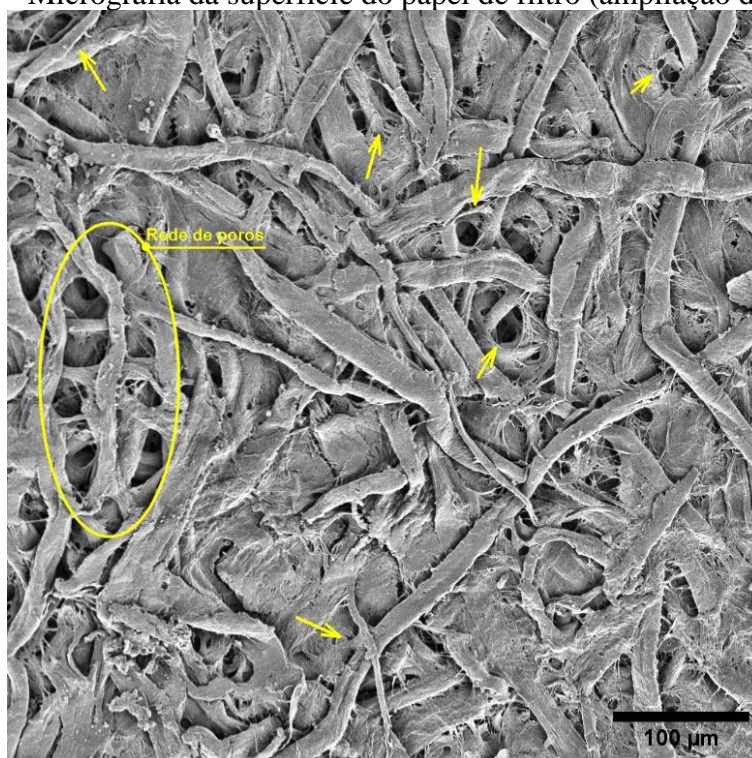
Previamente à análise de MEV, o OCS foi seco à 50 °C em uma estufa, por 24 horas, para garantir a evaporação completa da umidade. Após seco, o OCS foi triturado em finas partículas. Uma amostra do OCS foi peneirada em peneira de 200#, produzindo as partículas observadas na micrografia da Figura H.1a, que possui magnitude de ampliação de 250 vezes. Com o intuito de examinar a morfologia dessas partículas em maior detalhe, utilizou-se um aumento de 15 mil vezes no microscópio, resultando na micrografia da Figura H.1b. Nessa imagem, é possível observar cristais com formato acicular formados na superfície das partículas, indicados pelas setas amarelas. Durante o processo de síntese, a evaporação do etanol aumenta a concentração de OCS na solução. Com o resfriamento da solução, o OCS precipita,

originando cristais e estruturas ramificadas. Essas estruturas, destacadas pelas setas em rosa claro, sugerem a formação de redes complexas e interações intermoleculares fortes.

A morfologia do papel de filtro e das tortas de filtro produzidas pelos fluidos de perfuração em LPLT foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando um microscópio TESCAN, modelo VEGA4 LMS, LAMAB-UFPB. As micrografias foram obtidas após dispersão das partículas secas peneiradas em malha metálica de 200# em um *stub* coberto com fita de carbono, seguido pela deposição de uma fina camada de ouro nas amostras. A captura das imagens ocorreu com intensidade de 5 kV.

A análise morfológica das tortas de filtro permite examinar as estruturas formadas tanto na superfície do filtro quanto em camadas mais profundas. A Figura H.2 apresenta a micrografia (magnitude de ampliação de 500 vezes) de um recorte do papel de filtro especial da Fann utilizado nos ensaios de filtração LPLT.

Figura H.2 – Micrografia da superfície do papel de filtro (ampliação de 500 vezes)

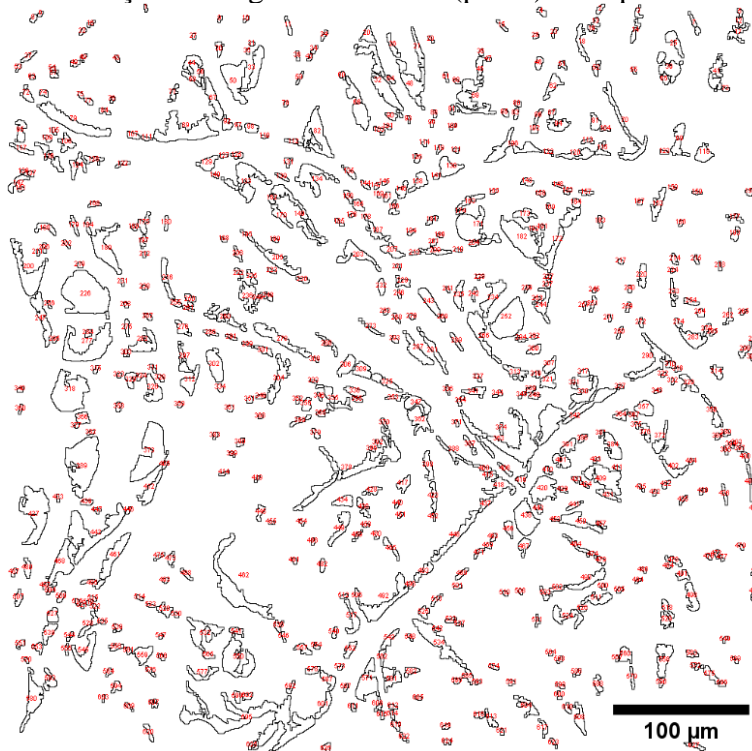


A imagem revela a morfologia dos línteres de algodão entrelaçados, típicos deste tipo de papel, cuja principal função é a retenção de partículas com diâmetros entre 2 e 5 μm (LASHKARI, TABATABAEI-NEZHAD e HUSEIN, 2021). Observa-se, uma alta concentração de poros interconectados em camadas profundas, destacada pela elipse amarela,

além de regiões de porosidade mais dispersa, indicadas por setas, contribuindo para uma eficiência de filtração variável ao longo do papel.

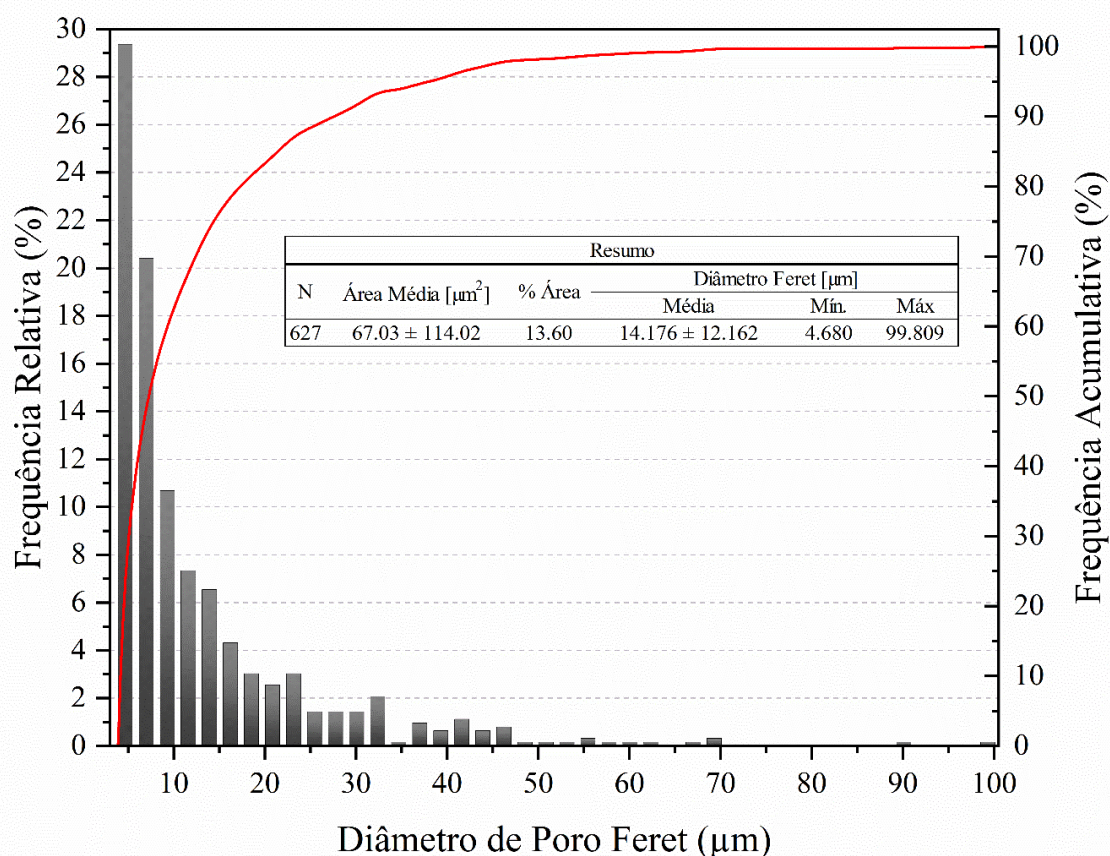
Para quantificar essas regiões porosas, utilizou-se o software Fiji ImageJ, amplamente empregado na análise morfológica de imagens digitais (RUEDEN et al., 2017; SCHINDELIN et al., 2012). Para evitar interferências, o processamento da imagem excluiu áreas pixeladas escuras inferiores a $10 \mu\text{m}^2$, evitando a contagem de artefatos que poderiam ser erroneamente identificados como poros, como fendas resultantes de relevo. Após o processamento, foram identificadas 627 regiões distintas, e seus respectivos diâmetros e áreas foram calculados. A Figura H.3. ilustra essas regiões porosas, e para a medição de diâmetro foi utilizado o diâmetro de partícula de Feret, adequado para quantificação de tamanhos irregulares em partículas e poros (BRESCH et al., 2022; DRAŽIĆ, SLADOJE e LINDBLAD, 2016; LOURENÇO et al., 2015).

Figura H.3 – Identificação das regiões de vazios (poros) na superfície do papel de filtro



O histograma na Figura H.4 mostra a distribuição do tamanho dos poros do papel de filtro.

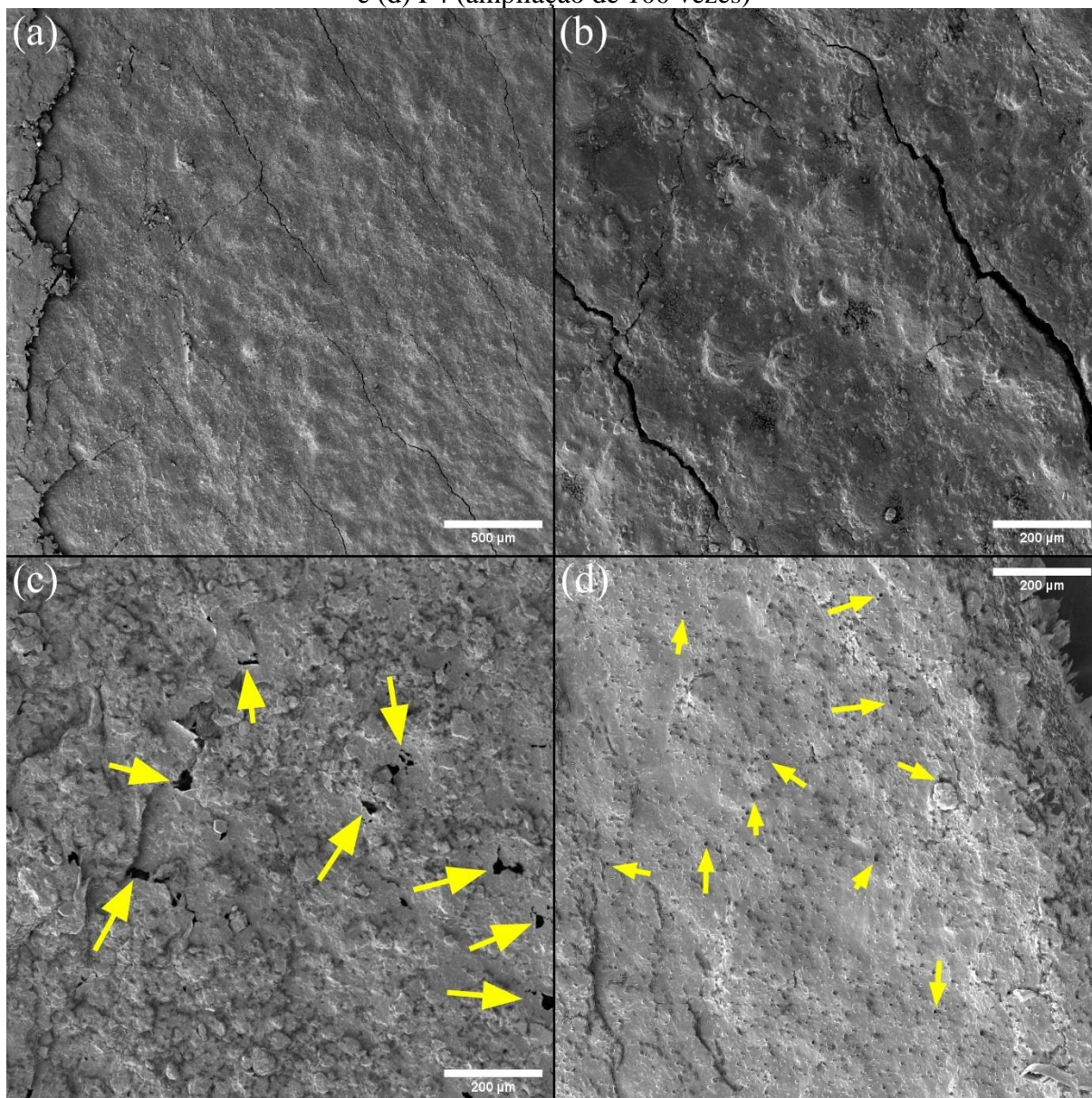
Figura H.4 – Gráfico de distribuição de tamanho de poros Feret do papel de filtro



Observa-se que 50% das regiões apresentam poros menores que 7 μm , enquanto 90% possuem diâmetro inferior a 27,8 μm . Este perfil evidencia uma predominância de poros pequenos, refletindo a eficiência do papel de filtro na retenção de partículas de pequeno diâmetro. A análise indica que, aproximadamente, 13,6% da área total do papel é ocupada por poros, com um diâmetro médio de $14,176 \pm 12,162 \mu\text{m}$. O desvio padrão elevado revela uma grande variabilidade no tamanho dos poros, com valores extremos entre 4,680 μm e 99,809 μm .

As micrografias das tortas de filtro formadas durante os ensaios de filtração LPLT estão apresentadas na Figura H.5, com ampliação de 100 vezes, correspondendo aos fluidos (a) F1, (b) F2, (c) F3 e (d) F4. As imagens foram obtidas a partir de amostras das bordas do papel de filtro para minimizar perturbações na estrutura das tortas de filtro.

Figura H.5 – Micrografias das superfícies das tortas de filtro dos fluidos (a) F1, (b) F2, (c) F3 e (d) F4 (ampliação de 100 vezes)



As rachaduras observadas nas micrografias Figura H.5a e Figura H.5b são atribuídas ao manuseio das tortas secas e ao processo de secagem, que pode fragilizar as estruturas devido ao ressecamento dos polímeros. O descolamento parcial da torta de filtro do papel de filtro pode também ter contribuído para o surgimento dessas fissuras, destacando a necessidade de um controle rigoroso durante a secagem para evitar degradações mecânicas.

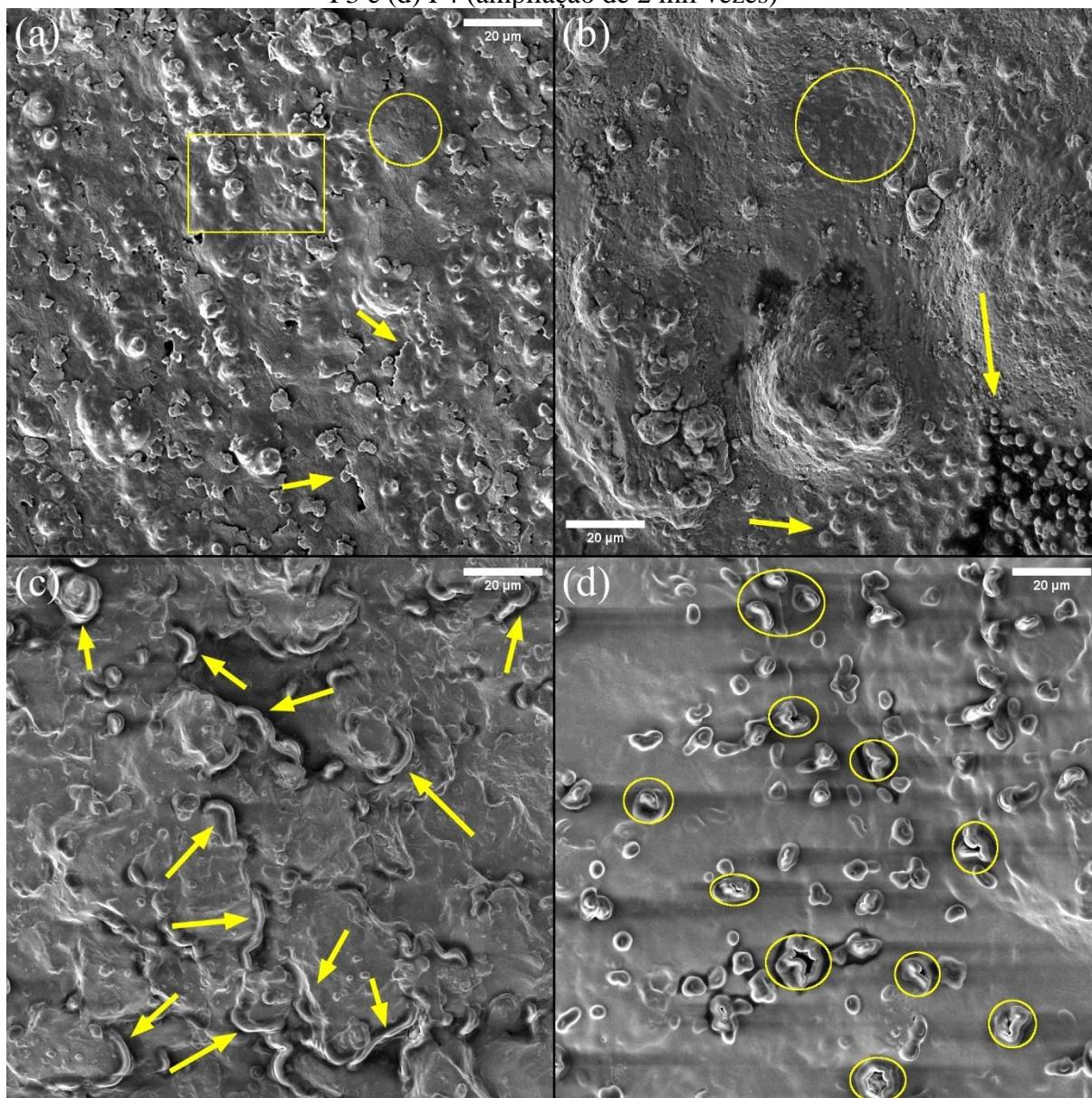
As tortas de filtro F1 e F2 exibem superfícies homogêneas e bem seladas, sem poros aparentes, sugerindo uma compactação eficiente e baixa permeabilidade, o que se alinha com os baixos volumes de filtrado observados nos ensaios. Esta compactação eficiente está

possivelmente relacionada à interação eficaz das emulsões com polímeros e sólidos, formando uma camada uniforme e compacta.

A torta de filtro do fluido F3 (Figura H.5c) mostra uma distribuição de poros mais visível, indicando uma estrutura menos densa e, possivelmente, explicando o maior volume de filtrado observado para este fluido em comparação com F1 e F2. Já a torta de filtro do fluido F4 (Figura H.5d) exibe poros de menor diâmetro, o que também pode influenciar em um volume de filtrado maior.

Micrografias de aproximação das mesmas regiões da Figura H.5 foram obtidas com uma resolução de 20 μm e ampliação de 2 mil vezes, e estão representadas na Figura H.6, detalhando as superfícies das tortas de filtro dos fluidos (a) F1, (b) F2, (c) F3 e (d) F4.

Figura H.6 – Aproximações das superfícies das tortas de filtro dos fluidos (a) F1, (b) F2, (c) F3 e (d) F4 (ampliação de 2 mil vezes)



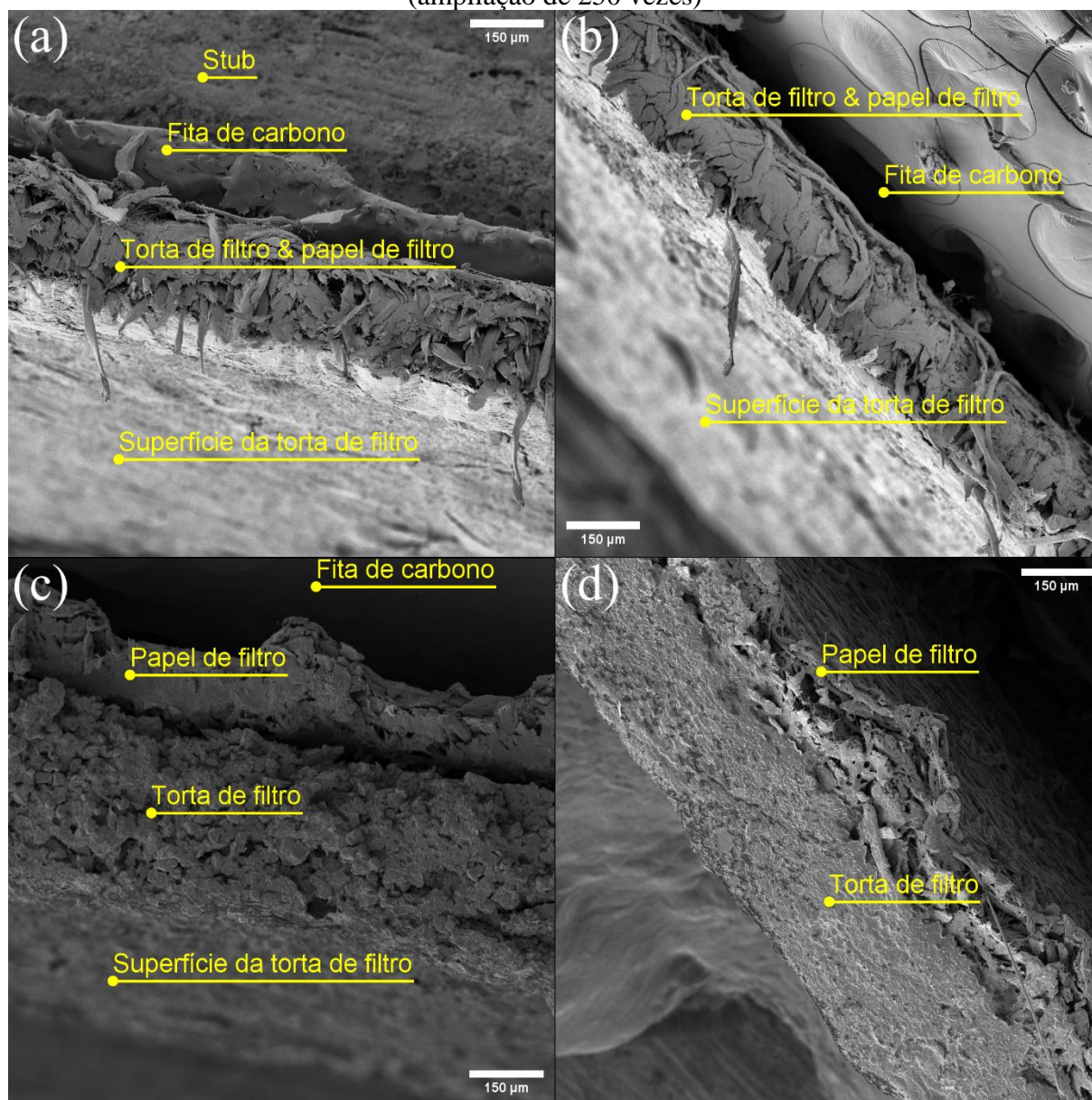
Na Figura H.6a, a torta de filtro do fluido F1 apresenta uma superfície com descamações uniformemente distribuídas. Regiões mais uniformes, como a destacada por uma elipse amarela, e áreas contendo partículas, possivelmente cristais de calcita revestidos com polissacarídeos, promovem uma selagem eficaz. A Figura H.6b, correspondente ao fluido F2, revela predominância de áreas uniformes, sem descamações, onde partículas de CaCO_3 , revestidas por polímeros como GX e CMC, reforçam a capacidade de selagem.

As micrografias das tortas produzidas pelos fluidos de base óleo de coco, nas Figura H.6c e Figura H.6d, exibem uma superfície rugosa. A Figura H.6d evidencia uma quantidade significativa de porosidade (elipses amarelas), mas os poros são menores do que os vistos na

Figura H.5c, possivelmente justificando o maior volume de filtrado observado no fluido F3 em comparação ao F4. Rugosidade e porosidade são aspectos críticos na análise de permeabilidade e retenção de filtrado (HENNEMANN, GASTL e BECKER, 2021).

Para uma observação das camadas mais profundas, micrografias transversais foram produzidas a partir de recortes das tortas de filtro, um método destrutivo, porém necessário devido à adesão das tortas ao papel de filtro. A Figura H.7 mostra as seções transversais das tortas de filtro dos 4 fluidos, com ampliação de 250 vezes.

Figura H.7 – Seções transversais das tortas de filtro dos fluidos (a) F1, (b) F2, (c) F3 e (d) F4 (ampliação de 250 vezes)



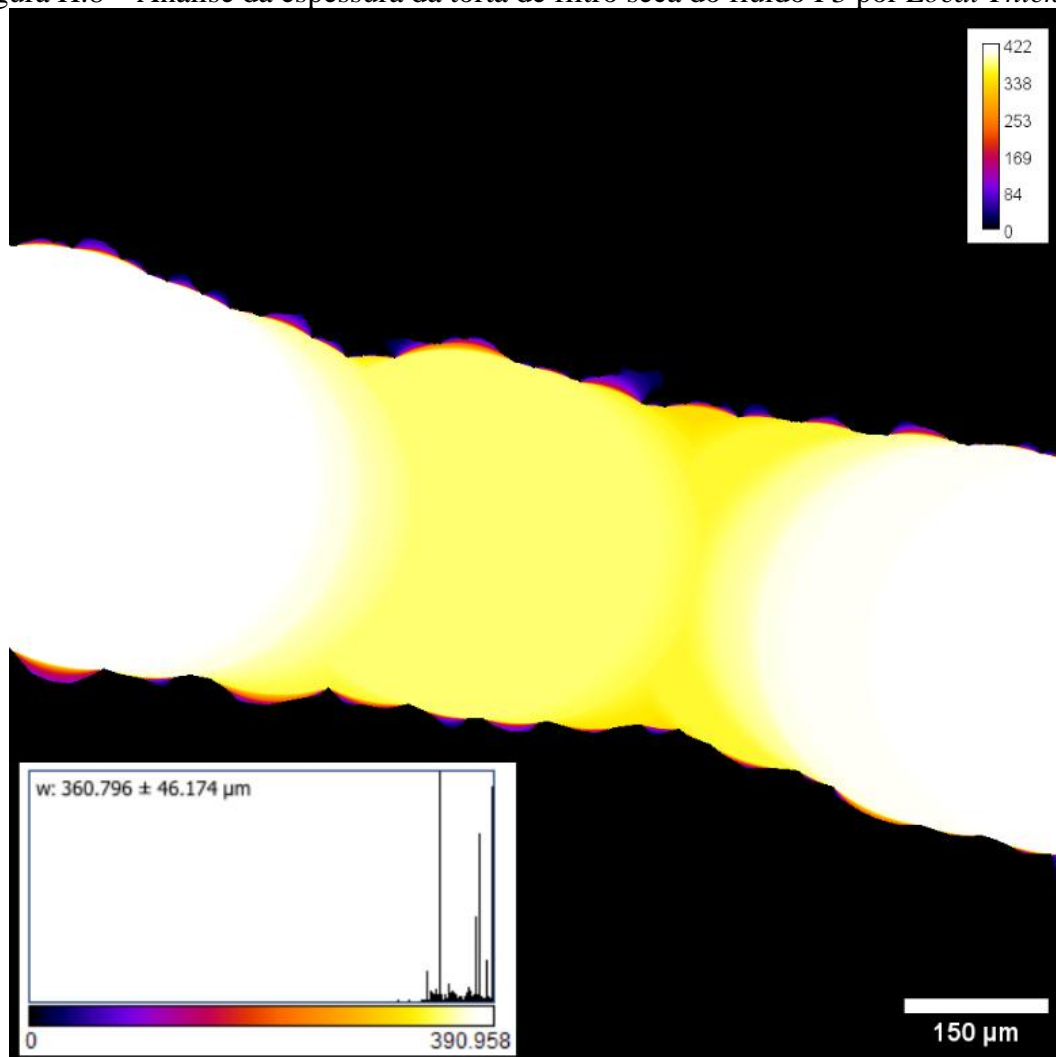
As micrografias das seções transversais dos fluidos F1 e F2 não produziram uma visualização clara das áreas de interesse devido à obstrução de fibras do papel de filtro que foram perturbadas durante o recorte da amostra. Por outro lado, as micrografias das tortas dos fluidos F3 e F4 permitem distinguir a separação entre a torta de filtro e o papel. A seção do fluido F4, entretanto, não revelou as camadas internas do reboco, possivelmente devido à flexibilidade da superfície que recobriu essas áreas durante o recorte, inviabilizando sua análise.

A micrografia transversal da torta do fluido F3, ilustrada na Figura H.7c, permite a análise da disposição dos sólidos em camadas mais profundas.

A Figura H.7c, mostra a seção transversal da torta de filtro no centro da imagem, com a superfície da torta abaixo e o papel de filtro acima, junto com a fita de carbono usada para fixação. Cristais de calcita, identificados por suas formas romboédricas irregulares, são visíveis e distribuídos uniformemente no reboco, o que, junto às estruturas poliméricas, contribui para uma selagem eficaz e baixo volume de filtrado (AL OMARI et al., 2016; FENG, 2011; WANG et al., 2012). Alguns estudos sugerem a existência de gradientes de densidade no reboco, o que não foi observado nesta imagem (ELKATATNY, MAHMOUD e NASR-EL-DIN, 2012).

Para a análise da espessura da torta de filtro, utilizou-se a ferramenta *Local Thickness* no software Fiji ImageJ, permitindo uma avaliação precisa das variações de espessura (DOUGHERTY e KUNZELMANN, 2007). A Figura H.8 ilustra o resultado dessa análise.

Figura H.8 – Análise da espessura da torta de filtro seca do fluido F3 por *Local Thickness*



A Figura H.8 apresenta um mapa de calor que indica a espessura local da torta. A barra de calibração, localizada no canto superior direito e expressa em micrômetros, auxilia na interpretação dos valores. apresenta o mapa de calor da espessura, e o histograma revela uma espessura média de $360,8 \pm 46,2 \mu\text{m}$, com variação de, aproximadamente, $\pm 12,8\%$ ao longo da amostra.

REFERÊNCIAS:

AL OMARI, M. M. H.; RASHID, I. S.; QINNA, N. A.; JABER, A. M.; BADWAN, A. A. Calcium carbonate. Em: BRITTAIN, Harry G. (org.). **Profiles of drug substances, excipients and related methodology**. New Jersey, USA: Academic Press, 2016. v. 48. p. 31–132. DOI: 10.1016/bs.podrm.2015.11.003.

BRESCH, Harald; HODOROABA, Vasile Dan; SCHMIDT, Alexandra; RASMUSSEN, Kirsten; RAUSCHER, Hubert. Counting Small Particles in Electron Microscopy Images—

Proposal for Rules and Their Application in Practice. **Nanomaterials**, [S. l.], v. 12, n. 13, p. 2238, 2022. ISSN: 20794991. DOI: 10.3390/nano12132238.

DOUGHERTY, R.; KUNZELMANN, K. H. Computing Local Thickness of 3D Structures with ImageJ. **Microscopy and Microanalysis**, [S. l.], v. 13, n. S02, p. 1678–1679, 2007. ISSN: 1431-9276. DOI: 10.1017/s1431927607074430.

DRAŽIĆ, Slobodan; SLADOJE, Nataša; LINDBLAD, Joakim. Estimation of Feret's diameter from pixel coverage representation of a shape. **Pattern Recognition Letters**, [S. l.], v. 80, p. 37–45, 2016. ISSN: 01678655. DOI: 10.1016/j.patrec.2016.04.021.

ELKATATNY, S. M.; MAHMOUD, M. A.; NASR-EL-DIN, H. A. Characterization of filter cake generated by water-based drilling fluids using CT scan. **SPE Drilling and Completion**, [S. l.], v. 27, n. 2, p. 282–293, 2012. ISSN: 10646671. DOI: 10.2118/144098-PA.

FENG, Qingling. Principles of calcium-based biomineralization. Em: MÜLLER, Werner E. G. (org.). **Molecular Biomineralization - Aquatic Organisms Forming Extraordinary Materials**. 1. ed., Berlin, Heidelberg: Springer, 2011. v. 52. p. 141–197. ISSN: 00796484. DOI: 10.1007/978-3-642-21230-7_6.

HENNEMANN, Martin; GASTL, Martina; BECKER, Thomas. Optical method for porosity determination to prove the stamp effect in filter cakes. **Journal of Food Engineering**, [S. l.], v. 293, p. 110405, 2021. ISSN: 02608774. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2020.110405.

LASHKARI, Reza; TABATABAEI-NEZHAD, Seyyed Alireza; HUSEIN, Maen M. Shape Memory Polyurethane as a Drilling Fluid Lost Circulation Material. **Macromolecular Materials and Engineering**, [S. l.], v. 306, n. 11, p. 2100354, 2021. ISSN: 14392054. DOI: 10.1002/mame.202100354.

LOURENÇO, S. D. N.; WOCHÉ, S. K.; BACHMANN, J.; SAULICK, Y. Wettability of crushed air-dried minerals. **Geotechnique Letters**, [S. l.], v. 5, n. 3, p. 173–177, 2015. ISSN: 20452543. DOI: 10.1680/jgele.15.00075.

RUEDEN, Curtis T.; SCHINDELIN, Johannes; HINER, Mark C.; DEZONIA, Barry E.; WALTER, Alison E.; ARENA, Ellen T.; ELICEIRI, Kevin W. ImageJ2: ImageJ for the next generation of scientific image data. **BMC Bioinformatics**, [S. l.], v. 18, n. 1, p. 529, 2017. ISSN: 14712105. DOI: 10.1186/s12859-017-1934-z.

SCHINDELIN, Johannes et al. Fiji: An open-source platform for biological-image analysis. **Nature Methods**, [S. l.], v. 9, n. 7, p. 676–682, 2012. ISSN: 15487091. DOI: 10.1038/nmeth.2019.

WANG, Xiluan; BAI, Hua; JIA, Yuying; ZHI, Linjie; QU, Liangti; XU, Yuxi; LI, Chun; SHI, Gaoquan. Synthesis of CaCO₃/graphene composite crystals for ultra-strong structural materials. **RSC Advances**, [S. l.], v. 2, n. 5, p. 2154–2160, 2012. ISSN: 20462069. DOI: 10.1039/c2ra00765g.

APÊNDICE I – Dados da determinação da concentração micelar crítica do OCS

Tabela I.1 – Dados completos das concentrações obtidas por diluição e suas respectivas tensões superficiais para os ensaios em duplicata da concentração micelar crítica (C.M.C.) de OCS em água destilada

Ensaio de C.M.C. de OCS em Água Destilada					
C_f^1 [g/L]	C_f^2 [g/L]	Tensão Superficial [dyn/cm]			
		Ensaio 1		Ensaio 2	
		Média	Desvio Padrão	Média	Desvio Padrão
5,16	5,11	38,35	0,15	38,50	0,30
4,55	4,51	38,85	0,15	38,65	0,15
4,07	4,03	39,45	0,15	39,30	0,10
3,60	3,57	40,65	0,05	40,45	0,05
3,10	3,07	41,95	0,05	41,65	0,05
2,81	2,79	43,25	0,05	43,00	0,10
2,58	2,56	43,65	0,05	44,10	0,10
2,31	2,29	45,75	0,15	45,60	0,10
2,06	2,04	47,50	0,00	47,25	0,05
1,82	1,80	49,05	0,15	48,90	0,00
1,63	1,61	50,65	0,05	50,65	0,05
1,40	1,38	52,65	0,05	52,45	0,05
1,22	1,21	54,20	0,10	54,95	0,05
1,09	1,08	56,50	0,10	56,65	0,05
0,89	0,88	58,95	0,05	59,20	0,10
0,70	0,69	62,50	0,20	62,10	0,20
0,54	0,54	64,60	0,10	65,40	0,10
0,41	0,40	66,65	0,15	67,20	0,40
0,27	0,27	69,30	0,10	69,55	0,05
0,18	0,18	70,45	0,15	70,60	0,20
0,00	0,00	72,10	0,00	72,10	0,00

C_f^1 - concentração após diluição do ensaio 1, C_f^2 - concentração após diluição do ensaio 2 e dyn/cm – dina por centímetro

Tabela I.2 – Dados do cálculo da C.M.C. do ensaio 1 em água destilada

Cálculo da C.M.C. em Água Destilada - Ensaio 1						
a1	b1	a2	b2	b2 - b1	a1 - a2	C.M.C. 1 [g/L]
-2,494	50,276	-12,144	71,228	20,952	9,650	2,171

Os valores de a e b são, respectivamente, os coeficientes angulares e linear das retas de regressão linear calculadas

Tabela I.3 – Dados do cálculo da C.M.C. do ensaio 2 em água destilada

Cálculo da C.M.C. em Água Destilada - Ensaio 2						
a1	b1	a2	b2	b2 - b1	a1 - a2	C.M.C. 2 [g/L]
-2,518	50,192	-12,473	71,569	21,377	9,955	2,147

Os valores de a e b são, respectivamente, os coeficientes angulares e linear das retas de regressão linear calculadas

Tabela I.4 – Dados completos das concentrações obtidas por diluição e suas respectivas tensões superficiais para os ensaios em duplicata da C.M.C de OCS em salmoura de 2% em massa de NaCl

Ensaio de C.M.C. de OCS em Salmoura (2% NaCl)					
C _f ¹ [g/L]	C _f ² [g/L]	Tensão Superficial [mN/m]			
		Ensaio 1		Ensaio 2	
		Média	Desv.	Média	Desv.
5,02	5,16	32,35	0,25	33,25	0,15
4,43	4,55	33,50	0,10	33,35	0,15
3,97	4,07	33,35	0,15	33,50	0,10
3,50	3,60	33,30	0,00	33,20	0,00
3,01	3,09	33,15	0,05	33,20	0,10
2,74	2,81	33,25	0,15	33,15	0,05
2,51	2,58	33,25	0,05	32,90	0,10
2,25	2,31	33,25	0,05	33,00	0,20
2,01	2,06	32,65	0,15	32,90	0,10
1,77	1,82	32,65	0,15	32,90	0,10
1,59	1,63	33,15	0,05	33,05	0,05
1,36	1,40	34,35	0,05	34,65	0,35
1,19	1,22	35,10	0,30	35,00	0,20
1,06	1,09	36,65	0,15	35,55	0,15
0,87	0,89	40,15	0,15	38,05	0,05
0,68	0,70	43,00	0,00	42,15	0,15
0,53	0,54	46,50	0,10	46,55	0,05
0,40	0,41	54,00	0,10	52,35	0,15
0,26	0,27	58,55	0,25	58,20	0,10
0,18	0,18	63,70	0,40	62,75	0,05
0,00	0,00	72,25	0,00	72,25	0,00

C_f¹ - concentração após diluição do ensaio 1, C_f² - concentração após diluição do ensaio 2 e dyn/cm – dina por centímetro

Tabela I.5 – Dados do cálculo da C.M.C. do ensaio 1 em salmoura (2% NaCl)

Cálculo da C.M.C. em Salmoura (2% NaCl) - Ensaio 1						
a1	b1	a2	b2	b2 - b1	a1 - a2	C.M.C. 1 [g/L]
-0,488	34,837	-33,763	68,599	33,763	33,276	1,015

Os valores de a e b são, respectivamente, os coeficientes angulares e linear das retas de regressão linear calculadas

Tabela I.6 – Dados do cálculo da C.M.C. do ensaio 2 em salmoura (2% NaCl)

Cálculo da C.M.C. em Salmoura (2% NaCl) - Ensaio 2						
a1	b1	a2	b2	b2 - b1	a1 - a2	C.M.C. 2 [g/L]
-0,321	34,379	-34,875	68,282	33,903	34,553	0,981

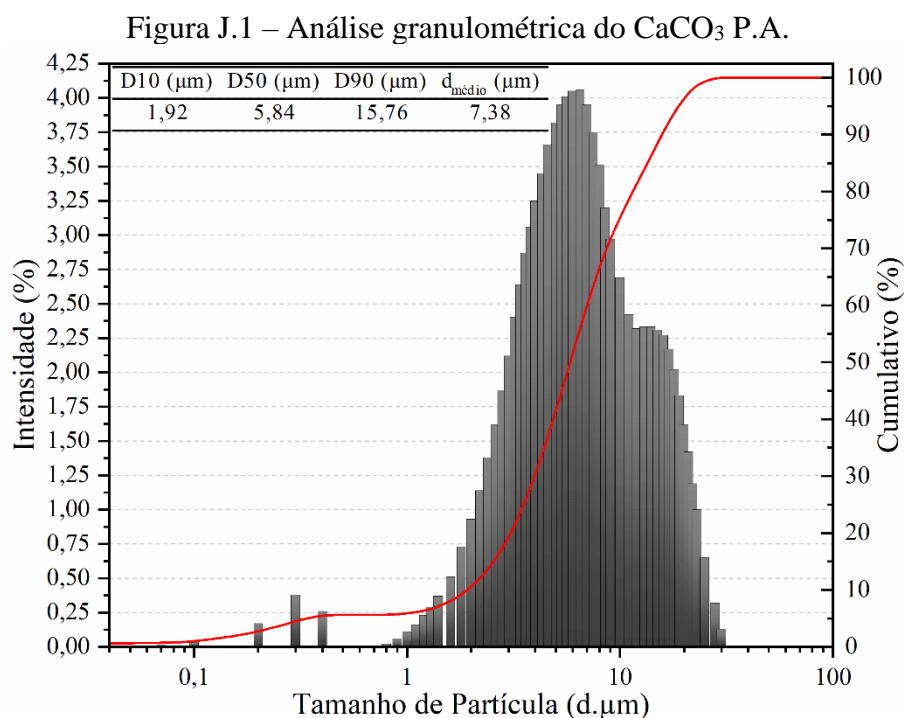
Os valores de a e b são, respectivamente, os coeficientes angulares e linear das retas de regressão linear calculadas

APÊNDICE J – Análise granulométrica do redutor de filtrado

Para o redutor de filtrado, CaCO_3 , foi realizada uma análise granulométrica por difração a laser utilizando o equipamento Particle Size Analyzer da CILAS, modelo 1090, LAMAM-UFPA, visando caracterizar a distribuição de tamanhos de partículas. A metodologia líquida foi adotada devido à baixa solubilidade do CaCO_3 em água. Na metodologia aplicada, a água destilada é circulada pelo equipamento sob fluxo controlado, enquanto uma porção da amostra é dispersa nesse fluxo. O tamanho das partículas é, então, medido com base na passagem desse fluxo de água contendo as partículas dispersas diante de um feixe de laser. Esse modo de operação permite uma caracterização mais detalhada das faixas granulométricas.

A análise granulométrica do CaCO_3 tem como objetivo caracterizar esse aditivo redutor de filtrado em termos de tamanho de partículas. O tamanho das partículas do CaCO_3 é relevante para sua função de plugar os poros na formação rochosa, facilitando a formação do reboco. A escolha de partículas de tamanhos específicos depende do diâmetro dos poros da rocha (HUI et al., 2021). Em geral, o CaCO_3 é amplamente utilizado na indústria de perfuração, sendo bem documentado na literatura (ETTEHADI e ALTUN, 2017; NASCIMENTO et al., 2019; SOARES et al., 2020; TALUKDAR e GOGOI, 2015; VILLADA et al., 2022).

A Figura J.1 apresenta a análise granulométrica do CaCO_3 utilizado neste trabalho.



As medições revelam que 50% das partículas possuem tamanho médio inferior a 5,84 μm , enquanto 90% são menores que 15,76 μm , com um tamanho médio de 7,38 μm . A escolha da distribuição de partículas está relacionada ao tipo de formação rochosa, onde rochas com gargantas de poro de maior diâmetro e formato semelhante a um "funil" exigem uma distribuição ampla de partículas para promover um empacotamento eficiente e reduzir a invasão de fluidos na formação (HUI et al., 2021).

REFERÊNCIAS:

ETTEHADI, Ali; ALTUN, Gursat. Extending thermal stability of calcium carbonate pills using sepiolite drilling fluid. **Petroleum Exploration and Development**, [S. l.], v. 44, n. 3, p. 477–486, 2017. ISSN: 10000747. DOI: 10.11698/PED.2017.03.15.

HUI, Cheng; MA, Chengyun; TIAN, Deliang; LUO, Chao; ZOU, Lingzhan; WANG, Haige. An experimental study on optimizing the particle size distribution of bridging agents in drilling fluids. **IOP Conference Series: Earth and Environmental Science**, [S. l.], v. 631, n. 1, p. 012064, 2021. ISSN: 17551315. DOI: 10.1088/1755-1315/631/1/012064.

NASCIMENTO, D. R.; OLIVEIRA, B. R.; SAIDE, V. G. P.; MAGALHÃES, S. C.; SCHEID, C. M.; CALÇADA, L. A. Effects of particle-size distribution and solid additives in the apparent viscosity of drilling fluids. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 182, p. 106275, 2019. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2019.106275.

SOARES, Andréia Silveira Freire; SCHEID, Cláudia Miriam; MARQUES, Mônica Regina Costa; CALÇADA, Luis Américo. Effect of solid particle size on the filtration properties of suspension viscosified with carboxymethylcellulose and xantham gum. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 185, p. 106615, 2020. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2019.106615.

TALUKDAR, Prasenjit; GOGOI, Subrata Borgohain. Use of calcium carbonate as bridging and weighting agent in the non-damaging drilling fluid for some oilfields of Upper Assam Basin. **International Journal of Current Research**, [S. l.], v. 7, n. 8, 2015.

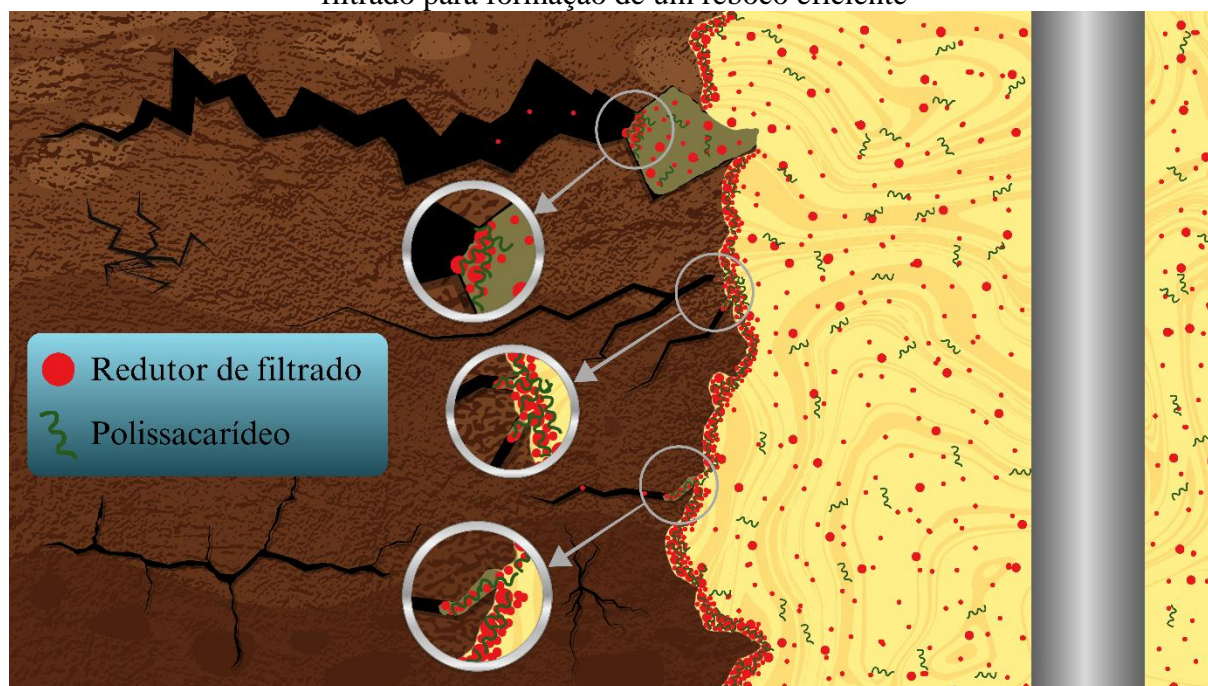
VILLADA, Yurany; BUSATTO, Carlos; CASIS, Natalia; ESTENOZ, Diana. Use of synthetic calcium carbonate particles as an additive in water-based drilling fluids. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [S. l.], v. 652, p. 129801, 2022. ISSN: 09277757. DOI: 10.1016/j.colsurfa.2022.129801.

APÊNDICE K – Potencial zeta e tamanho de partícula dos polissacarídeos

Os polissacarídeos CMC e GX foram caracterizados quanto ao potencial zeta e tamanho de partícula. A caracterização do potencial zeta e do DLS das soluções de CMC e GX foi realizada em um equipamento Zetasizer, modelo Series Nano, LAMAB-UFPA. As amostras foram preparadas por homogeneização de 0,5 g de polissacarídeo em 50 mL de uma solução de KCl a 1,0 mM, seguindo a metodologia de Nascimento et al. (2019). As soluções foram agitadas em agitador magnético, por 1 hora, para garantir a completa hidratação das partículas em suspensão. As medições foram realizadas em triplicata para assegurar a confiabilidade dos resultados.

Os polissacarídeos utilizados neste trabalho, GX e CMC, têm funções específicas nos fluidos de perfuração (DA LUZ, FAGUNDES e BALABAN, 2017; SOARES et al., 2020; YANG e ZHU, 2007): a GX atua como viscosificante e a CMC, em conjunto com o CaCO_3 , age como redutor de filtrado. Esta combinação é eficaz para formar uma torta de filtro, compensando a incapacidade do CaCO_3 de selar formações rochosas sozinho (DA LUZ, FAGUNDES e BALABAN, 2017; FAGUNDES et al., 2018). A Figura K.1 ilustra esse efeito.

Figura K.1 – Efeito sinérgico de moléculas de polissacarídeos e partículas de redutor de filtrado para formação de um reboco eficiente



A análise do potencial zeta e do tamanho de partícula desses polissacarídeos, cujos dados estão na Tabela K.1, assegura a qualidade dos materiais utilizados.

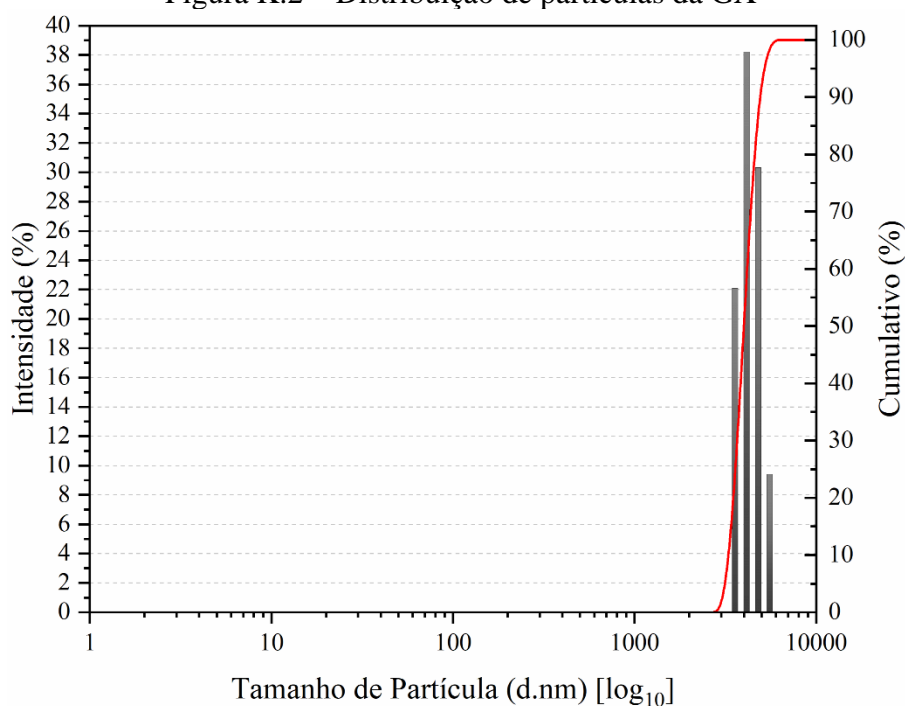
Tabela K.1 – Propriedades dos polissacarídeos

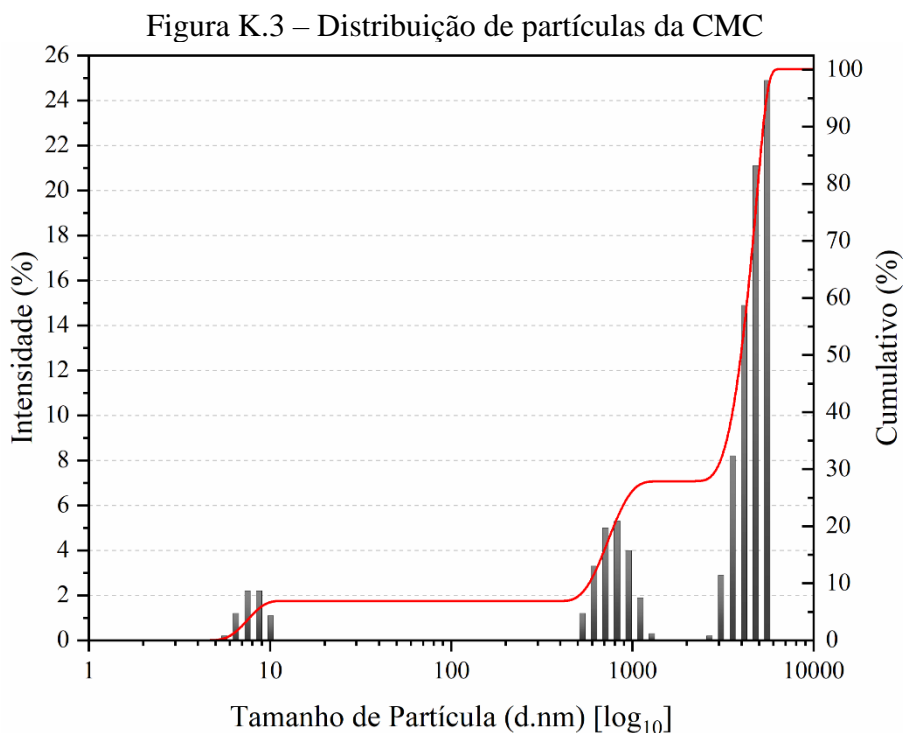
Polissacarídeo	Z (mV)	d (nm)
Goma Xantana (GX)	$-31,30 \pm 1,56$	4351,91
Carboximetilcelulose (CMC)	$-34,13 \pm 1,44$	3112,90

Z = potencial zeta; d = tamanho de partícula; Pdl = índice de polidispersão do tamanho de partícula

Os potenciais zeta negativos, conforme descrito na literatura (KHOURYIEH et al., 2007; SAVVIDES et al., 2012; YANG e ZHU, 2007), indicam uma estabilidade elevada, fundamental para manter as partículas sólidas em suspensão, minimizando a sedimentação de sólidos, como cascalho, nos fluidos de perfuração. Quanto aos tamanhos de partículas, a GX apresenta moléculas hidratadas maiores, coerente com sua função viscosificante. Em contrapartida, a CMC tem moléculas menores, mas ainda consideravelmente grandes, o que sugere um leve impacto na viscosidade. Abaixo, a Figura K.2 e a Figura K.3 apresentam a distribuição de tamanho de partículas para a GX e CMC, respectivamente.

Figura K.2 – Distribuição de partículas da GX





Nota-se que as partículas de GX concentram-se em maiores tamanhos, enquanto a CMC exibe três aglomerações distintas, possivelmente correspondentes a partículas menos hidratadas.

REFERÊNCIAS:

DA LUZ, Railson C. S.; FAGUNDES, Fábio P.; BALABAN, Rosangela de C. Water-based drilling fluids: The contribution of xanthan gum and carboxymethylcellulose on filtration control. **Chemical Papers**, [S. l.], v. 71, n. 12, p. 2365–2373, 2017. ISSN: 13369075. DOI: 10.1007/s11696-017-0231-7.

FAGUNDES, Keila Regina Santana; DA SOUZA LUZ, Railson Carlos; FAGUNDES, Fabio Pereira; DE CARVALHO BALABAN, Rosangela. Effect of carboxymethylcellulose on colloidal properties of calcite suspensions in drilling fluids. **Polimeros**, [S. l.], v. 28, n. 4, p. 373–379, 2018. ISSN: 16785169. DOI: 10.1590/0104-1428.11817.

KHOURYIEH, H. A.; HERALD, T. J.; ARAMOUNI, F.; ALAVI, S. Intrinsic viscosity and viscoelastic properties of xanthan/guar mixtures in dilute solutions: Effect of salt concentration on the polymer interactions. **Food Research International**, [S. l.], v. 40, n. 7, p. 883–893, 2007. ISSN: 09639969. DOI: 10.1016/j.foodres.2007.03.001.

NASCIMENTO, D. R.; OLIVEIRA, B. R.; SAIDE, V. G. P.; MAGALHÃES, S. C.; SCHEID, C. M.; CALÇADA, L. A. Effects of particle-size distribution and solid additives in the apparent viscosity of drilling fluids. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, [S. l.], v. 182, p. 106275, 2019. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2019.106275.

SAVVIDES, A. L.; KATSIFAS, E. A.; HATZINIKOLAOU, D. G.; KARAGOUNI, A. D. Xanthan production by *Xanthomonas campestris* using whey permeate medium. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, [S. l.], v. 28, n. 8, p. 2759–2764, 2012. ISSN: 0959-3993. DOI: 10.1007/s11274-012-1087-1.

SOARES, Andréia Silveira Freire; SCHEID, Cláudia Miriam; MARQUES, Mônica Regina Costa; CALÇADA, Luis Américo. Effect of solid particle size on the filtration properties of suspension viscosified with carboxymethylcellulose and xantham gum. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, [S. l.], v. 185, p. 106615, 2020. ISSN: 09204105. DOI: 10.1016/j.petrol.2019.106615.

YANG, Xiao Hong; ZHU, Wei Ling. Viscosity properties of sodium carboxymethylcellulose solutions. *Cellulose*, [S. l.], v. 14, n. 5, p. 409–417, 2007. ISSN: 0969-0239. DOI: 10.1007/s10570-007-9137-9.

APÊNDICE L – Difração de raios-X dos aditivos

A identificação da estrutura cristalina do CaCO_3 P.A. e da argila Bentonita foi realizada por difração de raios-X (DRX). Para isso, utilizou-se um difratômetro Bruker, modelo D8 Advance Eco, no LabCim-UFRN e no NEPEM-UFPB. As amostras submetidas à análise foram previamente secas em estufa à 105 °C por 12 horas e, em seguida, peneiradas com uma malha de 200 mesh. Os parâmetros operacionais para ambos os equipamentos incluíram: filtro de detecção de Ni, radiação $\text{Cu-K}\alpha$, faixa de leitura de 0° a 60° e passo de varredura de 0,03°.

A avaliação das estruturas cristalinas foi realizada com o software Xpert Highscore Plus 3.0, utilizando a comparação entre os picos dos difratogramas e os padrões de cartas de referência (estrelas e/ou puros) do banco de dados ICDD (*International Centre for Diffraction Data*), em condições de temperatura e pressão ambientes.

Os difratogramas das amostras de CaCO_3 P.A. e bentonita estão ilustrados na Figura L.1 e na Figura L.2, respectivamente.

Figura L.1 – Difratograma do CaCO_3 P.A.

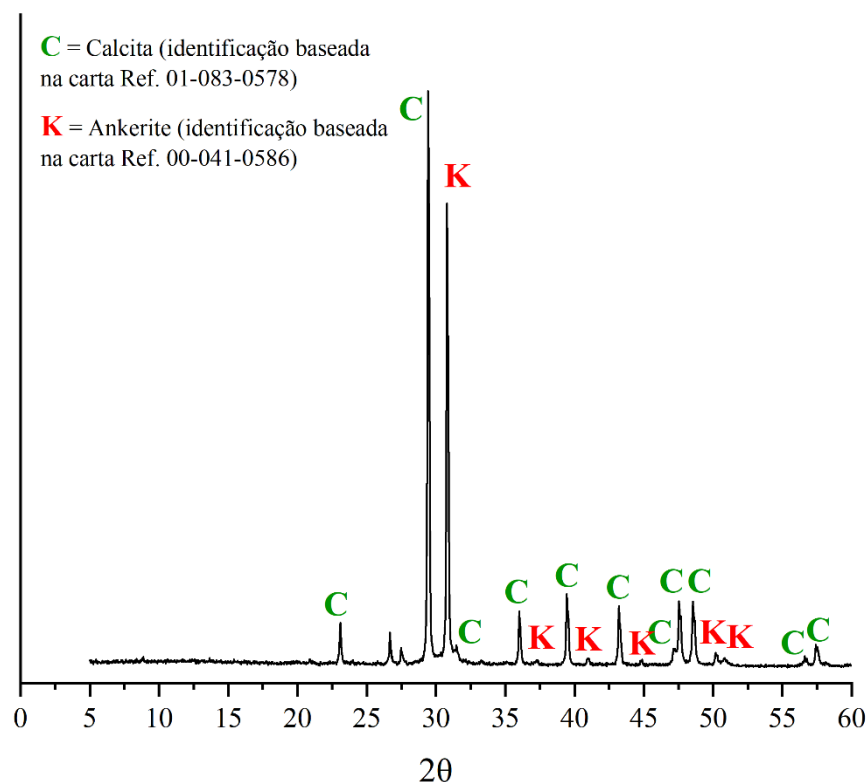
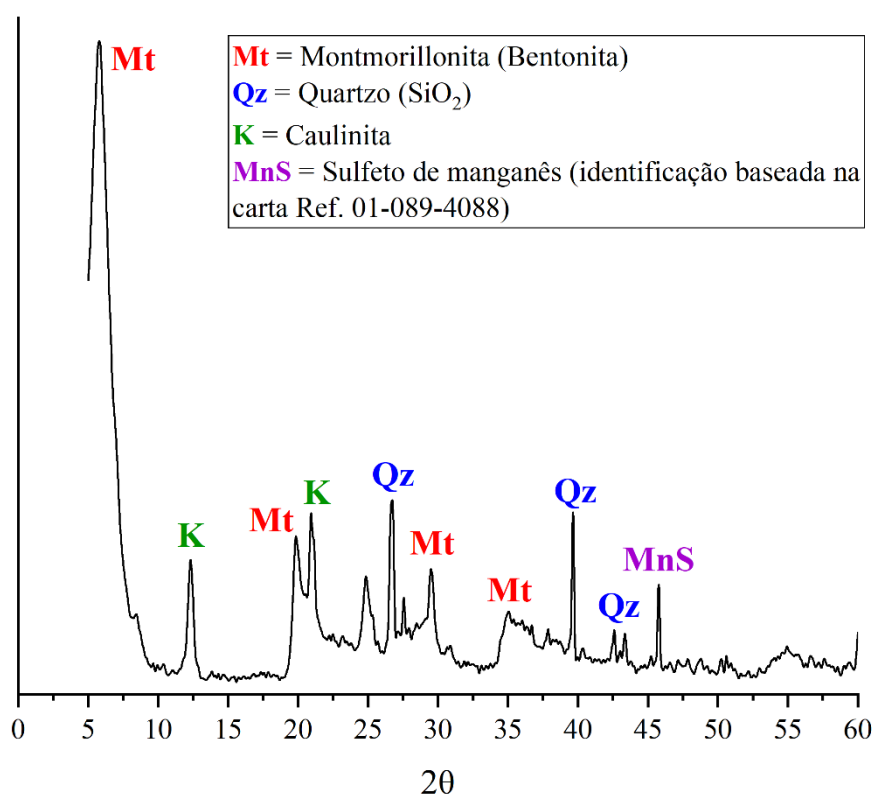


Figura L.2 – Difratoograma da bentonita



O difratograma do CaCO_3 P.A. exibe picos intensos em $2\theta = 23,09^\circ, 29,45^\circ, 30,81^\circ, 31,51^\circ, 36,01^\circ, 39,44^\circ, 40,95^\circ, 43,19^\circ, 44,83^\circ, 47,15^\circ, 47,54^\circ, 48,54^\circ, 50,17^\circ, 50,86^\circ, 56,65^\circ$ e $57,42^\circ$. A análise com o software Xpert Highscore 3.0 identificou calcita e anquerita como as formas cristalinas presentes, com referência nos documentos ICDD Ref. 01-083-0578 (calcita) e Ref. 00-041-0586 (anquerita).

No difratograma da bentonita, picos intensos em $2\theta = 5,79^\circ, 12,31^\circ, 19,77^\circ, 20,96^\circ, 26,65^\circ, 29,51^\circ, 34,84^\circ, 39,65^\circ, 42,62^\circ$ e 45 , indicam a presença de montmorillonita, com presença de quartzo e caulinita, com referência na literatura (FIL, ÖZMETIN e KORKMAZ, 2014; IKHTIYAROVA et al., 2012; KLOSEK-WAWRZYN, MALOLEPSZY e MURZYN, 2013; WU et al., 2022), e sulfeto de manganês, com referência no documento ICDD Ref. 01-089-4088.

REFERÊNCIAS:

FIL, B. A.; ÖZMETIN, C.; KORKMAZ, M. Characterization and electrokinetic properties of montmorillonite. **Bulgarian Chemical Communications**, [S. l.], v. 46, n. 2, p. 258–263, 2014. ISSN: 08619808.

IKHTIYAROVA, G. A.; ÖZCAN, A. S.; GÖK, Ö.; ÖZCAN, A. Characterization of natural- and organobentonite by XRD, SEM, FT-IR and thermal analysis techniques and its adsorption behaviour in aqueous solutions. **Clay Minerals**, [S. l.], v. 47, n. 1, p. 31–44, 2012. ISSN: 0009-8558. DOI: 10.1180/claymin.2012.047.1.31.

KLOSEK-WAWRZYN, Ewelina; MALOLEPSZY, Jan; MURZYN, Pawel. Sintering behavior of kaolin with calcite. Em: **11TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON MODERN BUILDING MATERIALS, STRUCTURES AND TECHNIQUES 2013**, Vilnius, Lithuania. Anais [...]. Vilnius, Lithuania: Procedia, 2013 p. 572–582. ISSN: 18777058. DOI: 10.1016/j.proeng.2013.04.073.

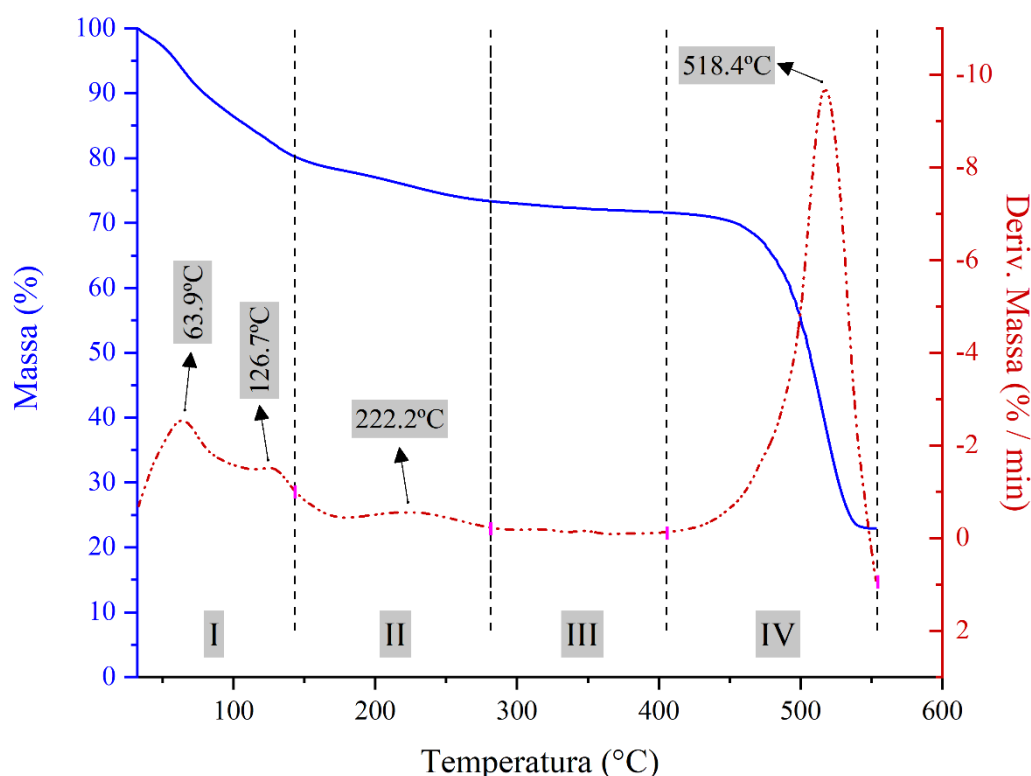
WU, Zhenxiao; ZHAO, Hao; ZHOU, Xuanping; WANG, Yang; ZUO, Kesheng; CHENG, Hongfei. Thermal Migration Behavior of Na⁺, Cu²⁺ and Li⁺ in Montmorillonite. **Minerals**, [S. l.], v. 12, n. 4, p. 477, 2022. ISSN: 2075163X. DOI: 10.3390/min12040477.

APÊNDICE M – Análise termogravimétrica dos aditivos dos fluidos

O estudo da degradação térmica dos principais aditivos dos fluidos de perfuração foi conduzido utilizando um analisador termogravimétrico da TA Instruments, modelo SDT650, no Labfilm-UFPB. As amostras em pó foram peneiradas em peneira de 200#. As análises foram realizadas por meio de termogravimetria (TGA) com avaliação diferencial (DTA), utilizando cadinhos de platina, em um intervalo de temperatura de 25 °C a 600 °C. A taxa de aquecimento das amostras foi estabelecida em 10 °C/min, e o gás utilizado durante as análises foi o nitrogênio, promovendo uma atmosfera inerte, com um fluxo fixo de 50 mL/min.

Para avaliar a degradação térmica tanto dos fluidos formulados quanto dos seus aditivos, foi realizada a análise termogravimétrica (TGA) acompanhada de análise térmica diferencial (DTA). A Figura M.1 mostra a TGA do OCS.

Figura M.1 – Análise termogravimétrica com DTA do OCS



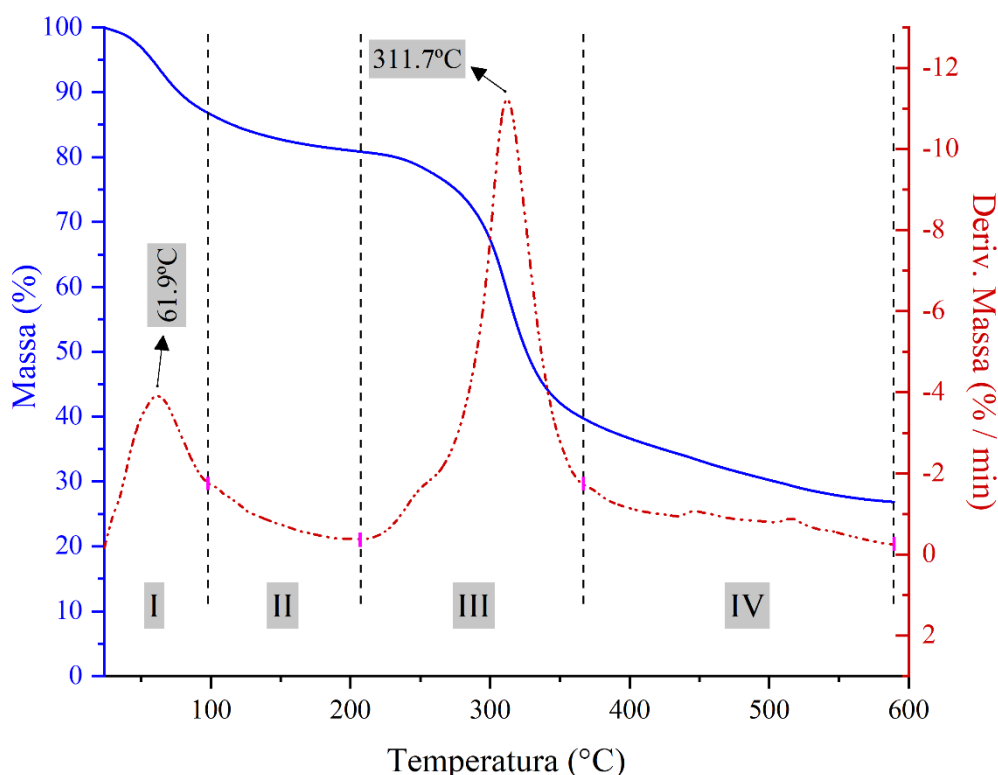
A TGA do OCS revelou quatro etapas principais de perda de massa. A primeira etapa ocorre entre 33 °C e 144 °C, associada à evaporação de água e etanol residual, com picos de DTG em 63,9 °C e 126,7 °C, com 19,81% de perda de massa. A segunda etapa (126,7 °C a 281 °C) representa uma perda gradual de massa com um pico menor em 222,2°C, sugerindo a

decomposição da glicerina, que é um subproduto da saponificação, com 6,79% de perda de massa. A terceira etapa (281 °C a 405,8 °C) pode estar relacionada à decomposição de componentes residuais da glicerina e início da degradação da estrutura das cadeias carbônicas do OCS, evidenciada por um leve pico na curva de DTG, com 1,8% de perda de massa. A quarta etapa, com o maior pico de DTG a 518,4 °C, está ligada à degradação dos sais de ácidos graxos e componentes orgânicos remanescentes, com 48,7% de perda de massa.

Os dados de TGA indicam que a maior parte da degradação do OCS ocorre devido à decomposição dos sais de ácidos graxos e dos compostos orgânicos, refletido em uma degradação térmica rápida.

A TGA da GX está mostrada na Figura M.2.

Figura M.2 – Análise termogravimétrica com DTA da GX



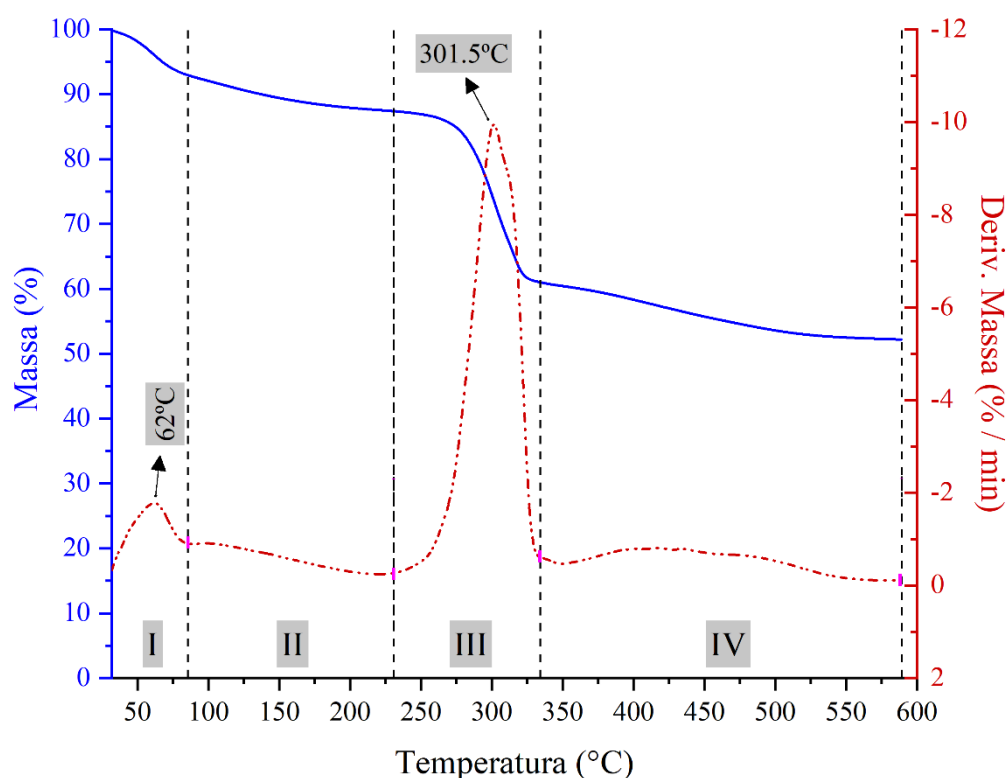
A TGA da GX apresenta quatro etapas de decomposição. A primeira etapa (25 °C a 97,9 °C) corresponde à evaporação da umidade, com 13,2% de perda de massa. A segunda etapa (97,9 °C a 207,5 °C) envolve a decomposição gradual da estrutura da GX, com 6,0% de perda de massa. A terceira etapa (207,5 °C a 366,8 °C), com pico de DTG em 311,7 °C, corresponde à rápida degradação térmica dos polissacarídeos, com 41,0% de perda de massa, com reações

exotérmicas evidenciando carbonização e liberação de voláteis. A quarta etapa (366,8 °C a 590 °C) inclui a decomposição residual da amostra, com 13,0% de perda de massa.

A GX demonstra uma estabilidade térmica considerável até a segunda etapa. A rápida degradação na terceira fase sugere quebra de cadeias poliméricas e possível formação de resíduos carbonosos (DA SILVA et al., 2018).

A TGA da CMC está apresentada na Figura M.3.

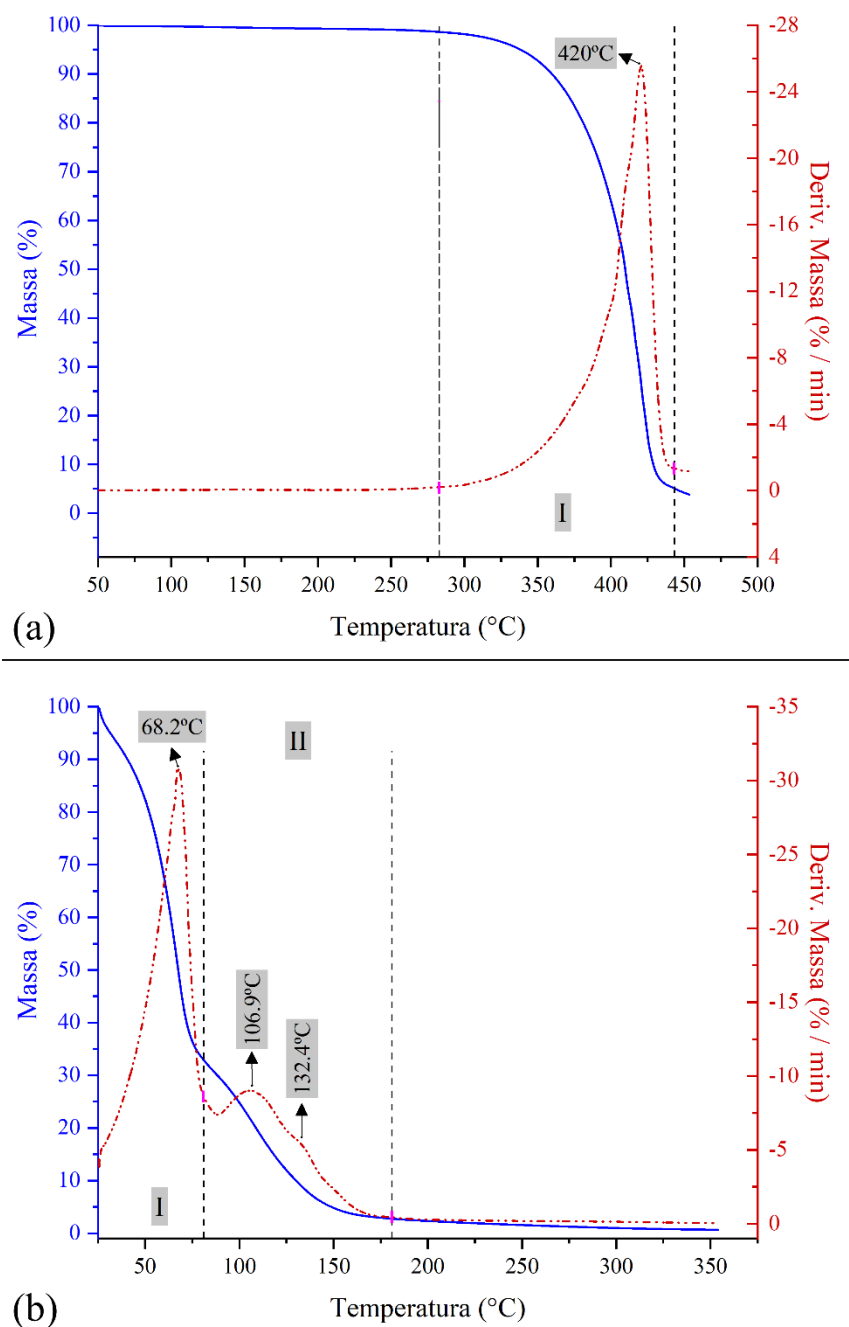
Figura M.3 – Análise termogravimétrica com DTA da CMC



A análise da CMC mostra quatro fases de perda de massa. A primeira etapa (32 °C a 85,3 °C) é atribuída à evaporação de umidade, com 7,1% de perda de massa. A segunda etapa (85,3 °C a 231,2 °C) sugere decomposição gradual e possível transição vítrea, com impacto na temperatura devido ao teor de água, com 5,5% de perda de massa. A terceira etapa (231,2 °C a 334,7 °C) inclui uma rápida degradação da estrutura do polissacarídeo, com 26,4% de perda de massa. A última etapa (334,7 °C a 590 °C) envolve decomposição residual, com 8,8% de perda de massa.

Os resultados de TGA dos óleos de coco e de pinho estão mostrados na Figura M.4.

Figura M.4 – Análise termogravimétrica com DTA do (a) óleo de coco e (b) óleo de pinho



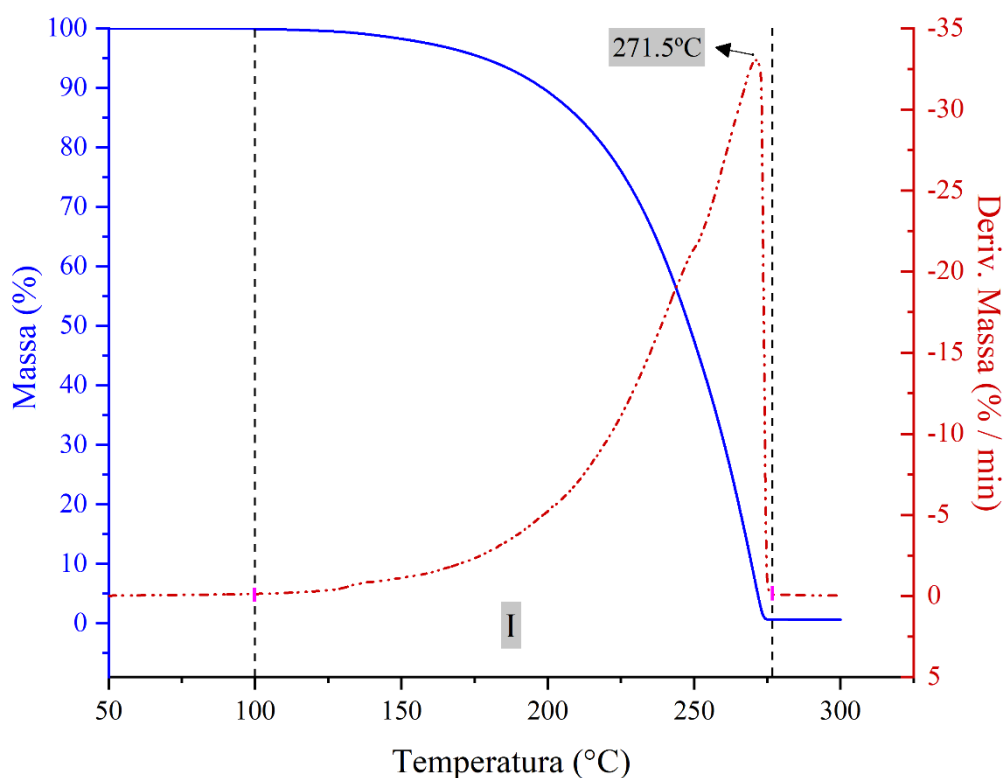
A TGA do óleo de coco apresenta uma única etapa significativa de perda de massa entre 283 °C e 442 °C, com 95% de perda de massa e um pico diferencial de massa em 420 °C, indicando degradação dos componentes. A análise sugere que o óleo de coco tem uma estabilidade térmica moderada até a temperatura de degradação, com uma única etapa de decomposição térmica que reflete a quebra dos componentes orgânicos principais.

O óleo de pinho apresenta degradação contínua pela curva gravimétrica, mas duas etapas de perda de massa são identificadas pela curva de DTA. A primeira etapa (25 °C a

88,52 °C) está associada à evaporação de componentes voláteis, com pico de DTG em 68,2 °C e 67% de perda de massa. A segunda etapa (88,52 °C a 180,93 °C) mostra uma perda de massa mais lenta, com picos menores em 106,9 °C e 132,4 °C, indicando a degradação de componentes menos voláteis, com perda de massa de 30,22%. O óleo de pinho demonstra volatilidade significativa em baixas temperaturas, refletindo a presença de compostos que se evaporam rapidamente, seguidos por uma etapa de degradação mais lenta dos componentes menos voláteis. De fato, o óleo de pinho é composto por diversos compostos do tipo terpeno, muitos desses altamente voláteis (SILORI, KUSHWAHA e KUMAR, 2019).

A Figura M.5 mostra a TGA da glicerina.

Figura M.5 – Análise termogravimétrica com DTA da glicerina



A glicerina apresenta uma única etapa de perda de massa entre 100 °C e 276 °C, com um pico diferencial de massa em 271,5 °C íngreme e com repentina queda, indicando evaporação completa. A glicerina possui uma faixa de evaporação clara, evidenciando sua volatilidade em temperaturas moderadas e a ausência de resíduos significativos após a evaporação, o que é um indicativo da pureza do aditivo.

REFERÊNCIAS:

DA SILVA, Juliana Albuquerque; CARDOSO, Lucas Guimarães; DE JESUS ASSIS, Denilson; GOMES, Gleice Valéria Pacheco; OLIVEIRA, Maria Beatriz Prior Pinto; DE SOUZA, Carolina Oliveira; DRUZIAN, Janice Izabel. Xanthan Gum Production by *Xanthomonas campestris* pv. *campestris* IBSBF 1866 and 1867 from Lignocellulosic Agroindustrial Wastes. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, [S. l.], v. 186, n. 3, p. 750–763, 2018. ISSN: 15590291. DOI: 10.1007/s12010-018-2765-8.

SILORI, Gaurav Kumar; KUSHWAHA, Naveen; KUMAR, Vimal. Essential Oils from Pines: Chemistry and Applications. Em: **Essential Oil Research**. [s.l.]: Springer Cham, 2019. p. 275–297. DOI: 10.1007/978-3-030-16546-8_10.

APÊNDICE N – Dados de reologia em altas pressões e altas temperaturas para o fluido

1

Tabela N.1 – Dados experimentais e modelagem para fluido 1 em altas pressões e altas temperaturas

	τ^{Exp} (Pa)		τ^{Calc} (Pa)		γ (s ⁻¹)
	Experimental	Plástico de Bingham	Power Law	Herschel-Bulkley	
C1	104,55	112,17	100,19	104,25	1021,8
	79,82	72,87	81,35	79,98	510,9
	68,34	59,77	72,02	69,07	340,6
	55,08	46,67	58,48	54,65	170,3
	29,07	34,36	25,11	27,30	10,2
	22,95	33,96	20,39	24,56	5,1
C2	95,06	102,31	91,92	94,88	1021,8
	71,15	64,60	72,45	71,31	510,9
	60,33	52,03	63,04	60,77	340,6
	47,33	39,46	49,69	46,90	170,3
	21,47	27,64	18,91	20,99	10,2
	17,95	27,26	14,91	18,44	5,1
C3	13,82	14,46	13,82	13,84	1021,8
	7,80	7,23	7,78	7,76	510,9
	5,56	4,82	5,56	5,54	340,6
	3,06	2,41	3,13	3,13	170,3
	0,41	0,14	0,30	0,38	10,2
	0,26	0,07	0,17	0,26	5,1
C4	7,75	7,88	7,72	7,74	1021,8
	4,03	3,94	4,09	4,05	510,9
	2,75	2,63	2,82	2,79	340,6
	1,58	1,31	1,49	1,51	170,3
	0,26	0,08	0,11	0,26	10,2
	0,20	0,04	0,06	0,22	5,1
C5	5,10	5,06	5,06	5,11	1021,8
	2,65	2,68	2,71	2,63	510,9
	1,84	1,88	1,88	1,83	340,6
	1,02	1,09	1,01	1,06	170,3
	0,36	0,34	0,08	0,38	10,2
	0,41	0,32	0,04	0,37	5,1

C1 = condição 1 (25 °C; 14,7 psig); C2 = condição 2 (25,5 °C; 831,5 psig); C3 = condição 3 (59,8 °C; 4044,2 psig); C4 = condição 4 (79,3 °C; 5697,3 psig); C5 = condição 5 (102,9 °C; 7860,4 psig); τ^{Exp} = tensão de cisalhamento experimental; τ^{Calc} = tensão de cisalhamento calculada; γ = taxa de cisalhamento

APÊNDICE O – Dados de reologia em altas pressões e altas temperaturas para o fluido

2

Tabela O.1 – Dados experimentais e modelagem para fluido 2 em altas pressões e altas temperaturas

	τ^{Exp} (Pa)		τ^{Calc} (Pa)		γ (s ⁻¹)
	Experimental	Plástico de Bingham	Power Law	Herschel-Bulkley	
C1	117,81	130,82	118,25	121,32	1021,8
	102,00	81,70	91,88	90,60	510,9
	71,15	65,33	79,28	76,84	340,6
	55,34	48,96	61,60	58,71	170,3
	25,76	33,57	22,12	24,68	10,2
	21,42	33,08	17,19	21,31	5,1
C2	79,00	84,28	77,73	79,14	1021,8
	54,37	49,03	54,75	53,87	510,9
	43,04	37,27	44,61	43,31	340,6
	30,09	25,52	31,43	30,29	170,3
	10,15	14,48	7,58	9,84	10,2
	8,06	14,12	5,34	8,27	5,1
C3	10,10	10,11	10,08	10,10	1021,8
	5,05	5,05	5,07	5,04	510,9
	3,37	3,37	3,39	3,38	340,6
	1,73	1,68	1,71	1,73	170,3
	0,20	0,10	0,10	0,23	10,2
	0,20	0,05	0,05	0,18	5,1
C4	7,60	7,59	7,57	7,59	1021,8
	3,72	3,79	3,81	3,75	510,9
	2,55	2,53	2,55	2,52	340,6
	1,33	1,26	1,28	1,33	170,3
	0,36	0,08	0,08	0,29	10,2
	0,20	0,04	0,04	0,27	5,1
C5	6,27	6,41	6,18	6,28	1021,8
	3,26	3,21	3,41	3,24	510,9
	2,30	2,14	2,41	2,30	340,6
	1,38	1,07	1,33	1,41	170,3
	0,71	0,06	0,12	0,69	10,2
	0,66	0,03	0,07	0,67	5,1

C1 = condição 1 (25 °C; 14,7 psig); C2 = condição 2 (25,5 °C; 915,8 psig); C3 = condição 3 (59,8 °C; 3988,8 psig); C4 = condição 4 (79,6 °C; 5708,7 psig); C5 = condição 5 (103,3 °C; 7864,7 psig); τ^{Exp} = tensão de cisalhamento experimental; τ^{Calc} = tensão de cisalhamento calculada; γ = taxa de cisalhamento

APÊNDICE P – Dados de reologia em altas pressões e altas temperaturas para o fluido 3

Tabela P.1 – Dados experimentais e modelagem para fluido 3 em altas pressões e altas temperaturas

	τ^{Exp} (Pa)		τ^{Calc} (Pa)		γ (s ⁻¹)
	Experimental	Plástico de Bingham	Power Law	Herschel-Bulkley	
C1	105,32	113,60	104,40	105,35	1021,8
	73,95	66,25	74,41	73,85	510,9
	60,18	50,47	61,04	60,17	340,6
	42,59	34,68	43,50	42,69	170,3
	12,50	19,85	11,00	12,41	10,2
	9,69	19,37	7,84	9,74	5,1
C2	69,36	74,44	67,20	69,22	1021,8
	50,64	45,97	51,62	50,73	510,9
	42,18	36,48	44,24	42,61	340,6
	32,54	27,00	33,98	32,11	170,3
	13,67	18,08	11,65	13,40	10,2
	11,37	17,79	8,95	11,68	5,1
C3	40,90	44,59	40,48	41,04	1021,8
	30,80	27,18	30,65	30,40	510,9
	25,45	21,38	26,05	25,59	340,6
	19,02	15,58	19,73	19,20	170,3
	6,94	10,13	6,38	6,93	10,2
	5,71	9,96	4,83	5,67	5,1
C4	31,37	34,81	31,76	31,76	1021,8
	24,53	20,90	23,68	23,68	510,9
	19,89	16,27	19,94	19,94	340,6
	14,43	11,63	14,86	14,86	170,3
	4,39	7,28	4,51	4,51	10,2
	3,42	7,14	3,36	3,36	5,1
C5	29,89	31,87	29,22	29,73	1021,8
	20,55	18,74	21,00	20,71	510,9
	16,37	14,36	17,31	16,86	340,6
	12,60	9,98	12,45	12,01	170,3
	4,03	5,87	3,26	3,96	10,2
	3,11	5,73	2,34	3,29	5,1

C1 = condição 1 (25 °C; 14,7 psig); C2 = condição 2 (29,3 °C; 682,8 psig); C3 = condição 3 (60,1 °C; 4014,6 psig); C4 = condição 4 (79,7 °C; 5655,7 psig); C5 = condição 5 (103,6 °C; 7779,7 psig); τ^{Exp} = tensão de cisalhamento experimental; τ^{Calc} = tensão de cisalhamento calculada; γ = taxa de cisalhamento

APÊNDICE Q – Dados de reologia em altas pressões e altas temperaturas para o fluido

4

Tabela Q.1 – Dados experimentais e modelagem para fluido 4 em altas pressões e altas temperaturas

	τ^{Exp} (Pa)		τ^{Calc} (Pa)		γ (s ⁻¹)
	Experimental	Plástico de Bingham	Power Law	Herschel-Bulkley	
C1	112,46	124,15	113,40	114,52	1021,8
	88,74	74,33	83,84	83,27	510,9
	68,34	57,72	70,26	69,29	340,6
	47,69	41,11	51,95	50,92	170,3
	16,83	25,50	15,25	16,60	10,2
	13,77	25,00	11,27	13,22	5,1
C2	115,31	123,13	111,87	115,33	1021,8
	82,01	74,42	83,42	81,68	510,9
	66,81	58,19	70,26	67,34	340,6
	49,52	41,95	52,39	49,35	170,3
	20,09	26,69	15,92	19,66	10,2
	16,83	26,20	11,87	17,22	5,1
C3	61,51	65,76	59,54	61,22	1021,8
	43,86	40,10	45,03	44,24	510,9
	36,26	31,55	38,24	36,86	340,6
	28,20	23,00	28,92	27,39	170,3
	11,22	14,96	9,30	10,91	10,2
	9,03	14,71	7,03	9,45	5,1
C4	44,73	47,53	43,19	44,51	1021,8
	31,16	28,66	32,12	31,46	510,9
	25,40	22,37	27,02	25,90	340,6
	19,64	16,08	20,09	18,93	170,3
	7,65	10,17	6,04	7,46	10,2
	6,22	9,98	4,49	6,52	5,1
C5	27,59	30,74	27,96	27,96	1021,8
	22,29	18,86	21,37	21,37	510,9
	17,95	14,90	18,26	18,26	340,6
	13,72	10,94	13,96	13,96	170,3
	4,54	7,22	4,69	4,69	10,2
	3,67	7,10	3,58	3,58	5,1

C1 = condição 1 (25 °C; 14,7 psig); C2 = condição 2 (23,9 °C; 867,4 psig); C3 = condição 3 (60 °C; 4092,9 psig); C4 = condição 4 (79,5 °C; 5750,3 psig); C5 = condição 5 (102,9 °C; 7754,5 psig); τ^{Exp} = tensão de cisalhamento experimental; τ^{Calc} = tensão de cisalhamento calculada; γ = taxa de cisalhamento