

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**Anna Carolina Amorim Costa**

**INCORPORAÇÃO DE DIFERENTES SÓLIDOS E SEUS EFEITOS NAS  
PROPRIEDADES DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO OLEFÍNICOS**

Campina Grande – PB

2018

**Anna Carolina Amorim Costa**

**INCORPORAÇÃO DE DIFERENTES SÓLIDOS E SEUS EFEITOS NAS  
PROPRIEDADES DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO OLEFÍNICOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de **Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais**.

**Orientador:** Prof. Dr. Hélio de Lucena Lira

**Orientador(a):** Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Luciana Viana Amorim

Agência Financiadora: CNPq

Campina Grande – PB

2018

C837i Costa, Anna Carolina Amorim.  
Incorporação de diferentes sólidos e seus efeitos nas propriedades de fluidos de perfuração olefínicos / Anna Carolina Amorim Costa. – Campina Grande, 2018.  
86 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2018.  
"Orientação: Prof. Dr. Hélio de Lucena Lira, Profa. Dra. Luciana Viana Amorim".  
Referências.

1. Engenharia de Materiais. 2. Fluidos de Perfuração Sintéticos. 3. Ciência dos Materiais – Sólidos Finos. 4. Propriedades de Fluidos Olefínicos. I. Lira, Hélio de Lucena. II. Amorim, Luciana Viana. III. Título.

CDU 620.11(043)

## ***CURRÍCULO VITAE***

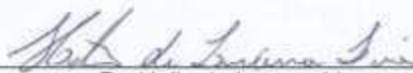
Engenheira de Materiais pela Universidade Federal de Campina Grande -  
UFCG (2016)

**ANNA CAROLINA AMORIM COSTA**

**INCORPORAÇÃO DE DIFERENTES SÓLIDOS E SEUS EFEITOS NAS  
PROPRIEDADES DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO OLEFÍNICOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de **Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais**.

Aprovado em: 20/08/2018



Dr. Helio de Lucena Lira  
Orientador  
PPG-CEMat/UAEMa/UFCG



Dr.ª Luciana Viêna Amorim  
Orientadora Externa  
UFCG



Dr.ª Renalle Cristina Alves Medeiros Nascimento  
Examinadora Externa  
UFRPE



Dr.ª Edcleide Maria Araújo  
Examinadora Interna  
PPG-CEMat/UAEMa/UFCG

*À minha família!*

## AGRADECIMENTOS

Escrever Agradecimentos, para mim, não é nada fácil. Nunca fui muito boa com as palavras e elas nunca serão suficientes para demonstrar todo o sentimento de gratidão que carrego comigo, por cada etapa vencida, por todo apoio e incentivo de cada pessoa que Deus colocou na minha vida, e por cada oportunidade que me foi dada. Hoje encerro um dos ciclos mais importantes da minha vida e meu coração transborda de alegria e gratidão.

Gratidão primeiramente e sempre a Deus, pelo dom da vida, por me dar forças todos os dias para lutar pelos meus sonhos, por ser meu fiel amigo em todos os momentos.

À minha mãe Fabia, que além de mãe, sempre foi amiga e acreditou em mim mais do que eu mesma, me incentivou e apoiou em todas as minhas decisões e nunca deixou de torcer por mim.

Aos meus avós por não medirem esforços para que eu sempre tivesse uma boa educação, em especial à minha avó Graça, por sempre cuidar e rezar por mim.

Ao meu irmão, Diego, que mesmo distante, sempre se fez presente.

Às minhas tias Luciana e Karine, que sempre estiveram ao meu lado e, também, foram e são mães para mim.

Ao meu primo, Gabriel, por ser a alegria da família.

Ao meu tio Arnaldo, por todo o apoio.

Ao meu padrasto Isac, que sempre foi um pai para mim.

Ao meu namorado, Martins, por todo amor, companheirismo, dedicação, paciência e por estar comigo desde o ensino médio, me apoiando em todas as minhas decisões e sempre lutando comigo pelos nossos sonhos.

Ao meu orientador, Professor Dr. Hélio de Lucena Lira, pela orientação e contribuição durante esses dois anos de mestrado e por sempre estar disposto a ajudar.

À minha orientadora, Professora Dra. Luciana Viana, pela orientação, contribuição, paciência, amizade, ensinamentos, apoio durante esses anos de trabalho e todos os puxões de orelha essenciais para meu aprendizado e meu crescimento pessoal e profissional, bem como pela confiança em mim depositada

durante o desenvolvimento deste trabalho e principalmente por ser uma profissional tão dedicada que levarei como exemplo para minha vida profissional.

À Professora Edcleide e à Professora Renalle pela disponibilidade em participar da avaliação deste trabalho e pelas contribuições prestadas.

A todos os Professores que compõem o Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da UFCG pelas inúmeras contribuições e ensinamentos. Aos secretários André e Márcia, pela atenção, disponibilidade e gentileza.

Aos amigos que fiz durante esses dois anos, juntos vencemos e comemoramos cada etapa do mestrado.

Aos amigos do PefLab, por todo companheirismo, aprendizados e momentos compartilhados. Em especial à Caline, Matheus, Waleska, Karine e Renalle pela amizade de sempre.

Ao LABDES – Laboratório de Referência em Dessalinização – pela infraestrutura cedida para a realização do trabalho.

À PETROBRAS e à BUN – *Bentonit União Nordeste* pelos insumos cedidos para a realização do trabalho.

Ao CNPq pelo apoio financeiro.

Aos meus amigos, pelo amor e amizade, por se alegrarem com minhas conquistas e compartilharem comigo tantos momentos da minha vida.

Enfim, agradeço a todos que contribuíram de alguma forma com a realização deste trabalho.

Muito obrigada.



## RESUMO

Este trabalho apresenta um estudo sobre a influência da incorporação conjunta de sólidos finos (argila bentonítica, areia, carbonato de cálcio e cloreto de sódio) nas propriedades de fluidos de perfuração olefínicos. Para isso, foi cedido pela Petrobras um fluido sintético olefínico com densidade inicial de 9,4 lb/gal. O estudo foi realizado em três etapas: a primeira, teve como objetivo avaliar o efeito do envelhecimento térmico nas propriedades dos fluidos sem incorporação de sólidos; a segunda, objetivou avaliar a influência da incorporação de sal (cloreto de sódio) nas propriedades dos fluidos e, para isto, foram separadas 6 alíquotas de 350mL de fluido sintético e, após, o envelhecimento dinâmico o sal foi adicionado nas proporções de 5, 10 e 15% do volume em massa; e a terceira, consistiu em estudar a influência da incorporação dos sólidos em conjunto nas propriedades dos fluidos. Para o desenvolvimento da terceira etapa, foram separadas 28 alíquotas de 350 mL de fluido sintético e, após o envelhecimento dinâmico, os contaminantes foram adicionados de acordo com um planejamento experimental. Para estudar a influência dessas incorporações foram determinadas em laboratório as seguintes propriedades: densidade, viscosidade plástica, limite de escoamento, força gel, estabilidade elétrica e volume de filtrado. Os resultados mostraram que o envelhecimento térmico influencia apenas as propriedades reológicas e a estabilidade elétrica do fluido. Além disso, observou-se que o sal incorporado atua como contaminante, uma vez que altera as propriedades do fluido, aumentando a densidade, a viscosidade plástica, a força gel e reduzindo o limite de escoamento, a estabilidade elétrica e o volume de filtrado. Por fim, ficou evidenciado que os sólidos incorporados em conjunto, atuam como contaminantes para os fluidos, visto que alteram suas propriedades, aumentando os valores de densidade, viscosidade plástica, limite de escoamento, força gel e reduzindo os valores de estabilidade elétrica e volume de filtrado.

**Palavras-chave:** fluidos de perfuração sintéticos, sólidos finos, propriedades de fluidos olefínicos

## ABSTRACT

This paper presents a study on the influence of the joint incorporation of fine solids (bentonite clay, sand, calcium carbonate and sodium chloride) in properties of olefinic drilling fluids. For this purpose, Petrobras gave in a synthetic olefinic fluid with initial density of 9.4 lb / gal. The study was carried out in three stages: the first evaluated the effect of the thermal aging in the properties of the fluids without incorporation of solids; the second stage evaluated the influence of the incorporation of salt (sodium chloride) in the properties of the fluids separating the synthetic fluid in 6 aliquots of 350mL. After dynamic aging the salt was added to proportions of 5, 10 and 15% by volume; and the third stage was to study the influence of the incorporation of the solids together in the properties of the fluids. For the development of the third stage, 28 aliquots of 350 mL of synthetic fluid were separated and, after dynamic aging, the contaminants were added according to an experimental design. To study the influence of these incorporations the following properties were determined: density, plastic viscosity, flow limit, gel strength, electrical stability and volume of filtrate. The results showed that thermal aging influences only the rheological properties and the electrical stability of the fluid. In addition, the incorporated salt acts as a contaminant, since it alters the properties of the fluid, increasing density, plastic viscosity, strength gel and reducing the flow limit, the electrical stability and the volume of filtrate. Finally, it was evidenced that the solids incorporated together, act as contaminants for fluids, since they alter their properties, increasing the values of density, plastic viscosity, flow limit, gel strength and reducing the values of electrical stability and filtrate volume.

**Key words:** synthetic drilling fluids, fine solids, properties of olefinic fluids

## **PUBLICAÇÕES**

### **I. Artigos no Prelo**

- Costa, A. C. A., Nascimento, R. C. A. M., Sousa, E. A., Amorim, L. V., Lira, H. L., Avaliação dos efeitos da incorporação de sólidos finos nas propriedades de fluidos de perfuração olefínicos a partir de um planejamento experimental, Revista Eletrônica de Materiais e Processos (REMAP), 2018.
- Costa, A. C. A., Brunet, M. N. C.; Nascimento, R. C. A. M., Sousa, E. A., Amorim, L. V.; Estudo das propriedades de fluidos olefínicos após incorporação de sólidos finos. In: Rio Oil & Gas 2018, 2018.

### **II. Trabalhos completos publicados em anais de congressos**

- Costa, A. C. A., Nascimento, R. C. A. M., Costa, W. R. P., Souza, E. A., Martins, A. L., Amorim, L. V. Influência da adição de NaCl no desempenho de fluidos de perfuração a base de olefina. In: 9º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás, 2017, Maceió. 9º PDPetro, 2017.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fluxograma simplificado do processo experimental com as etapas realizadas .....	31
Figura 2 - Processo de homogeneização do fluido sintético olefínico .....	32
Figura 3 - Agitador de alta rotação Hamilton Beach. ....	33
Figura 4 - <i>Roller Oven</i> modelo 705 ES .....	37
Figura 5 - Balança densimétrica pressurizada Fann 141 .....	37
Figura 6 - Viscosímetro Fann 35A.....	38
Figura 7 - Medidor de Estabilidade Elétrica FANN 23D .....	39
Figura 8 - Filtro prensa HPHT Fann série 387 .....	40
Figura 9 - Superfícies de resposta para densidade fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio .....	50
Figura 10 - Superfícies de resposta para densidade fixando no nível +1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio.....	51
Figura 11 - Superfícies de resposta para viscosidade plástica fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) argila e carbonato de cálcio (c) areia e carbonato de cálcio .....	53
Figura 12 -Superfícies de resposta para viscosidade plástica fixando no nível +1 (a) areia e carbonato de cálcio (b) argila e carbonato de cálcio e (c) areia e argila .....	54
Figura 13 - Superfícies de resposta para limite de escoamento fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) argila e carbonato de cálcio (c) areia e carbonato de cálcio .....	56
Figura 14 - Superfícies de resposta para limite de escoamento fixando no nível +1 (a) areia e carbonato de cálcio (b) argila e carbonato de cálcio e (c) areia e argila .....	57
Figura 15 - Superfícies de resposta para força gel de 10 minutos fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) argila e carbonato de cálcio (c) areia e carbonato de cálcio .....	59
Figura 16 -Superfícies de resposta para força gel de 10 minutos fixando no nível +1 (a) areia e argila (b) argila e carbonato de cálcio (c) areia e carbonato de cálcio .....	60
Figura 17 - Superfícies de resposta para força gel de 30 minutos fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio .....	61
Figura 18 - Superfícies de resposta para força gel de 30 minutos fixando no nível +1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio .....	62
Figura 19 - Superfícies de resposta para estabilidade elétrica fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio .....	64

Figura 20 - Superfícies de resposta para estabilidade elétrica fixando no nível +1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio .....	65
Figura B.1 - Superfícies de resposta para densidade fixando no nível -1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl .....	75
Figura B.2 - Superfícies de resposta para densidade fixando no nível +1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl .....	76
Figura B.3 - Superfícies de resposta para viscosidade plástica fixando no nível -1 (a) argila e NaCl (b) areia e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl .....	77
Figura B.4 - Superfícies de resposta para viscosidade plástica fixando no nível +1 (a) carbonato de cálcio e NaCl (b) areia e NaCl (c) argila e NaCl .....	78
Figura B.5 - Superfícies de resposta para limite de escoamento fixando no nível -1 (a) argila e NaCl (b) areia e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl .....	79
Figura B.6 - Superfícies de resposta para limite de escoamento fixando no nível +1 (a) carbonato de cálcio e NaCl (b) areia e NaCl (c) argila e NaCl .....	80
Figura B.7 - Superfícies de resposta para força gel em 10 minutos fixando no nível -1 (a) argila e NaCl (b) areia e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl .....	81
Figura B.8 - Superfícies de resposta para força gel em 10 minutos fixando no nível +1 (a) argila e NaCl (b) areia e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl .....	82
Figura B.9 - Superfícies de resposta para força gel em 30 minutos fixando no nível -1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl .....	83
Figura B.10 - Superfícies de resposta para força gel em 30 minutos fixando no nível +1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl .....	84
Figura B.11 - Superfícies de resposta para estabilidade elétrica fixando no nível -1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl .....	85
Figura B.12 - Superfícies de resposta para estabilidade elétrica fixando no nível +1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl .....	86

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tipo e estrutura química de compostos usados na formulação de fluidos de perfuração sintéticos .....	20
Tabela 2 - Formulação do fluido de perfuração sintético estudado .....	32
Tabela 3 - Nomenclatura dos fluidos antes e após envelhecimento .....	33
Tabela 4 - Nomenclatura e teores de sal incorporados aos fluidos .....	34
Tabela 5 - Níveis codificados e reais dos sólidos incorporados aos fluidos de perfuração sintéticos .....	35
Tabela 6 - Matriz de Planejamento dos sólidos incorporados aos fluidos de perfuração sintéticos .....	35
Tabela 7 - Propriedades reológicas com fórmula matemática e unidade .....	39
Tabela 8 - Densidade dos fluidos antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE) .....	41
Tabela 9 - Parâmetros reológicos dos fluidos antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE) .....	41
Tabela 10 - Estabilidade elétrica dos fluidos antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE) .....	42
Tabela 11 - Volume de filtrado dos fluidos antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE) .....	43
Tabela 12 - Densidade dos fluidos antes (FE) e após incorporação por NaCl (FS5, FS10 e FS15) .....	43
Tabela 13 - Parâmetros reológicos dos fluidos antes (FE) e após incorporação de NaCl (FS5, FS10 e FS15) .....	44
Tabela 14 - Estabilidade elétrica dos fluidos antes (FE) e após incorporação de NaCl (FS5, FS10 e FS15) .....	45
Tabela 15 - Volume de filtrado dos fluidos antes (FE) e após incorporação de NaCl (FS5, FS10 e FS15) .....	46
Tabela 16 - Estatísticas relevantes para a análise de variância (ANOVA) das propriedades $\rho$ , VP, LE, FG e EE dos fluidos incorporados com os sólidos (argila bentonítica, areia, carbonato de cálcio e NaCl) em conjunto .....	47
Tabela 17 - Modelos matemáticos codificados* para as propriedades $\rho$ , VP, LE, FG e EE para o fluido com densidade inicial de 9,4lb/gal após incorporação conjunta segundo o planejamento experimental .....	47

Tabela A.1 - Densidade, propriedades reológicas, estabilidade elétrica e volume de filtrado dos fluidos contaminados a partir do planejamento experimental. .... 73

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO .....	18
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	19
2.1	Definição de Fluido de Perfuração .....	19
2.2	Classificação dos Fluidos de Perfuração .....	20
2.2.1	Fluidos Sintéticos .....	20
2.3	Propriedades dos Fluidos .....	23
2.4	Incorporação dos Sólidos nos Fluidos de Perfuração .....	24
2.5	Sólidos Incorporados.....	24
2.5.1	Argila Bentonítica.....	24
2.5.2	Carbonato de Cálcio .....	26
2.5.3	Areia.....	26
2.5.4	NaCl.....	26
2.6	Estado da Arte .....	27
3	MATERIAIS E MÉTODOS .....	31
3.1	Materiais .....	31
3.2	Métodos .....	31
3.2.1	Ensaio Realizados.....	37
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	42
4.1	Etapa 1 – Propriedades dos fluidos antes e após o envelhecimento .....	42
4.1.1	Densidade .....	42
4.1.2	Propriedades Reológicas.....	42
4.1.3	Estabilidade Elétrica .....	43
4.1.4	Parâmetros de Filtração .....	44
4.2	Etapa 2 – Propriedades dos fluidos após incorporação de NaCl.....	44
4.2.1	Densidade .....	44
4.2.2	Propriedades Reológicas.....	45



4.2.3	Estabilidade Elétrica .....	46
4.2.4	Parâmetro de Filtração .....	47
4.3	Etapa 3 – Propriedades dos fluidos após incorporação conjunta dos sólidos finos	47
4.4	Volume de Filtrado.....	67
5	CONCLUSÕES .....	68
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	69
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	70
	APÊNDICE A .....	74
	APÊNDICE B .....	75

## 1 INTRODUÇÃO

A perfuração de poços de petróleo ocorre por meio do método rotativo, no qual uma broca é acoplada na extremidade de uma coluna de perfuração. Simultaneamente, circula-se fluido de perfuração pelo interior do poço, de acordo com o seguinte ciclo: o fluido é injetado pelo interior da coluna, passa através de jatos existentes na broca e retorna pelo espaço anular formado pela parede do poço e a coluna de perfuração (Queiroz Neto, 2006).

Os fluidos de perfuração são responsáveis por diversas funções necessárias à construção de um poço de petróleo e gás, desde a remoção dos fragmentos da rocha (cascalho) produzidos durante a perfuração até manter a estabilidade do poço, além de agir como fluido lubrificante e refrigerador para a broca de perfuração (Silva, 2014).

Dentre os diversos tipos de fluidos, tem-se os fluidos sintéticos que são emulsões inversas (água em óleo), contendo duas fases não miscíveis, uma fase interna de água e uma fase contínua de base sintética que pode ser éter, ésteres, poli-alfa-olefinas, acetais, alfa-olefinas lineares, olefinas internas e parafinas lineares.

Embora os fluidos sintéticos apresentem maior impacto ambiental e maior custo do que os fluidos aquosos, o uso desses fluidos se deve ao alto grau de estabilidade de suas propriedades reológicas a temperaturas acima de 260°C e altas pressões, alto poder de lubricidade e por serem mais efetivos em evitar corrosão (Rocha, 2008). Por estes motivos, os fluidos sintéticos são mais eficazes e utilizados em perfurações de folhelhos argilosos e plásticos devido a grande reatividade destes tipos de rocha com a água.

A perfuração de poços de petróleo em ambientes cada vez mais complexos ocasionam uma série de desafios na perfuração e que se tornou possível devido aos avanços tecnológicos. Entretanto, devido a ocorrência de impactos ambientais advindos desta atividade e as preocupações no que se refere à problemática ambiental, os fluidos sintéticos parafínicos anteriormente usados em substituição aos tradicionais fluidos oleosos, vem sendo substituídos pelos fluidos sintéticos olefínicos.

Quando um fluido sintético é utilizado na perfuração, ocorre a incorporação de sólidos que tende a aumentar com o número de vezes que o mesmo é reutilizado. Os efeitos prejudiciais dos sólidos perfurados acumulados em fluidos de perfuração têm

sido uma preocupação industrial, pois estes sólidos são componentes inevitáveis de todos os fluidos de perfuração. Pequenas quantidades de sólidos incorporados, no processo de perfuração, não são prejudiciais, mas se estas pequenas quantidades são continuamente recirculadas, sérios problemas podem ocorrer (Njobuenwu e Wobo, 2007). O aumento do teor de sólidos nos fluidos de perfuração também pode provocar desgaste dos equipamentos e má limpeza do poço (Caenn *et al*, 2011).

De acordo com Caenn (2011), a incorporação de sólidos provenientes das formações alteram as propriedades dos fluidos de perfuração e as mais afetadas são a densidade, os parâmetros reológicos, os parâmetros de filtração e a estabilidade elétrica.

Este trabalho tem como objetivo avaliar a influência do envelhecimento térmico e da incorporação isolada por NaCl nas propriedades físicas de fluidos de perfuração olefínicos utilizados nos poços do pré-sal, bem como estudar os efeitos da incorporação conjunta de diferentes sólidos, por meio de um planejamento experimental nas propriedades físicas do fluido em estudo.

## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 Definição de Fluido de Perfuração**

O Instituto Americano de Petróleo (*API – American Petroleum Institute*) define fluidos de perfuração como qualquer fluido circulante capaz de tornar viável a operação de perfuração de poços. Segundo Serra (2003), dentre os componentes geralmente usados na formulação desses fluidos estão água, material orgânico, sais dissolvidos e sólidos em suspensão, utilizados nas mais diversas proporções, constituindo sistemas multifásicos.

Segundo Darley e Gray (1988), as principais funções dos fluidos de perfuração são:

- transportar os detritos de perfuração e permitir sua separação na superfície, resfriar e limpar a broca;
- reduzir o atrito entre a haste de perfuração e as paredes do poço;
- manter a estabilidade das paredes do poço;

- prevenir o escoamento do fluido para o interior das formações geológicas;
- formar um filme de baixa permeabilidade (conhecida como reboco) nas paredes do poço e,
- auxiliar as avaliações sobre os detritos e as formações perfuradas.

## 2.2 Classificação dos Fluidos de Perfuração

Os fluidos de perfuração são classificados como fluidos aquosos e não aquosos, de acordo com o fluido base utilizado como fase contínua. Os fluidos aquosos, também chamados de fluidos base água (*water based muds – WBM*) consistem de uma mistura de agentes químicos, sólidos e líquidos, com água sendo a fase contínua (Bourgoyne, 1986). Para os fluidos não aquosos, como os base óleo (*oil base muds – OBM*) e sintéticos (*synthetic base muds – SBM*), a fase contínua é constituída de uma mistura de hidrocarbonetos líquidos ou outras substâncias orgânicas insolúveis. Água ou salmouras encontram-se emulsionadas na fase orgânica, constituindo emulsões água/óleo, também chamadas emulsões inversas (Ghalambor *et al.*, 2008; Bourgoyne, 1986).

### 2.2.1 Fluidos Sintéticos

Fluidos sintéticos são sistemas “invertidos” (ou emulsões inversas), que contêm entre 10% e 60% do volume de água emulsionada como agente de suspensão e o óleo como fase contínua (Caenn *et al.*, 2011). Esses foram desenvolvidos como uma alternativa às limitações de desempenho dos à base água e em resposta às restrições ambientais impostas aos fluidos à base óleo. Utilizando como fluido base substâncias químicas sintéticas, os fluidos sintéticos são também chamados “pseudo-lamas à base de óleo”, pois na prática as substituem, oferecendo menor toxicidade e produção de menor volume de resíduos de perfuração.

Os compostos orgânicos utilizados na formulação dos fluidos sintéticos incluem: éter, ésteres, poli-alfa-olefinas, acetais, alfa-olefinas lineares, olefinas internas e parafinas lineares (*American Chemistry Council*, 2006). A Tabela 1 apresenta os

tipos e estruturas químicas dos principais compostos utilizados na formulação de fluidos sintéticos.

Tabela 1 - Tipo e estrutura química de compostos usados na formulação de fluidos de perfuração sintéticos

<b>Tipo</b>	<b>Estrutura química</b>
Olefina linear	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_n - \text{CH} = \text{CH}_2$
Poli-alfa-olefina	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_n - \text{C} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_m - \text{CH}_3 \\   \\ (\text{CH}_2)_p - \text{CH}_3 \end{array}$
Olefina Interna	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_m - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_n - \text{CH}_3$
Éter	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_n - \text{O} - (\text{CH}_2)_m - \text{CH}_3$
Éster	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_n - \text{C} = \text{O} \\ \backslash \\ \text{O} - (\text{CH}_2)_m - \text{CH}_3 \end{array}$
Acetal	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_n - \text{O} \quad \text{O} - (\text{CH}_2)_m - \text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \text{CH} - (\text{CH}_2)_m - \text{CH}_3 \end{array}$
N-parafina	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \quad \quad \text{CH}_3 \\   \quad \quad \quad   \\ \text{CH}_3 - \text{C} - \text{CH}_2 - \text{CH} - \text{CH}_3 \dots (\text{C}_{13+}) \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$

Fonte: Adaptado de Neff *et al.* (2000)

As principais vantagens apresentadas por esses fluidos são maior estabilidade térmica e estrutural (para perfuração de poços profundos e com altas temperaturas), melhor lubrificação (facilitando a perfuração de poços direcionais), menores taxas de corrosão (fase contínua não eletrolítica) e maior facilidade de reaproveitamento (Thomas 2001; Caenn *et al.*, 2011; Silva, 2014).

Segundo Thomas (2001), os fluidos sintéticos têm mostrado excelente desempenho em operações de perfuração nas seguintes situações:

- Poços HPHT (alta pressão e alta temperatura);
- Formações de folhelhos argilosos e plásticos;
- Formações salinas de halita, silvita, carnalita, etc;

- Poços direcionais ou delgados ou de longo afastamento;
- Formações com baixa pressão de poros ou de fratura.

Fatores como toxicidade, taxa de biodegradação, impactos ambientais e custos, levaram a substituição da n-parafina por bases sintéticas formulados essencialmente com olefinas e estéres. Para aplicações em perfurações de poços profundos, as olefinas são preferencialmente aplicadas por apresentarem vantagens como menor custo e maior estabilidade a altas temperaturas (Buckley e Morrow, 2006).

Olefina, também conhecida como alcenos, são hidrocarbonetos alifáticos apresentando pelo menos uma dupla ligação entre os carbonos. Devido a insaturação da cadeia são instáveis e quimicamente reativas, por esse motivo dificilmente são encontradas na natureza. Segundo McCain (1990), as propriedades físicas dos alcenos são muito semelhantes às dos alcanos.

Olefinas leves como o eteno (ou etileno) e o propeno (ou propileno) possuem grande importância na cadeia petroquímica e maior aplicação comercial, pois são os precursores de resinas plásticas, fibras sintéticas, elastômeros, solventes, tintas e adesivos. A maior parte da produção de eteno é obtida através do craqueamento a vapor de hidrocarbonetos (*steam cracking*), uma mistura de etano/propano proveniente do gás natural e nafta petroquímica pode ser utilizada como matéria-prima (Leite, 2013).

As alfa-olefinas lineares são produzidas através de um processo de crescimento de cadeia ou oligomerização de eteno, o qual produz moléculas lineares na faixa de C4 a C30+. Catalisadores como o trietilalumínio ou um composto de níquel são utilizados no processo (Leite, 2013).

Os isômeros de olefinas com mais de 18 átomos de carbono são mais viscosos, no entanto, isômeros com menos de 14 átomos de carbono são mais tóxicos. Portanto, isômeros de olefinas com 14 a 18 átomos de carbono são preferenciais (Caenn *et al.*, 2014).

As propriedades apresentadas pelas emulsões olefinicas são consideradas satisfatórias na formulação de fluidos de perfuração usados na perfuração de poços profundos. É importante ressaltar, no entanto, que a operação de perfuração expõe esses fluidos ao contato direto com cascalhos provenientes de diversas formações

rochosas, que apresentam propriedades diferenciadas. Mesmo com a manutenção do fluido em superfície, a incorporação de sólidos da formação acaba acontecendo (NJOBUNWU e WOBO, 2007). Essa incorporação pode resultar na modificação das propriedades da emulsão, podendo ser intensificadas à medida que o fluido é reutilizado, em virtude do aumento do teor de sólidos.

### **2.3 Propriedades dos Fluidos**

O acompanhamento das propriedades dos fluidos de perfuração durante sua aplicação no poço é de fundamental importância (Melo, 2008). Dentre as propriedades avaliadas, destacam-se as apresentadas a seguir.

- **Parâmetros Reológicos**

As propriedades de fluxo são as principais responsáveis pela remoção dos cascalhos gerados durante a perfuração. Sua performance insatisfatória pode levar a problemas graves como depósito dos cascalhos no fundo do poço, redução na taxa de penetração e perda de circulação (Darley e Gray, 1988). No campo, as principais propriedades reológicas analisadas são: viscosidade plástica, viscosidade aparente, força gel e limite de escoamento.

- **Tixotropia**

Segundo Machado (2002), os fluidos de perfuração são exemplos típicos de fluidos tixotrópicos. Estes adquirem um estado semi-rígido quando estão em repouso, mantendo os detritos em suspensão, e voltam a adquirir um estado de fluidez quando estão novamente em movimento, transportando os detritos à superfície.

- **Parâmetros de Filtração**

A capacidade do fluido de perfuração de formar uma camada de partículas úmidas, denominada de reboco, sobre as rochas permeáveis expostas pelas brocas é de fundamental importância para o sucesso da perfuração e da completação do poço. Para formar o reboco deve haver o influxo da fase líquida do fluido do poço para a formação. Para esse processo, conhecido por "filtração", é essencial que o fluido tenha uma fração razoável de partículas com dimensões ligeiramente menores que as dimensões dos poros das rochas expostas. Quando existem partículas sólidas com dimensões adequadas, a obstrução dos poros é rápida e somente a fase líquida do

fluido (filtrado) invade a rocha. O volume de filtrado e a espessura do reboco são dois parâmetros medidos rotineiramente para definir o comportamento do fluido quanto à "filtração" (Thomas, 2001).

- Densidade

A densidade é uma propriedade relacionada com a estabilidade do poço e deve ser tal para que a pressão hidrostática exercida pela coluna de fluido evite o influxo de fluido da formação para o poço. Quando não é suficiente para exercer uma pressão ligeiramente maior do que a pressão da formação, o poço fica sujeito a problemas de instabilidade (Annis e Smith, 1996).

- Estabilidade Elétrica

Para fluidos não aquosos uma propriedade de fundamental importância é a estabilidade elétrica. É a medida da voltagem requerida para iniciar um fluxo de corrente elétrica e é um indicativo de quão fortemente a água está emulsificada numa base orgânica. Altos valores indicam uma emulsão mais forte e, portanto, um fluido mais estável (Silva, 2014).

## **2.4 Incorporação dos Sólidos nos Fluidos de Perfuração**

Quando um fluido sintético é utilizado na perfuração de poços ocorre a incorporação de sólidos que tende a aumentar com o número de vezes que o mesmo é reutilizado. Pequenas quantidades de sólidos perfurados incorporados nos fluidos não são prejudiciais, mas se estas pequenas quantidades são continuamente recirculadas, sérios problemas podem ocorrer (Njobuenwu e Wobo, 2007). O aumento do teor de sólidos nos fluidos de perfuração também pode provocar desgaste dos equipamentos e má limpeza do poço (Caenn *et al*, 2011).

## **2.5 Sólidos Incorporados**

### **2.5.1 Argila Bentonítica**

As argilas, em geral, são formadas por diferentes argilominerías, entretanto são identificadas a partir do argilomineral mais abundante. A argila bentonítica é



definida como uma rocha constituída essencialmente por um argilomineral montmorilonítico do grupo das esmectitas formado pela desvitrificação e subsequente alteração química de um material vítreo, de origem ígnea, provenientes de cinzas vulcânicas em ambientes alcalinos com pouca circulação de água (Ross e Shannon, 1926 *apud* Amorim, 2003).

Os argilominerais apresentam estruturas cristalinas compostas por camadas de folhas octaédricas e de silicato tetraédricas unidas face a face. As folhas octaédricas são compostas de átomos de alumínio ou de magnésio octaedral em coordenação com os átomos de oxigênio. Nas folhas de silicato tetraédrica, cada átomo de silício está coordenado com quatro átomos de oxigênio (Caenn *et al.*, 2011). A montmorilonita é constituída por duas folhas de silicato tetraédricas, com uma folha central octaédrica unidas entre si por oxigênios comuns às folhas (Santos, 1992).

As camadas da montmorilonita apresentam perfil irregular, são muito finas, tem tendência a se agregarem no processo de secagem, e apresentam boa capacidade de delaminação quando colocada em contato com a água (Paiva *et al.*, 2007).

As argilas são muito utilizadas em fluidos de perfuração tanto à base de água quanto à base de óleo, principalmente a argila bentonítica sódica no caso de fluidos aquosos, para conferir algumas propriedades, como viscosidade, força gel e propriedades de filtração. Para os fluidos oleosos, são utilizadas as argilas organofílicas.

As argilas organofílicas são argilas que contém moléculas orgânicas intercaladas entre as camadas estruturais. As argilas do grupo esmectita, principalmente a montmorilonita (que compõem a bentonita) são muito utilizadas na preparação das argilas organofílicas devido às pequenas dimensões dos cristais, a elevada capacidade de troca de cátions, e a capacidade de inchamento em água que fazem com que a intercalação de compostos orgânicos utilizados na síntese seja rápida e completa (Paiva *et al.*, 2007).

### 2.5.2 Carbonato de Cálcio

As rochas carbonáticas, comumente conhecidas como calcários, ocorrem tanto em terra como no fundo do mar. Estas são formadas a partir do mineral calcita, cuja composição química é o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) proveniente tanto da decomposição de organismos vivos como da precipitação química. Segundo Klein e Dutrow (2012), a crosta terrestre é composta quase que completamente por silicatos, carbonatos, óxidos, hidróxidos, fosfatos e sulfatos. Nas rochas, a calcita é um dos minerais mais comuns e de ampla distribuição, podendo em grandes massas de rochas sedimentares, ser o principal constituinte.

O carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) apresenta-se em três modificações polimórficas: a calcita, um dos minerais mais comuns, sendo o constituinte principal de vastas formações de rochas sedimentares de calcário e a forma estável do  $\text{CaCO}_3$  para a temperatura ambiente; a aragonita, mineral encontrado em depósitos calcários que resultam de águas termais; e a vaterita, mineral polimorfo bem mais escasso (Bessler e Rodrigues, 2008).

### 2.5.3 Areia

A areia é um produto da quebra de rochas de fonte grosseira e a gama de tamanhos (principalmente do quartzo) é limitada pela textura original da pedra-fonte (Pettijohn, *et al.*, 1987). Pode ser definida como um sedimento constituído principalmente de grãos na faixa de tamanho de 63  $\mu\text{m}$  a 2 mm (Nichols, 2009).

### 2.5.4 NaCl

Os sais pertencem a um grupo de rochas sedimentares chamadas evaporitos, cuja deposição ocorre por evaporação da água do mar. Esses minerais foram formados em bacias fechadas sujeitas a um clima árido e com periódicos influxos de água marinha (Mohriak e Szarmari, 2009).

Dentre os principais componentes minerais das rochas evaporíticas, o mais abundante dele é a halita, constituído essencialmente por cloreto de sódio (NaCl). Esse mineral pode ser encontrado tanto em depósitos salinos como dissolvido na água do mar.

O cloreto de sódio e outros sais solúveis que compõem as rochas evaporíticas apresentam uma propriedade conhecida como fluência, que proporciona uma considerável deformação quando submetidos a uma tensão superficial. No contexto da indústria de petróleo, a fluência apresentada pelos evaporitos é um grande desafio do ponto de vista operacional. O principal problema associado à fluência das rochas salinas é o fechamento do poço a curto prazo, ou seja, ainda durante a realização da perfuração (Falcão, 2009).

Os fluidos de base sintética tem sido apontados pela maioria das operadoras e companhias de serviço como os mais adequados para a perfuração de rochas evaporíticas. O uso desse tipo de fluido, associado aos novos *designs* de broca, apresentam bom desempenho em formações com elevada taxa de fluência. Além disso, os fluidos sintéticos também apresentam vantagens com relação à solubilidade das formações salinas, uma vez que a água é mantida saturada na fase interna da emulsão, reduzindo consideravelmente o efeito da diluição dos evaporitos (Falcão, 2009).

## **2.6 Estado da Arte**

Alguns trabalhos ou pesquisas, nos quais foram estudadas as propriedades de fluidos sintéticos, bem como a influência da incorporação de sólidos nos mesmos, estão apresentados abaixo.

Growcock, Andrews e Frederick (1994) estudaram as propriedades físico-químicas de fluidos de perfuração base sintética motivados pelas regulamentações ambientais cada vez mais restritivas que regem a disposição de fluidos de perfuração base óleo. A composição química dos produtos sintéticos pode levar a algumas diferenças em seus comportamentos, que foram observadas nas seguintes propriedades: reologia, estabilidade térmica, potencial de desidratação de xisto e compatibilidade de materiais. Os autores concluíram que os fluidos sintéticos são mais

viscosos na temperatura ambiente e ficam mais finos com o aumento da temperatura, podem ser formulados com emulsionantes convencionais de modo a conferir estabilidade aceitável a emulsão e parecem ser mais biodegradáveis e dispersáveis na água do mar

Perez (2008) estudou a variação da estabilidade elétrica de fluidos de perfuração base n-parafina em função das principais variáveis, que são: razão óleo/água concentração de emulsionante e adição de agentes de peso, de redutor de filtrado e tixotrópico. O emulsionante testado, considerado como uma novidade no mercado de fluidos de perfuração, por apresentar um diferencial em seu rendimento, bem como facilidade de preparação em campo foi avaliado em diferentes razões óleo-água (60/40, 70/30 e 80/20), mantendo-se constante os demais componentes do fluido. A concentração de sal, que é um parâmetro que indica a estabilidade e a atividade do fluido, foi mantida em 0,4 mol L<sup>-1</sup> de NaCl. Além da estabilidade elétrica, algumas propriedades foram estudadas, como gel inicial e final, viscosidade aparente, viscosidade plástica, limite de escoamento, e o volume de filtrado, sendo estes valores comparados com as especificações do *American Petroleum Institute* (API) e da Petrobras. O estudo permitiu observar que a estabilidade elétrica do fluido aumenta com o aumento da razão óleo-água e da concentração de emulsionante e apresenta variação pouco significativa com a adição de barita e de argila organofílica.

Ghalambor, Ashrafizadeh e Nasiri (2008) estudaram o efeito da interação entre os aditivos de fluidos sintéticos na reologia a temperatura ambiente. Medições de reologia e observações microscópicas da estrutura da emulsão invertida dos fluidos sintéticos foram utilizadas para o estudo. O impacto do fluido sintético sobre o comportamento reológico, isto é, um éster, uma olefina ou uma parafina, argilas organofílicas, água, cloreto de cálcio, emulsionantes e o tempo de mistura, foram investigados. As imagens do microscópio eletrônico de varredura (MEV) revelaram que a presença de água tem um papel vital na dispersão da argila no fluido, enquanto a presença de cloreto de cálcio diminui a estabilidade do fluido e a dispersão da argila. Imagens do MEV e medidas reológicas revelaram que o grau de dispersão da argila depende da polaridade do fluido base e da interação dos grupos polares nas moléculas do fluido com as argilas. As observações sobre as amostras preparadas à temperatura ambiente demonstraram que a quantidade mínima de teor de argila para

um fluido homogêneo e estável é de cerca de 6 lb/bbl. A última observação também confirmou o papel das argilas organofílicas sobre a estabilidade das emulsões invertidas. As investigações sobre o efeito do tempo de cisalhamento sobre a viscosidade dos fluidos à temperatura ambiente resultaram em propriedades tixotrópicas mais apropriadas para ésteres em comparação com olefinas e parafinas. A última observação demonstrou claramente o comportamento de dispersão superior das argilas nos ésteres.

Zanten, Miller e Baker (2012) investigaram os efeitos que a concentração do emulsionante, a adição de coloides e o cisalhamento tem sobre a estabilidade da mistura e dos fluidos de perfuração de emulsão invertida. A estabilidade do fluido está intrinsicamente ligada à estabilidade da emulsão, que por sua vez, está diretamente relacionada ao histórico de cisalhamento do fluido, à viscosidade da fase externa, ao tipo de emulsionante e aos sólidos coloidais. Otimizar essas propriedades pode levar a fluidos mais estáveis que exibem géis mais fortes e tendências de queda mais baixas. Portanto, uma lama construída "a partir do zero" deve ser exposta ao alto cisalhamento, conter a quantidade apropriada de emulsionante e, se possível, conter uma pequena quantidade de finos coloidais.

Lee, Shadravan e Young (2012) compararam propriedades reológicas do fluido de perfuração de emulsão invertida a partir de quatro viscosímetros HPHT (alta pressão e alta temperatura) diferentes e forneceram um modelo reológico simples que pode ser usado para prever o comportamento de fluidos base sintética em condições extremas de HPHT. Os modelos utilizados foram: Chandler 7600, Chandler 7500, Grace M7500 e Fann 75. O Chandler 7600 também foi usado para gerar dados reológicos em condições extremas para alguns trabalhos de modelagem. Anteriormente, a maioria dos estudos HPHT eram limitados a 20.000 psi e 260°C (500°F). Recentemente, mais de um reômetro extremo HPHT tornaram-se comercialmente disponíveis, o que pode medir as propriedades reológicas dos fluidos de perfuração em condições até 315,6°C (600°F) e 40.000 psi. Estes viscosímetros foram utilizados para testar várias amostras de fluidos de perfuração de emulsão invertida para a capacidade máxima do equipamento. Os dados indicaram que vários fatores podem afetar criticamente as medidas de reologia, incluindo química de fluidos de perfuração, configuração do instrumento e cronograma de teste. As propriedades

reológicas medidas por vários instrumentos diferiram ligeiramente umas das outras, talvez devido às diferenças de *design*. A temperatura e a pressão não só afetam as propriedades reológicas do fluido de teste, mas também podem afetar o desempenho das peças mecânicas críticas utilizadas para a medição de reologia.

Silva (2014) estudou a influência da incorporação de argila bentonítica e carbonato e cálcio sobre as propriedades de um fluido de perfuração sintético n-parafina. Para isto, utilizou argila bentonítica com tamanho de partícula de 45  $\mu\text{m}$  e 75  $\mu\text{m}$  e carbonato de cálcio com tamanhos de partículas nas faixas de 2-44  $\mu\text{m}$  e 2-74  $\mu\text{m}$  para analisar os efeitos da incorporação de sólidos. A análise da influência destes contaminantes foi realizada nas concentrações de 5%, 10% e 15% em massa para 350 mL de amostra de fluido. Para estudar a influência desses contaminantes determinou em laboratório, as propriedades: densidade, estabilidade elétrica, resistividade elétrica, comportamento de fluxo, viscosidade plástica, viscosidade aparente, limite de escoamento, força gel e volume de filtrado. Além desses ensaios, também foi realizada a caracterização dos contaminantes por meio da análise granulométrica e do teste de ângulo de contato. Os resultados obtidos demonstraram que o tipo de sólido contaminante exerce diferente influência sobre as propriedades do fluido, sendo a argila bentonítica responsável por maiores efeitos sobre as propriedades reológicas e o volume de filtrado, enquanto que, o carbonato de cálcio exerce maior influência sobre a densidade e a estabilidade elétrica.

Santos *et al* (2018) avaliaram a estabilidade de fluidos de perfuração. Testes reológicos, densidade e de sedimentação foram feitos em dois fluidos sintéticos à base de olefina diferenciados pela adição de carbonato de cálcio, para avaliar a dinâmica de separação em função do tempo e da posição e assim, determinaram as equações construtivas de pressão sobre sólidos, que são fundamentais para resolver modelos de fluxo através de meios porosos. A atenuação de raios gama, técnica não destrutiva, quantificou a concentração local de sólidos volumétricos em regiões sedimentares. Os resultados ilustram um comportamento de cisalhamento e efeitos tixotrópicos nos fluidos e a influência do carbonato de cálcio no perfil de sedimentação. A suspensão sem adição de carbonato de cálcio apresentou valores mais baixos de viscosidade aparente, maiores taxas de sedimentação e sedimentos mais compressíveis do que o sistema com carbonato de cálcio. Assim, a formulação de

fluidos de perfuração afetou o processo de separação em suspensões. Por esse motivo, deve ser ajustado às condições operacionais. Este estudo contribuiu para aumentar o conhecimento reológico e de estabilidade em suspensões não-newtonianas.

### **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **3.1 Materiais**

Para esta pesquisa, foram utilizados os seguintes materiais:

- Fluido sintético base olefina com densidade inicial de 9,4 lb/gal;
- Areia com granulometria de 0,074mm (Mesh 200);
- Argila bentonítica sódica Brasgel Petro, com granulometria inferior a 0,044mm (Mesh 325);
- Carbonato de cálcio com granulometria 2-44 $\mu$ m e
- Sal de cozinha (NaCl).

O fluido sintético, carbonato de cálcio e areia foram fornecidos pela PETROBRAS, a argila pela BUN (Bentonit União Nordeste) e o sal de cozinha (NaCl) foi adquirido no comércio local.

#### **3.2 Métodos**

O estudo das propriedades dos fluidos sintéticos incorporados com sólidos finos foi realizado a partir de medições, em laboratório, das propriedades de densidade, reologia, estabilidade elétrica e filtração do fluido de perfuração sintético olefínico. O estudo foi dividido em três etapas, sendo a primeira a de homogeneização e envelhecimento do fluido, a segunda de incorporação por NaCl, isoladamente e a terceira, a de incorporação conjunta por areia, argila, carbonato de cálcio e NaCl, por meio de um planejamento experimental. A Figura 1 apresenta o fluxograma simplificado do processo experimental, e as etapas estão descritas a seguir.

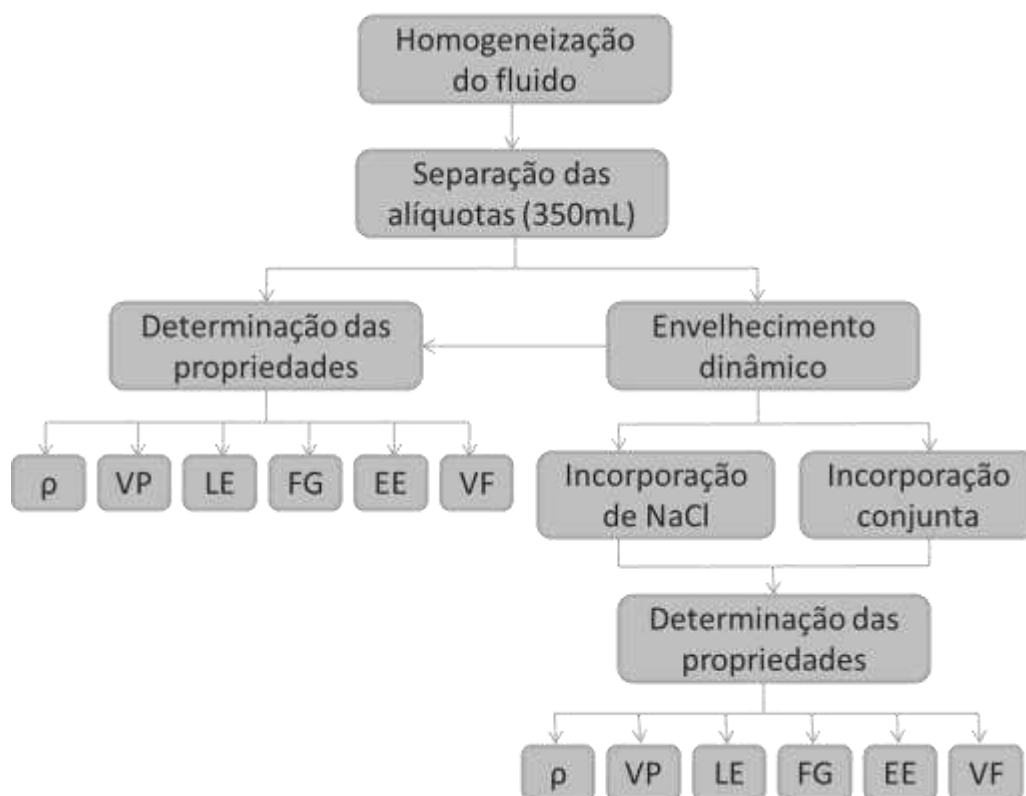


Figura 1 - Fluxograma simplificado do processo experimental com as etapas realizadas

### Etapa 1 - Homogeneização e Envelhecimento térmico do fluido

Para a realização da primeira etapa do estudo, os fluidos recebidos pela PETROBRAS, cuja composição encontra-se na Tabela 2, foram agitados em suas bambonas, em seguida foram transferidos para um galão de 20L onde foram agitados por meio de uma hélice acoplada em uma furadeira (Figura 2) para garantir total homogeneização. A agitação foi realizada em uma velocidade constante durante um tempo de 15min e alíquotas de 350mL foram retiradas. A cada 5 alíquotas retiradas, era realizada uma nova agitação de 1min.



Tabela 2 - Formulação do fluido de perfuração sintético estudado

<b>Componentes</b>	<b>Concentração</b>	
Olefina interna	0,6806	bbbl/bbl
Cal	6,0	lb/bbl
Emulsificante primário	24,0	lb/bbl
Cal	6,0	lb/bbl
Solução saturada de $\text{CaCl}_2$	0,332	bbbl/bbl
Redutor de filtrado	1,0	lb/bbl
Argila organofílica	2,0	lb/bbl
Modificador reológico	1,5	lb/bbl
Baritina	QSP 9,4	ppg

\*QSP: quantidade suficiente para peso do fluido de 9,4lb/gal.



Figura 2 - Processo de homogeneização do fluido sintético olefínico

Essas alíquotas foram agitadas durante 5min em agitador de alta rotação da marca *Hamilton Beach* (Figura 3) e submetidos ao envelhecimento térmico a 93,3°C (200°F), sob uma pressão de 100psi por 16h, em um forno *Roller Oven* da marca FANN.



Figura 3 - Agitador de alta rotação Hamilton Beach.

A Tabela 3 apresenta a nomenclatura utilizada para os fluidos antes e após o envelhecimento. Todos os fluidos foram estudados em duplicata, e determinadas as propriedades de densidade ( $\rho$ ), viscosidade plástica (VP), limite de escoamento (LE), força gel (FG), estabilidade elétrica (EE) e volume de filtrado HPHT (VF).

Tabela 3 - Nomenclatura dos fluidos antes e após envelhecimento

Amostra	Envelhecimento
F0	Não
FE	Sim

## Etapa 2 - Contaminação isolada por sal

A segunda etapa do estudo consistiu em determinar as propriedades dos fluidos após envelhecimento e incorporação de NaCl isoladamente.

A Tabela 4 apresenta a nomenclatura utilizada, de acordo com o teor de sólido incorporado. Foram realizados os ensaios em duplicata, e determinadas as propriedades de densidade ( $\rho$ ), viscosidade plástica (VP), limite de escoamento (LE), força gel (FG), estabilidade elétrica (EE) e volume de filtrado HPHT (VF). Os resultados apresentados correspondem as médias dos valores obtidos.

Tabela 4 - Nomenclatura e teores de sal incorporados aos fluidos

Amostra	Teor de Sal (%)
FS5	5
FS10	10
FS15	15

## Etapa 3 – Contaminação conjunta segundo Planejamento Experimental

A terceira etapa consistiu em incorporar sólidos aos fluidos segundo uma matriz de planejamento para quatro variáveis independentes (argila, carbonato de cálcio, areia e NaCl) com configuração estrela, totalizando 28 combinações de incorporação ( $2^4 + 8$  ensaios axiais + 4 repetições no ponto central). Os experimentos foram realizados aleatoriamente e a regressão dos dados experimentais foi realizada utilizando o software *Statistica*, versão 7.0. A Tabela 5 apresenta os níveis codificados e reais das proporções de cada sólido adicionado aos fluidos e a Tabela 6 apresenta a matriz de planejamento. Foram realizados os ensaios para a determinação das propriedades de densidade ( $\rho$ ), viscosidade plástica (VP), limite de escoamento (LE), força gel (FG), estabilidade elétrica (EE) e volume de filtrado HPHT (VF).

Tabela 5 - Níveis codificados e reais dos sólidos incorporados aos fluidos de perfuração sintéticos

<b>Variáveis</b>	<b>- <math>\alpha</math> (%)</b>	<b>-1(%)</b>	<b>0(%)</b>	<b>+1(%)</b>	<b>+<math>\alpha</math> (%)</b>
Areia	0 (0g)	2,83 (9,905g)	7,5 (26,25g)	12,17 (42,595g)	15 (52,5g)
Argila	0 (0g)	2,83 (9,905g)	7,5 (26,25g)	12,17 (42,595g)	15 (52,5g)
Carbonato de cálcio	0 (0g)	2,83 (9,905g)	7,5 (26,25g)	12,17 (42,595g)	15 (52,5g)
NaCl	0 (0g)	0,94 (3,29g)	2,5 (8,75g)	4,06 (14,21g)	5 (17,5g)

Tabela 6 - Matriz de Planejamento dos sólidos incorporados aos fluidos de perfuração sintéticos

<b>Ensaio</b>	<b>Areia</b>	<b>Argila</b>	<b>Carbonato de cálcio</b>	<b>NaCl</b>
<b>1</b>	-1	-1	-1	-1
<b>2</b>	-1	-1	-1	+1
<b>3</b>	-1	-1	+1	-1
<b>4</b>	-1	-1	+1	+1
<b>5</b>	-1	+1	-1	-1
<b>6</b>	-1	+1	-1	+1
<b>7</b>	-1	+1	+1	-1
<b>8</b>	-1	+1	+1	+1
<b>9</b>	+1	-1	-1	-1
<b>10</b>	+1	-1	-1	+1
<b>11</b>	+1	-1	+1	-1
<b>12</b>	+1	-1	+1	+1
<b>13</b>	+1	+1	-1	-1

Ensaio	Areia	Argila	Carbonato de cálcio	NaCl
14	+1	+1	-1	+1
15	+1	+1	+1	-1
16	+1	+1	+1	+1
17	- $\alpha$	0	0	0
18	+ $\alpha$	0	0	0
19	0	- $\alpha$	0	0
20	0	+ $\alpha$	0	0
21	0	0	- $\alpha$	0
22	0	0	+ $\alpha$	0
23	0	0	0	- $\alpha$
24	0	0	0	+ $\alpha$
25	0	0	0	0
26	0	0	0	0
27	0	0	0	0
28	0	0	0	0

### 3.2.1 Ensaio Realizados

#### 3.2.1.1 Envelhecimento dos Fluidos

Visando simular as condições presentes no fundo de poço é necessário realizar o processo de envelhecimento dos fluidos, no qual os mesmos são submetidos ao envelhecimento dinâmico, a uma temperatura de 93,3°C (200°F), sob pressão de 100psi, durante 16h, em uma câmara rotativa de envelhecimento *Roller Oven* modelo 705 ES da marca FANN (Figura 4).



Figura 4 - *Roller Oven* modelo 705 ES

### 3.2.1.2 Densidade

A densidade foi medida diretamente por meio de uma balança densimétrica pressurizada FANN 141 (Figura 5). Os fluidos foram colocados na balança até total preenchimento, em seguida pressurizada utilizando um pistão contendo o próprio fluido de perfuração.



Figura 5 - Balança densimétrica pressurizada Fann 141

### 3.2.1.3 Propriedades Reológicas

As propriedades reológicas foram obtidas por meio de ensaios realizados em um viscosímetro da marca FANN modelo 35A (Figura 6), conforme os seguintes procedimentos:

- a amostra foi agitada por 5min a uma velocidade de 17.000rpm no agitador e depois colocada em um copo térmico da marca FANN, para manter o fluido a uma temperatura de aproximadamente  $65,6^{\circ}\text{C}$  ( $150^{\circ}\text{F}$ ) de modo que se possa reproduzir as condições de fundo de poço;
- as leituras da deflexão em graus foram realizadas com as seguintes taxas de rotação: 600 e 300rpm;
- para obtenção da força gel inicial ( $G_i$ ), o fluido foi submetido a uma taxa de rotação de 600 rpm durante 15s, em seguida, permaneceu em repouso durante 10s. Logo após, acionou-se o viscosímetro na taxa de rotação de 3rpm efetuando-se a leitura;
- para a obtenção da força gel final de 10min ( $G_{f_{10}}$ ), o fluido foi deixado em repouso durante 10min, logo após, foi efetuada a leitura sob taxa de rotação de 3rpm;
- para a obtenção da força gel final de 30min ( $G_{f_{30}}$ ), estudada apenas para os fluidos contaminados segundo a matriz de planejamento, o fluido foi deixado em repouso durante 30min, logo após, foi efetuada a leitura sob taxa de rotação de 3rpm. Essa leitura foi realizada, pois acredita-se que o fluido em estudo tem uma propriedade denominada gel progressivo, onde a força gel aumenta com o aumento do tempo de repouso.



Figura 6 - Viscosímetro Fann 35A

Para se obter as propriedades reológicas dos fluidos (viscosidade plástica, limite de escoamento e força gel) utilizou-se as fórmulas apresentadas na Tabela 7.

Tabela 7 - Propriedades reológicas com fórmula matemática e unidade

Propriedade	Nomenclatura	Expressão Matemática	Unidade
Viscosidade Plástica	VP	$VP = L_{600} - L_{300}$	cP
Limite de Escoamento	LE	$LE = L_{300} - VP$	N/m <sup>2</sup>
Força Gel	FG	$FG = G_f - G_i$	N/m <sup>2</sup>

### 3.2.1.4 Estabilidade Elétrica

Para medir a estabilidade elétrica (EE) foi utilizado um equipamento da marca FANN modelo 23D (Figura 7). As medidas foram realizadas com a amostra no copo térmico a uma temperatura de aproximadamente 65,6°C (150°F) logo após o ensaio reológico. O fluido foi levemente agitado e as leituras foram feitas através da introdução do eletrodo diretamente no fluido. Foram realizadas cinco medições, destas, a de menor e a de maior valor foram eliminadas. Com as demais foram calculados os valores médios de estabilidade elétrica.



Figura 7 - Medidor de Estabilidade Elétrica FANN 23D



### 3.2.1.5 Volume de Filtrado

O volume de filtrado foi determinado por meio de um filtro prensa HPHT (*High Pressure and High Temperature*) da marca FANN série 387 (Figura 8) a 93,3°C (200°F) e sob um diferencial de pressão de 500psi, durante um intervalo de 30min.

Aproximadamente 1h antes de iniciar o ensaio, a jaqueta térmica foi ligada para atingir a temperatura de 93,3°C (200°F). A célula foi preenchida com cerca de 175mL dos fluidos e vedada. A válvula de saída foi fechada e a célula assentada dentro da jaqueta térmica e introduzido um termômetro metálico no orifício existente na parte superior da célula.

Um conjunto de pressurização foi encaixado na válvula de entrada e outro na válvula de saída. Uma pressão de 100psi foi aplicada no conjunto superior, a válvula de entrada então, foi aberta dando meia volta. A pressão foi mantida a 100psi até que a temperatura de 93,3°C (200°F) ser alcançada e estabilizada. Logo após, a pressão foi aumentada para 600psi no conjunto superior, e uma pressão de 100psi aplicada no conjunto inferior, ambas as válvulas foram abertas, sendo mantidas durante 30min de ensaio. Após esse tempo, as válvulas de saída e entrada foram fechadas. Em seguida, foram medidos os volumes totais de filtrado e de água livre. O volume de filtrado HPHT é a medida do filtrado coletado multiplicado por dois.



Figura 8 - Filtro prensa HPHT Fann série 387

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Etapa 1 – Propriedades dos fluidos antes e após o envelhecimento

#### 4.1.1 Densidade

As médias dos valores de densidade para os fluidos antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE) são apresentadas na Tabela 8. Observa-se que o envelhecimento não altera a densidade do fluido. Visto que, tal propriedade é dependente da quantidade de sólidos presentes no fluido.

Tabela 8 - Densidade dos fluidos antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE)

Propriedade	Amostra	
	F0	FE
Densidade (lb/gal)	9,4	9,4

#### 4.1.2 Propriedades Reológicas

As médias dos valores de viscosidade plástica (VP), limite de escoamento (LE) e força gel (FG) antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE) estão apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Parâmetros reológicos dos fluidos antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE)

Propriedade	Amostra	
	F0	FE
VP [cP]	29	12
LE [N/m <sup>2</sup> ]	17	7
FG [N/m <sup>2</sup> ]	1	1

A partir dos resultados, observa-se que os valores de VP e LE diminuem após o envelhecimento dos fluidos e esta diminuição é da ordem de 40%. O efeito da temperatura sobre a reologia dos fluidos de emulsão oleofílicas é quase inteiramente físico e as alterações são as observadas pelo efeito da temperatura sobre a viscosidade da fase contínua, ou seja, redução nas viscosidades da olefina com o aumento da temperatura. Além disso, pode ter ocorrido algum processo de degradação dos constituintes do fluido ao serem submetidos às condições extremas de temperatura (200°F) e cisalhamento impostas pelo ensaio de envelhecimento. De acordo com Caenn, Darley e Gray (2014), muitos produtos presentes nas formulações dos fluidos se degradam lentamente em temperaturas elevadas e durante a circulação. Por este motivo, se torna importante avaliar o efeito do envelhecimento em altas temperaturas em todas as formulações e aditivos de fluidos.

#### 4.1.3 Estabilidade Elétrica

As médias dos valores de estabilidade elétrica (EE) antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE) estão apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 - Estabilidade elétrica dos fluidos antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE)

Propriedade	Amostra	
	F0	FE
Estabilidade Elétrica [V]	562	449

A partir dos resultados, observa-se que a maior EE foi obtida para o fluido antes do envelhecimento (F0), cujo valor foi de 562V. Após envelhecimento, a EE diminuiu para 449V. Esse comportamento pode evidenciar que a temperatura a qual o fluido foi submetido durante o envelhecimento, assim como o cisalhamento, pode ter proporcionado um maior número de colisões entre as gotículas da emulsão, tornando-a, portanto, menos estável. Entretanto o valor obtido para o fluido após envelhecimento (FE) é considerado elevado, classificando o fluido como estável.

#### 4.1.4 Parâmetros de Filtração

As médias dos valores de volume de filtrado (VF) antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE) estão apresentados na Tabela 11.

Tabela 11 - Volume de filtrado dos fluidos antes do envelhecimento (F0) e após o envelhecimento (FE)

Propriedade	Amostra	
	F0	FE
Volume de Filtrado [mL]	1,2	1,0

O volume de filtrado depende da existência de partículas sólidas (agente obturante) com dimensões adequadas para que ocorra a obstrução dos poros e somente a fase líquida do fluido (filtrado) invada a rocha (Thomas, 2001). Com isso, observa-se que não houve mudanças significativas nos valores de VF antes e após o envelhecimento. Isso implica que, embora a estabilidade elétrica tenha reduzido esta redução não afeta a estabilidade da emulsão, e a água presente permanece emulsionada a fase orgânica.

## 4.2 Etapa 2 – Propriedades dos fluidos após incorporação de NaCl

### 4.2.1 Densidade

As médias dos valores de densidade para os fluidos sem sólidos incorporados (FE) e após incorporação de NaCl (FS5, FS10 e FS15) são apresentadas na Tabela 12.

Tabela 12 - Densidade dos fluidos antes (FE) e após incorporação por NaCl (FS5, FS10 e FS15)

Propriedade	Amostra			
	FE	FS5	FS10	FS15
Densidade (lb/gal)	9,4	9,5	9,7	9,9

Observa-se que a incorporação de NaCl aumentou os valores de densidade dos fluidos e este aumento é proporcional ao teor de sal adicionado. Isso ocorre pelo aumento na quantidade de partículas sólidas no fluido e, embora o sal de sódio não seja considerado como um agente adensante, possui densidade de  $2,2 \text{ g/cm}^3$  e sua presença altera esta propriedade, mesmo que levemente, principalmente se a salmoura tiver atingido total saturação.

O NaCl é um componente comum nos fluidos, mais especificamente, nos sintéticos, sendo o sal utilizado no preparo da salmoura. Algumas vezes durante as operações de perfuração, dependendo da formação que se deseja atravessar, se esta não exigir elevadas pressões hidrostáticas, apenas a presença do sal, juntamente com outros componentes, a exemplo da argila, será suficiente para obter a densidade desejada e assim a pressão hidrostática necessária.

Portanto, a partir dos dados obtidos, ficou evidenciado que fluidos sintéticos de base olefina tem sua densidade modificada quando contaminados por concentrações de NaCl a partir de 10%.

#### 4.2.2 Propriedades Reológicas

Os valores obtidos para viscosidade plástica, limite de escoamento e força gel dos fluidos após incorporação de NaCl (F5, F10 e F15) estão apresentados na Tabela 13.

Tabela 13 - Parâmetros reológicos dos fluidos antes (FE) e após incorporação de NaCl (FS5, FS10 e FS15)

Propriedade	Amostra			
	FE	FS5	FS10	FS15
VP [cP]	12	14	21	27
LE [ $\text{N/m}^2$ ]	7	4	5	7
FG [ $\text{N/m}^2$ ]	1	1	2	4

A partir dos resultados, observa-se que os valores de VP aumentam com adição do NaCl. Para o teor de 5% de sal, tem-se um discreto aumento, entretanto,

para os teores de 10% e 15% de sal, os acréscimos são bastante expressivos, atingindo 27cP para 15% de sal, valor 125% superior ao do fluido sem NaCl.

Em relação à propriedade de limite de escoamento (LE), a incorporação por sal reduz os valores nos teores de 5% e 10% e apenas com 15% de sal atinge o mesmo valor que foi obtido para o fluido envelhecido, mas ainda está muito abaixo do valor apresentado pelo fluido antes do envelhecimento (17 N/m<sup>2</sup>). Por fim, para os valores de força gel (FG), foram observados maiores valores para a contaminação com 10% e 15% de sal.

### 4.2.3 Estabilidade Elétrica

Os valores médios de estabilidade elétrica (EE) dos fluidos após incorporação de NaCl (F5, F10 e F15) estão apresentados na Tabela 14.

Tabela 14 - Estabilidade elétrica dos fluidos antes (FE) e após incorporação de NaCl (FS5, FS10 e FS15)

Propriedade	Amostra			
	FE	FS5	FS10	FS15
Estabilidade Elétrica [V]	449	398	350	324

A partir dos resultados, observa-se que, com a adição do NaCl, a EE diminuiu até atingir um valor de 324V para o fluido contaminado com 15%. Esta redução, bastante expressiva, deixa claro que o sal adicionado não age como uma película ou uma barreira física, impedindo a coalescência das gotas quando estas colidem. O sal, provavelmente, deve estar disperso na fase contínua (olefina), agindo como partícula sólida. Estes resultados, em conjunto com os observados para a viscosidade plástica, contribuem para a teoria de que o NaCl age como sólido, uma vez que a contaminação dos fluidos aumentou consideravelmente os valores de VP e diminuiu os valores de EE. A contaminação por NaCl traz maiores efeitos aos fluidos olefínicos a partir de 10%, embora os efeitos a baixa concentração de sal (5% de NaCl) também tenham sido observados.

#### 4.2.4 Parâmetro de Filtração

Os valores de volume de filtrado dos fluidos após incorporação de NaCl (F5, F10 e F15) são apresentados na Tabela 15.

Tabela 15 - Volume de filtrado dos fluidos antes (FE) e após incorporação de NaCl (FS5, FS10 e FS15)

Propriedade	Amostra			
	FE	FS5	FS10	FS15
Volume de Filtrado [mL]	1,0	0,0	0,6	0,2

Observa-se que após adição do NaCl, houve redução significativa, com valores de VF nulo e próximos de zero. Esses resultados, aliados aos apresentados anteriormente, evidenciam que o NaCl, adicionado aos fluidos, age como sólido contaminante aumentando a viscosidade, diminuindo a estabilidade elétrica, reduzindo o volume de filtrado e auxiliando na formação do reboco.

#### 4.3 Etapa 3 – Propriedades dos fluidos após incorporação conjunta dos sólidos finos

A Tabela 16 apresenta as estatísticas relevantes para a análise de variância (ANOVA) estatística das propriedades  $\rho$ , VP, LE, FG e EE para os fluidos incorporados com os sólidos argila bentonítica, areia, carbonato de cálcio e NaCl, em conjunto, segundo a matriz de planejamento apresentada na Tabela 6. Os valores pontuais de todas as propriedades descritas acima encontram-se na Tabela 18 do Apêndice A

A análise dos principais parâmetros estatísticos, teste F, coeficiente de correlação (R) e porcentagem de variação explicada ( $R^2$ ) dos resultados experimentais, mostra que, dentre as propriedades avaliadas, apenas a densidade ( $\rho$ ) é estatisticamente significativa ao nível de confiança de 90%, apresentando valor de coeficiente de correlação de 0,98 e porcentagem de variação explicada ( $R^2$ ) de 97,3%. O teste F também mostrou que a razão entre o  $F_{\text{calculado}}$  e o  $F_{\text{tabelado}}$  foi superior a 5 apenas para a densidade ( $\rho$ ), com 90% de confiança, o que mostra que o modelo foi

bem ajustado, sendo este, estatisticamente significativo e preditivo, conforme reportado por Barros Neto (2001).

Tabela 16 - Estatísticas relevantes para a análise de variância (ANOVA) das propriedades  $\rho$ , VP, LE, FG e EE dos fluidos incorporados com os sólidos (argila bentonítica, areia, carbonato de cálcio e NaCl) em conjunto

	P	VP	LE	FG <sub>10</sub>	FG <sub>30</sub>	EE
Coeficiente de Correlação (R)	0,98	0,73	0,65	0,59	0,61	0,73
% Variação explicada*	97,3%	52,8%	42,5%	35,2%	37,5%	53,7%
F <sub>calculado</sub> /F <sub>tabelado</sub>	13,32	0,41	0,27	0,20	0,21	0,43

Sendo:  $\rho$  – densidade, VP – viscosidade plástica, LE – limite de escoamento, FG<sub>10</sub> – força gel de 10 minutos, FG<sub>30</sub> – força gel de 30 minutos e EE – estabilidade elétrica

A partir das estatísticas apresentadas na Tabela 16, foram obtidas equações de regressão para o modelo estudado, correlacionando as proporções dos sólidos (areia, argila, carbonato de cálcio e NaCl) com as propriedades estudadas ( $\rho$ , VP, LE, FG e EE). Os modelos foram obtidos a partir da regressão linear dos dados experimentais, utilizando o *software Statistica*, versão 7.

As equações da Tabela 17 apresentam a influência dos sólidos nas propriedades estudadas.

Tabela 17 - Modelos matemáticos codificados\* para as propriedades  $\rho$ , VP, LE, FG e EE para o fluido com densidade inicial de 9,4lb/gal após incorporação conjunta segundo o planejamento experimental

$\rho$ (lb/gal) = 10,353 ± 0,029 + (0,179A ± 0,013) – (0,041A <sup>2</sup> ± 0,017) + (0,162Ag ± 0,013) + (0,162C ± 0,013) + (0,045NaCl ± 0,013) – (0,037Ag*C ± 0,015)
VP (cP) = 26,643 ± 2,616 + (2,821NaCl ± 1,252)
LE - não foram obtidos resultados estatisticamente significativos
FG <sub>10</sub> – não foram obtidos resultados estatisticamente significativos
FG <sub>30</sub> – não foram obtidos resultados estatisticamente significativos
EE (V) = 449,071 ± 16,811 – (24,544NaCl ± 8,044)

Sendo: A – areia, Ag – argila, C – carbonato de cálcio, NaCl - sal,  $\rho$  – densidade, VP – viscosidade plástica, LE – limite de escoamento, FG<sub>10</sub> – força gel de 10 minutos, FG<sub>30</sub> – força gel de 30 minutos e EE – estabilidade elétrica

\* ao nível de 90,0% de confiança.



Observa-se que a densidade ( $\rho$ ) é influenciada pela adição de todos os sólidos, sendo a areia o mais significativo. Isso pode ser comprovado pelo valor da densidade da areia, que, sendo ela formada por quartzo, tem valores médios de  $2,65\text{g/cm}^3$ . Em seguida, têm-se a argila e carbonato de cálcio, com valores de densidade de aproximadamente  $2,6\text{g/cm}^3$  e o NaCl com densidade de aproximadamente  $2,2\text{g/cm}^3$ . Em termos gerais, a densidade aumenta para todas as quantidades e combinações de sólidos adicionados ao fluido e isso ocorre pelo aumento na quantidade de partículas sólidas no fluido. A partir da equação, tem-se que viscosidade plástica (VP) é influenciada pela adição de NaCl, ou seja, o aumento do valor da VP é observado quando tem-se um aumento da quantidade de NaCl no fluido. A adição dos sólidos não é estatisticamente significativa para o limite de escoamento (LE) e para as forças géis ( $FG_{10}$  e  $FG_{30}$ ). Observa-se que a estabilidade elétrica (EE) foi afetada negativamente pelo NaCl, ou seja, o aumento da quantidade de NaCl no fluido reduz os valores de estabilidade elétrica.

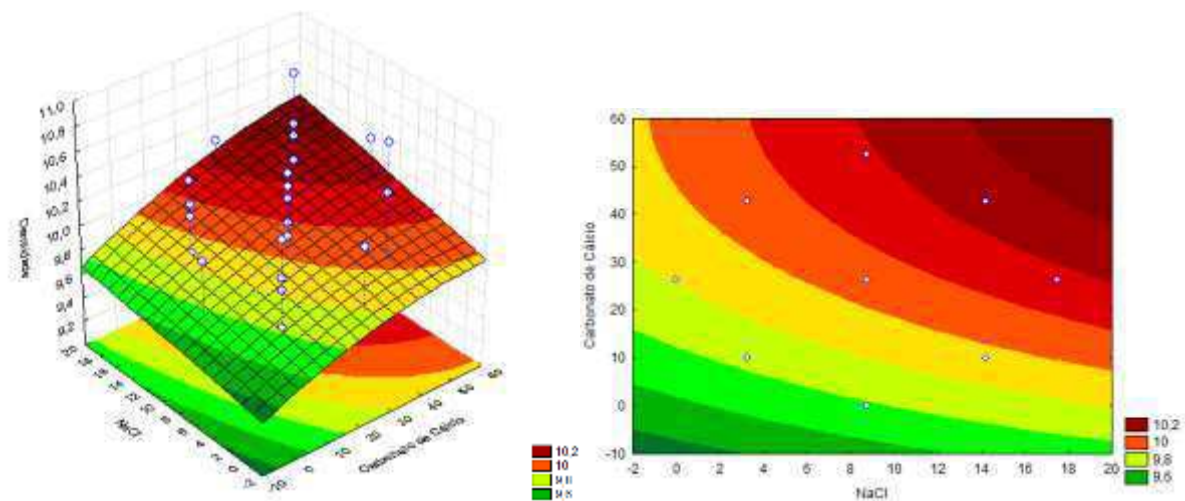
Os resultados obtidos são significativos ao nível de 90% de confiança. Assim, os modelos apresentados na Tabela 17 podem ser considerados estatisticamente significativos para a densidade ( $\rho$ ) em função das proporções de sólidos incorporados ao fluido.

As Figuras 9 a 20 apresentam as superfícies de resposta obtidas para os valores de densidade ( $\rho$ ), viscosidade plástica (VP), limite de escoamento (LE), força gel de 10 minutos ( $FG_{10}$ ), força gel de 30 minutos ( $FG_{30}$ ) e estabilidade elétrica (EE), para os níveis -1 e +1 do planejamento experimental. Nestas Figuras, observa-se a influência de dois sólidos em estudo, enquanto outros dois foram fixados nos níveis citados. No Apêndice B encontram-se as demais superfícies de resposta obtidas para as propriedades e níveis acima citados,

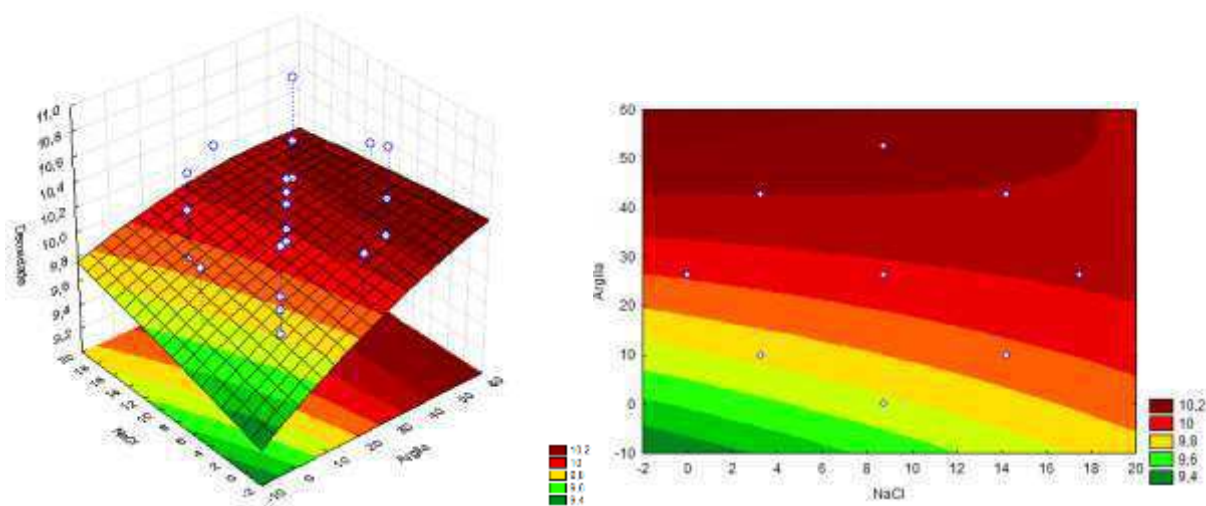
A partir da análise das superfícies de resposta das Figuras 9 e 10 observa-se que, os sólidos incorporados aumentaram os valores de densidade dos fluidos, conforme evidenciado no modelo matemático. Observa-se também, uma tendência ao aumento da densidade quando dois sólidos são analisados em conjunto e outros dois são fixados. Maiores valores de densidade foram observados quando da adição de sólidos para o nível +1 (contendo  $26,25\text{g}$  de cada contaminante) do planejamento

experimental, visto que, uma maior quantidade de sólidos foram incorporados aos fluidos.

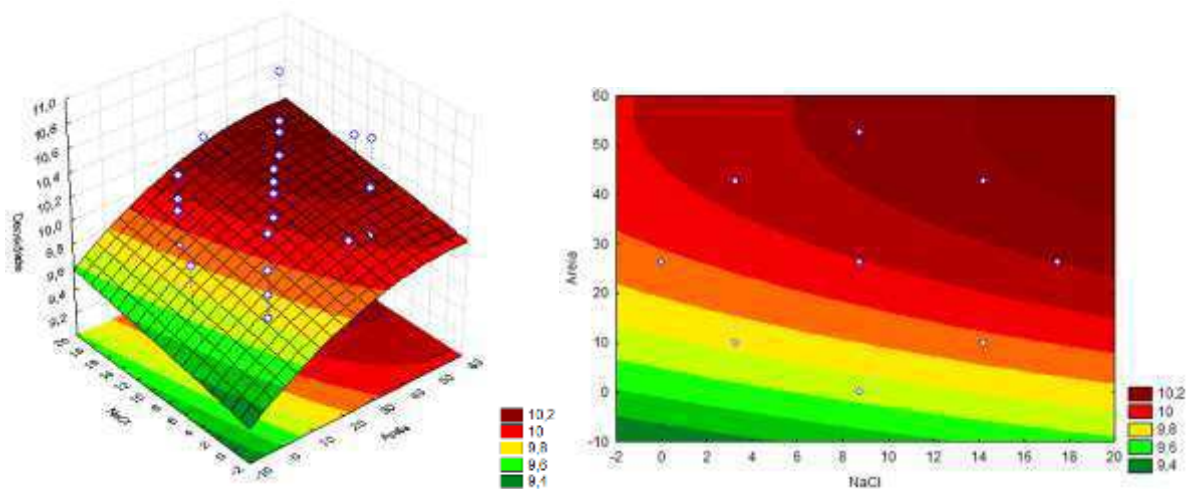
Pode ser observado ainda que os valores obtidos ocorrem nas combinações em que o NaCl está fixo, havendo um aumento gradual de ambos os contaminantes.



(a)

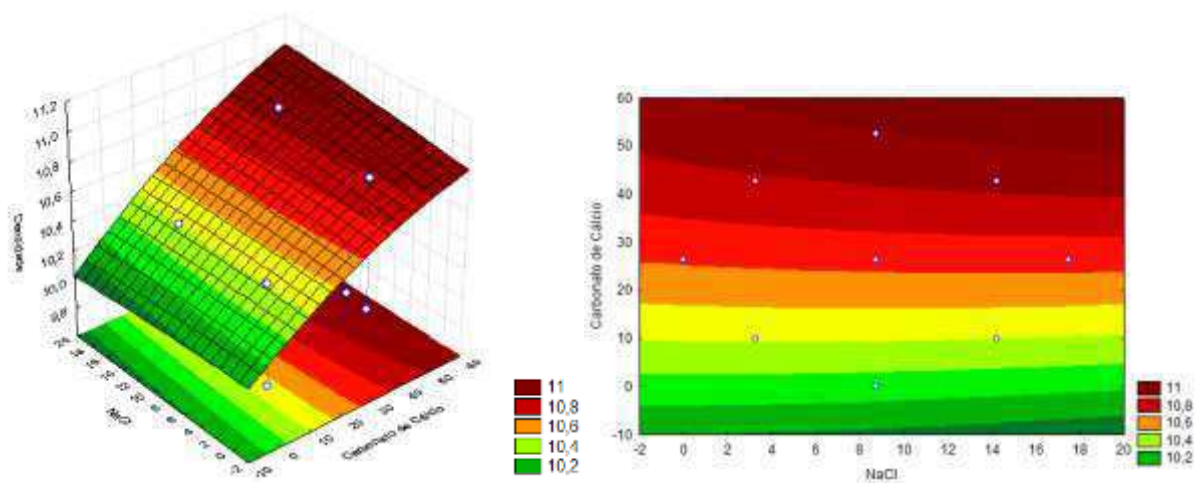


(b)

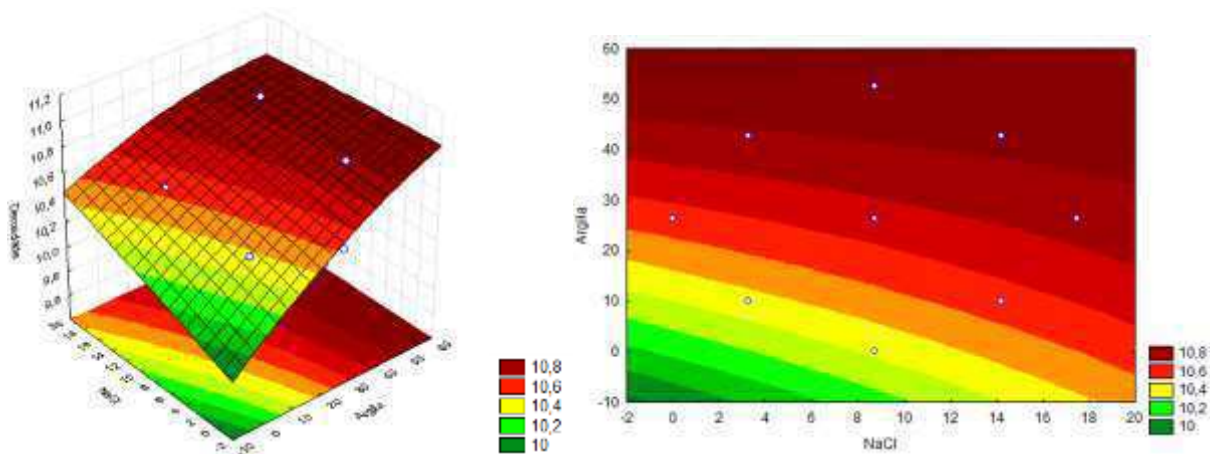


(c)

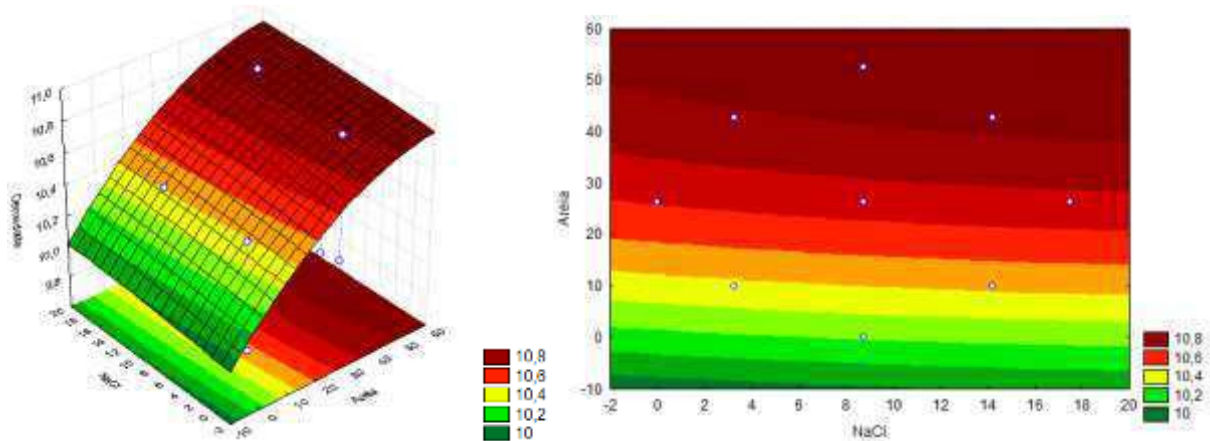
Figura 9 - Superfícies de resposta para densidade fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio



(a)



(b)



(c)

Figura 10 - Superfícies de resposta para densidade fixando no nível +1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio

A partir da análise das Figuras 11 e 12, correspondentes às superfícies de resposta para a viscosidade plástica, observou-se um aumento nessa propriedade com a incorporação de sólidos nos fluidos. Observa-se uma tendência de aumento quando do aumento do teor de sólidos, bem como a presença de NaCl, que aumenta a viscosidade plástica em maiores proporções, conforme evidenciado no modelo matemático descrito da Tabela 12. Segundo Machado (2002), a viscosidade plástica é a resistência ao escoamento provocada pelo atrito entre as partículas dispersas e entre as próprias moléculas do líquido dispersante. O atrito entre as partículas dispersas pode ser causado por: concentração de sólidos, tamanho e forma dos sólidos e viscosidade da fase fluida.

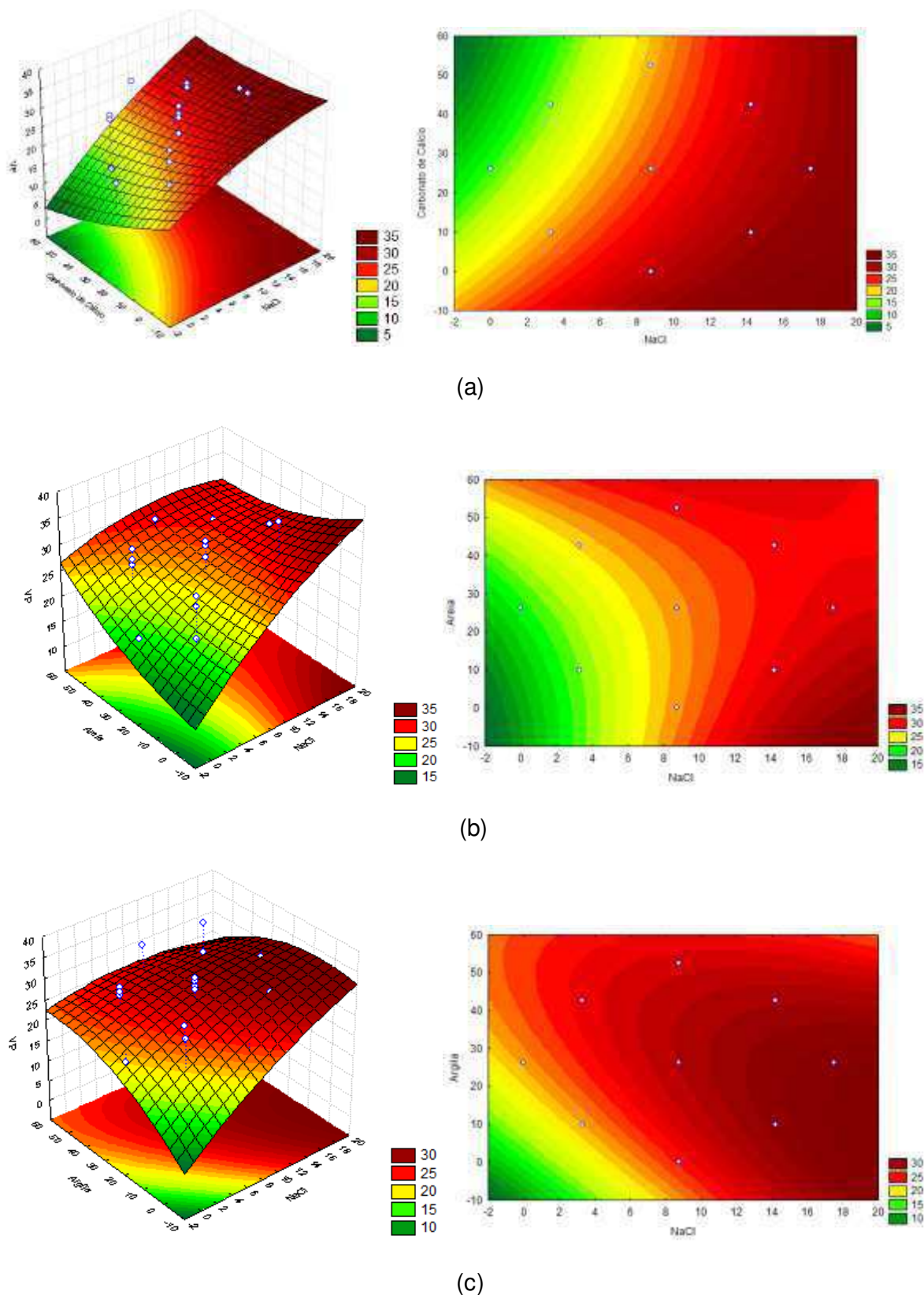
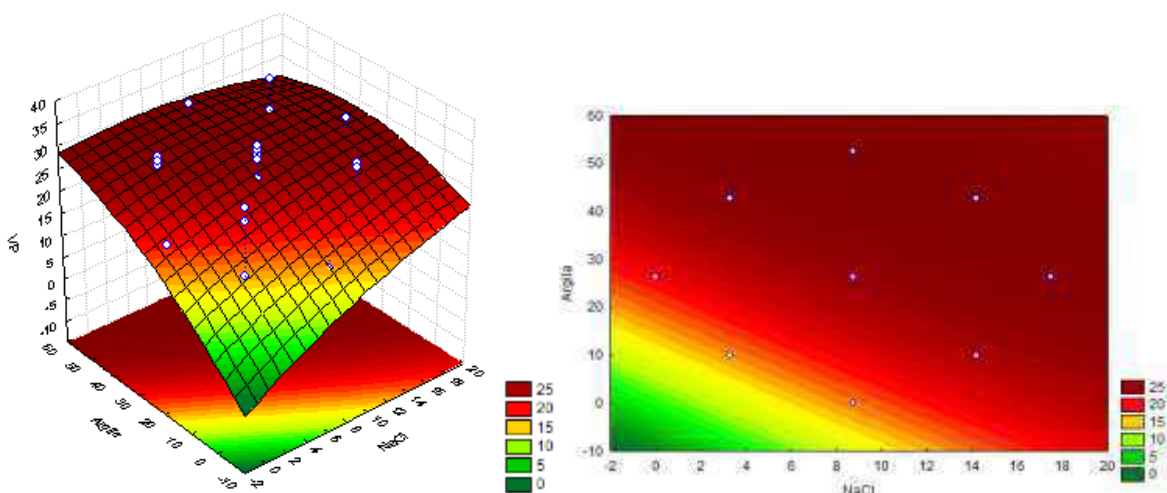
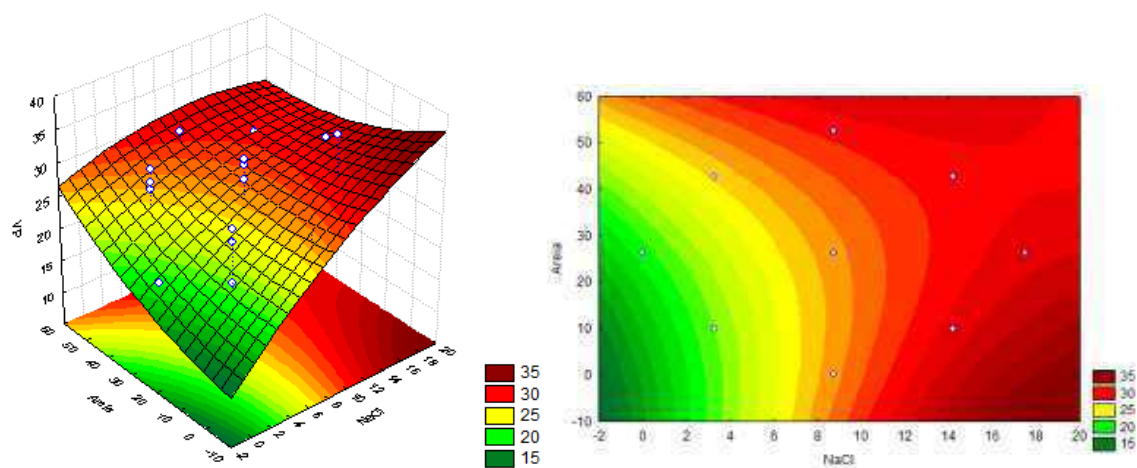


Figura 11 - Superfícies de resposta para viscosidade plástica fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) argila e carbonato de cálcio (c) areia e carbonato de cálcio

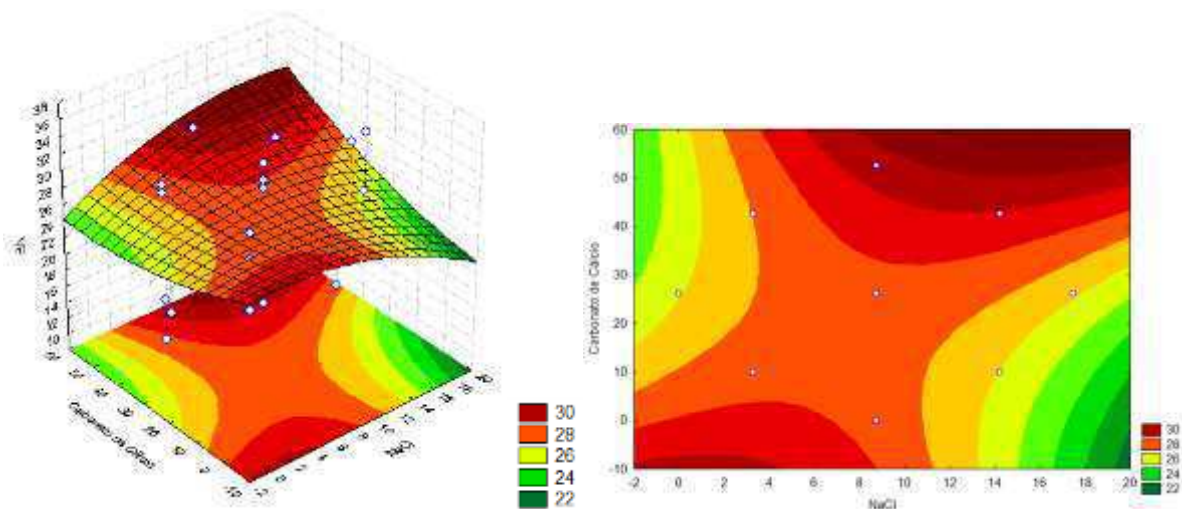




(a)



(b)

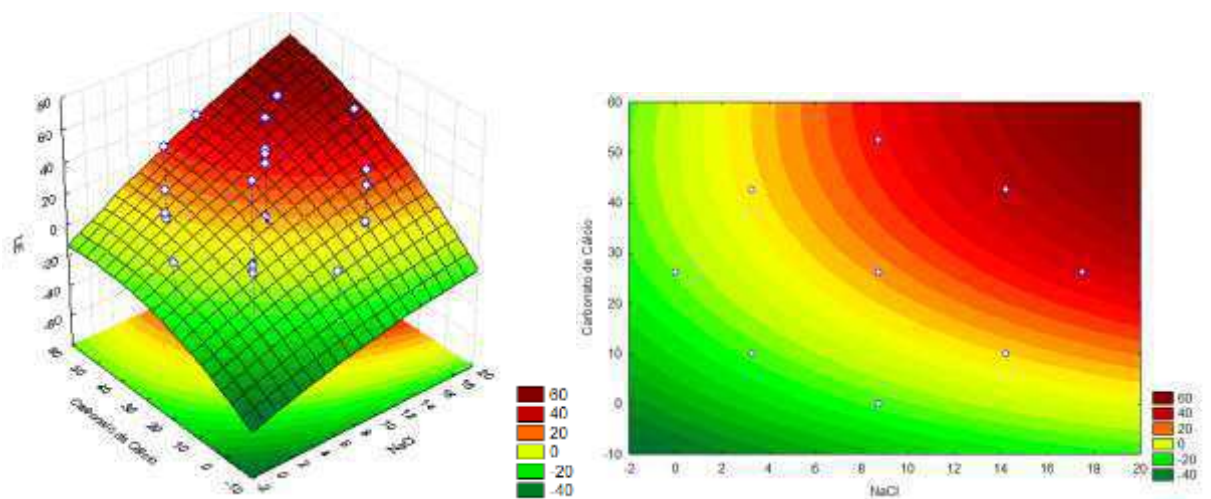


(c)

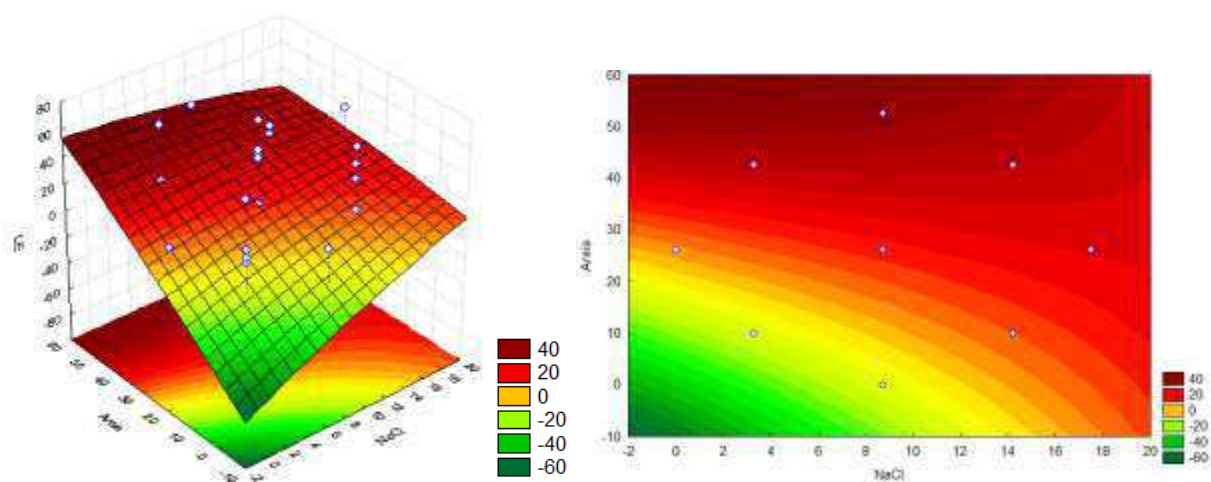
Figura 12 -Superfícies de resposta para viscosidade plástica fixando no nível +1 (a) areia e carbonato de cálcio (b) argila e carbonato de cálcio e (c) areia e argila

Machado (2002) define limite de escoamento como sendo as forças de interação entre as partículas dispersas, e irá aumentar quando tais forças aumentam, isto é, quando aumenta o potencial iônico do meio, causando um consequente aumento das forças eletrostáticas de interação entre as partículas dispersas. A partir da análise das Figuras 13 e 14, pode-se observar uma tendência ao aumento no valor dessa propriedade com o aumento da quantidade de sólidos incorporados em conjunto, sendo a argila e o NaCl os sólidos que mais influenciaram. Com isto a argila e o NaCl, sendo sólidos que mais influenciam nessa propriedade, podem ter mudado o ambiente iônico do meio, por serem carregados eletricamente, no caso da argila, e um eletrólito, no caso do sal.

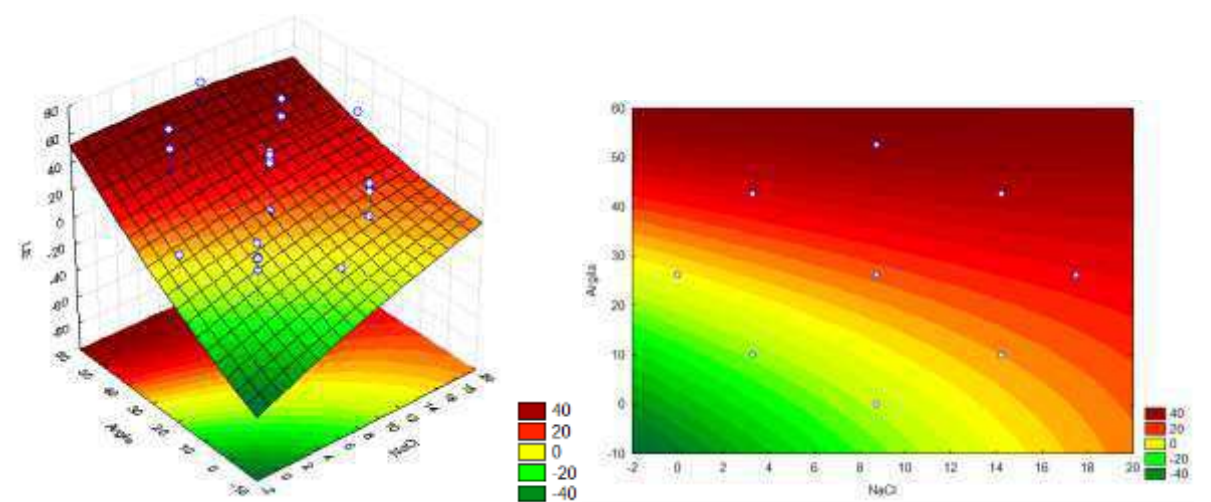




(a)

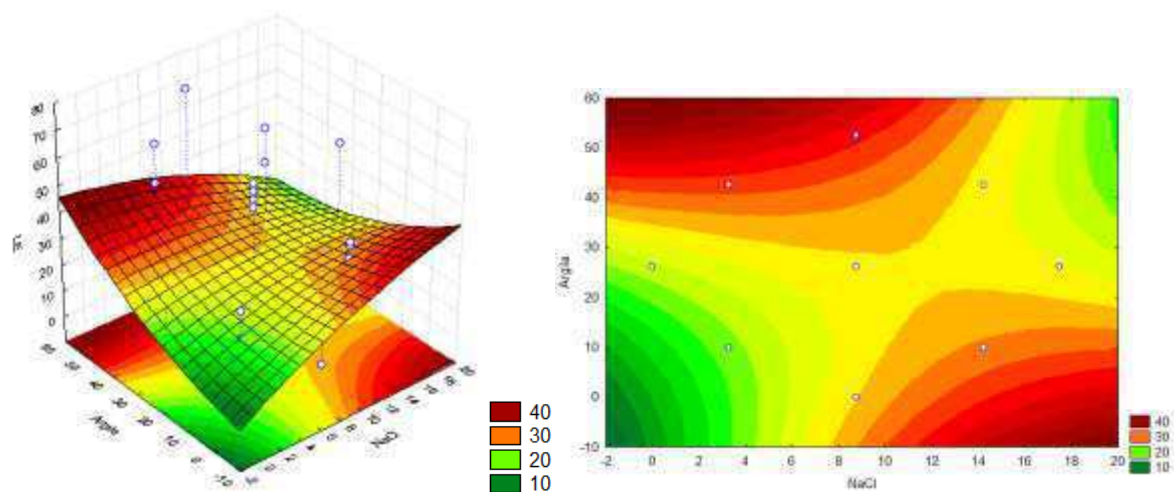


(b)

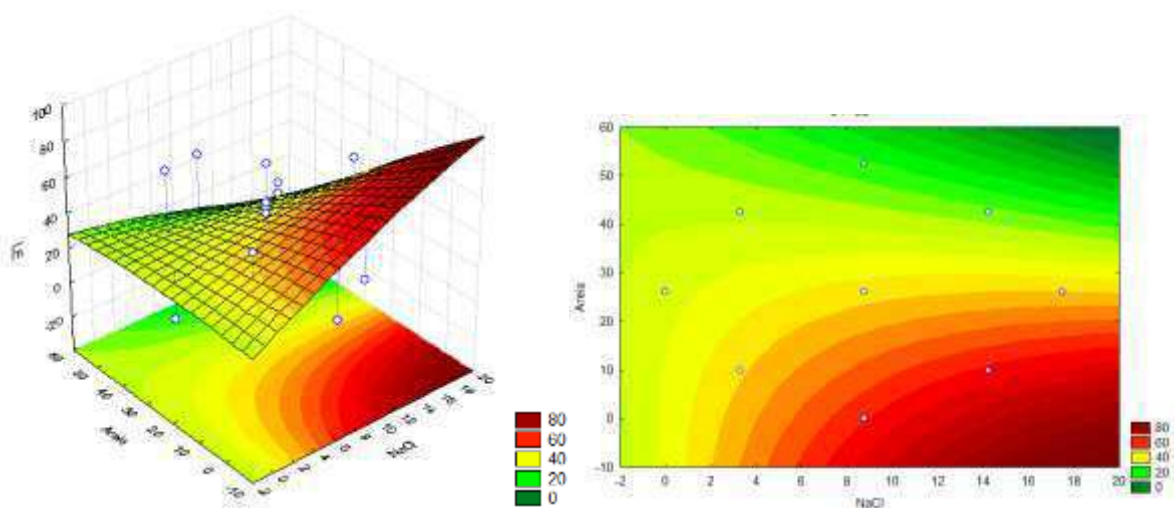


(c)

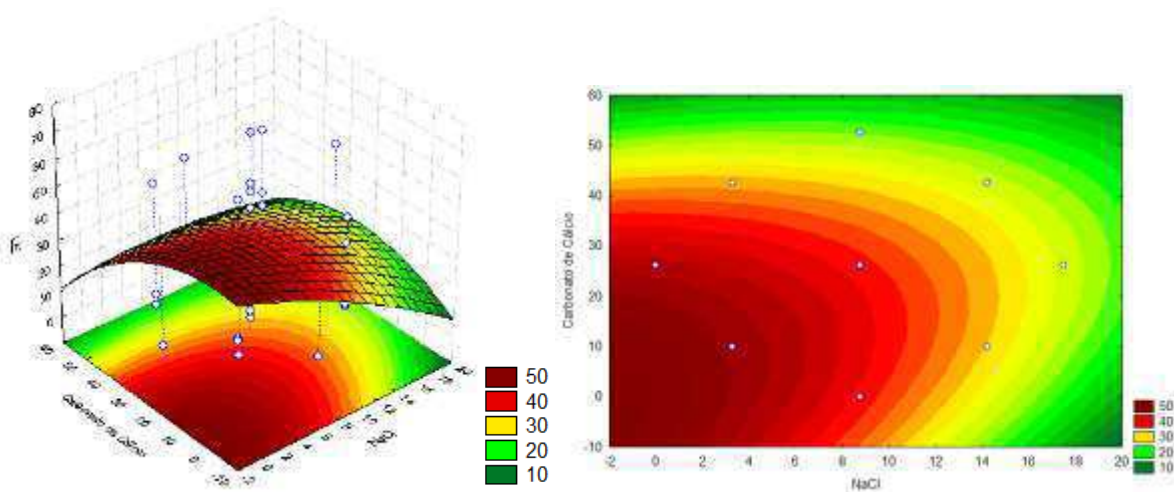
Figura 13 - Superfícies de resposta para limite de escoamento fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) argila e carbonato de cálcio (c) areia e carbonato de cálcio



(a)



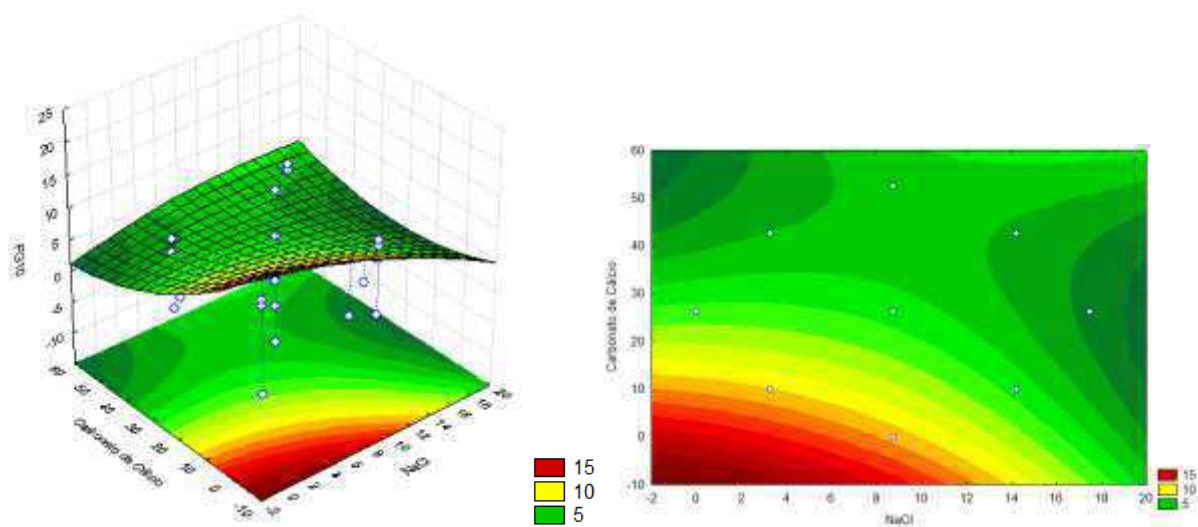
(b)



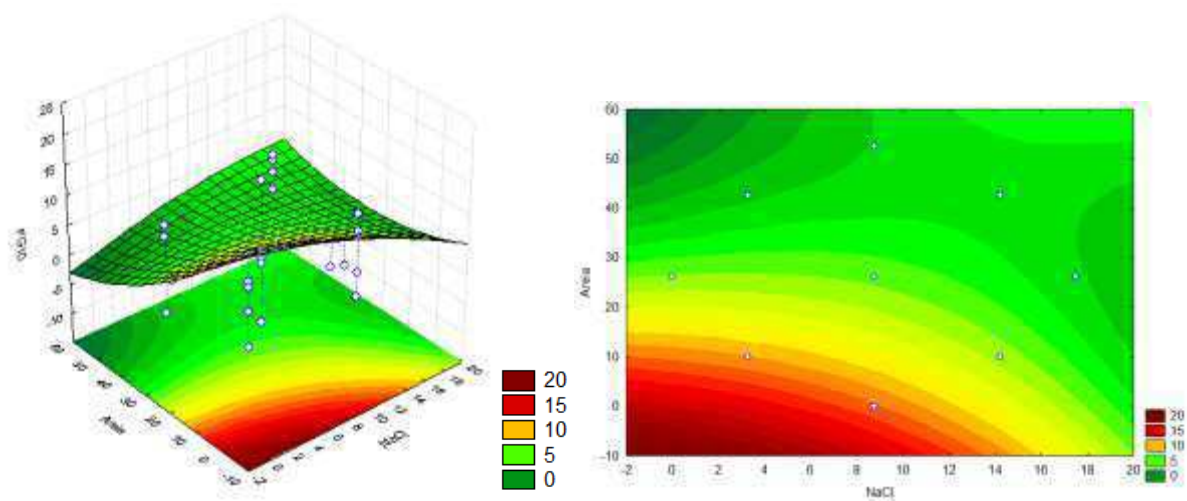
(c)

Figura 14 - Superfícies de resposta para limite de escoamento fixando no nível +1 (a) areia e carbonato de cálcio (b) argila e carbonato de cálcio e (c) areia e argila

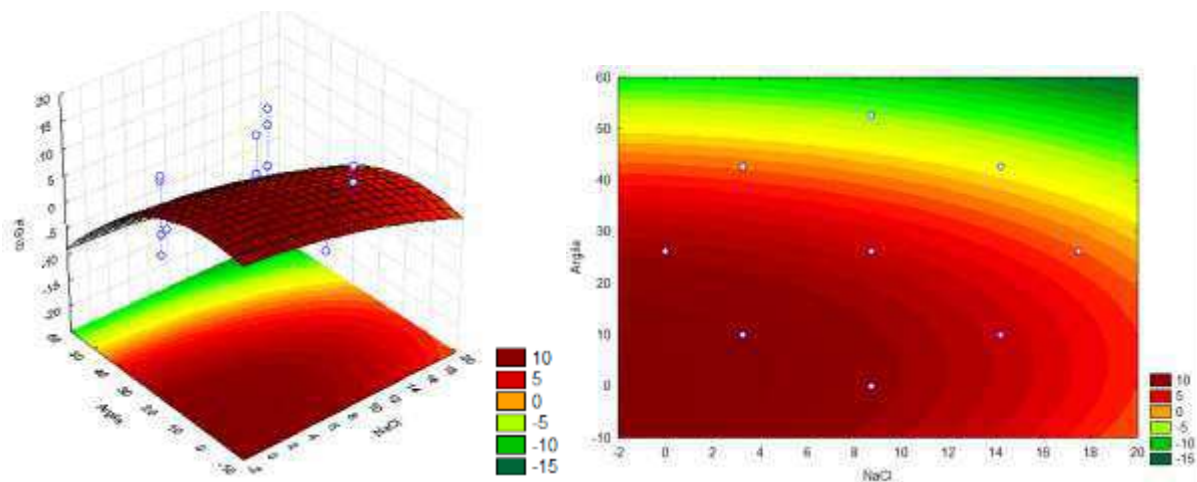
A partir da análise das Figuras 15, 16, 17 e 18 correspondentes às forças géis, observa-se uma tendência ao aumento dessa propriedade quando do aumento da quantidade de contaminantes, porém, para algumas concentrações observa-se uma redução da mesma. Sendo o modelo matemático não significativo, nenhuma variável individualmente ou em conjunto, influencia estatisticamente essa propriedade, ou seja, os valores de força gel variam muito pouco. No entanto, pode-se afirmar que, a incorporação, independente dos teores de sólidos, promove o aumento da força gel, visto que, a quantidade de partículas sólidas aumenta. A força gel é a medida da tixotropia, que é a capacidade que o fluido tem de adquirir um estado semi-rígido quando está em repouso, mantendo os detritos em suspensão, e voltar a um estado de fluidez quando em movimento, levando os detritos à superfície. Valores negativos e oscilações da força gel podem ser explicados pelo fenômeno de deslizamento, no qual uma fina película de fluido é formada no equipamento fornecendo leituras inexatas.



(a)



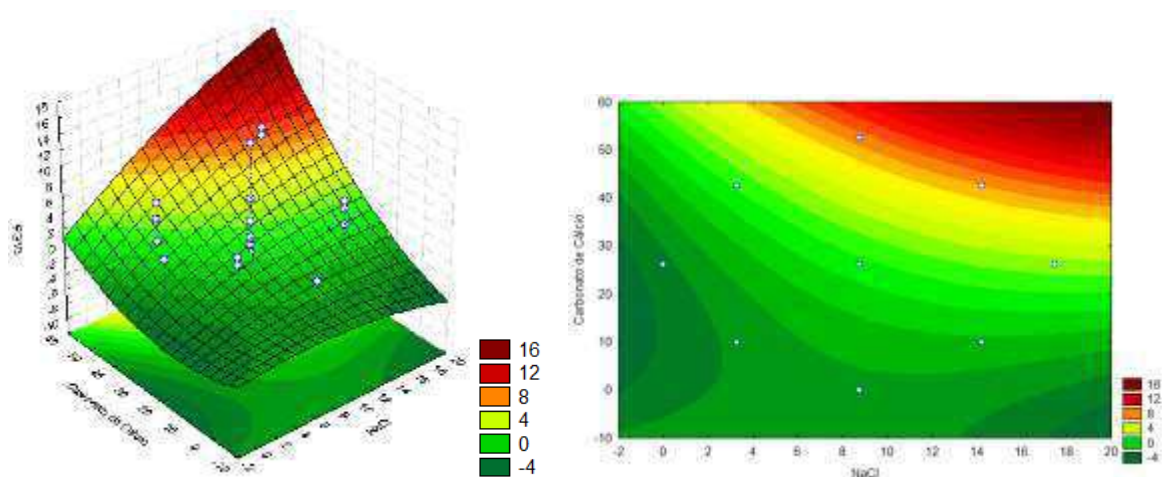
(b)



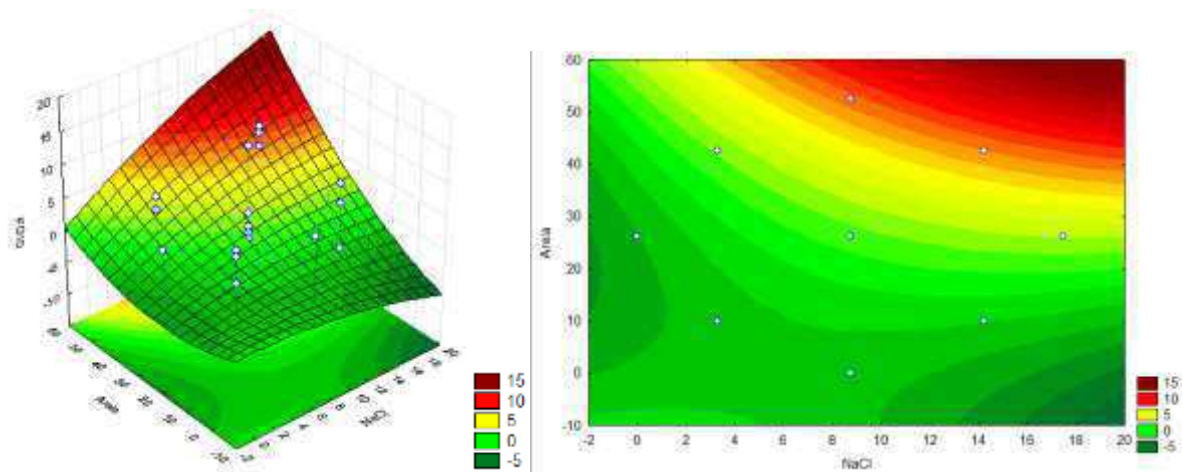
(c)

Figura 15 - Superfícies de resposta para força gel de 10 minutos fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) argila e carbonato de cálcio (c) areia e carbonato de cálcio

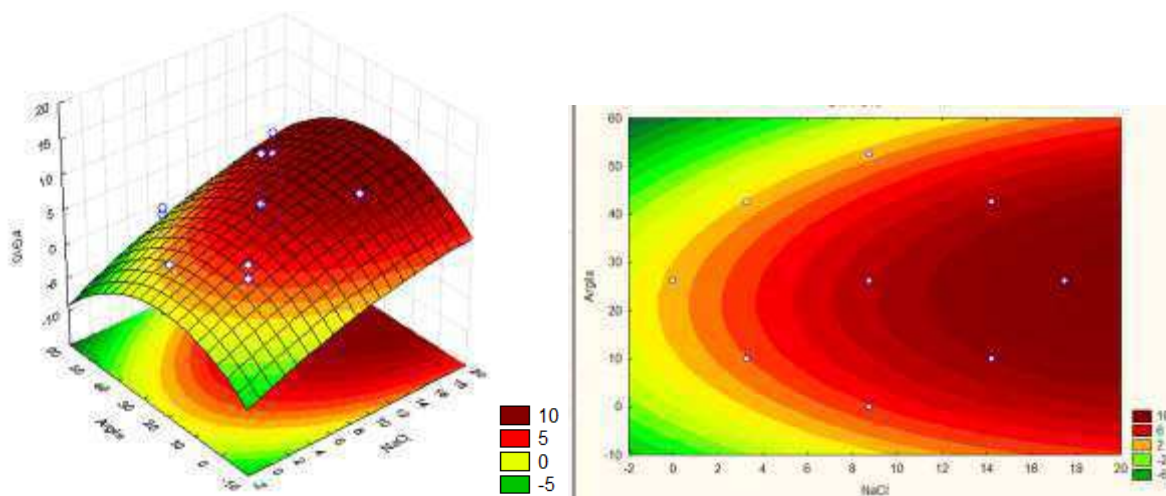




(a)

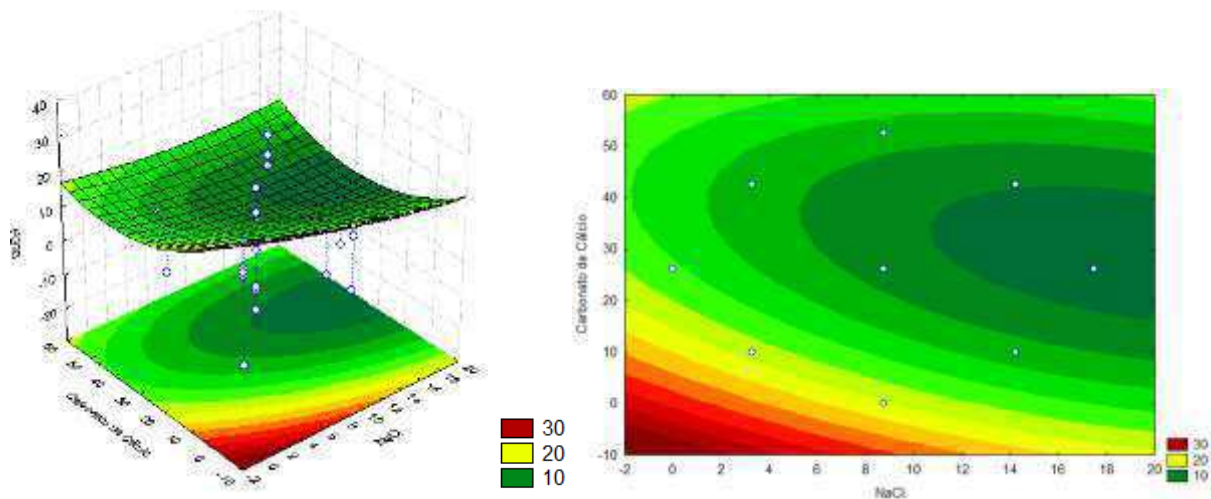


(b)

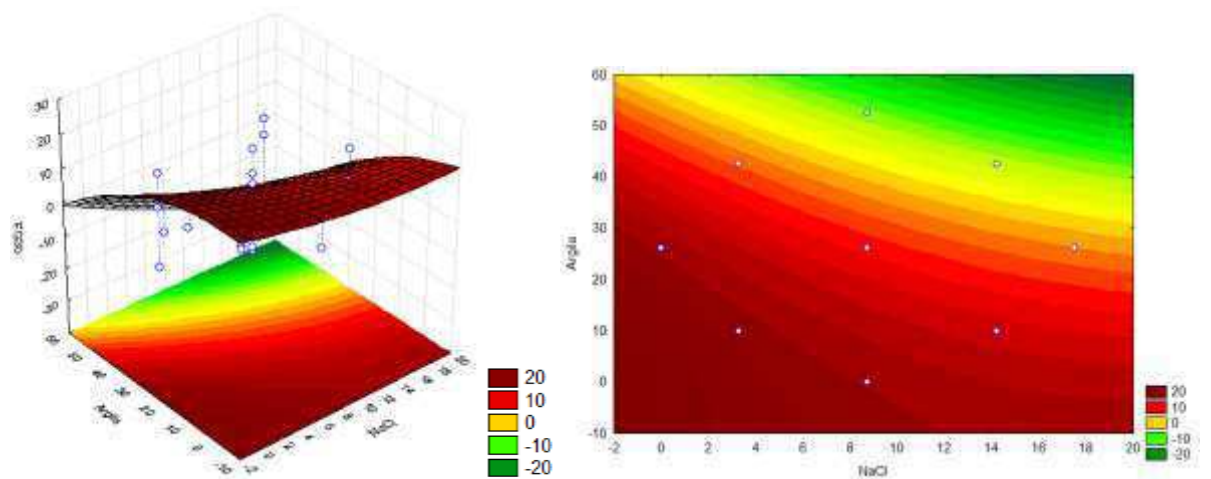


(c)

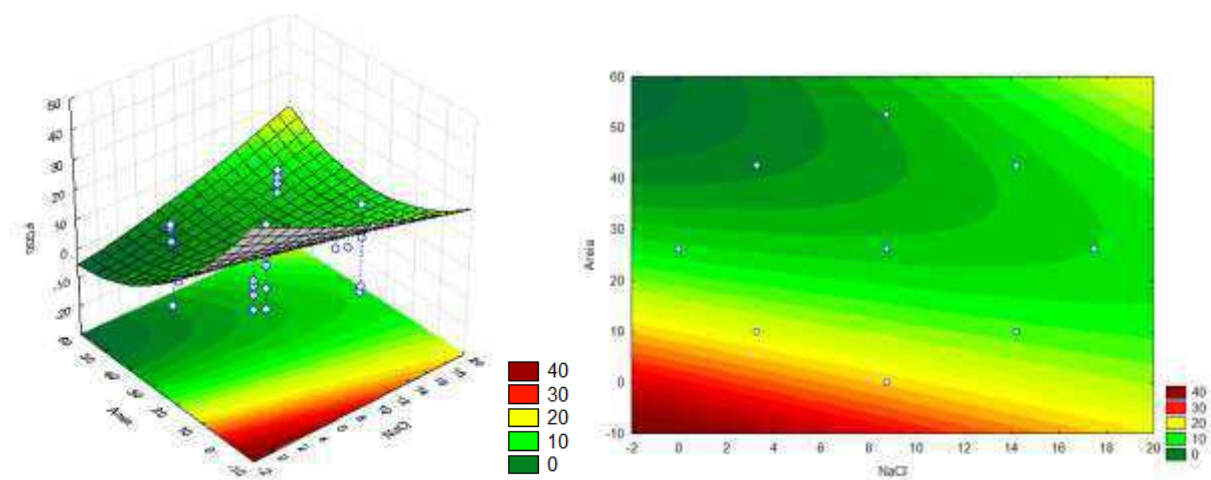
Figura 16 -Superfícies de resposta para força gel de 10 minutos fixando no nível +1 (a) areia e argila (b) argila e carbonato de cálcio (c) areia e carbonato de cálcio



(a)

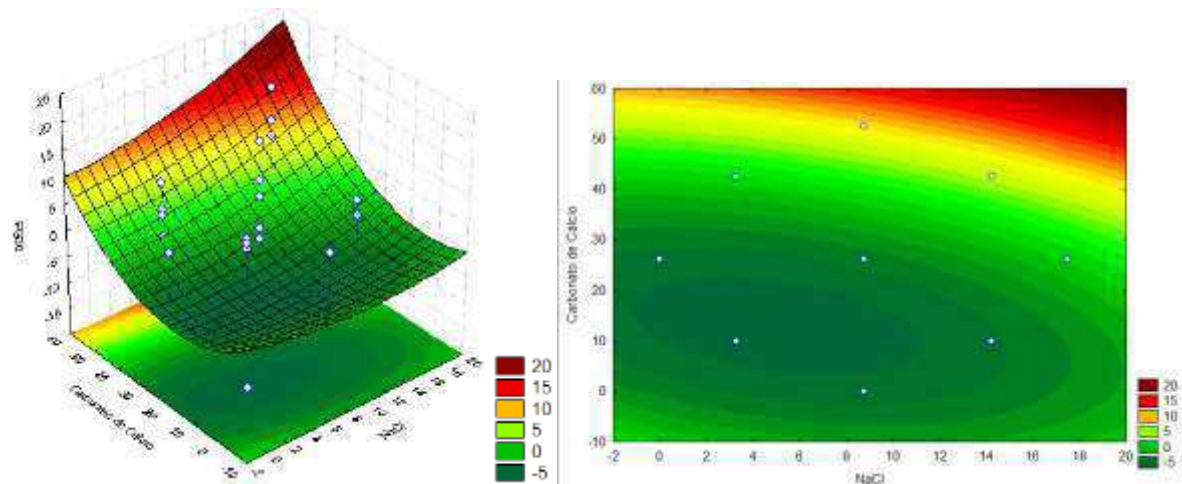


(b)

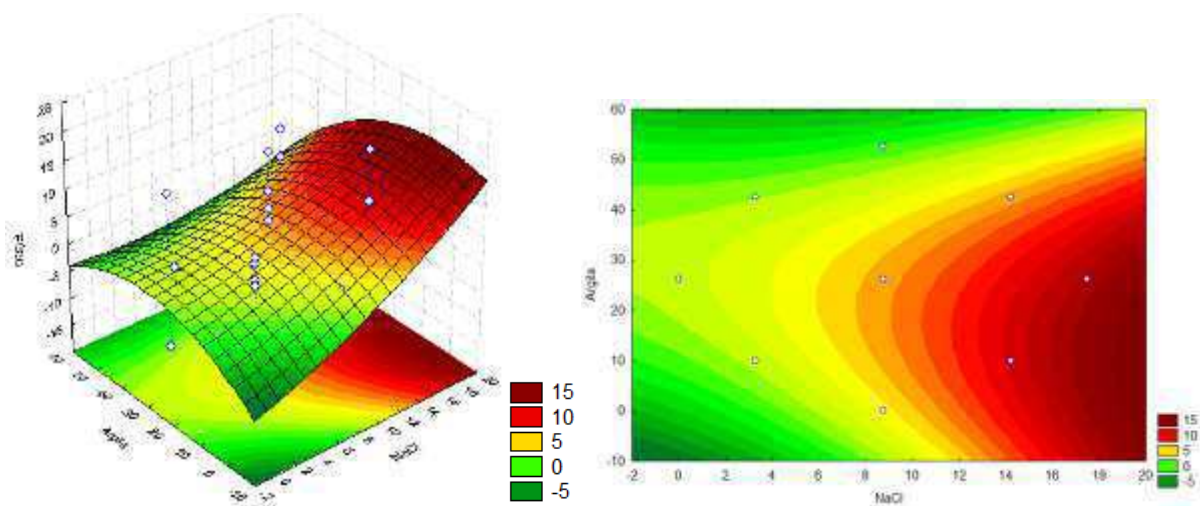


(c)

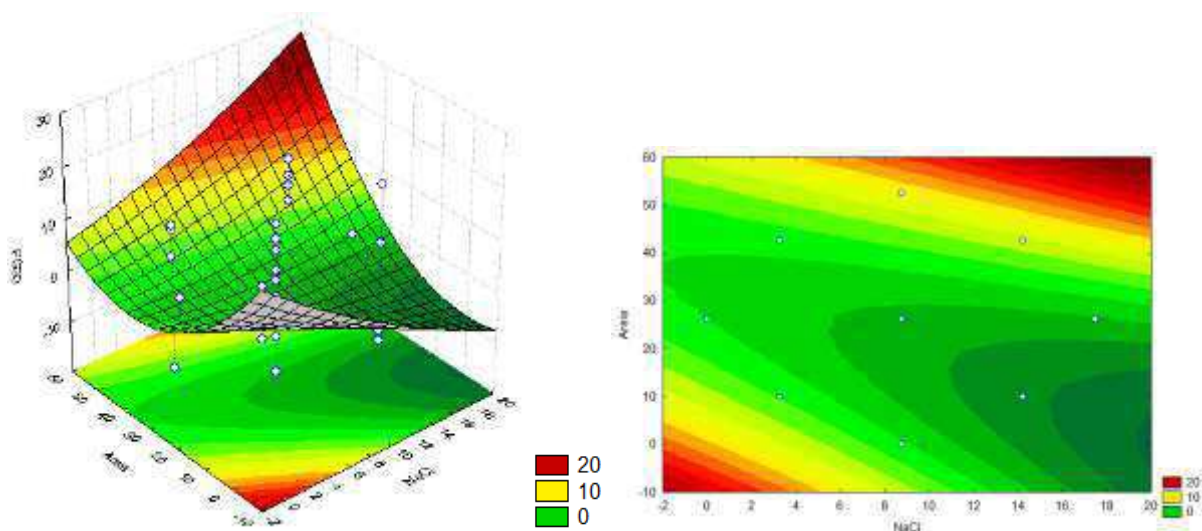
Figura 17 - Superfícies de resposta para força gel de 30 minutos fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio



(a)



(b)

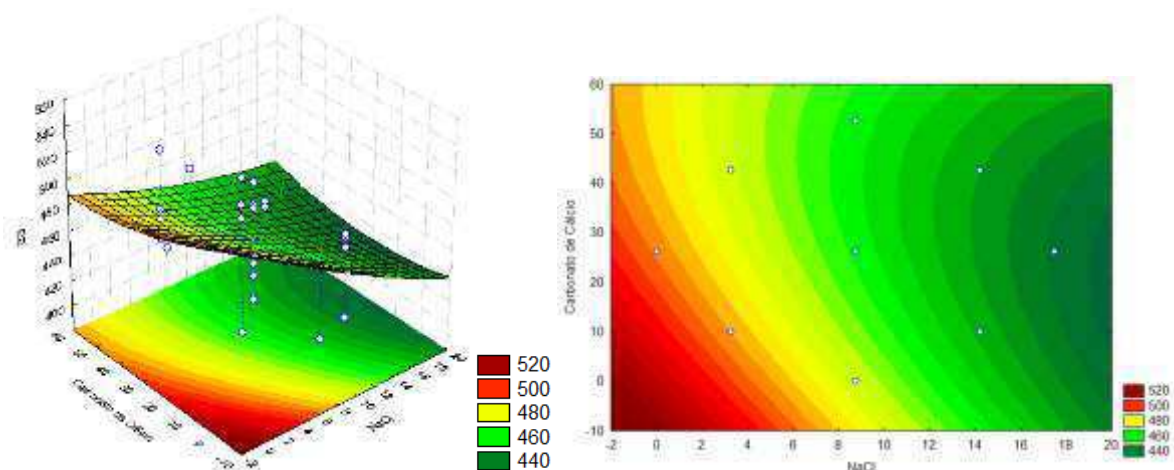


(c)

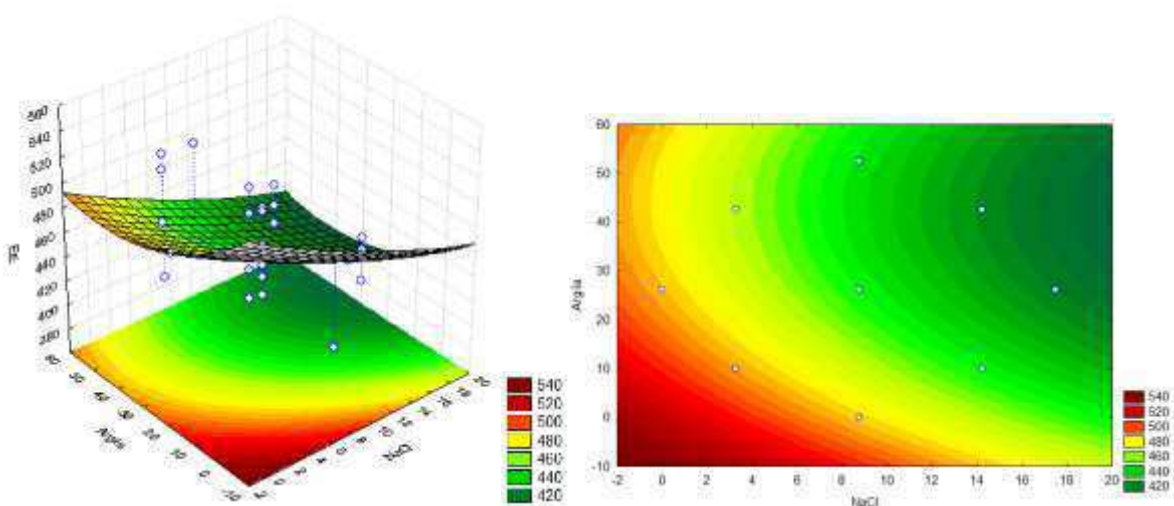
Figura 18 - Superfícies de resposta para força gel de 30 minutos fixando no nível +1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio

Nas Figuras 19 e 20 estão presentes as superfícies de resposta para a estabilidade elétrica. A estabilidade elétrica da emulsão é um indicativo de quão fortemente a água está emulsionada numa base orgânica. Altos valores indicam uma emulsão mais forte e, portanto, um fluido mais estável (Perez, 2008). No geral, observa-se uma tendência à redução da estabilidade elétrica com o aumento de contaminantes no fluido. A partir da análise do modelo matemático, pode-se comprovar que o aumento do teor de NaCl reduz a estabilidade elétrica, indicando que o sólido age como um contaminante no fluido, não formando uma película protetora que impede a coalescência das gotas. Embora os valores de estabilidade elétrica estando acima de 200 V possam ser considerados elevados, não necessariamente pode-se afirmar que os fluidos tem as propriedades preservadas.

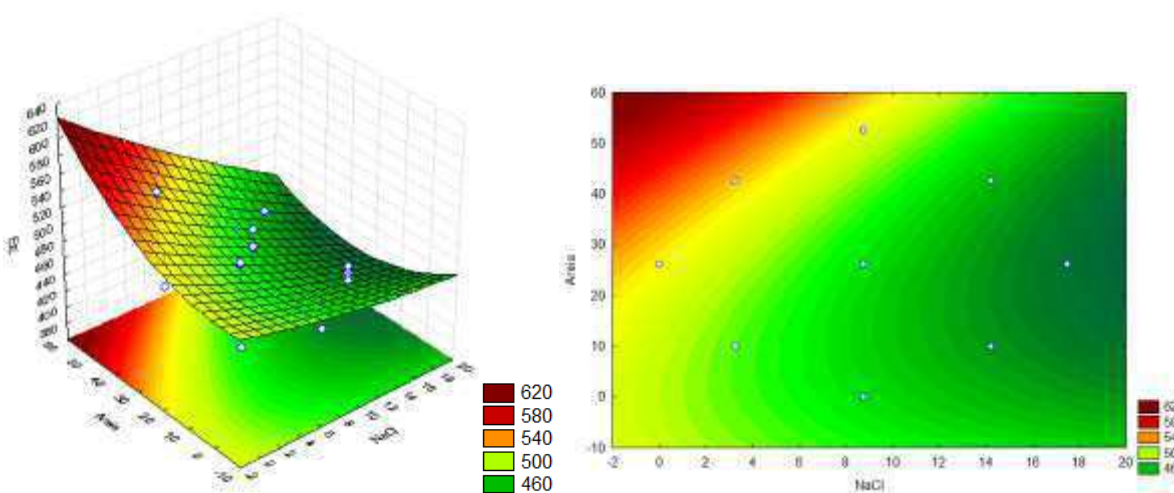




(a)

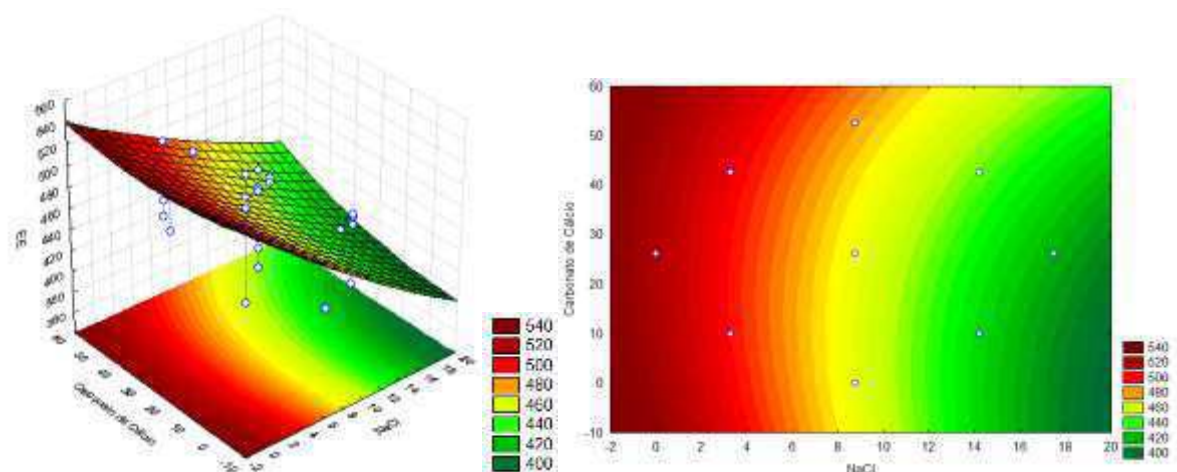


(b)

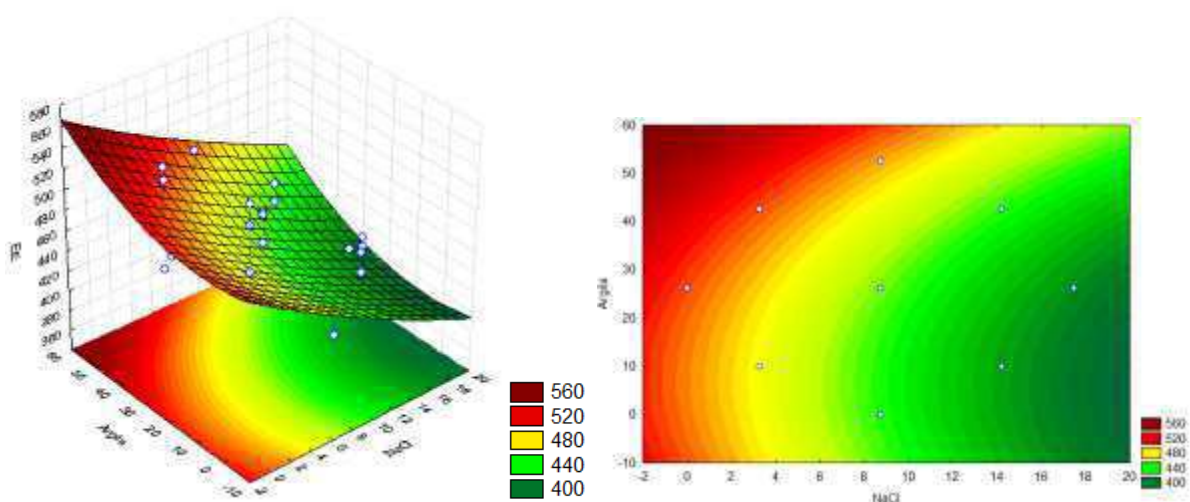


(c)

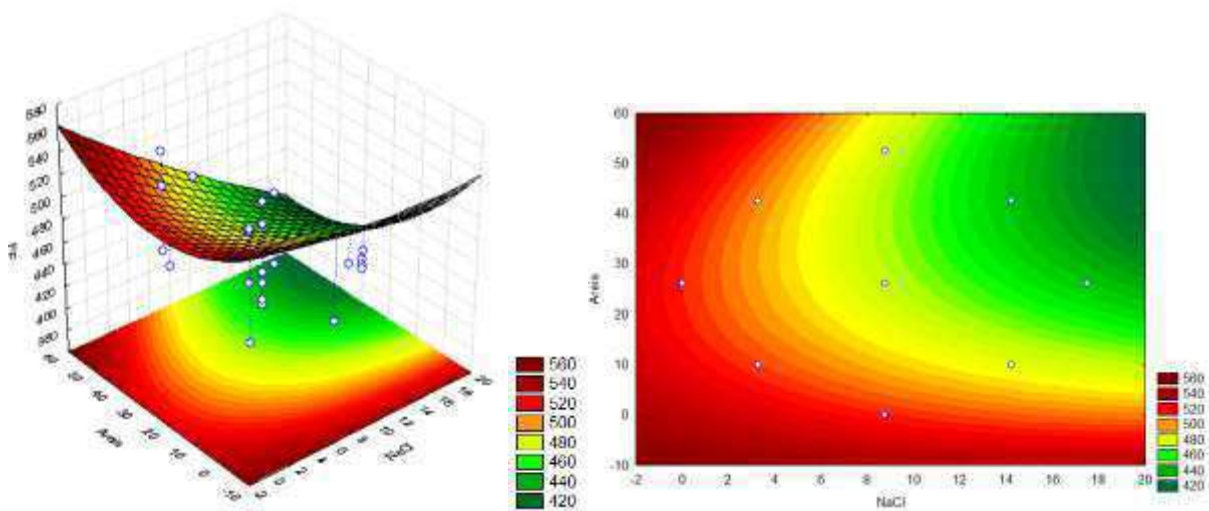
Figura 19 - Superfícies de resposta para estabilidade elétrica fixando no nível -1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio



(a)



(b)



(c)

Figura 20 - Superfícies de resposta para estabilidade elétrica fixando no nível +1 (a) areia e argila (b) areia e carbonato de cálcio (c) argila e carbonato de cálcio

#### 4.4 Volume de Filtrado

Após adição dos sólidos areia, argila, carbonato de cálcio e NaCl aos fluidos de perfuração olefínicos houve redução significativa nos valores de volume de filtrado, com estes sendo mantidos constantes em 0, independente do teor ou combinação de sólidos adicionados. Os fluidos antes da incorporação apresentaram VF de 1,0 e após incorporação, todos os valores foram nulos. Esse comportamento evidencia que os sólidos incorporados podem ter agido como selante, auxiliando na formação do reboco e conseqüentemente reduzindo o volume de filtrado. Em estudos anteriores, Silva (2014), comprovou que o carbonato de cálcio e a argila bentonítica incorporados isoladamente ao fluido sintético parafínico, reduzem seu VF, sendo o carbonato de cálcio responsável pela maior redução, por ser um material selante, ou seja, age como obturante de poros. Esses resultados, aliados aos apresentados anteriormente, evidenciam que os sólidos incorporados ao fluido agem como contaminante, aumentando a sua viscosidade, força gel e limite de escoamento e diminuindo sua estabilidade elétrica e o volume de filtrado.

## 5 CONCLUSÕES

Com o objetivo de avaliar a influência do envelhecimento térmico e da incorporação isolada por NaCl nas propriedades físicas de fluidos de perfuração olefínicos utilizados nos poços do pré-sal, bem como estudar os efeitos da incorporação conjunta de diferentes sólidos, por meio de um planejamento experimental nas propriedades físicas do fluido em estudo concluiu-se que:

- O envelhecimento térmico não altera a densidade, a força gel e o volume de filtrado do fluido. Porém, reduz a viscosidade plástica, o limite de escoamento e a estabilidade elétrica;
- A contaminação isolada por NaCl causou efeito em todas as propriedades estudadas, aumentando a densidade, a viscosidade plástica, o limite de escoamento e a força gel e reduzindo a estabilidade elétrica e o volume de filtrado. Esses efeitos foram mais evidentes para as maiores concentrações do contaminante (10 e 15%);
- A partir dos modelos matemáticos obtidos, a incorporação conjunta dos sólidos foi estatisticamente significativa para a densidade ao nível de 90% de confiança;
- Para as superfícies de resposta, todas as propriedades foram influenciadas pela contaminação dos sólidos, isoladamente ou em conjunto, com uma maior tendência para a influência em maiores concentrações, sendo o NaCl responsável por maiores alterações;
- A incorporação conjunta dos sólidos argila bentonítica, areia, carbonato de cálcio e NaCl tem grande influência na propriedade de filtração dos fluidos olefínicos, conduzindo a valores nulos para o volume de filtrado.

De modo geral, os sólidos incorporados atuam como contaminantes para o fluido sintético olefínico, visto que, altera todas as suas propriedades, comprometendo o desempenho dos fluidos olefínicos.

## **6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- Estudar, de forma isolada, os efeitos da contaminação pelos sólidos finos argila bentonítica sódica, carbonato de cálcio, areia e cloreto de sódios nas propriedades das emulsões de olefina;
- Estudar o efeito da incorporação de cada sólido isoladamente e em diferentes teores sobre as propriedades do fluido de perfuração olefínico;
- Estudar a molhabilidade dos sólidos na fase aquosa e sintética dos fluidos olefínicos.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMORIM, L. V. **Melhoria, proteção e recuperação da reologia de fluidos hidroargilosos para uso na perfuração de poços de petróleo.** 2003. 326f. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Universidade Federal de Campina Grande, Paraíba.

ANNIS R. M.; SMITH V. M. **Drilling Fluids Technology.** Revised Edition Exxon Company. U.S.A, 1996.

API. **American Petroleum Institute,** 1991.

BESSLER, K. E. e RODRIGUES, L. C. Os Polimorfos de Carbonato de Cálcio – Uma Síntese Fácil de Aragonita. **Quim. Nova**, v. 31, n. 1, p. 178-180, 2008.

BOURGOYNE, A.T. et al. **Applied drilling engineering.** 1986.

BUCKLEY, J. S. e MORROW, N. R. **Wettability and Prediction of Oil Recovery from Reservoirs Developed with Modern Drilling and Completion Fluids.** New Mexico Institute of Mining and Technology, 2006

CAENN, R.; DARLEY, H.C.H.; GRAY, G.R. **Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids.** 6 ed. Waltham, Ma –USA: Gulf Professional Publishing, 2011.

CAENN, Ryan; DARLEY, H.C.H.; GRAY, George R. **Fluidos de perfuração e completção.** 6ed. Elsevier, 2014. 691p.

DARLEY, H. C. H.; GRAY, G. R. **Composition and properties of drilling and completion fluids.** Fifth Edition. Houston: Gulf Publishing Company, 1988. 643p.

GHALAMBOR, A., ASHRAFIZADEH, S. N., NASIRI, M. **Effect of basic parameters on the viscosity of synthetic-based drilling fluids**. In: SPE International Symposium and Exhibition on Formation Damage Control held in Lafayette, Louisiana (USA), 2008.

GROWCOCK, F. B., ANDREWS, S. L., FREDERICK, T. P. **Physicochemical properties of synthetic drilling fluids**. In: IADC/SPE Drilling Conference held in Dallas, Texas, (USA), 1994.

KLEIN, C.; DUTROW, B. **Manual de Ciência dos Minerais**. Tradução de Rualdo Menegat. 23 ed. Porto Alegre: Bookman, 2012.

LEITE, L.F. **Olefinas leves: tecnologia, mercado e aspectos econômicos**. Rio de Janeiro: Interciência, 2013. 196 p.

LEE, J. SHADRAVAN, A., YOUNG, S. **Rheological properties of invert emulsion drilling fluid under extreme HPHT conditions**. In: IADC/SPE Drilling Conference and Exhibition held in San Diego, California (USA), 2012.

MACHADO, J. C. V. **Reologia e escoamento de fluidos – Ênfase na indústria do petróleo**. Rio de Janeiro: Editora Interciência Ltda, 2002.

McCAIN, William D. 1933. **The properties of petroleum fluids**. 2 ed. Tulsa, PennWell Books, 1990. 548 p.

MELO, K. C. **Avaliação e modelagem reológica de fluidos de perfuração base água**. 2008. 100f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

MOHRIAK, W., SZATMARI, P. ANJOS, S. **Sal: Geologia e Tectônica: exemplos nas bacias brasileiras**. 2 ed. Ed. Beca Edições Ltda. São Paulo. 2009

NEFF, J. M.; McKELVIE, S.; AYERS Jr., R. C. **Environmental impacts of synthetic based drilling fluids**. New Orleans, LA-USA: U.S. Dept of the Interior Minerals Management Service Gulf of Mexico OCS Office, 2000.

NICHOLS, G. **Sedimentology and Stratigraphy**. 2nd ed. Wiley-Blackwll. 2009

NJOBUNWU D. O. & WOBO, C. A. Effect of drilled solids on drilling rate and performance. **Journal of Petroleum Science and Engineering**. v.55, 271– 276, 2007.

PAIVA, L. B.; MORALES, A. R.; DÍAZ, F. R. V. Na overview on organophilic clays: properties, routes of preparation and applications. **Applied Clay Science**, 2007.

PEREZ, G. R. M., C. H. **Estudo da estabilidade elétrica de fluidos de emulsão inversa usados para perfuração de poços de petróleo**. 2008. 48f. Monografia (Graduação em Química) – Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC.

PETTJOHN, F.J., POTTER, P. E., SIEVER, R. **Sand and Sandstones**. 2nd ed. Springer Verlag Berlin Heidelberg New York. 1987.

QUEIROZ NETO, J. C. **Redução na pressão de rompimento da torta de filtração através de melhorias na composição do fluido de perfuração à base de polímeros**. Tese. Programa de pós-graduação de engenharia da universidade Federal do rio de janeiro. Rio de Janeiro, 2006.

SANTOS, S. P. **Ciência e Tecnologia de Argilas**. vol. 2. São Paulo: Edgard Blücher Ltda, 1992.

SANTOS, N. B. C., FAGUNDES, F. M., AROUCA, F. O. Sedimentation of solids in drilling fluids used in oil well drilling operations. **Journal of Petroleum Science and Engeneering**. V162, 137-142. 2018.



SERRA, A. C. S. **A influência de aditivos de lama de perfuração sobre as propriedades geoquímicas de óleos.** 2003. 146f. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Rio de Janeiro.

SILVA, C. H. **Influência da incorporação de sólidos nas propriedades de fluidos de perfuração sintéticos.** 2014. 80f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia.

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

ZANTEN, R. V., MILLER, J. J., BAKER, C. **Improved stability of invert emulsion fluids.** In: IADC/SPE Drilling Conference and Exhibition held in San Diego, California (USA), 2012.

## APÊNDICE A

Na Tabela 18 seguem todos os resultados de densidade, propriedades reológicas, estabilidade elétrica e volume de filtrado para os fluidos contaminados a partir do planejamento experimental.

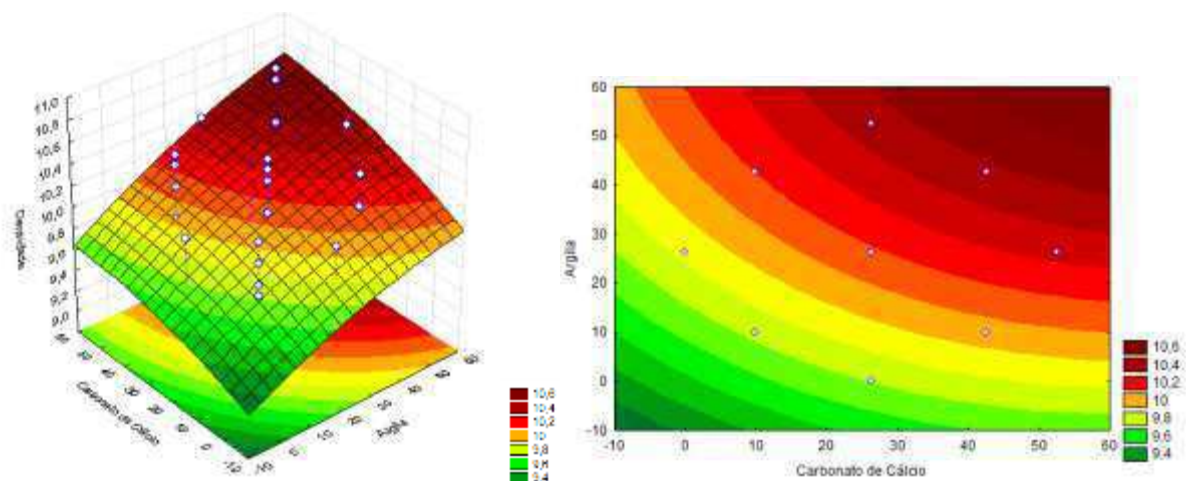
Tabela A.1 - Densidade, propriedades reológicas, estabilidade elétrica e volume de filtrado dos fluidos contaminados a partir do planejamento experimental.

<b>Ensaio</b>	<b>Densidade (lb/gal)</b>	<b>VP (cP)</b>	<b>LE (N/m<sup>2</sup>)</b>	<b>FG10 (N/m<sup>2</sup>)</b>	<b>FG30 (N/m<sup>2</sup>)</b>	<b>EE (V)</b>	<b>VF (mL)</b>
<b>1</b>	9,7	27	16	6	8	525	0
<b>2</b>	9,8	29	9	6	8	456	0
<b>3</b>	9,9	15	7	1	5	481	0
<b>4</b>	10,2	29	32	9	19	451	0
<b>5</b>	10,1	21	10	5	10	428	0
<b>6</b>	10,1	36	43	-5	-11	464	0
<b>7</b>	10,4	29	53	-5	0	527	0
<b>8</b>	10,4	29	56	-1	-9	447	0
<b>9</b>	10	30	15	6	9	545	0
<b>10</b>	10,2	29	33	4	5	466	0
<b>11</b>	10,4	10	26	4	4	458	0
<b>12</b>	10,5	28	27	9	10	431	0
<b>13</b>	10,4	27	67	-9	-18	515	0
<b>14</b>	10,4	25	10	7	8	400	0
<b>15</b>	10,8	28	11	6	10	473	0
<b>16</b>	10,9	24	9	10	13	432	0
<b>17</b>	10	25	11	7	18	440	0
<b>18</b>	10,5	30	54	-4	-12	487	0

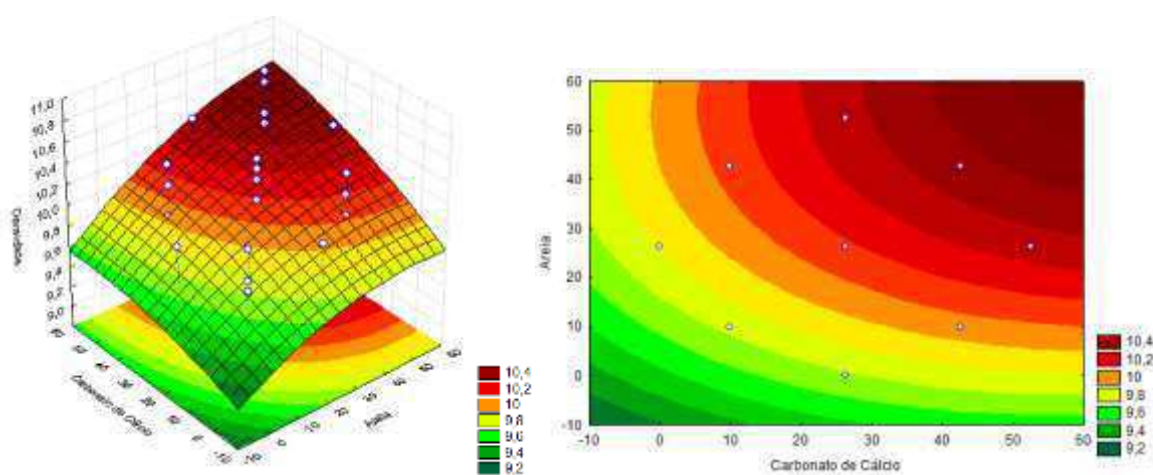
<b>Ensaio</b>	<b>Densidade (lb/gal)</b>	<b>VP (cP)</b>	<b>LE (N/m<sup>2</sup>)</b>	<b>FG10 (N/m<sup>2</sup>)</b>	<b>FG30 (N/m<sup>2</sup>)</b>	<b>EE (V)</b>	<b>VF (mL)</b>
<b>19</b>	10,1	15	3	1	2	412	0
<b>20</b>	10,5	32	73	-10	-18	504	0
<b>21</b>	10,1	23	6	2	6	416	0
<b>22</b>	10,5	31	48	1	-3	483	0
<b>23</b>	10,3	19	8	4	5	483	0
<b>24</b>	10,4	30	55	-7	-10	412	0
<b>25</b>	10,4	32	11	14	11	431	0
<b>26</b>	10,3	29	51	0	-11	484	0
<b>27</b>	10,3	25	45	2	0	441	0
<b>28</b>	10,4	22	6	4	8	457	0

## **APÊNDICE B**

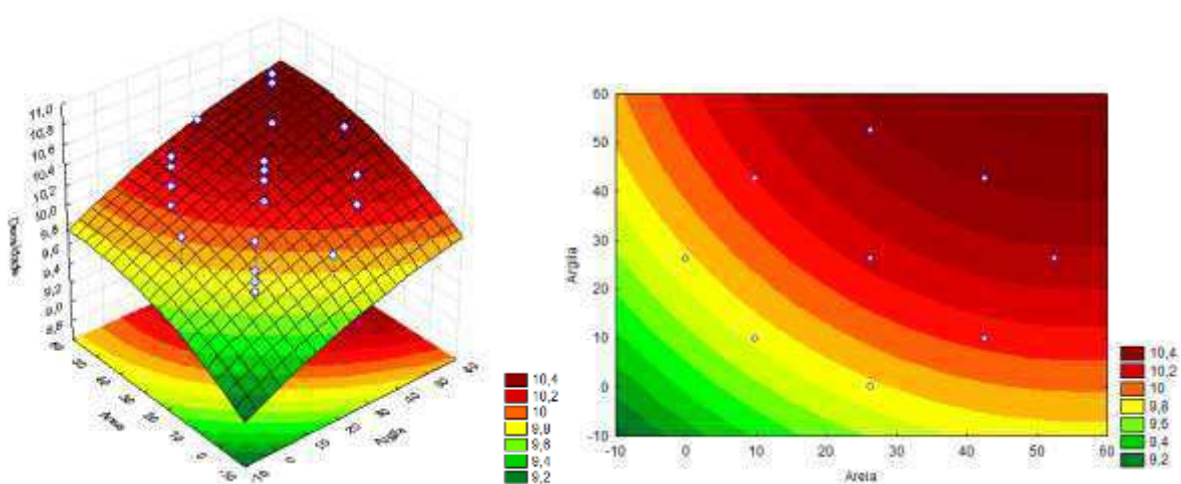
As Figuras apresentam as superfícies de resposta obtidas para os valores de densidade ( $\rho$ ), viscosidade plástica (VP), limite de escoamento (LE), força gel de 10 minutos (FG<sub>10</sub>), força gel de 30 minutos (FG<sub>30</sub>) e estabilidade elétrica (EE), para os níveis -1 e +1 do planejamento experimental. Nestas figuras, observa-se a influência de dois contaminantes, enquanto outros dois foram fixados nos níveis acima citados.



(a)

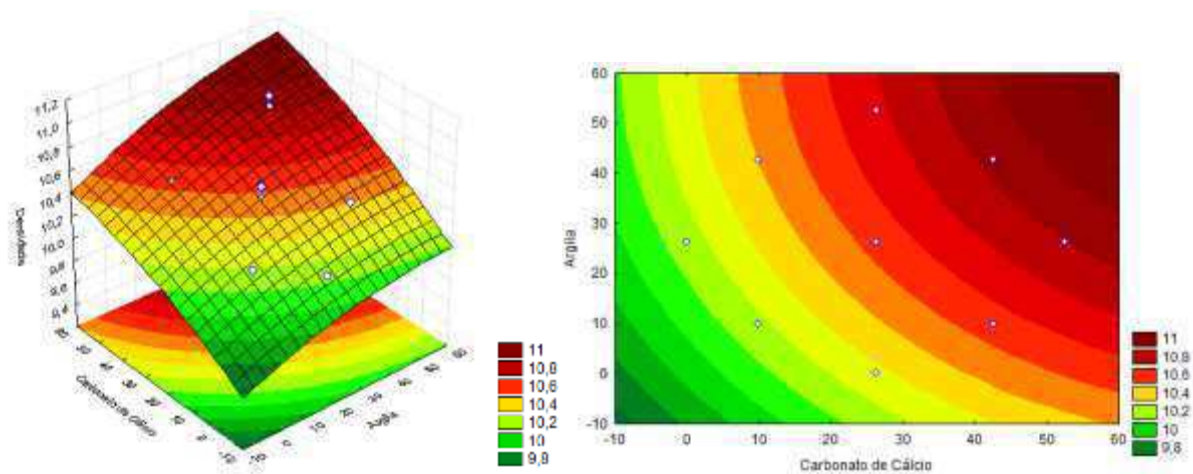


(b)

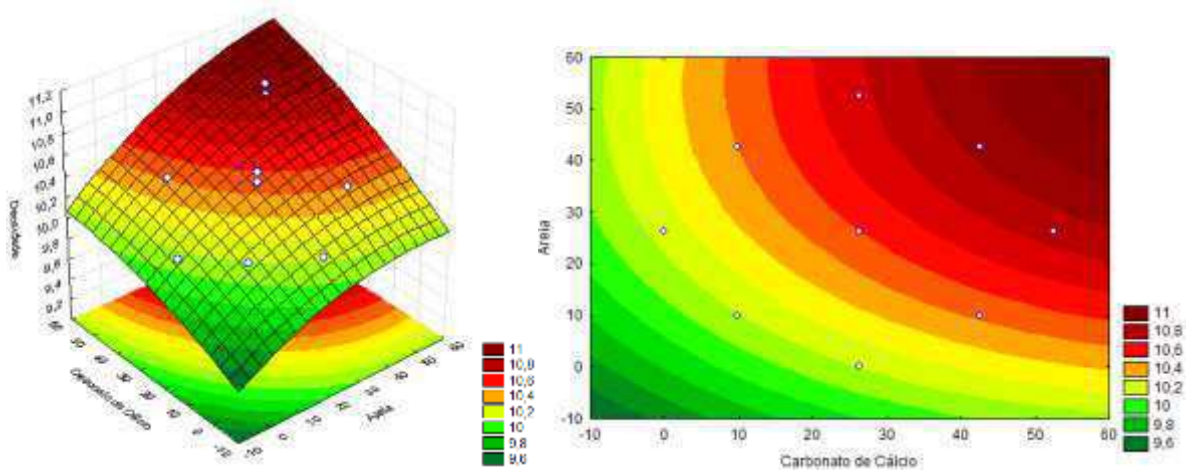


(c)

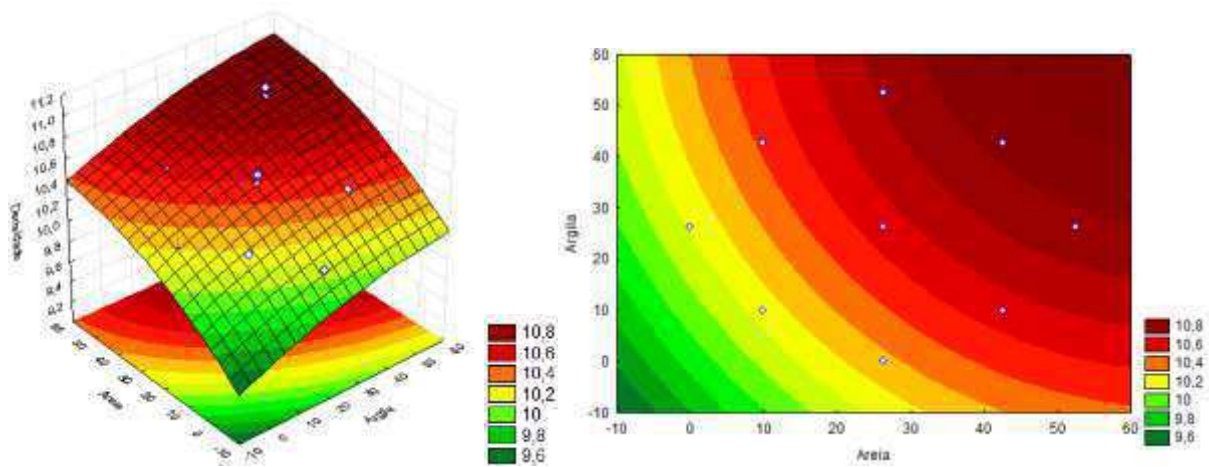
Figura B.1 - Superfícies de resposta para densidade fixando no nível -1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl



(a)



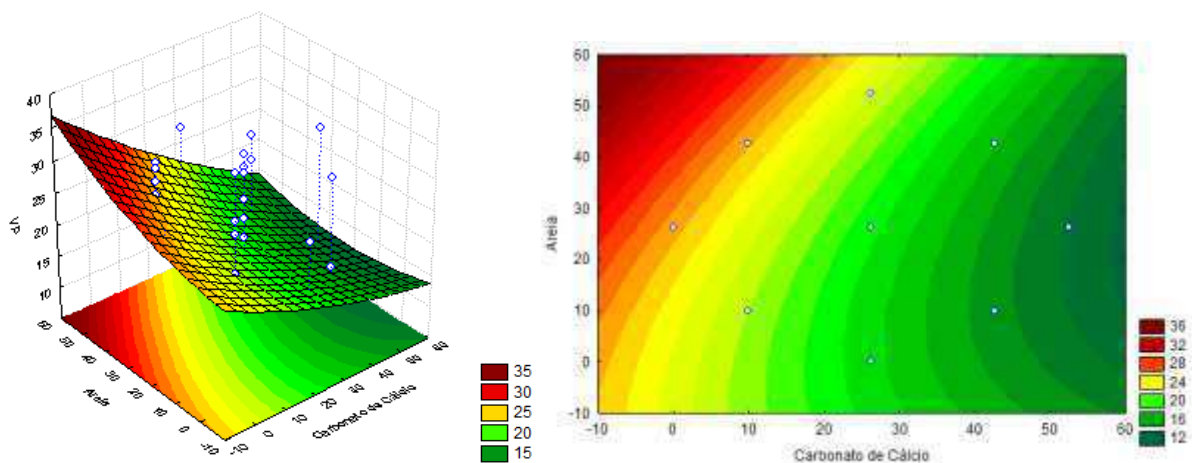
(b)



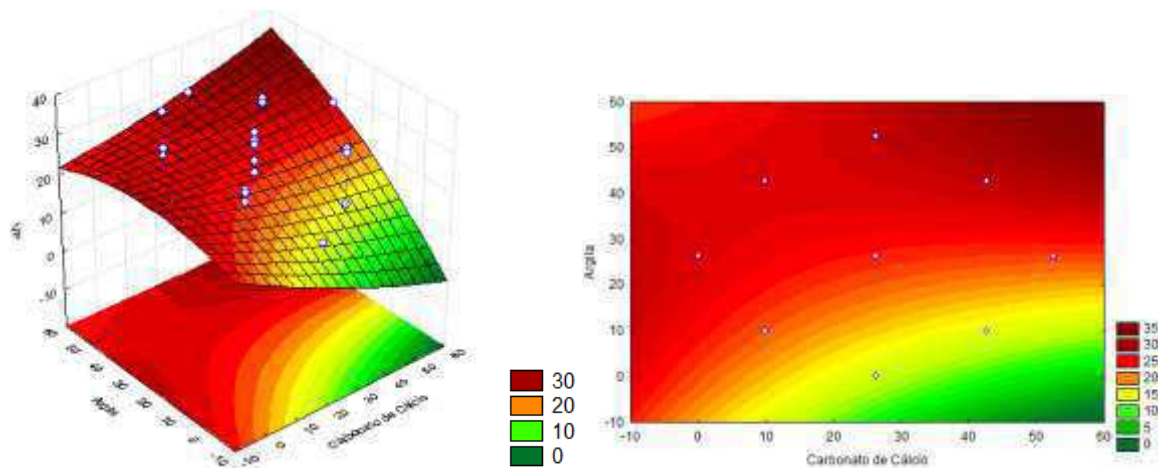
(c)

Figura B.2 - Superfícies de resposta para densidade fixando no nível +1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl

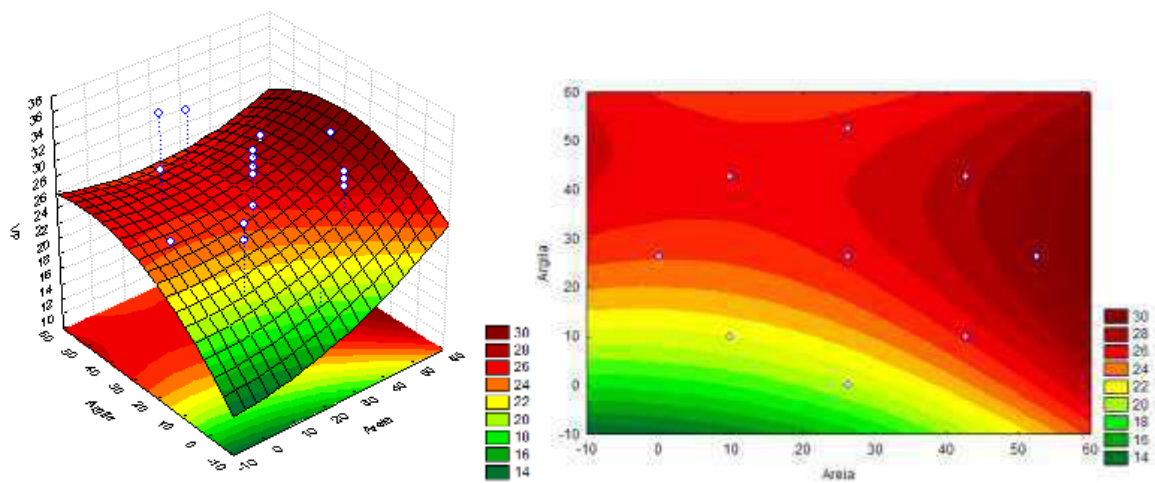




(a)

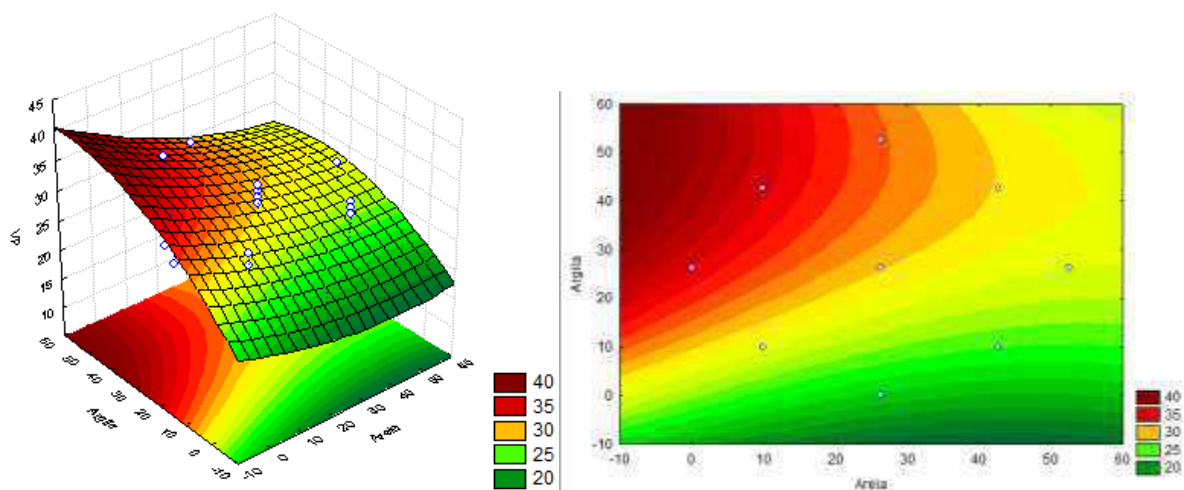


(b)

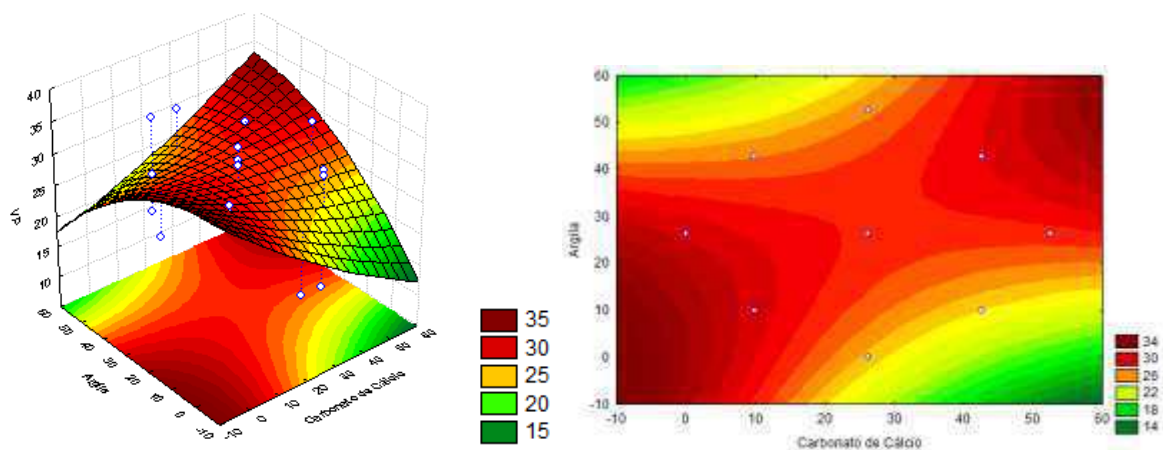


(c)

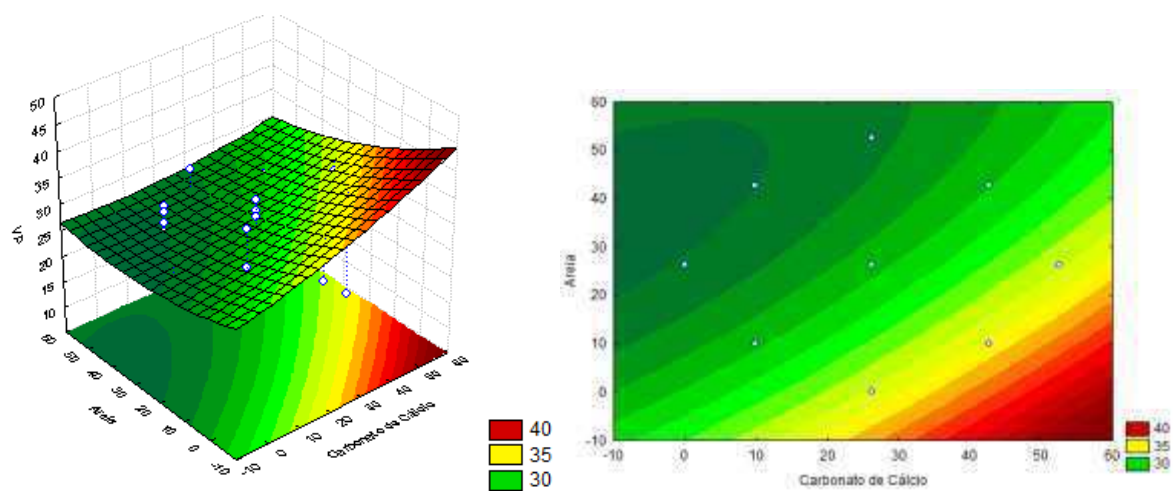
Figura B.3 - Superfícies de resposta para viscosidade plástica fixando no nível -1 (a) argila e NaCl (b) areia e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl



(a)

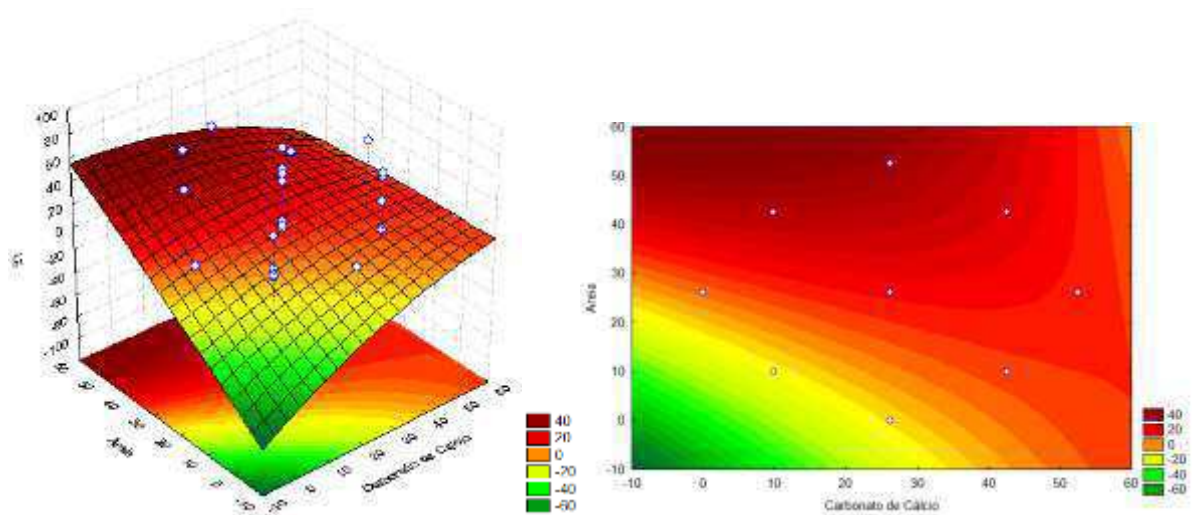


(b)

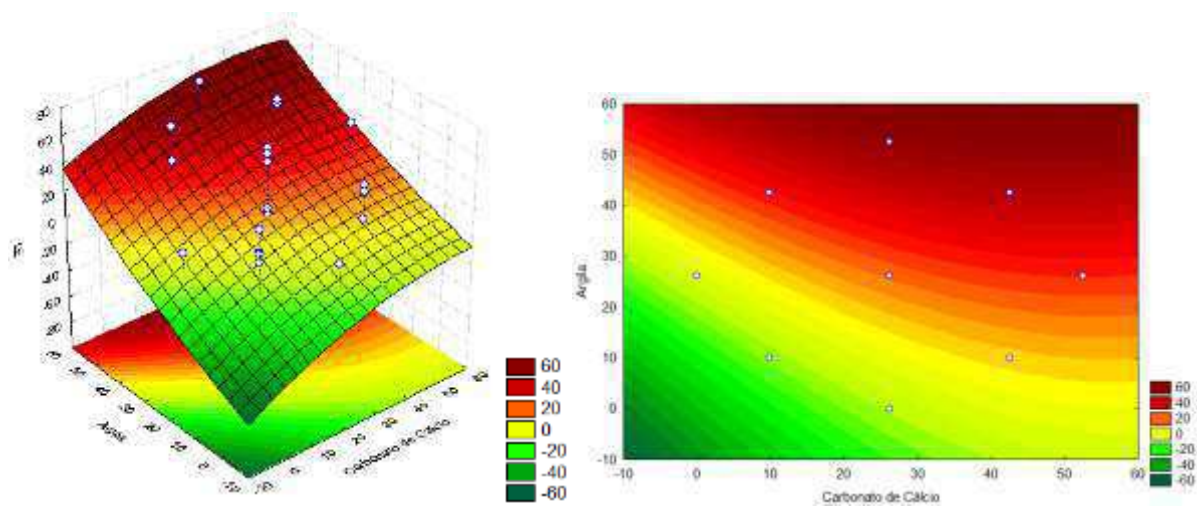


(c)

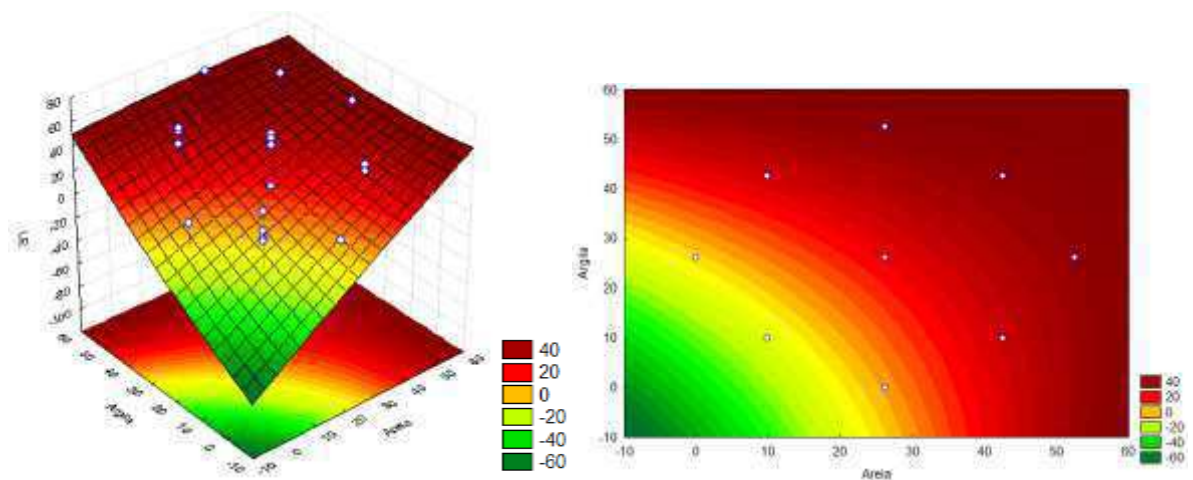
Figura B.4 - Superfícies de resposta para viscosidade plástica fixando no nível +1 (a) carbonato de cálcio e NaCl (b) areia e NaCl (c) argila e NaCl



(a)



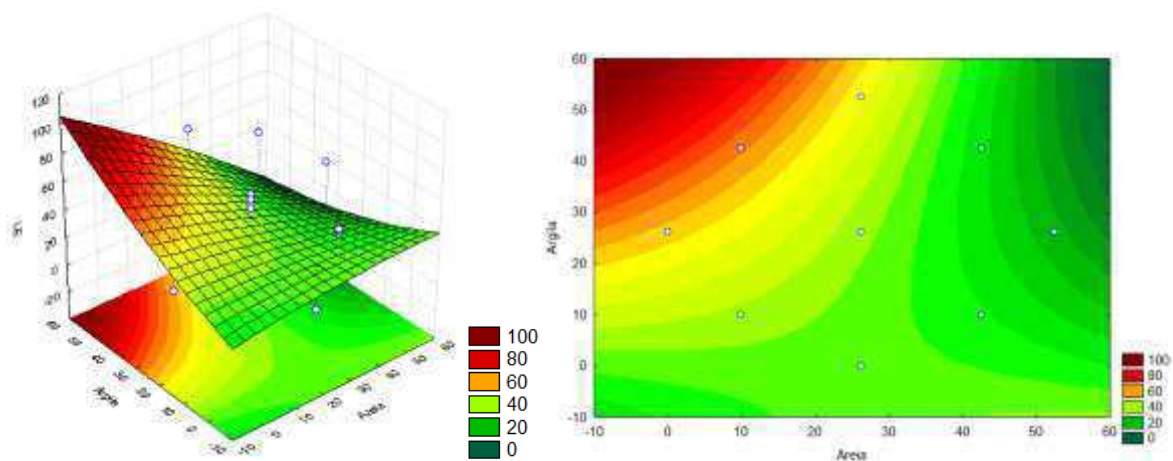
(b)



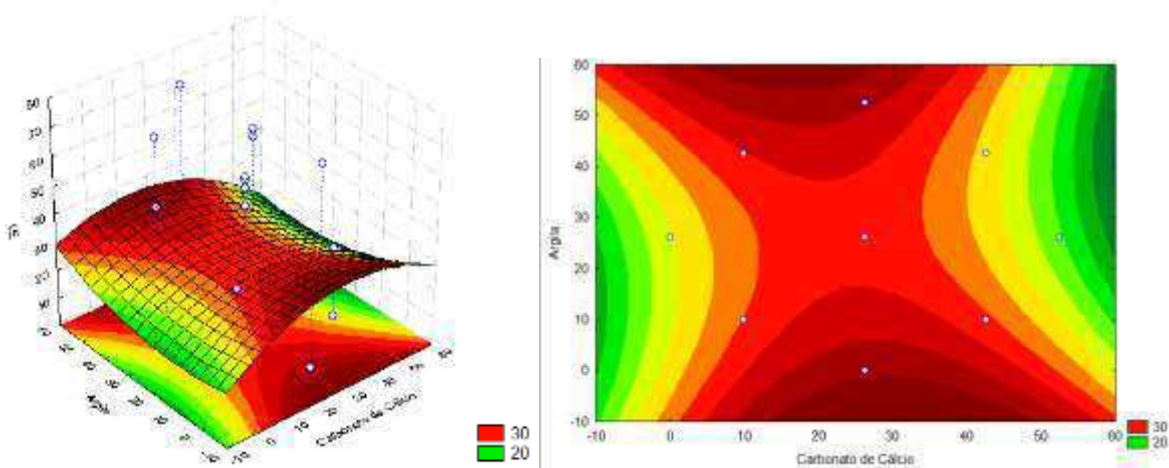
(c)

Figura B.5 - Superfícies de resposta para limite de escoamento fixando no nível -1 (a) argila e NaCl (b) areia e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl

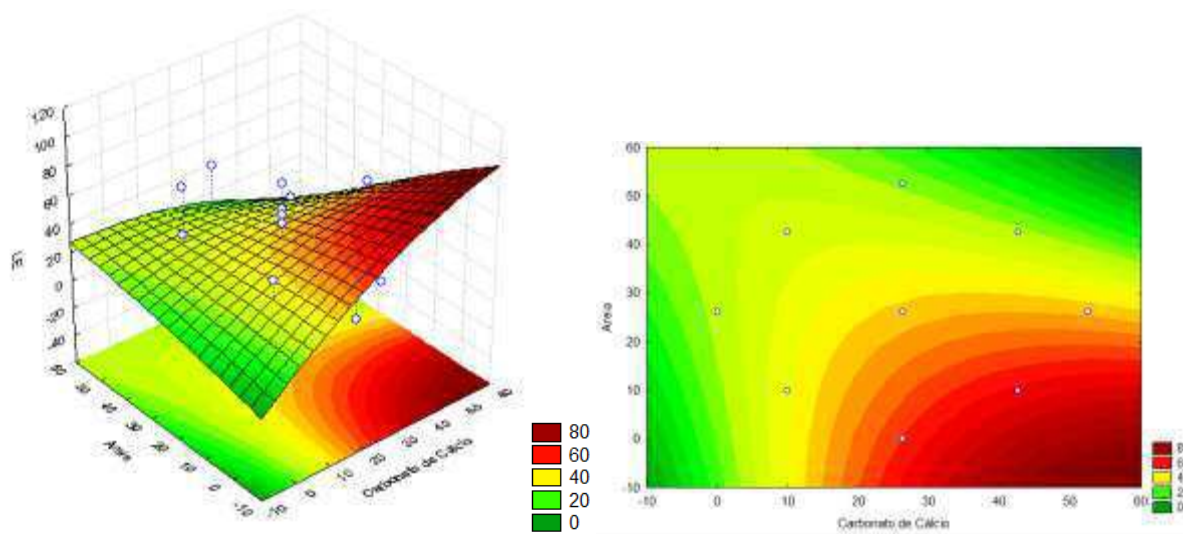




(a)

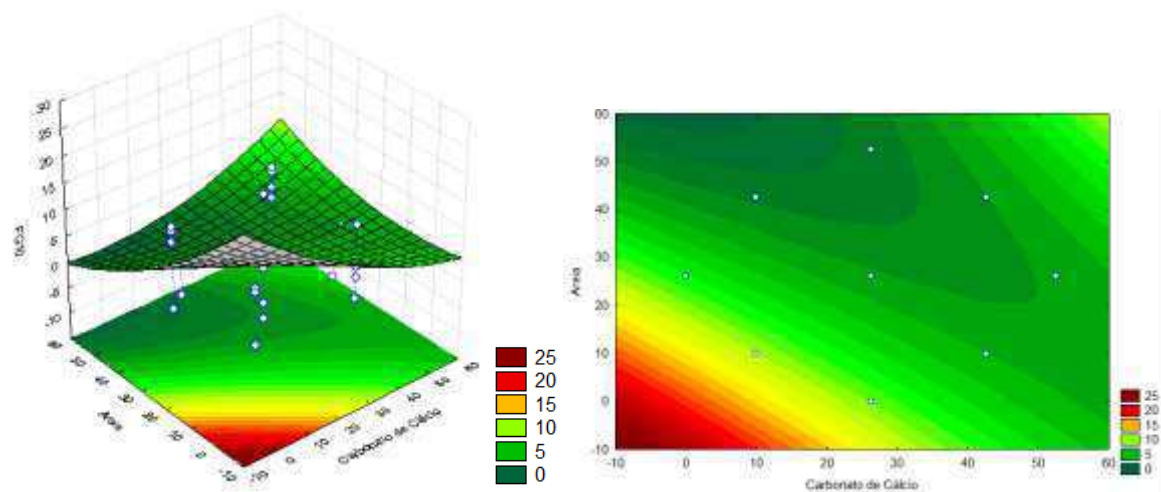


(b)

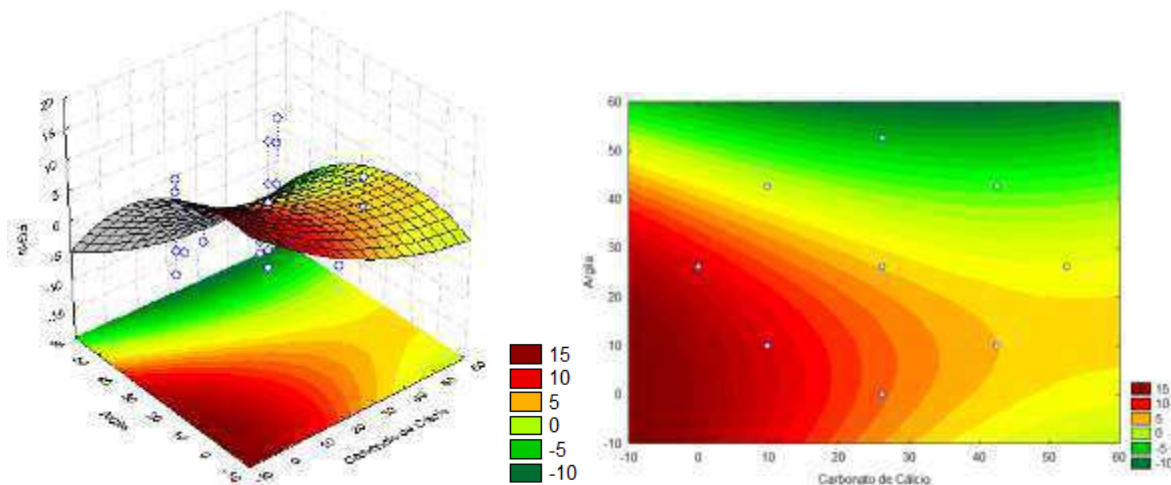


(c)

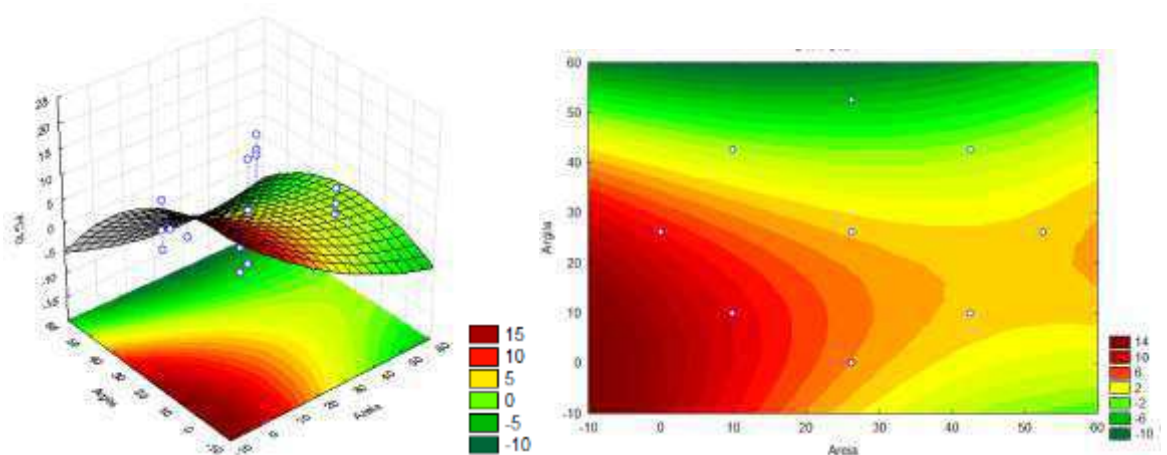
Figura B.6 - Superfícies de resposta para limite de escoamento fixando no nível +1 (a) carbonato de cálcio e NaCl (b) areia e NaCl (c) argila e NaCl



(a)

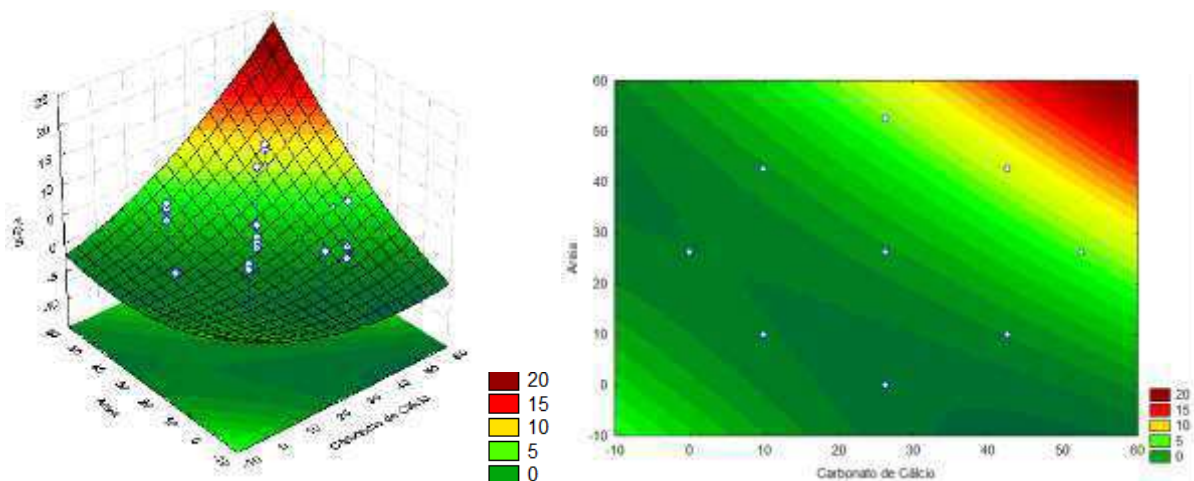


(b)

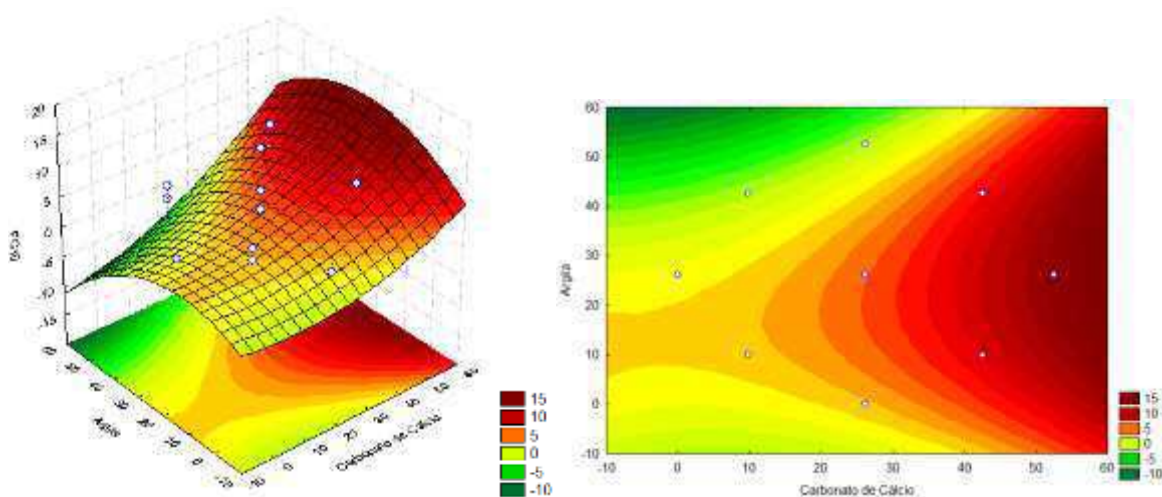


(c)

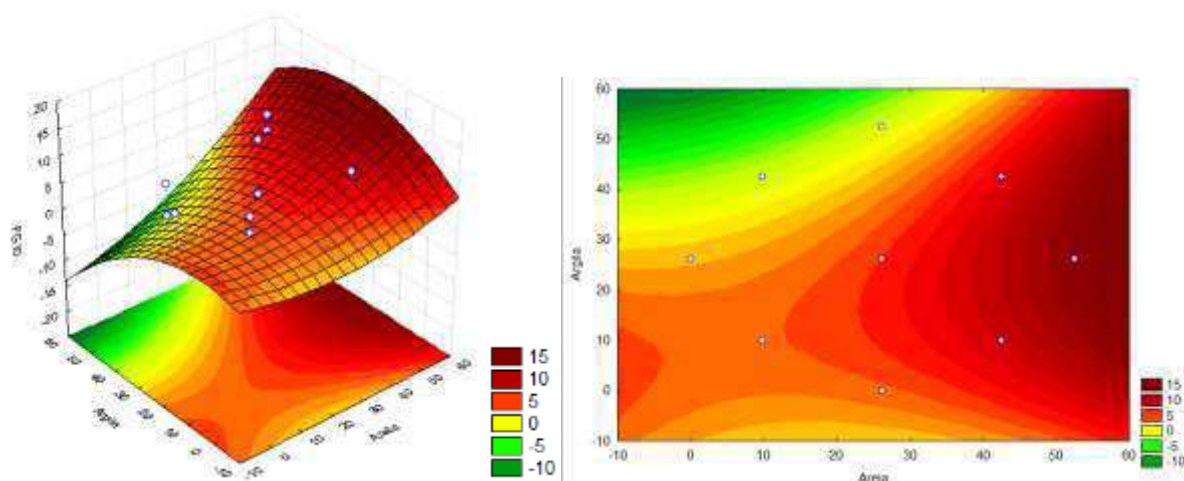
Figura B.7 - Superfícies de resposta para força gel em 10 minutos fixando no nível -1 (a) argila e NaCl (b) areia e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl



(a)



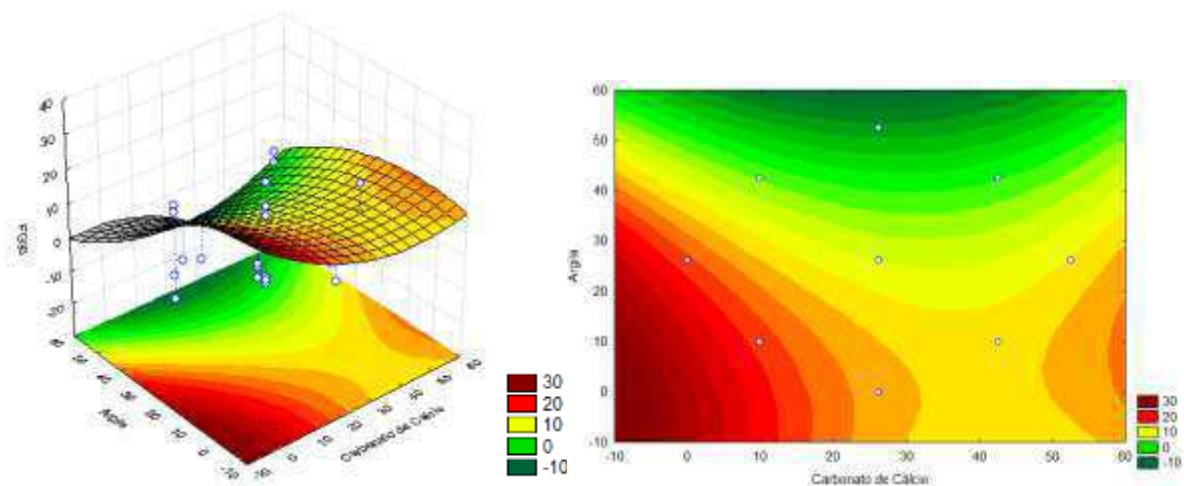
(b)



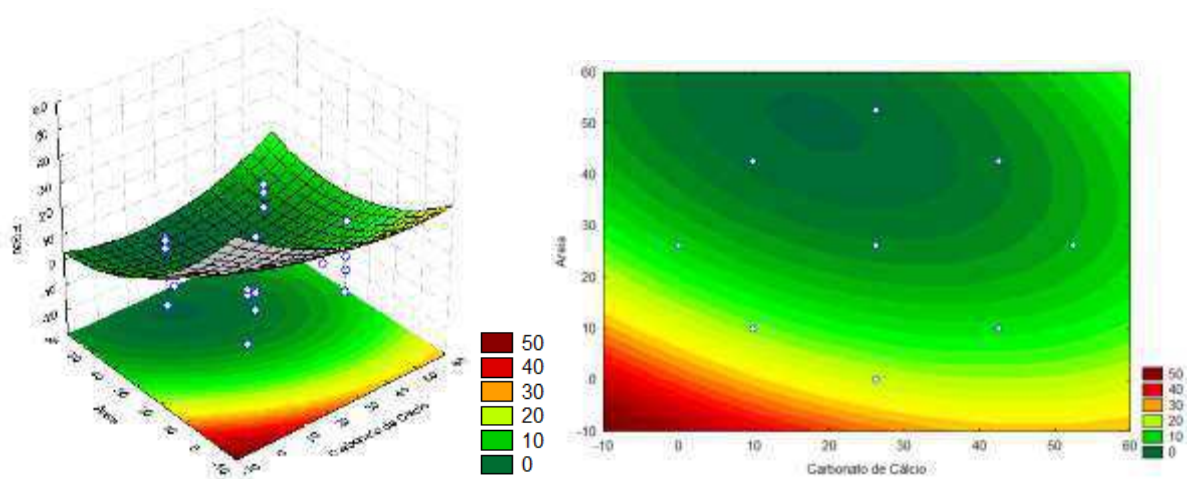
(c)

Figura B.8 - Superfícies de resposta para força gel em 10 minutos fixando no nível +1 (a) argila e NaCl (b) areia e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl

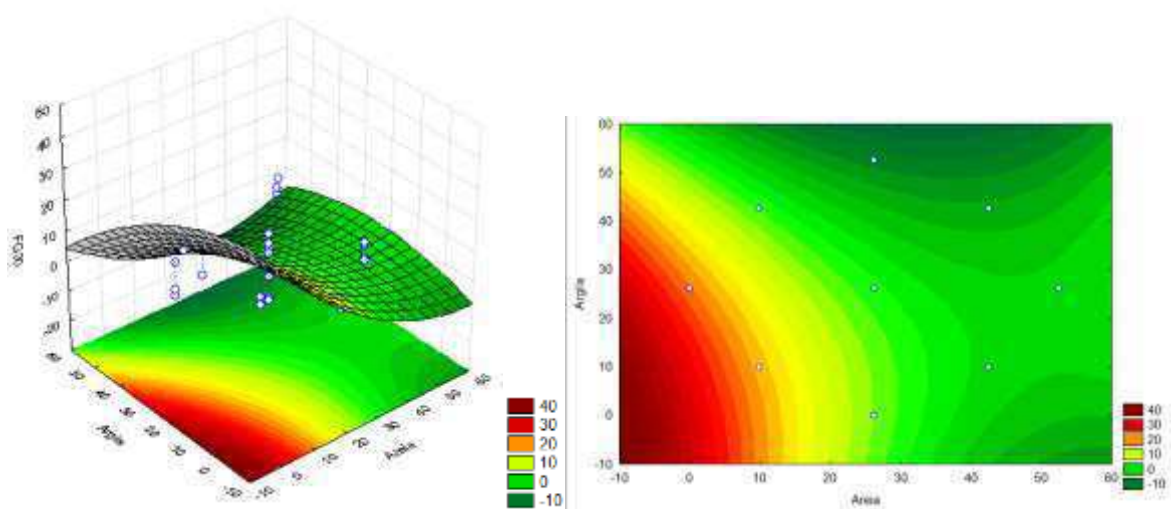




(a)

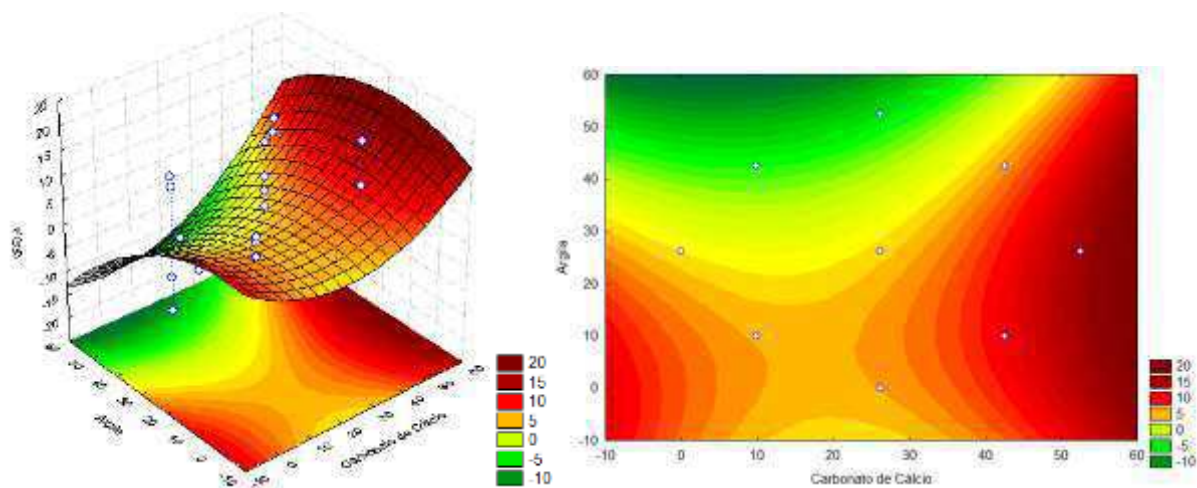


(b)

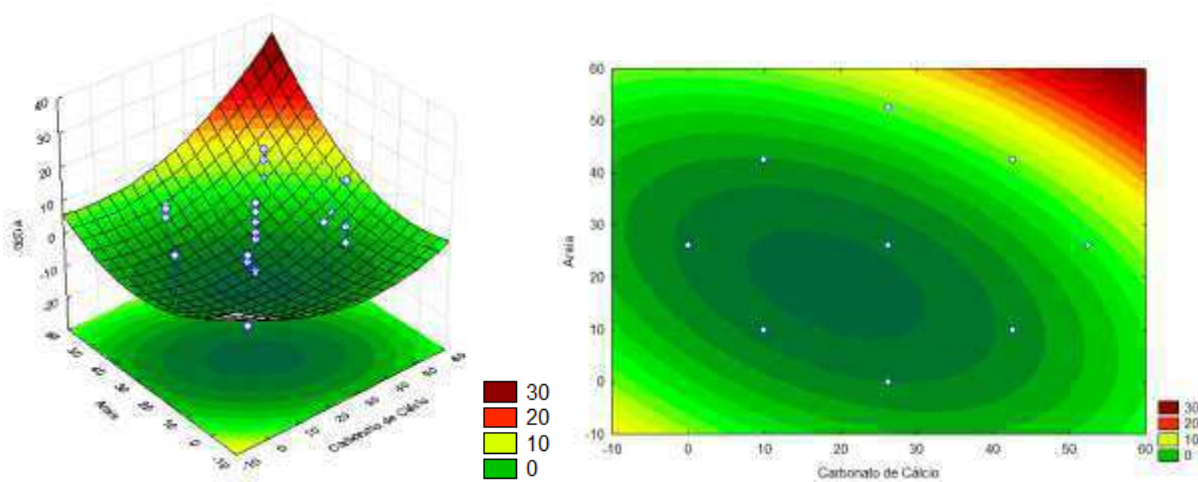


(c)

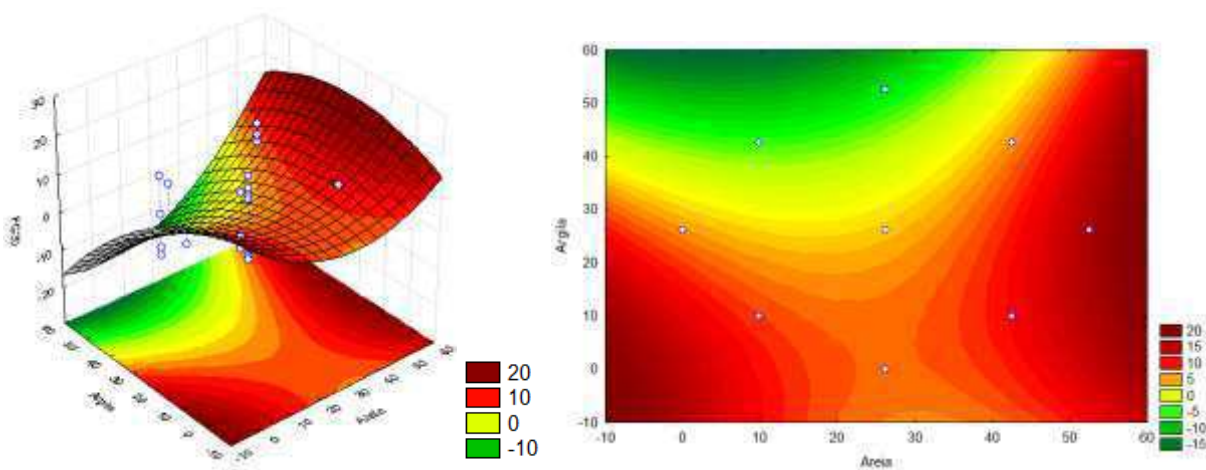
Figura B.9 - Superfícies de resposta para força gel em 30 minutos fixando no nível -1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl



(a)

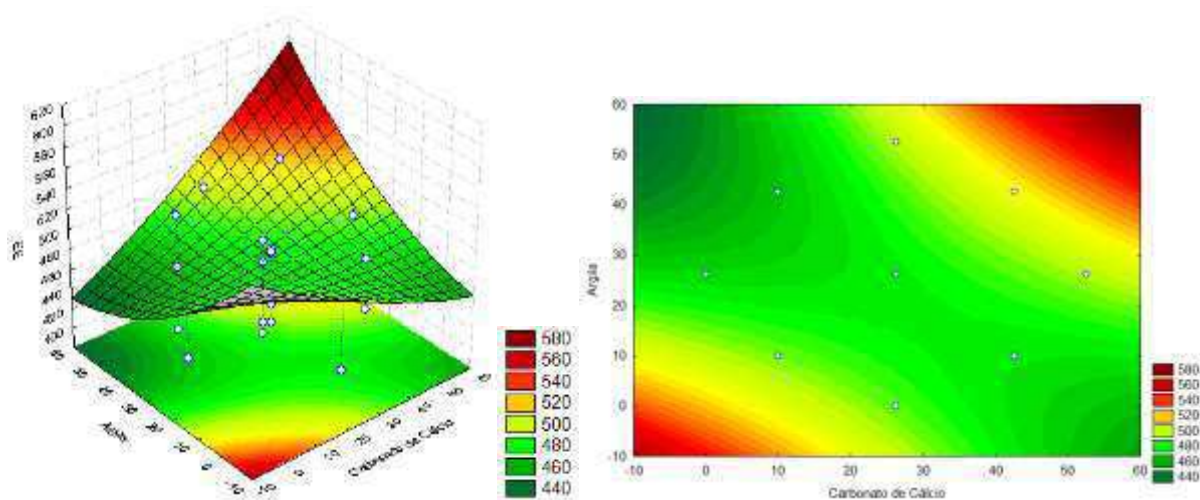


(b)

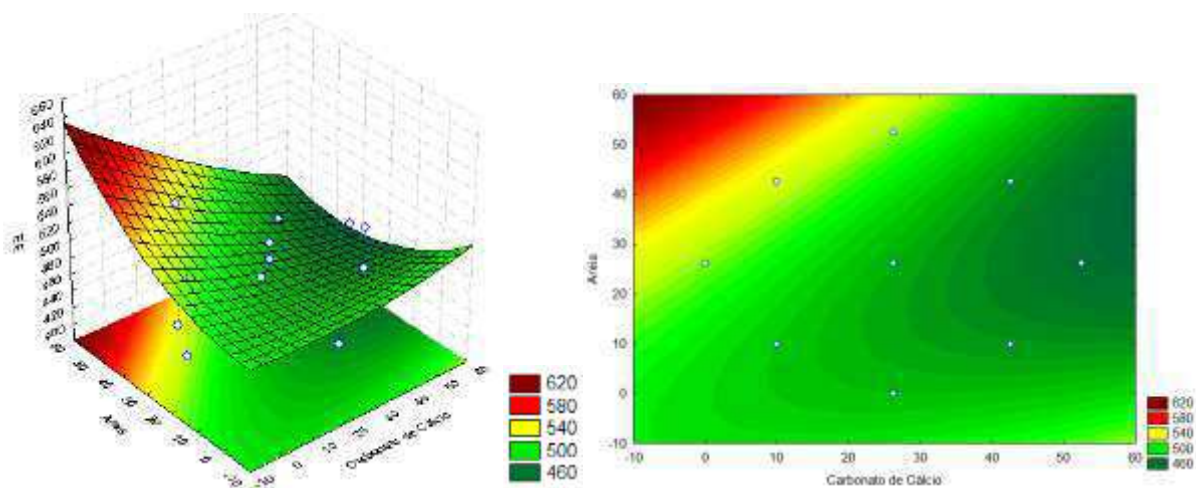


(c)

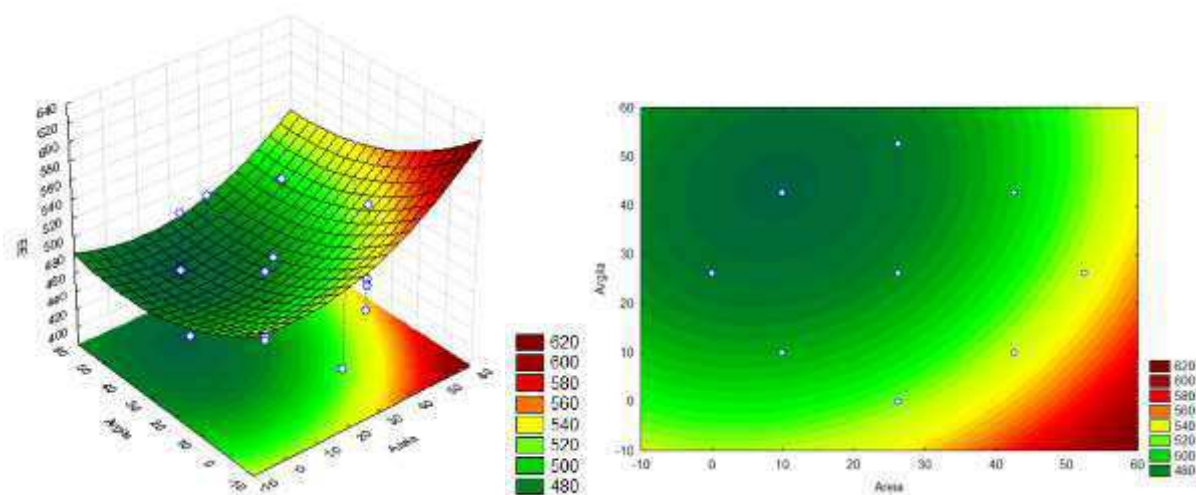
Figura B.10 - Superfícies de resposta para força gel em 30 minutos fixando no nível +1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl



(a)



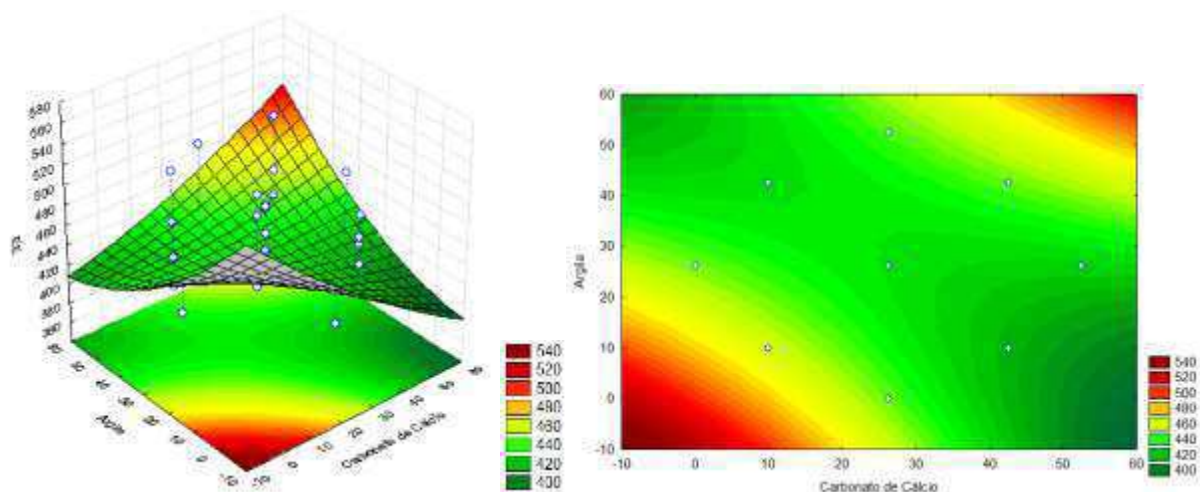
(b)



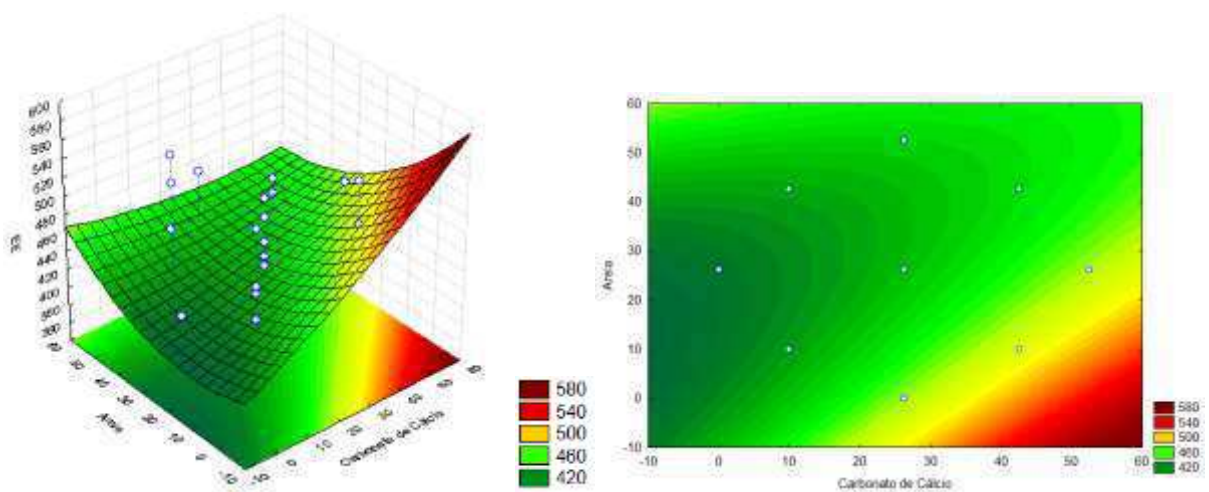
(c)

Figura B.11 - Superfícies de resposta para estabilidade elétrica fixando no nível -1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl

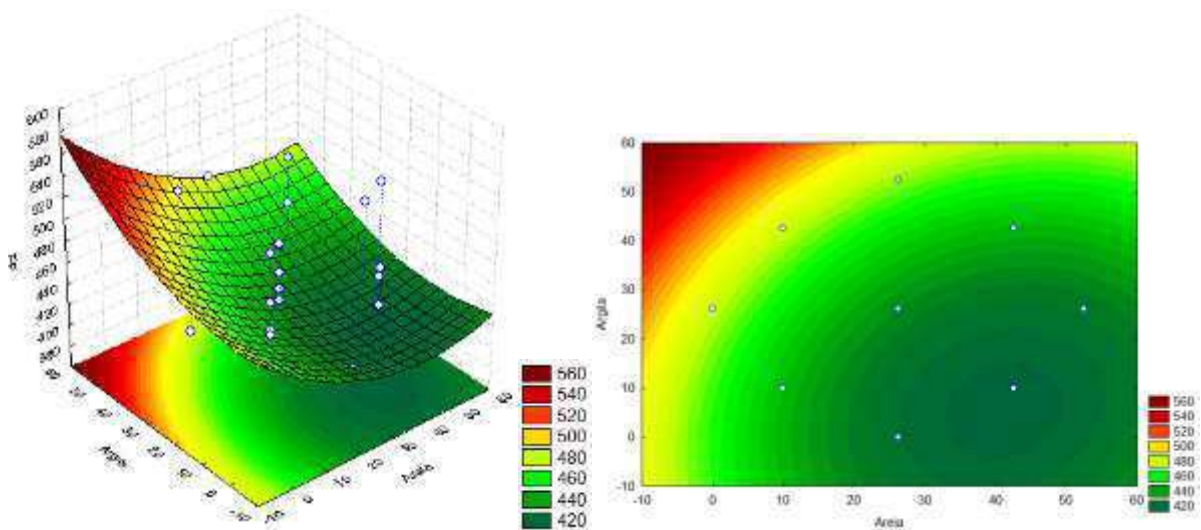




(a)



(b)



(c)

Figura B.12 - Superfícies de resposta para estabilidade elétrica fixando no nível +1 (a) areia e NaCl (b) argila e NaCl (c) carbonato de cálcio e NaCl