



Universidade do Estado do Rio de Janeiro

Centro de Tecnologia e Ciências

Instituto de Química

Andréia Silveira Freire Soares

Influencia da adição de terra diatomácea e hidrogel na reologia de fluidos de perfuração de petróleo constituídos de biopolímeros e bentonita no desempenho de cura de fraturas e invasão de filtrado

Rio de Janeiro
2019

Andréia Silveira Freire Soares

Influencia da adição de terra diatomácea e hidrogel na reologia de fluidos de perfuração de petróleo constituídos de biopolímeros e bentonita no desempenho de cura de fraturas e invasão de filtrado

Tese apresentada, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor, ao Programa de Pós-graduação em Química, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Química Orgânica.

Orientadora: Dra. Mônica Regina da Costa Marques

Co-Orientador: Dr. Luís Américo Calçada

Rio de Janeiro
2019

CATALOGAÇÃO NA FONTE
UERJ/REDE SIRIUS/CTC/Q

S676 Soares, Andréia Silveira Freire.
Influência da adição de terra diatomácea e hidrogel na reologia de fluidos de perfuração de petróleo constituídos de biopolímeros e bentonita no desempenho de cura de fraturas e invasão de filtrado. / Andréia Silveira Freire Soares. - 2019.
187 f.

Orientador: Mônica Regina da Costa Marques.
Orientador: Luís Américo Calçada.

Dissertação (Doutorado) – Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Instituto de Química.

1. Biopolímeros - Teses. 2 Reologia – Teses. 3. Bentonita – Teses. 4. Argila – Teses. 5. Petróleo – Poços – Fluidos de perfuração – Teses. I. Marques, Mônica Regina da Costa. II. Calçada, Luis Américo. III. Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Instituto de Química. IV. Título.

CDU 577.11

Autorizo, apenas para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação.

Assinatura

Data

Andréia Silveira Freire Soares

Influencia da adição de terra diatomácea e hidrogel na reologia de fluidos de perfuração de petróleo constituídos de biopolímeros e bentonita no desempenho de cura de fraturas e invasão de filtrado

Tese apresentada, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor, ao Programa de Pós-graduação em Química, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Química Orgânica.

Aprovada em 07 de agosto de 2019

Banca Examinadora

Prof^a. Dra. Mônica Regina da Costa Marques (Orientadora)
UERJ – Instituto de Química

Prof. Dr. Luis Américo Calçada (Co-orientador)
UFRRJ – Instituto de Tecnologia

Prof^a.Dra. Claudia Mirian Scheid
UFRJ - Instituto de Tecnologia

Prof^a.Dra. Luciana da Cunha Costa
UEZO – Centro Setorial de Ciências Biológicas e da Saúde

Prof^a.Dra. Ana Maria Furtado de Sousa
UERJ – Instituto de Química

Prof. Dr. João Francisco Cajaiba da Silva
UFRJ - Instituto de Química

Rio de Janeiro
2019

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a DEUS pela sua infinita bondade e cuidado. Muitas foram às lutas, mas maior é a vitória de hoje ter concluído mais esta etapa de minha carreira profissional. Sem o senhor Deus, nada disso seria possível, toda honra, toda glória e toda adoração é para o meu pai amado.

Aos meus pais Sônia e Elieser que não mediram esforços para me ensinar a trilhar os caminhos corretos. Pai e mãe, eu sou infinitamente grata a vocês por estarem ao meu lado em cada momento da minha vida. Hoje estou aqui colhendo os frutos de suas orações. Amo muito vocês.

Aos meus irmãos Aline e Elias pelo incentivo, pelo carinho que sempre me dedicaram ao longo de toda a minha vida, entenderam a minha ausência e os meus momentos de afastamento e reclusão. Amo vocês!

Os aplausos são seu Dra. Mônica Regina da Costa Marques. Sim, a senhora aceitou a difícil missão de orientar um trabalho que não era ligado diretamente a sua área de pesquisa, agora, estamos aqui, apresentando um trabalho de tese que construímos juntas. Tenho uma frase que descreve tudo isso “Deus não une pessoas e sim proposito”. Muito obrigada!

Ao meu querido professor Luís Américo Calçada, eu sou eternamente grata a você pela oportunidade de ter sido aluna no curso de mestrado, e ter podido trazê-lo para ser meu coorientador no doutorado. Você foi a peça fundamental para que este trabalho existisse, desde a orientação até o suporte de equipamentos. Obrigada por tudo!

Aos meus amigos da UERJ: Nathalia Procópio, Jonatas Milato e Rodrigo França, nossa amizade levarei para a vida.

Aos colegas do LABTAM (UERJ): Maria Elena, Dolores Ferreira, Delma e Lavínia.

Aos amigos do LEF (UFRRJ): Msc. Sérgio Magalhães, Elias Pacheco, Msc. Rodrigo Borges e Msc. Beatriz Rosas, que me aturaram até o doutorado no laboratório. Amigos do coração.

Ao meu grande amigo Vinícius Olivieri (IQ/UFRRJ), pelo seu incentivo, disponibilidade e apoio que sempre demonstrou.

Em especial a Maria da Graça de Moraes que me sustentou em oração e sempre me deu forças para não desistir. Minha mãe espiritual eu a amo e louvo a Deus pela sua vida.

De coração a minha querida amiga e líder Liliane Trindade por cuidar de mim com tanto carinho e dedicação.

Ao LEF (UFRRJ) pela utilização dos equipamentos de fratura e célula de filtração.

A Petrobras CENPES, principalmente, o funcionário, Alexandre pelas análises de reologia e *Malvern*.

Ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), funcionário Fábio pelas análises FRX / RDX.

A Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (PRODOC/CAPES), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

Enfim, quero demonstrar o meu agradecimento, a todos aqueles que, de um modo ou de outro, tornaram possível a realização da presente tese.

Nem olhos viram, nem ouvidos ouviram, nem jamais penetrou em coração humano o que Deus tem preparado para aqueles que o amam.

I Coríntios 2: 9

RESUMO

SOARES, A. S. F. *Influencia da adiç o de terra diatom cea e hidrogel na reologia de fluidos de perfuraç o de petr leo constitu dos de biopol meros e bentonita no desempenho de cura de fraturas e invas o de filtrado*. 2019. 187f. Tese (Doutorado em Qu mica) – Instituto de Qu mica, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2019.

Especialmente,   medida que a taxa de circulaç o e a press o diferencial entre o fluido circulante e o poço aumentam, a perda de fluido se torna mais significativa. Sejam fraturas naturais ou artificiais e rocha perme vel, o fluido invade a formaç o num fen meno chamado de perda de circulaç o. Para que esse problema seja reduzido, s o necess rios m todos para mitigar a perda de circulaç o. Neste trabalho, foi realizado um estudo experimental e te rico com o objetivo de desenvolver um  nico fluido de perfuraç o que minimize a perda de circulaç o nas de fraturas de 2mm e nos poros da rocha - filtraç o. Este estudo foi desenvolvido em etapas: A primeira foi a escolha do melhor pol mero para compor o fluido base- gua, F(X). Estes foram preparados utilizando diferentes biopol meros (X) - goma-xantana (GX), carboximetilcelulose (CMC) e hidroxipropilamido (HPA) e a bentonita (BT) foi utilizada como viscosificante. Os materiais de combate   perda de circulaç o (LCMs), terra de diatom cea (TD) e hidrogel (HG), foram inseridos na formulaç o do fluido F(X) com a finalidade mitigar a perda de circulaç o. Os fluidos foram projetados com uma densidade de 1,14g/cm³, pH = 8,5 e nomeados como F(GX)TD-HG, F(CMC)TD-HG e F(HPA)TD-HG. Entre os fluidos, o F(CMC)TD-HG apresentou melhor afinidade com os LCMs. Foi observado o inchamento das part culas de HG, ampla faixa de distribuiç o granulom trica, boa estabilidade t rmica, conservaç o dos LCMs suspensos e apresentaç o de potencial zeta inst vel (floculado) em pH 8,5. A segunda etapa foi a escolha do melhor LCMs. Para isso, foi selecionado apenas o fluido com o biopol mero CMC, pois apresentou caracter sticas t picas de um fluido de perfuraç o n o invasivo. A partir de um planejamento experimental fatorial completo, com 16 experimentos, foi poss vel inferir que o pol mero CMC em n vel +1 exerceu os principais efeitos no combate   perda de circulaç o na fratura e filtraç o. As part culas de BT em n vel +1 t m s o importantes. Al m disso, o LCMs hidrogel apresentou efeito significativo, j  o efeito do LCMs TD n o foi significativo para combater a perda de circulaç o. Nos resultados de escoamento, entre os 16 fluidos, apenas o Fluido 12 (CMC +1, HG +1, TD -1 e BT +1) apresentou efic cia superior, pois selou a fratura de 2mm em 1 (um) minuto de teste, al m disso, um baixo volume de filtrado foi observado na filtraç o, com espessura da torta de 0,09cm. A terceira etapa foi de otimizaç o do fluido de perfuraç o. Um novo planejamento fatorial completo de 8 (oito) experimentos e triplicata no ponto central, sem a terra de diatom cea, foram nomeados como WBA. A perda de circulaç o foi diminuída progressivamente nos testes de filtraç o para todos os fluidos sem TD (WBA), em comparaç o aos fluidos com terra de diatom cea. No teste de fratura, foi observado que o selamento ocorreu logo no primeiro meio minuto de teste. Dentre os 8 fluidos WBA, apenas o fluido WBA 8 (CMC, BT e HG em n vel +1) bloqueou rapidamente a garganta da fratura e apresentou m nima perda de circulaç o na filtraç o.

Palavra-Chave: Materiais de perda de circulaç o. Reologia. Inchamento de argila. Potencial zeta. Fluido de perfuraç o.

ABSTRACT

SOARES, A. S. F. *Influence of the addition of diatomaceous earth and hydrogel in the rheology of oil drilling fluids composed of biopolymers and bentonite in the performance of fracture healing and filtering invasion*. 2019. 187

f. Thesis (Doctorate in Chemistry) - Institute of Chemistry, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2019.

Especially as the flow rate and differential pressure between the circulating fluid and the well increase, the fluid loss becomes more significant. Whether natural or artificial fractures and permeable rock, fluid invades formation in a phenomenon called loss of circulation. To reduce this problem, methods are needed to mitigate the loss of circulation. In this work, an experimental and theoretical study was carried out aiming to develop a single drilling fluid that minimizes the loss of circulation in the 2mm fractures and in the pore - filtration rock. This study was developed in stages: The first was the choice of the best polymer to compose the water-based fluid, F(X). These were prepared using different biopolymers (X) - xanthan gum (XG), carboxymethylcellulose (CMC) and Hydroxypropylstarch (HPS) and bentonite (BT) was used as a viscosifier. The Loss of Circulation (LCMs), diatomaceous earth (DE) and hydrogel (HG) materials were inserted into the F (X) fluid formulation to mitigate the loss of circulation. The fluids were designed with a density of 1.14g / cm³, pH = 8.5 and named as F (XG)DE-HG, F (CMC)DE-HG and F (HPS)DE-HG. Among fluids, F (CMC) DE-HG showed better affinity with LCMs. HG particle swelling, wide particle size distribution range, good thermal stability, conservation of suspended LCMs and unstable zeta (flocculated) potential at pH 8.5 were observed. The second step was choosing the best LCMs. For this, only the CMC biopolymer fluid was selected, as it presented typical characteristics of a noninvasive drilling fluid. From a complete factorial experimental design with 16 experiments, it was possible to infer that the CMC polymer at level +1 exerted the main effects in combating fracture circulation loss and filtration. The +1 level BT particles are also important. In addition, hydrogel LCMs had a significant effect, whereas the effect of TD LCMs was not significant to combat the loss of circulation. In the flow results, among the 16 fluids, only Fluid 12 (CMC +1, HG +1, DE -1 and BT +1) presented superior efficacy, since it sealed the 2mm fracture in 1 (one) minute test, In addition, a low filtrate volume was observed in the filtration, with a cake thickness of 0.09 cm. The third step was drilling fluid optimization. A new factorial design completes of 8 (eight) experiments and triplicate at the center point, without diatom earth, was named as WBA. Circulation loss was progressively decreased in filtration tests for all non-DE (WBA) fluids compared to diatomaceous earth fluids. In the fracture test, it was observed that the sealing occurred in the first half minute of the test. Of the 8 WBA fluids, only WBA 8 fluid (CMC, BT and HG at level +1) quickly blocked the fracture throat and showed minimal loss of filtration circulation.

Keyword: Loss of circulation materials. Rheology. Clay swelling. Zeta potential. Drilling fluid.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|-----|
| Figura 1- Representação esquemática da região da formação que possibilitam a ocorrência da perda de circulação: (a) fraturas (b) rocha permeável e porosa..... | 21 |
| Figura 2- Força de cisalhamento sobre um fluido..... | 32 |
| Figura 3- Curvas de (a) viscosidade e (b) de fluxo de fluido Newtoniano..... | 33 |
| Figura 4- Classificação dos fluidos de acordo com o comportamento reológico..... | 34 |
| Figura 5- Curvas de escoamento de fluidos Newtoniano e não-Newtonianos independentes do tempo de cisalhamento..... | 34 |
| Figura 6- Curvas de (a) viscosidade aparente e (b) de fluxo de fluidos pseudoplásticos..... | 36 |
| Figura 7- Curvas de (a) viscosidade e (b) de fluxo de fluidos dilatantes..... | 37 |
| Figura 8- Curvas de (a) viscosidade e (b) de fluxo de fluidos dilatantes..... | 37 |
| Figura 9- Curvas de (a) viscosidade e (b) de fluxo de fluido tixotrópico..... | 39 |
| Figura 10- Curvas de (a) viscosidade e (b) de fluxo de fluido reopético..... | 39 |
| Figura 11- Esquema do sistema de circulação durante a perfuração de um poço de petróleo. | 41 |
| Figura 12- Região anular formada entre a coluna de perfuração e a formação rochosa. Invasão do fluido de perfuração na rocha reservatório..... | 44 |
| Figura 13- Formação da torta na filtração dinâmica ou cruzada..... | 45 |
| Figura 14- Perda de circulação durante a perfuração..... | 47 |
| Figura 15- Falha por Fratura – pressão do fluido de perfuração excessivamente alta..... | 49 |
| Figura 16- Esquema do controle da pressão hidrostática..... | 50 |
| Figura 17- Infiltração do material de perda de carga (LCM) na fratura..... | 51 |
| Figura 18- Curvas de volume de filtrado versus raiz quadrada do tempo..... | 55 |
| Figura 19- Estrutura dos diferentes tipos de polímeros..... | 64 |
| Figura 20- Biopolímeros..... | 66 |
| Figura 21- A estrutura esquemática da argila Bentonita. (a) estrutura Química; (b) lamelas da bentonita..... | 67 |
| Figura 22- Estrutura do copolímero de acrilamida e acrílate de potássio..... | 71 |
| Figura 23- Balança de lama Fann modelo 140..... | 76 |
| Figura 24- Célula HTHP - <i>High Temperature/High Pressure</i> : (a) Foto ilustrativa (b) Desenho esquemático..... | 88 |
| Figura 25- Suporte para meio poroso que é acoplado na célula de filtração (a) aparato do papel de filtro, (b) aparato para o disco ranhurado (c) papel de filtro e (d) disco ranhurado não poroso..... | 89 |
| Figura 26- Esquema da unidade experimental de Fratura..... | 91 |
| Figura 27- Simulador de Escoamento em fratura..... | 91 |
| Figura 28- Ponto de medição- posicionado da saída da fratura e posicionado na entrada da fratura..... | 92 |
| Figura 29- Caracterização granulométrica dos materiais..... | 97 |
| Figura 30- Difratograma da Bentonita..... | 98 |
| Figura 31- Difratograma da Terra de diatomácea..... | 98 |
| Figura 32- Imagens dos fluidos à base água..... | 99 |
| Figura 33- Micrografia obtida dos materiais utilizados na composição do fluido à base água e também dos fluidos base água já preparados..... | 101 |
| Figura 34- Difratograma do fluido de base de água (a) F(X), (b) F(X)TD e (c) F(X)TD-HG..... | 106 |
| Figura 35- O potencial zeta dos materiais que compõe o fluido de perfuração como uma função do pH..... | 109 |
| Figura 36- Curvas de TG e DTG para os fluidos F(X)TD-HG..... | 113 |

| | |
|---|-----|
| Figura 37- As propriedades reológicas dos fluidos de perfuração com a taxa de deformação. | 115 |
| Figura 38- As propriedades reológicas dos fluidos de perfuração viscosidade versus taxa de deformação. | 117 |
| Figura 39- Curvas de G' e G'' versus frequência [Hz] para os fluidos (a) F(GX), F(GX)TD e F(GX)TD-HG; (b)F(CMC), F(CMC)TD e F(CMC)TD-HG; (c) F(HPA), F(HPA)TD e F(HPA)TD-HG. | 119 |
| Figura 40- Microscopia óptica para suspensão polimérica em LCMs após 20 minutos do teste de sedimentação: a) CMC-BT; b) CMC-BT-TD; c) CMC-BT-HG-TD; d) CMC-TD-HG-BT. | 121 |
| Figura 41- Representação comparativa das curvas de % de inchamento de argila <i>versus</i> tempo de acordo com as suspensões aquosas detalhada na Tabela 10. | 124 |
| Figura 42- Os gráficos estatísticos (a) de médias e (b) de Pareto para o parâmetro índice de comportamento (n) do modelo de <i>Herschel Bulkley</i> | 127 |
| Figura 43- O gráfico estatístico (a) de médias e (b) de Pareto para o parâmetro índice de consistência (k) do modelo de <i>Herschel Bulkley</i> | 128 |
| Figura 44- O gráfico estatístico (a) de médias e (b) de Pareto (c) de superfície de resposta para o parâmetro tensão crítica ao escoamento (τ_0) do modelo de <i>Herschel Bulkley</i> para HG e TD, sendo BT=0 e CMC=0. | 130 |
| Figura 45- Curvas de viscosidade aparente para os fluidos preparados com base no planejamento experimental estatístico. | 131 |
| Figura 46- O gráfico estatístico (a) de médias; (b) de Pareto; (c) de superfície de resposta para as curvas de viscosidade aparente (VA) para BT e CMC, sendo HG=0 e TD=0. | 134 |
| Figura 47- Diagrama de Pareto para os testes de curva de fluxo do planejamento fatorial completo. | 135 |
| Figura 48- As curvas de fluxo e de viscosidade aparente dos fluidos do planejamento experimental. | 137 |
| Figura 49- Diagrama de Pareto da viscoelaticidade (G' - módulo Gel) dos fluidos do planejamento fatorial completo. | 140 |
| Figura 50- O gráfico estatístico (a) de médias; (b) de Pareto; (c) de superfície de resposta para as curvas de viscoelaticidade (módulo G''). | 141 |
| Figura 51- Comportamento viscoelásticos pertinente aos fluidos de perfuração do planejamento experimental. | 142 |
| Figura 52- Volume de filtrado dos fluidos base água do planejamento experimental. | 146 |
| Figura 53- Histograma do volume de filtrado dos testes de filtração. | 148 |
| Figura 54- O gráfico estatístico (a) de diagrama de Pareto; (b - c) de média para os experimentos de filtração estática do planejamento fatorial completo. | 151 |
| Figura 55- Espessuras das tortas formadas experimentalmente dos 16 fluidos, de acordo com o planejamento estatístico. | 151 |
| Figura 56- Imagens das tortas de filtração sobre o meio poroso papel de filtro. | 152 |
| Figura 57- Imagem dos testes de filtração estática – a) matriz fraturada; b) torta formada na matriz fraturada. | 153 |
| Figura 58- Filtração estática - curva de volume de filtrado versus tempo para o fluido 12- matriz fraturada de 1mm. | 153 |
| Figura 59- Variação da pressão (ΔP) na fratura durante o teste de selamento para os 16 fluidos do planejamento experimental fatorial completo. | 154 |
| Figura 60- Histograma do volume de filtrado dos testes de fratura. | 155 |
| Figura 61- O gráfico estatístico (a) do diagrama de Pareto; (b-c) de médias; (d) de superfície de resposta para os experimentos de fratura para HG e CMC, sendo BT=0 e TD=0. | 158 |
| Figura 62- Volume de filtrado dos fluidos base água do planejamento experimental. | 163 |

Figura 63- Diagrama de Pareto para os experimentos de filtração sem terra de diatomácea. 165
Figura 64- Escoamento em fratura: (a) Queda de pressão e (b) Dados de vazão durante no teste de selamento para o fluido WBA 8. 165

| | |
|---|----|
| Tabela 1- Material de combate à perda de circulação para a formação rochosa nos mecanismos de fratura e filtração..... | 22 |
| Tabela 2- Vantagens e desvantagens do uso de fluidos de perfuração de base aquosa..... | 28 |
| Tabela 3- Cenários de perda de circulação no poço de petróleo. | 46 |
| Tabela 4- Classificação de perda de circulação em fraturas para fluidos base água. | 48 |
| Tabela 5- Materiais utilizados em diversos tipos de fratura..... | 53 |
| Tabela 6- Regra de ABRAMS para concentração de LCMs em ponte..... | 58 |
| Tabela 7- Formulação das suspensões de acordo com o padrão American Petroleum Institute (API)..... | 76 |
| Tabela 8- Composição do fluido de perfuração a base água. | 77 |
| Tabela 9- Definição dos tamanhos de partícula..... | 79 |
| Tabela 10- Composição dos fluidos avaliados nos testes de inchamento de argila e microscopia. | 81 |
| Tabela 11- Níveis utilizados no planejamento experimental, para fluido base água em suspensão de CMC, bentonita, terra de diatomácea e hidrogel. | 82 |
| Tabela 12- Planejamento fatorial dos fluidos base água na suspensão polimérica de CMC.... | 82 |

| | |
|------------|--|
| HTHP | <i>High Temperature/High Pressure;</i> |
| SEF | Simulador de Escoamento em Fraturas; |
| Q_f | Vazão na fratura; |
| ΔP | Varição de pressão na fratura; |
| VP | Viscosidade plástica; |
| LE | Limite de escoamento; |
| k- | Índice de consistência (Pa.s ⁿ); |
| n | Índice de comportamento; |
| μ | Viscosidade do fluido (Pa.s); |
| ρ | Densidade (g/cm ³); |
| G' | Módulo elástico (Pa); |
| G'' | Módulo viscoso (Pa); |
| f | Frequência (Hz); |
| PVM | <i>Particle Vision and Measurement;</i> |
| τ_0 | Tensão crítica (Pa); |
| γ | Taxa de deformação (s ⁻¹); |
| τ | Tensão de cisalhamento (Pa); |
| API | <i>American Petroleum Institute;</i> |
| B 2, 3, 4 | Bob 2, 3, 4; |
| R1 | Rotor 1; |
| HB | <i>Herschel-Bulkley;</i> |
| CMC | Carboximetilcelulose; |
| TD | Terra de diatomácea; |
| HG | Hidrogel; |
| BT | Bentonita; |
| LCM | Material de perda de circulação; |
| Dp | Diametro médio de <i>Sauter</i> ou faixa de distribuição granulométrica; |
| VA | Viscosidade Aparente (Pa.s). |

SUMÁRIO

| | | |
|---------|--|----|
| | INTRODUÇÃO | 18 |
| | FORMULAÇÃO DO PROBLEMA E OBJETIVO DO TRABALHO | 22 |
| | Objetivo Geral | 24 |
| | Objetivo específico | 24 |
| 1 | REVISÃO DE LITERATURA | 25 |
| 1.1 | Fluidos de Perfuração | 25 |
| 1.1.1 | <u>Classificação dos fluidos de perfuração</u> | 26 |
| 1.1.2 | <u>Funções dos fluidos de perfuração</u> | 27 |
| 1.1.3 | <u>Propriedades dos fluidos de perfuração</u> | 28 |
| 1.2 | Reologia | 29 |
| 1.2.1 | <u>Deformação e gradiente de velocidade</u> | 30 |
| 1.2.2 | <u>Classificação reológica</u> | 31 |
| 1.3 | Viscoelástico | 38 |
| 1.3.1 | <u>Fatores que influenciam o comportamento reológico de suspensões</u> | 38 |
| 1.4 | A perfuração de poço de petróleo | 39 |
| 1.4.1 | <u>Problemas encontrados no decorrer da perfuração</u> | 40 |
| 1.4.1.1 | <u>Perda de circulação</u> | 40 |
| 1.5 | Efeito da distribuição das partículas nos fluidos de perfuração | 52 |
| 1.5.1 | <u>Na fase de filtração</u> | 52 |
| 1.5.2 | <u>Na fase de fratura</u> | 57 |
| 1.6 | Empacotamento de partículas | 61 |
| 1.7 | Aditivos | 61 |
| 1.7.1 | <u>Viscosificante</u> | 62 |
| 1.7.2 | <u>Adensante</u> | 65 |

| | | |
|-------|---|----|
| 1.8 | Material de Combate a Perda de Circulação (LCM)..... | 67 |
| 1.9 | Planejamento Experimental e Otimização..... | 70 |
| 2 | MATERIAIS E MÉTODOS - Escolha do melhor polímero..... | 72 |
| 2.1 | Seleção do material..... | 72 |
| 2.2 | Caracterização dos biopolímeros e dos materiais de combate à perda de circulação (LCMs)..... | 72 |
| 2.2.1 | <u>Densidade.....</u> | 72 |
| 2.2.2 | <u>A cromatografia de exclusão de tamanho (SEC).....</u> | 72 |
| 2.2.3 | <u>Difração de raios-X (DRX).....</u> | 73 |
| 2.2.4 | <u>Análise térmica.....</u> | 73 |
| 2.2.5 | <u>Fluorescência de Raio-X.....</u> | 73 |
| 2.3 | Preparo dos fluidos não-Newtoniano a base de polímero e LCMs..... | 74 |
| 2.3.1 | <u>Preparação de fluidos de perfuração à base de água em escala de bancada.....</u> | 74 |
| 2.4 | Caracterização dos fluidos de perfuração..... | 76 |
| 2.4.1 | <u>Pontencial Zeta.....</u> | 76 |
| 2.4.2 | <u>Microscopia eletrônica de varredura.....</u> | 76 |
| 2.4.3 | <u>Analizador de tamanho de partícula.....</u> | 77 |
| 2.4.4 | <u>Comportamento reológico.....</u> | 77 |
| | MATERIAIS E MÉTODOS – Escolha do melhor LCMs..... | 79 |
| 2.5 | Preparo de suspensões de CMC com LCMs..... | 79 |
| 2.5.1 | <u>Caracterização das suspensões de LCMs e CMC - Microscopia Particle View V19.....</u> | 79 |
| 2.5.2 | <u>Teste de inchamento de argila.....</u> | 79 |
| 2.6 | Planejamento experimental e formulação do fluido..... | 80 |
| 2.6.1 | <u>Planejamento fatorial de fluidos de perfuração.....</u> | 80 |
| 2.6.2 | <u>Tratamento estatístico.....</u> | 82 |

| | | |
|---------|--|-----|
| 2.7 | Análise de Reologia dos Fluidos | 83 |
| 2.7.1 | Reometro – teste de viscoelasticidade..... | 83 |
| 2.7.2 | Viscosímetro Fan – testes de curva de escoamento..... | 83 |
| 2.7.2.1 | Medição dos valores de tensão e deformação – Viscosímetro Fann 35A..... | 85 |
| 2.7.3 | Força gel..... | 86 |
| 2.8 | Avaliação dos Fluidos por Filtração e Fratura | 86 |
| 2.8.1 | Filtração..... | 87 |
| 2.8.2 | Análise no equipamento Simulador de Escoamento em Fraturas..... | 89 |
| | MATERIAIS E MÉTODOS - Otimização do fluido de perfuração | 92 |
| 2.9 | Metodologia de Planejamento Fatorial - sem Terra de Diatomácea | 92 |
| 2.10 | Avaliação dos Fluidos por Filtração e Fratura – sem terra de diatomácea.. | 93 |
| 2.10.1 | Testes de filtração..... | 93 |
| 2.10.2 | Testes de fratura..... | 93 |
| 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO – Escolha do melhor polímero | 94 |
| 3.1 | Caracterização das matérias primas sólidas | 94 |
| 3.1.1 | Densidade..... | 94 |
| 3.1.2 | Massa molar dos polímeros..... | 95 |
| 3.1.3 | Tamanho de partículas dos sólidos avaliadas por Malvern..... | 95 |
| 3.1.4 | Análise de Difração de Raios –X (DRX)..... | 96 |
| 3.1.5 | Fluorescência de raio-X (FRX)..... | 97 |
| 3.2 | Preparo dos Fluidos | 97 |
| 3.2.1 | Morfologia dos LCMs e fluidos de perfuração..... | 99 |
| 3.3 | Caracterização dos fluidos de perfuração | 102 |
| 3.3.1 | Densidade dos fluidos..... | 102 |
| 3.3.2 | Tamanho de partículas das suspensões avaliadas por Malvern..... | 102 |

| | | |
|-------|--|---------|
| 3.3.3 | Análise de Difração de Raios -X (DRX)..... | 10 4 |
| 3.3.4 | Efeito das cargas caracterizado pelo potencial zeta (ζ -potencial)..... | 10 6 |
| 3.3.5 | Análise termogravimétrica (TGA)..... | 10 9 |
| 3.4 | Propriedades reológicas dos fluidos | 11 2 |
| 3.4.1 | Tensão de cisalhamento versus taxa de deformação..... | 11 2 |
| 3.4.2 | Modelo reológico..... | 11 4 |
| 3.4.3 | Viscosidade aparente versus taxa de deformação..... | 11 5 |
| 3.4.4 | Módulos G' (elástico) e G'' (viscoso)..... | 11 6 |
| | RESULTADOS E DISCUSSÃO – Escolha do melhor LCMs..... | 11 9 |
| 3.5 | Formulação final do fluido | 11 9 |
| 3.5.1 | Caracterização microscópica dos fluidos de perfuração..... | 11 9 |
| 3.5.2 | Análise de Potencial de Inibição de Inchamento de Argila..... | 12 0 |
| 3.5.3 | Formulação e Avaliação reológica dos fluidos de perfuração..... | 12 2 |
| 3.6 | Avaliação tecnológica dos Fluidos por Filtração e Fratura | 14 3 |
| 3.6.1 | Teste de filtração estática com papel de filtro..... | 14 3 |
| 3.6.2 | Teste estatístico para filtração estática com papel de filtro..... | 14 8 |
| 3.6.3 | Espessura da torta de filtração..... | 14 9 |
| 3.6.4 | Teste de filtração estática na matriz com fenda de 1mm..... | 15 1 |
| 3.7 | Testes de escoamento em fraturas de 2mm | 15 2 |
| 3.7.1 | Perda de circulação dos fluidos contendo LCMs..... | 15 3 |
| 3.7.2 | Teste estatístico para fratura..... | 15 6 |
| 3.8 | Avaliações adicionais para o fluido 12 | 15 8 |
| 3.8.1 | Teste de squeezes..... | 15 9 |
| 3.8.2 | Força gel..... | 15 9 |

| | | |
|-------|---|---------|
| | RESULTADOS E DISCUSSÃO – Otimização do fluido de perfuração..... | 16 1 |
| 3.9 | Testes de filtração estática do fluido s/ terra de diatomácea..... | 16 1 |
| 3.9.1 | Teste Estatístico para filtração s/ terra de diatomácea..... | 16 2 |
| 3.9.2 | Teste para fratura s/ terra de diatomácea..... | 16 3 |
| | CONCLUSÃO..... ... | 16 6 |
| | REFERÊNCIAS..... | 16 9 |
| | ANEXO A..... | 18 7 |

INTRODUÇÃO

A perfuração de um poço de petróleo, tanto em ambiente marinho (*offshore*) como em terra (*onshore*), é uma operação de custo muito elevado. Assim, é essencial minimizar o tempo de perfuração e principalmente os danos irreversíveis ao reservatório (WALDMANN *et al.*, 2014). A perfuração é realizada a partir do método rotativo, através do movimento de rotação e peso aplicados de uma broca, existente na extremidade de uma coluna de perfuração. O peso aplicado sobre a broca resulta da própria constituição da coluna de perfuração e a rotação pode ser transmitida diretamente à broca ou através da rotação da coluna de perfuração. Os fragmentos de rocha (cascalhos) são retirados consecutivamente através de um fluido de perfuração ou lama, que é injetado por bombagem para o interior da coluna de perfuração e volta à superfície pelo espaço anular formado entre as paredes do poço e a coluna de perfuração.

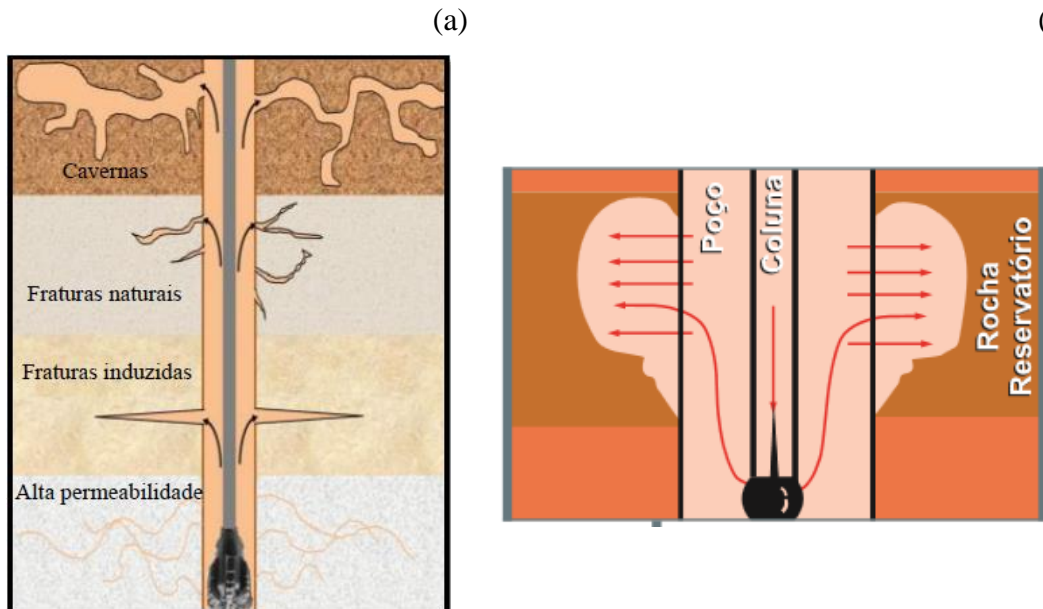
Os fluidos de perfuração são misturas complexas de sólidos, líquidos e gases, geralmente constituídos por uma fase dispersante (orgânica) e outra dispersa, cuja complexidade depende da natureza dos produtos dispersos. Segundo o API (Instituto Americano de Petróleo, 1991), podem ser definidos como “fluidos circulantes utilizados para tornar a atividade de perfuração viável”. Os fluidos podem ser classificados como base água, óleo e gás. No entanto, o mais utilizado é a base água porque provoca menos maléfico ao meio ambiente. O fluido de base água é na sua maioria uma mistura de um biopolímero, argila bentonita (viscosificante) e materiais LCMs (KHALIL & JAN, 2012; WALDMANN *et al.*, 2012). Uma das principais funções dos fluidos de perfuração é a remoção e transporte dos cascalhos do poço, gerados pela broca, até à superfície. No entanto, é de salientar outras funções de grande importância como: manter os cascalhos suspensões durante a interrupção da circulação, suportar e estabilizar as paredes do poço, revestir as paredes do poço com um reboco impermeável (torta de filtração) que isole as formações mais permeáveis do reservatório, impedir ou minimizar os danos nas formações, arrefecer e lubrificar a broca e a coluna de perfuração (REILLY *et al.*, 2016; SONG *et al.*, 2006).

Ao retornar o fluido para a superfície, devido ao diferencial de pressão positivo do poço para a formação, o fluido de perfuração tende a invadir as rochas permeáveis, porosas e as fixuras expostas na rocha reservatório, esta invasão é indesejada e pode comprometer todo o poço (MARTINS, 2004). É utilizada a técnica de *Overbalanced* para manter a pressão hidrostática do poço superior à pressão de formação e assim reduzir o risco de comprometer o poço com a perda de fluidos de perfuração (ABDO & AHMED, 2010).

Esta perda é conhecida no campo de petróleo como perda de circulação e mesmo com as melhores técnicas de perfuração ela pode ocorrer. O fluido ao invadir a formação, prejuízos financeiros são gerados para operação, além de pôr em risco a integridade estrutural do poço de petróleo. A perda de circulação pode ser classificada desde uma perda pequena ($< 25\text{bbl/h}$) a uma perda severa, que é impossível manter o poço cheio (ALSABA *et al.*, 2014; KOSYNKIN *et al.*, 2012; SENSOY *et al.*, 2009).

No momento da perfuração, dois processos de perda de circulação são observados (Figura 1): a entrada do fluido nas fissuras da rochosa - fratura e a invasão de fluido nas rochas permeáveis e porosas - filtração (NASIRI *et al.*, 2017; MARTINS *et al.*, 2005).

Figura 1- Representação esquemática da região da formação que possibilitam a ocorrência da perda de circulação: (a) fraturas (b) rocha permeável e porosa.



Fonte: (a) Adaptado de ALSABA e NYGAARD, 2014 (b) MARTINS *et al.*, 2005.

A fim de mitigar o risco de perda de circulação, sólidos de tamponamento são usados em tampões de combate à perda no fluido de perfuração ativo, conhecido como materiais de perda de circulação (LCMs) e apresentam tamanhos e formas diferentes (HERMOSO *et al.*, 2012; MENG *et al.*, 2012).

No entanto, uma formação permeável e ou fixura é exposta ao fluido de perfuração durante sua circulação, os componentes líquidos da lama seguem seu fluxo na formação enquanto os componentes sólidos formariam uma torta de lama de baixa permeabilidade na parede do poço e ou entupiria a fixura (fratura). Essa perda de circulação inicial é conhecida como *spurt loss* (KUMAR, 2011).

De modo a controlar a perda de circulação e obter uma perfuração sem danos ao reservatório, são principalmente projetados dois tipos de fluidos de combate à perda de circulação (MARTINS *et al.*, 2005). No início da perfuração é utilizado um fluido de perfuração não invasivo às formações permeáveis e porosas, ao identificar uma fratura exposta na rocha todo este fluido é removido de dentro do poço e é injetado outro fluido que seja selante a fratura.

Várias formulações são encontradas na literatura de fluidos de perfuração específicos para mitigar a perda de circulação na fratura e fluidos para filtração (Tabela 1).

Tabela 1- Material de combate à perda de circulação para a formação rochosa nos mecanismos de fratura e filtração.

| Referência bibliográfica | Mecanismo (Fratura/ Filtração) | Fluido testado | Material |
|---------------------------------|---------------------------------------|-----------------------|--|
| Nasiri <i>et al.</i> (2017) | Fratura | Base água | Bentonita e materiais fibrosos. |
| Al- Sabagh <i>et al.</i> (2016) | Fratura | Base água | Diatomácea e bentonita |
| Alsaba <i>et al.</i> (2014) | Fratura | Base água | Fibroso, escamoso e granular. |
| Whitfill & Hemphill (2003) | Fratura | Base água | Grafite de carbono e CaCO ₃ . |
| Hafiz <i>et al.</i> (2018) | Filtração | Base água | Bentonita e polímero |
| Oort <i>et al.</i> (2016) | Filtração | Base água | CaCO ₃ , grafite e esfera de vidro. |
| Abdo <i>et al.</i> (2016) | Filtração | Base água | Sepiolita. |
| Li <i>et al.</i> (2016) | Filtração | Base água | Bentonita, celulose poli-aniónica e nano- cristais |
| Bourcier <i>et al.</i> (2016) | Filtração | Base água | CaCO ₃ e partículas de oxalato de urânio. |

Fonte: O autor, 2017.

A utilização de diferentes fluidos de perfuração ocasiona custos adicionais, tais como: segurança, danos permanentes à formação, parada de produção, danificação da coluna e equipamentos, tempo improdutivo, troca de fluido e custo adicional com outra característica de fluido (LI *et al.*, 2015a). Estudos mostram que tanto as fases de fratura quanto as de filtração apresentam mecanismos distintos, mas tais problemas podem ser minimizados e dependendo do poço totalmente curado graças às interações químicas entre o fluido e o material LCMs, de forma que as condições ótimas para exercer uma só função sejam alcançadas (NASIRI *et al.*, 2017; ABDO *et al.*, 2016; BOURCIER *et al.*, 2016; Li *et al.*, 2016; OORT *et al.*, 2016; ALSABA *et al.*, 2014; WINDARTO *et al.*, 2012; HWU, 2009; WHITFILL & HEMPHILL, 2003).

No estudo foram utilizados diferentes biopolímeros que já são frequentemente utilizados em fluidos de perfuração base água, tais como: goma-xantana (GX), carboximetilcelulose (CMC) e hidroxipropilamido (HPA). Os biopolímeros possuíam diferentes massas molares e estruturas, de modo a gerar possíveis comportamentos distintos com os demais componentes da formulação e propriedades viscosificantes capazes de manter os cascalhos em suspensão para serem carreados à superfície. Como adensante utilizou-se a bentonita (BT), que já é comumente utilizada em fluidos de perfuração, pois aumenta a capacidade de limpeza do poço, diminui as infiltrações nas formações permeáveis, forma uma torta de baixa permeabilidade na parede do poço, promove a estabilidade do poço e evita a perda de circulação. Mesmo apresentando excelentes benefícios no fluido de perfuração, a maioria dos poços perfurados é de rocha bentonítica, seu contato com a água provoca seu inchamento, provocando sérios problemas dentro do poço, como por exemplo, aprisionamento da coluna de perfuração e obstrução da broca. Sendo assim, o fluido desenvolvido neste estudo levará em consideração a inibição do inchamento da argila. O material de combate à perda de circulação (LCMs), terra de diatomácea (TD) foi utilizada por apresentar baixo peso específico, alta área de superfície e tamanho de partículas pequenas. O hidrogel (HG) por rapidamente formar um gel, podendo penetrar, facilmente, nos espaços vazios, ser ambientalmente correto, possuir alta massa molar, inibir o inchamento de argila e ter ampla faixa de distribuição granulométrica.

Os fluidos de perfuração foram compostos e nomeados como: F(X), F(X)TD e F(X)TD-HG. O “X” refere-se ao polímero (GX, CMC e HPA), a composição dos fluidos F(X) - polímero e bentonita, F(X)TD – polímero, bentonita e terra de diatomácea, F(X)TD-HG - polímero, bentonita, terra de diatomácea e hidrogel.

Assim, a proposta deste trabalho é empregar ao contrário de 2 fluidos, 1 fluido de perfuração de base água, com propriedades reológicas de géis combinados com LCMs e com ampla faixa de tamanho de partícula, para remediar tais perdas de até 2mm de espessura nas fraturas e rochas porosas e permeáveis.

FORMULAÇÃO DO PROBLEMA E OBJETIVO DO TRABALHO

Formulação

No campo petrolífero, a perfuração de poços mostra-se como uma área que está em constante desenvolvimento, de modo que técnicas já conhecidas são cada vez mais aprimoradas e novas tecnologia empregada para se adaptarem as diversas condições que vêm sendo encontradas durante a perfuração de um poço, essencialmente em poços *offshore*.

Durante a perfuração, o fluido é perdido para a formação enquanto escoar para dentro da camada permeável e pela fissura exposta na rocha. Para minimizar esta perda, partículas sólidas de formas diferentes e com ampla faixa de distribuição granulométrica são adicionadas ao fluido de perfuração que irão penetrar na formação. Estes sólidos depois formam uma “lama” de baixa permeabilidade que limitará a perda de fluido. Na maioria dos casos, as partículas de argila adicionadas, para controlar a viscosidade de um fluido, são bem-sucedidas, no controle das perdas de fluido para a formação. Em algumas formações, entretanto, o tamanho dos poros pode ser tão grande que as partículas de argila são incapazes de tampar os buracos e construir um filtro. Estas formações podem incluir aquelas contendo fraturas naturais ou induzidas, areia permeável. Para diminuir as perdas de fluido nessas formações, sólidos grandes podem ser adicionados ao fluido de perfuração (MENG *et al.*, 2012).

A nova formulação de fluidos tem como finalidade desenvolver fluido com propriedades que alguns corpos apresentam de retornar à forma original após terem sido submetidos a uma deformação elástica, conhecido como fluido resiliente (MELO & DANTAS, 2013). Que sejam selante as fraturas, ou seja, que o fluido tenha propriedades de aderir dentro das fissuras da rocha. (SALIMI & GHALAMBOR, 2011). E na etapa de filtração que o fluido crie uma torta de pequena espessura e impermeável na parede do poço (WALDMANN, 2014). Para isso a influencia na reologia dos fluidos não-Newtonianos preparados com água e polímeros (X) - CMC, GX e HPA mais LCMs foram avaliados. Os fluidos preparados tiveram, entre eles, uma variação na distribuição granulométrica, o efeito gel também foi avaliado.

A indústria tem proposto algumas ideias, a maioria delas baseadas na adição de LCMs ilimitados, de forma entupir a zona permeável. Como consequência, tem-se um custo muito elevado com fluidos de perfuração. Portanto, a ideia desta pesquisa é bloquear, imediatamente, a garganta da fratura e os poros da rocha, utilizando fluidos de perfuração com propriedades ótimas.

O estudo foi dividido em três etapas:

1ª etapa: Escolha do melhor polímero: Avaliar e investigar o efeito de diferentes polímeros, a estrutura química, a interação com material de combate a perda de circulação (LCMs) e as propriedades reológicas.

Fluidos de base de água foram preparados utilizando três diferentes biopolímeros: dois biopolímeros lineares e sintéticos - carboximetilcelulose e hidroxipropilamido; e a goma xantana, um polímero reticulado e de origem natural, com o objetivo de se obter um fluido com propriedades géis capaz de manter os cascalhos em suspensão, para serem carregados à superfície. A estes fluidos foram adicionadas diferentes LCMs, bentonita, terra de diatomácea, um hidrogel composto de copolímero de acrilamida e acrílate de potássio, visando obter fluidos com propriedades específicas capazes de selar fraturas e aderirem na parede do poço formando uma torta de baixa permeabilidade (BAGCI *et al.*, 2000) e propriedades reológicas desejadas (BENCHABANE & BEKKOUR, 2006).

2ª etapa: Escolha do melhor LCMs – Avaliar a eficiência dos LCMs em formar uma torta de baixa permeabilidade na parede do poço e um selamento efetivo na garganta da fratura.

Desenvolver um planejamento experimental fatorial completo que possibilite investigar a influencia dos LCMs, na formulação do fluido, na perda de circulação e nas suas propriedades reológicas. O processo de filtração será avaliado, em célula de filtração *high temperature/high pressure* (HPHT), utilizando papel de filtro de diâmetro de 6,30 cm e retenção de partículas de 2,7-5,0 μm e também uma fenda fisicamente parecida com uma fratura em forma de cunha de 1mm, projetada para uso na célula de filtração HPHT. Para os testes de selamento de fraturas foi, utilizado um aparato experimental que simula o escoamento de fluidos em fraturas de 1 mm de espessura, cujo comprimento da fratura é aproximadamente 1,5 metros em anular de 8 ½”.

3ª etapa: Otimização do fluido de perfuração – Um estudo investigativo para combater à perda de circulação na fratura e filtração, pelo uso adequado de materiais de combate a perda de circulação (LCM).

Desenvolver um planejamento experimental fatorial completo que possibilite investigar a influencia da concentração das variáveis independentes na formulação do fluido de perda de circulação. Seja um fluido, que rapidamente obstrua por meio de LCMs que liga e sela a boca da fratura e rochas permeáveis.

Objetivo Geral

Neste trabalho, um diferente conceito é proposto para controlar a perda de circulação:

- Espera-se formular um único fluido de perfuração que apresente propriedades capazes de impedir a perda de fluidos de perfuração nas fases de fratura naturais e filtração, tomando como base o que já foi desenvolvido.

Objetivo específico

- Avaliar a velocidade de plugueamento via *spurt loss*;
- Estudo de permeabilidade;
- Identificar polímeros de natureza molecular distinta de modo a gerar possíveis comportamentos distintos durante o escoamento do meio poroso.
- Avaliar a eficiência dos polímeros Goma Xantana (GX), Hidroxipropilamido (HPA), Carboximetilcelulose (CMC) na interação com o material particulado: terra de diatomácea (TD) e hidrogel (HG) durante o escoamento no meio poroso;
- Monitorar o inchamento da argila;
- Avaliar o efeito simultâneo da adição de terra de diatomácea (TD) e hidrogel (HG) nas propriedades reológicas.
- Identificar um fluido com composição ótima para mitigar as perdas de circulação nas fases de filtração e fratura.
- A partir de um planejamento experimental avaliar qual dos LCMs produz um maior impacto na mitigação de perda de circulação nas fases de filtração e fraturas.
- Testes nos equipamentos de Fratura e Filtração.

1 REVISÃO DE LITERATURA

1.1 Fluidos de Perfuração

Desde os primeiros poços perfurados pelo sistema rotativo já se usava de forma bem simples, um composto a base de água que tem por objetivo principal lubrificar a broca durante a perfuração. Sendo assim, os primeiros fluidos de perfuração desenvolvidos foram os de base aquosa (GROWCOCK *et al.*, 2004). Ao longo dos anos, as lamas à base de água passaram a incorporar por diversas substâncias para que algumas de suas características e funções fossem melhoradas (DARLEY & GRAY, 1981). Algumas destas substâncias foram: argilas, álcalis, sais, polímeros, gotas de óleo (formando-se as emulsões) e várias outras substâncias insolúveis como barita, bentonita, argila e cascalho em suspensão.

As lamas de perfuração são uma classe especial dos fluidos de perfuração usados principalmente para a exploração de poços de petróleo. O termo ‘lama’ se refere basicamente à consistência espessa deste fluido, característica esta obtida através da adição de substâncias citadas anteriormente (SHAKIB, 2016). Estes materiais serão mais bem detalhados posteriormente no trabalho, bem como suas propriedades, especificações e funções.

As formulações das lamas de base aquosa foram evoluindo ao longo do tempo, ou seja, diversas substâncias dissolvidas e em suspensão foram sendo incorporadas e seu desempenho operacional foi sendo testado. A partir do estudo e do teste destas novas formulações, diversos parâmetros operacionais de filtração, de viscosidade, de lubrificação da broca, de toxicidade, de densidade e de sua influencia na taxa de perfuração foram sendo analisados. Através da análise do resultado destes testes, as novas lamas foram evoluindo ao longo dos anos e passaram a ter formulações mais específicas para cada tipo de poço a ser perfurado, ou seja, passaram a desempenhar cada vez melhor as suas funções (DARLEY & GRAY, 1981).

Os fluidos de perfuração são tradicionalmente classificados de acordo com o seu constituinte principal: fluidos à base de gás, fluidos à base de óleo e fluidos à base de água (LI *et al.*, 2016). Os fluidos de perfuração são tipicamente gel e são considerados materiais tixotrópicos, pois mostram forma estável em repouso e se tornam menos viscosos quando agitados (HERMOSO *et al.*, 2012; MENG *et al.*, 2012).

1.1.1 Classificação dos fluidos de perfuração

Os fluidos de perfuração são classificados de acordo com sua base (LUMMUS & AZAR, 1986).

Fluidos de base de água: Partículas sólidas ficam suspensas em água ou em salmoura. Os sólidos consistem em argilas e coloides orgânicos adicionados para fornecer as propriedades de filtração e viscosidade necessárias, minérios (geralmente barita, a fim de aumentar a densidade quando necessário) e sólidos provenientes da formação, que se dispersam na lama no curso da perfuração (MACHADO, 2002). A água contém sais dissolvidos, derivados da contaminação com a água de formação, ou adicionados, para várias finalidades.

Os fluidos de perfuração à base de água são amplamente recomendados devido à excelente capacidade de inibição de argila, fácil preparação e propriedades reológicas favoráveis ao meio ambiente (LI *et al.*, 2015a). Para realizar operações de perfuração bem-sucedidas, a seleção e a quantidade de aditivos do fluido de perfuração são muito importantes para alcançar as propriedades de fluido desejadas (AL-ZUBAIDI *et al.*, 2016).

Fluidos de base óleo: Os fluidos são ditos de base óleo quando a fase contínua ou dispersante é constituída por uma fase oleosa, composta por uma mistura de hidrocarbonetos líquidos. Suas características principais são baixíssima solubilidade das formações de sal, atividade química controlada pela natureza e concentração do eletrólito dissolvido na fase aquosa, alta capacidade de inibição em relação às formações argilosas hidratáveis, resistência a temperaturas elevadas apresentando propriedades reológicas e filtrantes controláveis até 773°C, alto índice lubrificante ou baixo coeficiente de atrito, baixa taxa de corrosão, intervalo amplo para variação da massa específica, isto é, desde 7,0 lb/bbl (19,6 kg/cm³), densidade do óleo diesel, até cerca de 20,0 lb/bbl (56 kg/cm³), nos sistemas adensados com baritina (MACHADO, 2002). Na Tabela 2 são mostrados os fatores importantes da utilização de fluido base água e óleo.

Fluidos de Gás: Os cascalhos da perfuração são removidos por um fluxo de alta velocidade de ar ou gás natural. Agentes espumantes são adicionados para remover pequenos influxos de água. Fluidos de base ar, gás, névoa ou espuma são os chamados fluidos pneumáticos. A utilização de um fluido circulante de ar, gás natural, gás inerte ou misturado com água tem vantagens econômicas em áreas de rochas duras, onde há pouca chance de se encontrar grandes quantidades de água. O ar seco, ou gás irá promover uma rápida taxa de penetração do fluido, reduzindo a deposição de cascalhos no poço (DARLEY & GRAY, 1981).

Tabela 2- Vantagens e desvantagens do uso de fluidos de perfuração de base aquosa.

| Fluido | Vantagens | Desvantagens |
|--------|-------------------------------------|--|
| | - Menos agressivo ao meio ambiente; | -Menor instabilidade a altas temperaturas; |

| | | |
|--------------|--|---|
| Base água | - Maior facilidade no combate à perda de circulação; - Facilitar a detecção de gás no poço; - Menor custo. | - Não podem ser usados onde existem argilas sensíveis à água. |
| Base óleo | - Elevado grau de lubricidade; - Propriedades controláveis a altas temperaturas; - Baixa taxa de corrosão. | - Mais agressivo ao meio ambiente; - Dificuldade no combate à perda de circulação; - Maior custo. |

Fonte: Adaptado de GUIMARÃES & ROSSI, 2007.

1.1.2 Funções dos fluidos de perfuração

Muitos requisitos são exigidos dos fluidos de perfuração. Historicamente, o propósito primordial dos fluidos de perfuração era servir como um veículo para a remoção dos cascalhos do poço, mas hoje as diversas aplicações dos fluidos de perfuração dificultam a atribuição de funções específicas.

Na perfuração rotativa, as principais funções executadas pelo fluido de perfuração são (CAENN & CHILLINGAR, 1996):

- Carrear os cascalhos gerados na broca e transportá-lo pelo espaço anular até a superfície;
- Resfriar e lubrificar a broca;
- Evitar inchamento de argilas;
- Reduzir o atrito entre a coluna de perfuração e as laterais do poço;
- Manter a estabilidade das seções não revestidas do poço;
- Prevenir entrada de fluidos, óleo – gás ou água – a partir das rochas permeáveis penetrantes;
- Formar um reboco fino e de baixa permeabilidade que sele os poros e outras aberturas nas formações penetrantes pela broca;
- Auxiliar na coleta e na interpretação das informações disponíveis a partir dos cascalhos provenientes da perfuração.

De acordo com Al-Zubaidi *et al.* (2016), em conjunto com as funções anteriores citadas, certas limitações ou requisitos negativos são colocados sobre o fluido de perfuração:

1. Não ser maléfico ao pessoal de perfuração nem ser prejudicial ou ofensivo ao meio ambiente.
2. Exigir métodos incomuns ou caros para operação de perfuração do poço.
3. Interferir na produtividade normal dos fluidos da formação.
4. Não corroer nem causar desgaste excessivo dos equipamentos de perfuração.

1.1.3 Propriedades dos fluidos de perfuração

Segundo Cargnel & Luzardo (1999), as propriedades físicas de um fluido de perfuração, particularmente sua densidade e propriedades reológicas são monitoradas para auxiliar na otimização do processo de perfuração. Tais propriedades físicas contribuem para a perfuração bem-sucedida, incluindo:

- Maior controle da pressão hidrostática do poço, para evitar um influxo de fluido de para a formação rochosa;
- Maior controle da energia para maximizar a taxa de penetração (ROP);
- Maior estabilidade ao poço através de zonas tensionadas *sob* pressão ou mecanicamente;
- Manter as rochas suspensas durante períodos estáticos;
- Permiti a separação de sólidos perfurados e gás na superfície;
- Remove a rocha do poço carreando até a superfície.

❖ Densidade:

A densidade é definida como massa por unidade de volume para uma dada pressão e temperatura. Ela é expressa em *libras por barril* (lb/bbl) ou *libras por pé cúbico* (lb/ft³) ou em *quilogramas por metro cúbico* (kg/m³). A densidade da lama é ajustada para manter uma diferença de pressão entre a lama do poço e os fluidos na formação em 1000 MPa (145psi) ou mais (SHAKIB *et al.*, 2016).

De acordo com Chilingarian & Vorabutr (1983), na perfuração do poço, o efeito do empuxo da lama sobre os cascalhos de perfuração aumenta com sua densidade, ajudando a transportá-los no espaço anular, contudo retardando sua sedimentação na superfície. Portanto, para a segurança do poço, há uma tendência natural de fornecer uma densidade de fluido bem superior àquela realmente necessária para controlar os fluidos de formação. Mas tal política tem várias desvantagens importantes. A elevada densidade do fluido de perfuração pode aumentar

a pressão sobre as paredes do poço de tal modo que seja gerada uma falha por tensão no poço. Essa falha é conhecida como fratura induzida. Outra é sua influencia sobre a taxa de perfuração (taxa de penetração). Por último, aumentam desnecessariamente os custos da lama.

A densidade é o parâmetro que influencia diretamente na pressão da coluna hidrostática exercida pelo fluido de perfuração sobre a parede do poço e pode ser determinada manualmente usando-se uma balança densimétrica, por um método padronizado pelo API-Instituto Americano de Petróleo (SHAKIB *et al.*, 2016).

❖ pH

O pH de um fluido de perfuração é de grande importância pois está associado aos fenômenos de floculação, além de auxiliar na obtenção de informações sobre a capacidade do fluido em promover a corrosão dos equipamentos (SANTOS, 2012).

O pH é medido através de papéis indicadores ou de potenciômetros e geralmente mantido no intervalo alcalino baixo, isto é, de 7 a 10. O objetivo principal é reduzir a taxa de corrosão dos equipamentos e evitar a dispersão das formações argilosas (MARTINS, 2004).

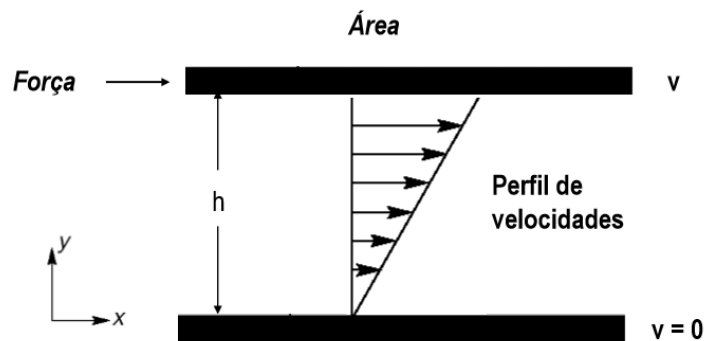
1.2 Reologia

A reologia é a parte da mecânica que se dedica ao estudo do fluxo e da deformação da matéria, quando submetida a esforços originados por forças externas. O termo origina-se do grego e significa “o estudo daquilo que flui”, tendo sido introduzido por *Bingham*, em 1929. O comportamento dos fluidos *sob* tensão pode trazer importantes informações a respeito da estrutura e organização molecular de sistemas (ERGE *et al.*, 2015).

1.2.1 Deformação e gradiente de velocidade

De acordo com Bennet & Meyers (1982), distingue-se um fluido de um sólido, quando se considera a viscosidade, pelo comportamento quando submetidos à força aplicada. Enquanto um sólido elástico sofre uma deformação proporcional à força aplicada, um fluido, em condições semelhantes, continua a deformar, isto é, escoar, com uma velocidade que aumenta com o aumento da intensidade da força. A Figura 2 ilustra um fluido contido entre duas placas planas paralelas, de área A , separadas por uma distância y . Uma força \vec{F} é aplicada na parte superior, de modo a movimentar a placa a uma velocidade \vec{u} constante em relação à placa inferior, que é mantida fixa.

Figura 2- Força de cisalhamento sobre um fluido.



Fonte: O autor, 2018.

A força \vec{F} origina uma força de mesma intensidade, porém em sentido contrário denominada tensão de cisalhamento τ , que existe devido às forças de coesão do fluido com as paredes da placa e entre as camadas de fluidos. A resistência ao escoamento (força por unidade de área cisalhante) pode ser expressa por equação 1:

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (1)$$

A tensão de cisalhamento produz o gradiente de velocidade ($\partial u_x / \partial y$) no seio do fluido viscoso. Existe uma proporcionalidade entre o gradiente de velocidade ($\partial u_x / \partial y$) e a tensão de cisalhamento ou força externa (τ_{yx}). Assim, o coeficiente de proporcionalidade é igual à viscosidade (μ). A força por unidade de área é conhecida como tensão de cisalhamento (σ) e o gradiente de velocidade é conhecido como taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$). Substituindo (F/A) por (σ) e ($\partial u_x / \partial y$) por ($\dot{\gamma}$), tem-se a equação de Newton para a viscosidade dinâmica de um fluido Newtoniano (FERREIRA *et al*, 2005).

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad (2)$$

1.2.2 Classificação reológica

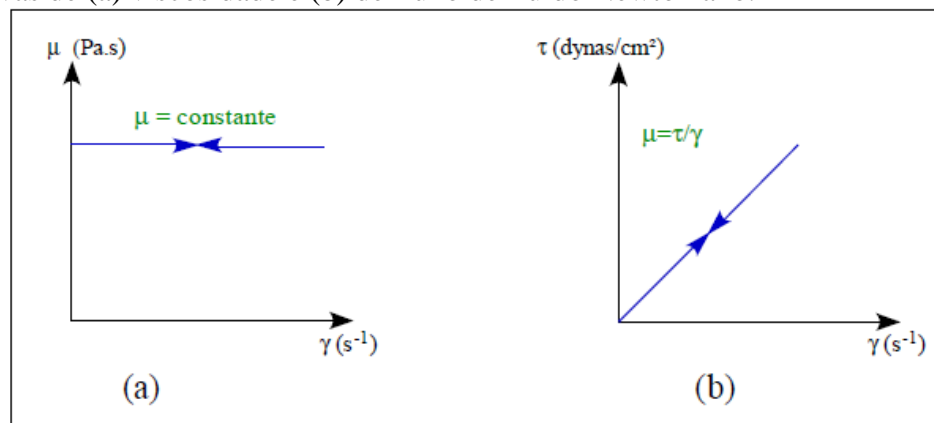
Os fluidos são classificados, de acordo com seu comportamento reológico, por meio da análise da relação entre a tensão e taxa de cisalhamento para, condições de temperatura e

pressão estabelecidas. Reologicamente, os fluidos são divididos em duas categorias: Newtonianos e não-Newtonianos (SCHRAMM *et al.*, 2006).

❖ Fluido Newtoniano

A classe mais simples de fluidos é chamada newtoniana. Os fluidos de base (água doce, água do mar, óleo diesel, betume, melação óleo mineral e sintético) da maioria dos fluidos de perfuração são Newtonianos. Nestes fluidos, a tensão de cisalhamento é diretamente proporcional à taxa de cisalhamento. Na Figura 3 pode-se notar que os pontos estão em uma linha reta passando pela origem (0,0) do gráfico em coordenadas retangulares (THOMAS, 2004).

Figura 3- Curvas de (a) viscosidade e (b) de fluxo de fluido Newtoniano.



Fonte: adaptado de SKELLAND, 1967.

A viscosidade de um fluido Newtoniano é a inclinação dessa linha de tensão de cisalhamento / taxa de cisalhamento. A tensão de escoamento (tensão necessária para iniciar o fluxo) de um fluido Newtoniano será sempre zero (SCHRAMM *et al.*, 2006).

❖ Fluido não-Newtoniano

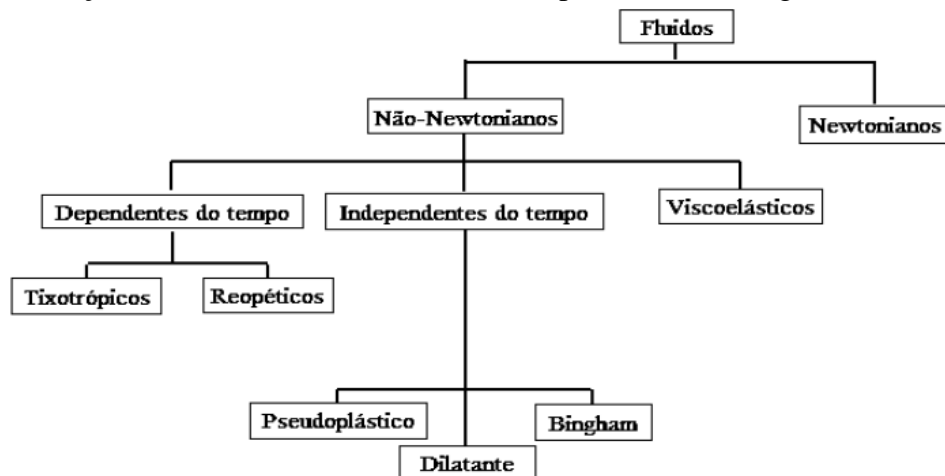
No caso de fluidos não-Newtonianos, a relação entre a tensão de cisalhamento (τ) e a taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) não é uniforme, mesmo em escoamento laminar a temperatura e pressão constante. Define-se como viscosidade aparente que varia com a magnitude da taxa de deformação (STEFFE, 1996). Qualquer fluido não-Newtoniano pode ser definido pela relação:

$$\mu_a = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (3)$$

sendo μ_a , a viscosidade aparente válida para uma determinada taxa de deformação.

O comportamento não-Newtoniano é muitas vezes verificado no caso de sistemas coloidais. De acordo com Lessa (2008), as principais causas desse comportamento são a formação de uma estrutura organizada do sistema e através da orientação das partículas assimétricas na direção do escoamento provocadas pelo gradiente de velocidade. Além disso, os fluidos não-Newtonianos podem ser classificados em: viscoelásticos, dependentes e independentes do tempo, conforme visto na Figura 4.

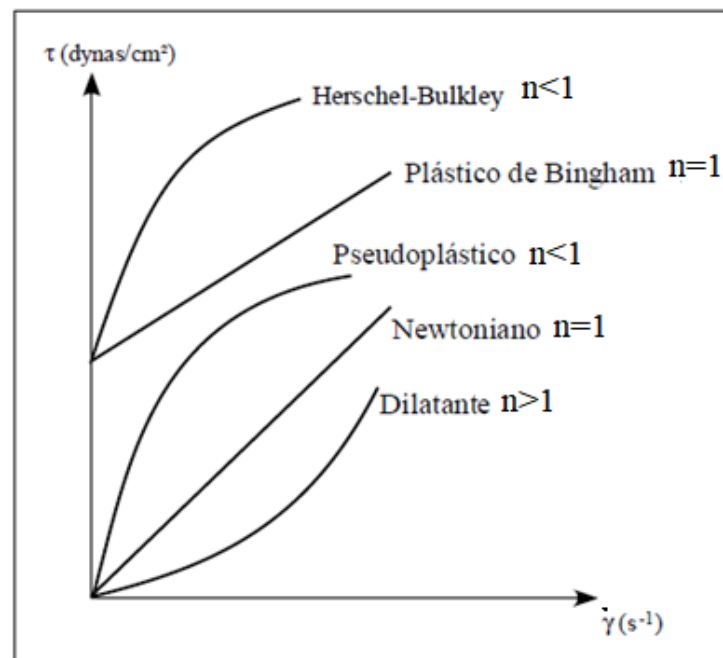
Figura 4- Classificação dos fluidos de acordo com o comportamento reológico.



Fonte: O autor, 2017.

A Figura 5 mostra o comportamento reológico dos fluidos Newtonianos e dos não-Newtonianos, independentes do tempo. A seguir será dada uma breve descrição sobre cada um deles.

Figura 5- Curvas de escoamento de fluidos Newtoniano e não-Newtonianos independentes do tempo de cisalhamento.



Fonte: adaptado de FOX *et al.*, 2010.

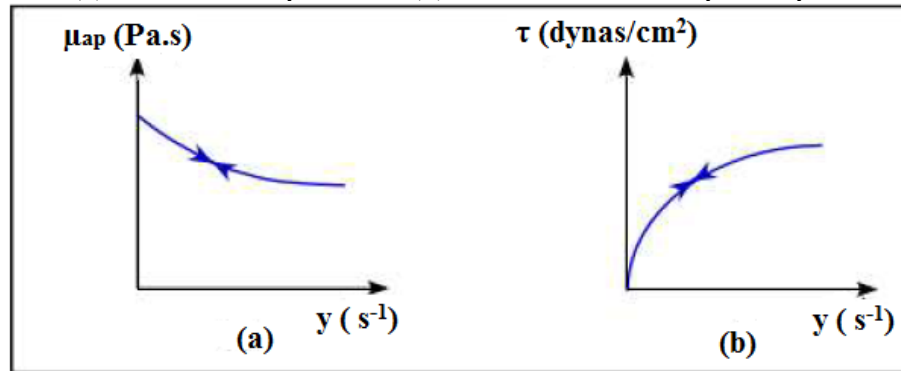
1.2.2.1 Fluidos não-Newtoniano independentes do tempo

São aqueles cujas propriedades reológicas independem do tempo de aplicação da tensão de cisalhamento. São ainda divididos em duas classes: Os pseudoplásticos e dilatantes.

Sem tensão inicial – Não necessitam de uma tensão de cisalhamento inicial para começarem a escoar e compreendem a maior parte dos fluidos não-Newtonianos. Segundo Machado (2002) dentro dessa classe, destacam-se:

Pseudoplástico - Geralmente são misturas contendo substâncias que, em repouso, apresentam suas moléculas em estado desordenado, e em elevadas taxas de cisalhamento, que ficam aproximadamente alinhadas, diminuindo a viscosidade aparente (MACHADO, 2002). E quando maior esta força, maior será a ordenação e, conseqüentemente, menor será a viscosidade aparente (Figura 6).

Figura 6- Curvas de (a) viscosidade aparente e (b) de fluxo de fluidos pseudoplásticos.



Fonte: adaptado de SKELLAND, 1967.

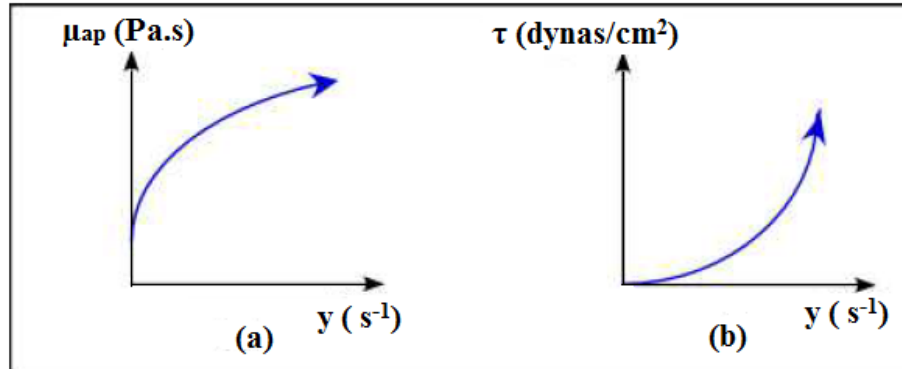
O comportamento do fluido pode ser descrito pelo modelo de *Ostwald-de-Waele* ou Modelo de *Power Law*, representado pela Equação 4:

$$\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n \quad (4)$$

Onde, k - índice de consistência do fluido. Indica o grau de resistência do fluido ao escoamento: quanto maior o valor de k , maior a sua resistência ao escoamento e, portanto, maior sua viscosidade aparente. O parâmetro n - índice de fluxo, corresponde a inclinação da curva $\ln \tau \times \partial u_x / \partial y$, neste caso, menor que 1 (um), comportamento típico de um fluido não-Newtoniano. A inclinação da curva só atinge o valor de unidade para as taxas de deformação muito baixas ou muito altas, e o fluido se torna mais Newtoniano. Para os fluidos não-Newtoniano, os fluidos apresentam decréscimo acentuado da viscosidade aparente (μ_a) quando a taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) é aumentada. Esse afinamento se manifesta reversivelmente e é devido ao fato de os sistemas pseudoplásticos possuírem partículas dispersas com formas irregulares, tais como filamentos, placas planares e gotas (AMORIM, 2003).

Dilatantes - São substâncias que apresentam um aumento de viscosidade aparente com a tensão de cisalhamento e possuem a inclinação maior que a unidade ($n > 1$). De acordo com Bennett e Meyers (1982), um fluido dilatante é imaginado como contendo somente líquido suficiente para encher os espaços vazios entre as partículas em repouso ou submetidas à velocidade de cisalhamento muito baixa. Para esses casos, o fluido é praticamente Newtoniano. Como as partículas se movem umas sobre as outras rapidamente, elas necessitam de mais espaço e o fluido como um todo dilata. Como não existe líquido suficiente para preencher os vazios menores a viscosidade aparente aumenta, conforme indica a Figura 7:

Figura 7- Curvas de (a) viscosidade e (b) de fluxo de fluidos dilatantes.



Fonte: adaptado de SKELLAND, 1967.

Também podem ser representados pelo Modelo de *Ostwald-de-Waele* (Equação 4). No entanto neste caso, o valor de n é maior que a unidade.

Com tensão inicial - são os que necessitam de uma tensão de cisalhamento inicial para o fluido começar a escoar. Dentre os fluidos desta classe, encontram-se os fluidos plásticos de *Bingham* e *Herschel – Bulkley*.

Plásticos de Bingham - Estes tipos de fluidos requerem a aplicação de uma tensão de cisalhamento mínima inicial, denominado de limite de escoamento, para que haja alguma deformação cisalhante (Figura 8). Os modelos são particularmente usados para descrever líquidos com grande quantidade de sólidos suspensos (BIRD *et al.*, 1987). Este comportamento é descrito pela Equação 5:

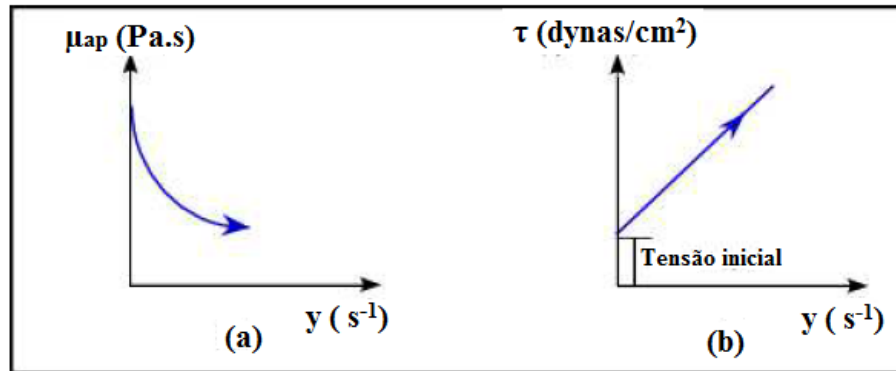
$$\tau = \mu_p \cdot \dot{\gamma} + \tau_L \quad (5)$$

onde μ_p é a viscosidade plástica e τ_0 é a tensão mínima.

A viscosidade aparente é obtida conforme a Equação 6.

$$\mu_a = \mu_p + \frac{\tau_L}{\dot{\gamma}} \quad (6)$$

Figura 8- Curvas de (a) viscosidade e (b) de fluxo de fluidos dilatantes.



Fonte: adaptado de SKELLAND, 1967.

Herschel- Bulkley - Também conhecido como fluido de potência com limite de escoamento. Este tipo de fluido necessita de uma tensão inicial para começar a escoar (STEFFE, 1996). Entretanto, a relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação não é linear. Tal relação depende do expoente adimensional n , característico para cada fluido e depende de três parâmetros reológicos: o limite de escoamento τ_0 , índice de fluxo n e o índice de consistência k (Equação 7).

$$\tau = \tau_0 + k \gamma^n \quad (7)$$

1.2.2.2 Fluidos não-Newtonianos dependentes do tempo

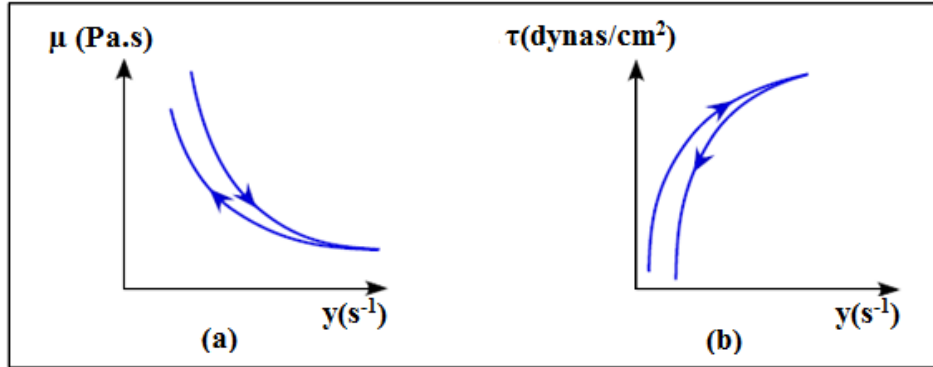
Para os fluidos que possuem este tipo de comportamento, a tensão de cisalhamento é uma função do tempo para a velocidade de cisalhamento constante (BENNETT e MEYES 1982).

Tixotropia – é o fenômeno da diminuição da viscosidade aparente com o tempo de cisalhamento, a uma taxa de deformação constante (MATHO & SHARMA, 2004). A Figura 9 ilustra o comportamento de um fluido tixotrópico.

Muitas dispersões não apresentam apenas este potencial para orientação, mas também para interações moleculares dependentes do tempo. Esse fato faz com que as ligações criem uma estrutura tridimensional em rede frequentemente chamada “gel”. Em comparação com forças intermoleculares, essas ligações – geralmente ligação de hidrogênio ou ligações iônicas – são relativamente fracas: elas se rompem facilmente quando a dispersão é submetida ao cisalhamento por um longo período de tempo (MOTHÉ *et al.*, 2006).

Quando a reticulação é interrompida, a viscosidade cai com o tempo de cisalhamento até que atinja o nível mais baixo possível para uma determinada taxa de cisalhamento. O mínimo de viscosidade mínima descreve o estado “sol” da dispersão (MOTHÉ *et al.*, 2006).

Figura 9- Curvas de (a) viscosidade e (b) de fluxo de fluido tixotrópico.

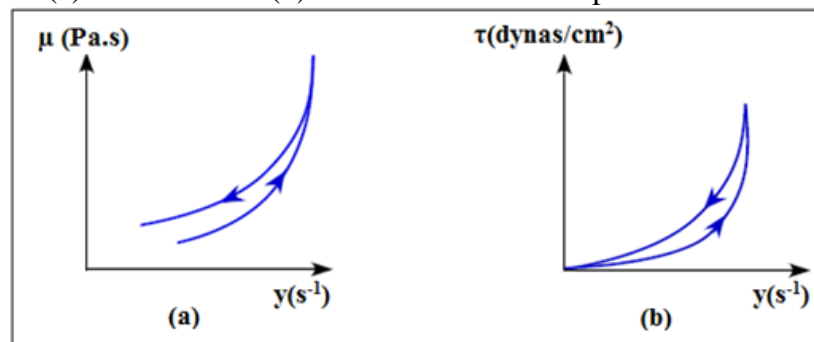


Fonte: adaptado de SKELLAND, 1967.

O efeito tixotrópico dos fluidos é de extrema importância na operação de perfuração, pois evita a sedimentação dos detritos gerados quando é necessário interromper a circulação do fluido (AMORIM, 2003).

Reopéticos - fluidos que apresentam um aumento da viscosidade aparente durante o cisalhamento. Quando esses líquidos são deixados em repouso, eles recuperam sua forma original, ou seja, de baixo nível de viscosidade. Líquidos reopéticos podem permanecer em um ciclo infinito entre o aumento da viscosidade dependente do tempo de cisalhamento e a diminuição de viscosidade relacionada com o tempo de repouso (MACHADO, 2002). A reopeticidade e a tixotropia são propriedades de fluxos opostas, como pode ser visto na Figura 10.

Figura 10- Curvas de (a) viscosidade e (b) de fluxo de fluido reopético.



Fonte: adaptado de SKELLAND, 1967.

1.3 Viscoelástico

Os líquidos viscosos não possuem forma geométrica definida e escoam irreversivelmente quando submetidos a forças externas. Por outro lado, os sólidos elásticos apresentam forma geométrica bem definida e se deformados pela ação de forças externas, assumem outra forma geométrica de equilíbrio. Muitos materiais apresentam um comportamento mecânico intermediário entre estes dois extremos, evidenciando tanto características viscosas como elásticas e, por este motivo, são conhecidos como viscoelásticos (HONEY & PRETORIUS, 1999).

Fox *et al.* (2010) descrevem os viscoelásticos como fluidos que, após serem deformados, retornam parcialmente a sua forma original quando cessada a tensão aplicada. Rocha (2008) acrescenta que nestes fluidos, uma parte da energia recebida na sua deformação é armazenada, como sólidos elásticos, e a outra parte dissipada, como nos fluidos puramente viscosos (independentes do tempo).

1.3.1 Fatores que influenciam o comportamento reológico de suspensões.

Segundo Oliveira *et al.* (2000), os parâmetros que afetam o comportamento reológico de suspensões dependem da concentração de sólidos. Para baixa concentração (< 5% em volume), na qual se verifica baixa frequência de colisões entre as partículas, a viscosidade da suspensão é normalmente constante e a suspensão comporta-se como um fluido Newtoniano. Neste caso, os principais fatores que influenciam a viscosidade são a fração volumétrica de sólidos e as características do meio líquido (viscosidade, densidade e temperatura). À medida que a concentração de sólidos é elevada e as partículas passam a interagir entre si, o comportamento reológico da suspensão se desvia do modelo Newtoniano e passa a depender de uma série de outras variáveis, tais como: forças de repulsão e atração, tamanho, distribuição granulométrica, densidade, área específica e características morfológicas das partículas (CHANDER, 1998). Os maiores contribuintes para o comportamento reológico de uma suspensão são as propriedades e características do sólido e do fluido. Os aditivos modificam e controlam as propriedades interfaciais e interações entre o sólido e o fluido, modificando a reologia da suspensão. Dentre os principais fatores que influenciam a reologia do sistema, estão: concentração de sólidos, características do meio líquido (como densidade e viscosidade), temperatura, características físicas das partículas (como distribuição granulométrica, densidade, forma, área superficial específica etc.), tipo de interação entre as partículas (repulsão e atração),

concentração de moléculas de dispersante no meio líquido, peso molecular e conformação espacial da molécula de aditivos como dispersantes e a espessura da camada de moléculas de dispersante adsorvidas em torno das partículas (ORTEGA *et al.*, 1997).

1.4 A perfuração de poço de petróleo

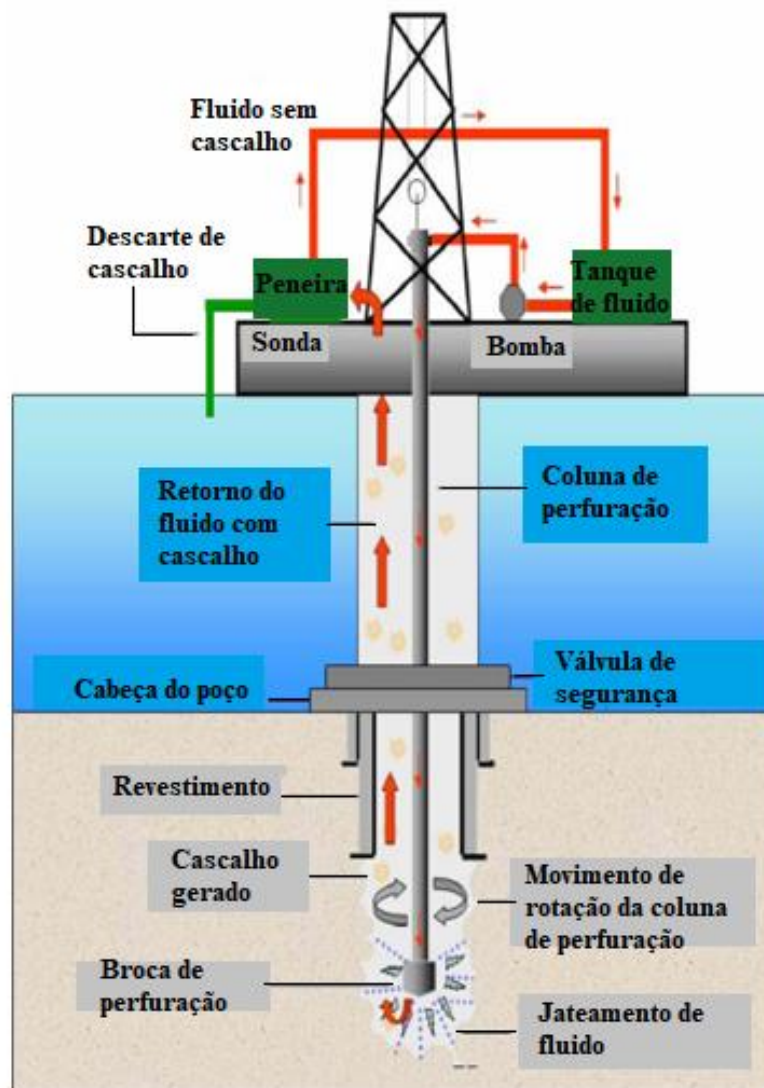
A perfuração de um poço de petróleo, em terra ou em mar (*offshore*), é um trabalho contínuo e que só se conclui ao ser atingida a profundidade final programada pelos estudos geológicos (CORRÊA, 2003). A Figura 11 apresenta um esquema do sistema de circulação do fluido de perfuração (lama). Para a perfuração é montada uma estrutura metálica, torre ou mastro, de 30 a 40 metros de altura, utilizando-se equipamentos auxiliares, tais como: bombas de lama (fluido), colunas de tubos e comandos, tanques de lama, diesel, cimento e outros.

A perfuração ocorre normalmente através da aplicação de peso e rotação na coluna onde, na extremidade, está acoplada uma broca cortante. Simultaneamente, o fluido de perfuração é bombeado para a parte inferior do poço através do tubo de perfuração (*drill pipe*) sendo injetado através de bocais presentes na broca de perfuração com grande velocidade e pressão (AMORIM, 2003). Os jatos de fluido erguem os cascalhos do fundo do poço para longe da broca. A lama de perfuração circula através do espaço entre o tubo de perfuração e o revestimento do poço (*casing*), chamado anular de perfuração (*annulus*).

Na superfície, os cascalhos, argila, areia e os gases presentes são removidos do fluido de perfuração, antes de retornarem ao poço. Os processos de separação dos sólidos do fluido incluem a passagem por uma peneira vibratória (*shale shaker*), onde os cavacos mais grosseiros são removidos da lama.

Em seguida, passam por um desaerador (*degaser*), onde os gases presentes na lama são removidos e depois por tanques de areia (*desander*) e por um remover de silte (*desilter*), onde as partículas mais finas de areia e argila são removidas. Posteriormente, passam também por centrífugas para completar a separação. Após todo este processo de purificação da lama, a mesma segue para um compartimento denominado misturador (*mud mixing*), onde são adicionados os aditivos para restaurar as suas propriedades, antes de ser bombeada novamente para dentro do tubo de perfuração e recomeçar o ciclo (CORRÊA, 2003).

Figura 11- Esquema do sistema de circulação durante a perfuração de um poço de petróleo.



Fonte: CORRÊA, 2003.

1.4.1 Problemas encontrados no decorrer da perfuração

1.4.1.1 Perda de circulação

Perda de circulação ou de carga (dissipação de energia) é definida como um fluxo total ou parcial do fluido de perfuração, de forma descontrolada para a formação. Na perda de circulação parcial, o fluido continua a circular para a superfície com perda para a formação, contudo na perda de circulação total, o fluxo do fluido penetra na formação e não chega à superfície (AL-SABAGH *et al.*, 2016). Este problema é causado por alguns motivos, como a presença de formações com fraturas inerentes ou induzidas, formações cavernosas ou de altas permeabilidades. Porém para que aconteça a penetração do fluido nesses tipos de formação, a

pressão exercida nas paredes do poço tem que ser maior que a pressão de poros dessa formação (GOINS, 1957).

A perda de circulação faz com que o nível de fluido de perfuração dentro do poço diminua. Se esse nível não for rapidamente recuperado, as formações mais próximas da superfície ficarão sem o suporte proporcionado pela pressão hidrostática do fluido de perfuração, o que pode causar desmoronamento do poço. A redução da pressão hidrostática também pode provocar o influxo de fluidos da formação para o poço (DING *et al.*, 2006).

Prevenir completamente a perda de circulação é praticamente impossível, porque algumas formações tais como as fraturadas naturalmente, cavernosas, ou de altas permeabilidades não são evitáveis se o reservatório não estiver sido alcançado (RAZAVI *et al.*, 2017). Porém, limitar a perda de circulação é possível se certas precauções forem tomadas, especialmente as associadas com fraturas induzidas. Essas precauções integram limpeza de poço adequada, fixação de revestimentos para proteção de formações mais fracas numa zona de transição, e atualização da pressão de poros e de fratura para melhor precisão no momento de controlar o peso do fluido (SWEATMAN *et al.*, 1997).

Quando a perda de circulação ocorre de modo que a perfuração do poço fica prejudicada, a vedação da zona de perda é necessária. Nos casos mais severos, a melhor medida a ser tomada é a instalação do revestimento na área em que o fluido está penetrando, porém em situações menos prejudiciais, tampões de cimento também podem solucionar o problema (MITCHELL, 2011).

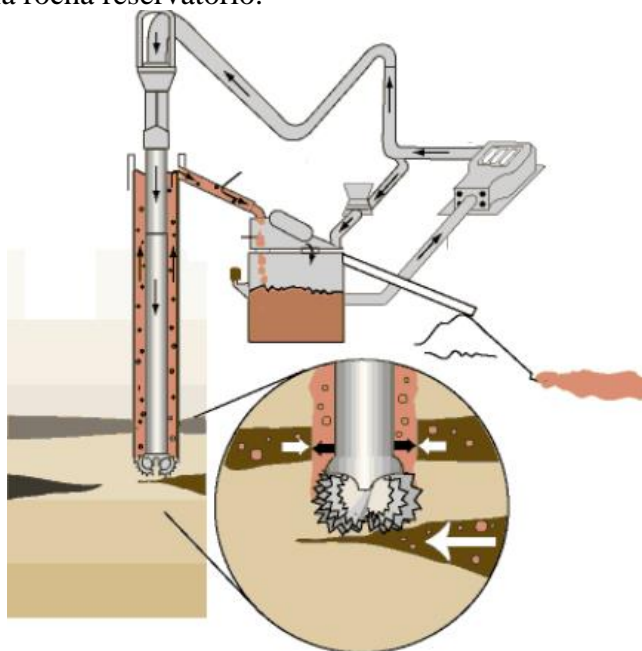
Segundo Nayberg (1987), mesmo com as melhores práticas de perfuração, as perdas de circulação podem e irão ocorrer. As zonas de perda podem ser classificadas como perda de infiltração (quando a severidade da perda é de 1 a 10 bbl / h [0,16 a 1,6 m³ / h]), perda parcial (quando a severidade da perda é de 10 a 500 bbl / hr [1,6 para 80 m³ / h]) e perda completa (quando a gravidade da perda é maior que 500 bbl / h [maior que 80 m³ / h]). A perda de circulação pode ser facilmente controlada pela redução ou parada do bombeamento de lama, permitindo que as fraturas sejam preenchidas pelos materiais de perda de circulação (LCMs) contidos no fluido de perfuração (ALSABA, *et al.*, 2014). Os LCMs comumente usados podem ser categorizados em quatro grupos gerais: granular, fibroso, escamoso ou uma mistura dos três grupos (BEDRIKOVETSKY, 2008).

No momento da perfuração do poço de petróleo a perda de circulação pode ocorrer em dois cenários distintos: 1) nas fissuras da formação rochosas – fratura (NASIRI *et al.*, 2017) e nos poros das rochas permeável e porosa - filtração (MARTINS *et al.*, 2005).

1.4.1.2 Filtração

A capacidade do fluido de perfuração selar formações permeáveis e porosas expostas pela broca, um reboco fino de baixa permeabilidade é um requisito importante para a perfuração bem-sucedida do poço (DAWASON *et al.*, 2010). Entretanto, a pressão de dentro do poço precisa ser maior do que a pressão dos poros da formação, a fim de impedir o influxo indesejável de fluidos de perfuração para dentro do poço reservatório (YUAN & SHAPIRO, 2011). Caso não tenha o controle da pressão, a lama invadiria continuamente as formações permeáveis se um reboco não fosse formado, vide Figura 12.

Figura 12- Região anular formada entre a coluna de perfuração e a formação rochosa. Invasão do fluido de perfuração na rocha reservatório.



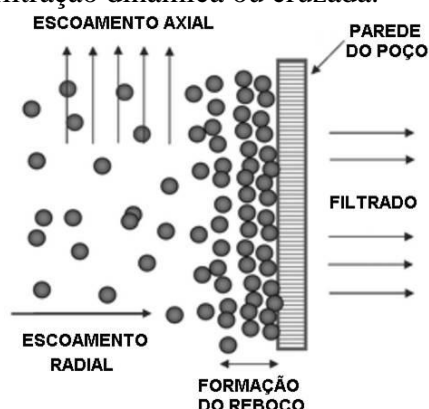
Fonte: Adaptado ABOULROUS *et al.*, 2013.

Para que o reboco se forme na parede do poço, é essencial que o fluido contenha LCMs com ampla faixa de distribuição granulométrica (Ochi & Vernoux, 1999) e adequada aos poros da rocha reservatório (SHAPIRO *et al.*, 2007). Os LCMs de tamanho maior se depositam na parede do poço, formando uma torta externa (Xie *et al.*, 2009), enquanto as partículas mais finas são inicialmente depositadas mais profundamente na formação e, em poucos segundos, o fluido invade a formação bloqueando os poros da rocha, formando um reboco interno (PAYATAKES *et al.*, 1974; YOU *et al.*, 2014; TIEN, 2012). A suspensão de partículas finas que entram na formação enquanto o reboco está sendo estabelecido é conhecido como jato de

lama - *spurt loss* (PANG & SHARMA, 1997). O fluido que entra subsequentemente é conhecido como filtrado (YUAN *et al.*, 2013). A Figura 13 exemplifica a formação do reboco no processo de filtração.

A taxa de filtrado e o aumento da espessura do reboco dependem do fato de a superfície do reboco estar ou não sujeita à erosão mecânica ou por fluido durante o processo de filtração (CALÇADA *et al.*, 2014). Quando a lama está estática, o volume de filtrado e a espessura do reboco aumentam proporcionalmente com a raiz quadrada do tempo (portanto a uma taxa decrescente). *Sob* condições dinâmicas, a superfície do reboco está sujeita a erosão a uma taxa constante e, quando a taxa de crescimento do reboco torna-se igual à taxa de erosão, a espessura do reboco e a taxa de filtração permanecem constantes (THOMAS, 2004).

Figura 13- Formação da torta na filtração dinâmica ou cruzada.



Fonte: ARAÚJO *et al.*, 2010.

Sendo assim, no processo de filtração de fluidos de perfuração, a formação da torta, resultante da invasão do fluido, no meio poroso do reservatório, afeta a pressão de fundo de poço e determina o grau de invasão de fluido no reservatório (CHIN, 1995).

A permeabilidade do reboco é o fator fundamental que controla a filtração estática e dinâmica. A permeabilidade do reboco depende da distribuição do tamanho de partículas na lama e das condições eletroquímicas (YOU *et al.*, 2013). Segundo Caen, Darley & Gray, (2016) quanto mais partículas houver no intervalo de tamanho coloidal, menor será a permeabilidade do reboco.

As propriedades de filtração necessárias para a completação satisfatória de um poço dependem, em grande medida, da natureza das formações a serem perfuradas. O controle de filtrado torna-se crítico em casos de perfuração de formações de folhelhos sensíveis à água (CABASSUD *et al.*, 2009). Esses folhelhos desenvolvem pressões devido ao inchamento pelo

contato com a água, causando desmoronamento, alargamento do poço e aprisionamento da coluna de perfuração em virtude da formação de um reboco muito espesso (PETROBRAS, 1991). O filtrado também pode reagir quimicamente com a argila dos poros da formação ou com espécies químicas dos fluidos das formações e mudar as características de permeabilidade do poço (MENEZES *et al.*, 2009).

Ainda como problemas decorrentes da elevada perda de circulação, tem-se a fratura. Na literatura diversos estudos são encontrados de como mitigar este problema sério e caro para a indústria de perfuração. Uma revisão mais detalhada se encontra no tópico seguinte.

1.4.1.3 Fratura

A perda de circulação nas fraturas (Figura 14) é definida como a perda de fluido de perfuração pelos poros ou fissuras das formações rochosas a serem perfurados, ou seja, é um fluxo descontrolado de lama em toda a formação e por vezes referido como “zona ladrão” (GOINS, 1954). A classificação de perda de circulação nos mais variados cenários é detalhada na Tabela 3.

Segundo Oliveira *et al.* (2013), a maior parte dos poços exploratórios marítimos sofrem perda total de circulação, aumentando o tempo improdutivo e os custos de construção de poços. Atualmente poços exploratórios marítimos perfurados pela PETROBRAS (Brasil) apresentam profundidades médias em torno de 5.500m, sendo que alguns alcançam 7.000 metros.

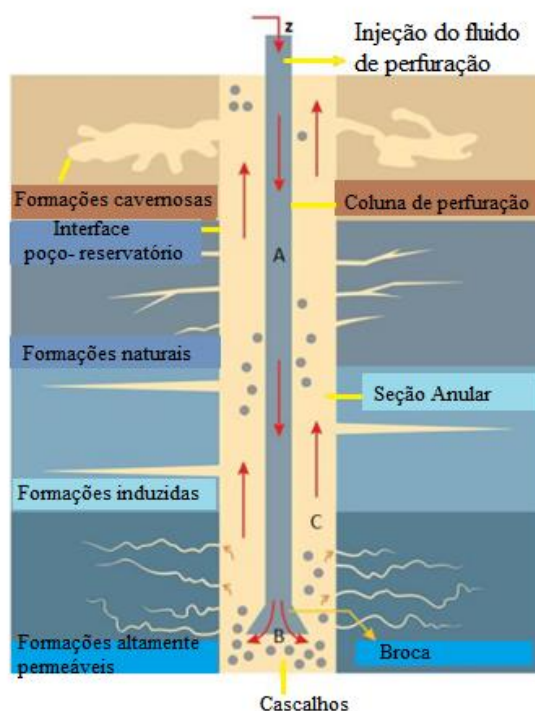
Tabela 3- Cenários de perda de circulação no poço de petróleo.

| Cenário | Descrição |
|--------------------------|---|
| Zonas permeáveis | A perfuração em rochas permeáveis e porosas pode fazer com que o fluido flua para a formação. Normalmente, as formações não consolidadas causam perda de circulação. |
| Fraturas naturais | Fraturas verticais ou horizontais que já existem na rocha. Essas fraturas são caminhos de fluxo que permitem que o fluido escape para a formação. |
| Fraturas induzida | Ocorre se a pressão do poço excede o limite de pressão de fratura da rocha. Esse cenário pode ocorrer durante vários tipos de operações (por exemplo, perfuração, cimentação, embalagens de cascalho etc.). |
| Caverna | Espaços vazios de vários tamanhos na formação rochosa. Dependendo do tamanho do vazio, pode causar perda completa do retorno da lama. |

Fonte: MITCHELL, 2011.

As características geológicas de algumas destas formações apresentam falhas, fraturas naturais, fraturas induzidas ou zona de alta permeabilidade (superior a 10 Darcy) e/ou de alta porosidade e formações com características (por exemplo, calcário e giz) que são responsáveis por aumentar a perda de circulação em cenário exploratório (OLIVEIRA *et al.*, 2013). Segundo Martins *et al.* (2005), em média, cerca de um terço dos poços perfurados pela PETROBRAS apresenta perdas de circulação do fluido de perfuração.

Figura 14- Perda de circulação durante a perfuração.



Fonte: Adaptado de COOK *et al.*, 2012.

As perdas de circulação sempre foram um problema sério e caro para a indústria de perfuração (SAJJADIAN *et al.* 2016). O custo dos fluidos de perfuração é 15–18% do custo total de perfuração de um poço de petróleo ou gás (DIAS *et al.*, 2015). Mesmo com as melhores práticas de perfuração, ocorrem perdas. Segundo Murchison (2006), o modo mais seguro de reduzir tais perdas para um nível aceitável, é utilizar o Material de Controle de Perda de Circulação (LCM).

A perda de circulação pode ser: total e parcial. A perda de circulação total resulta em uma diminuição do nível de lama no poço, promovendo uma redução da pressão em frente a uma zona portadora (SAJJADIAN *et al.*, 2016). Caso esta pressão se torne menor que a pressão desta formação, um *kick* ocorrerá (IVAN *et al.*, 2002). No entanto, o *kick* ocorre quando o

volume que retorna é maior do que o volume de fluido injetado verifica-se que a formação está expulsando fluido do poço. De maneira intuitiva, pode ser definido como um aviso da possibilidade de ocorrer um *Blowout* (YUANHANG *et al.*, 2017). De acordo com Andrade & Moura (2012), os tipos de perda de circulação são classificados segundo sua severidade ou taxa de perdas (bbl/h) demonstrado pela Tabela 4.

Tabela 4- Classificação de perda de circulação em fraturas para fluidos base água.

| Tipo de perda | Severidade (bbl/h) | Cenários |
|-----------------------|-----------------------------------|--|
| Pequena (Infiltração) | <25 | Qualquer tipo de formação |
| Parcial (média) | 25 a 100 | Areias grossas (cascalho) Fraturas naturais ou induzidas |
| Severa (Massiva) | 100 a 500 | Fraturas, falhas, cavernas, formações altamente permeáveis |
| Total (completa) | Impossível de manter o poço cheio | Fratura, cavernas e falhas |

Fonte: Modificada de ANDRADE & MOURA, 2012.

A abordagem usual da indústria para mitigar eventos de perda de circulação são utilizados LCMs do tipo floculados, materiais granulares e de fibrosos (BUGBEE, 1953).

A perda de circulação para zonas fraturadas pode ocorrer sempre que houver condições favoráveis que possam ajudar a lama de perfuração a se propagar nas formações próximas. Essas condições de acordo com GUO *et al.* (2011), incluem:

- As aberturas dos poros são maiores do que as partículas de lama.
- Formações não consolidadas como areias porosas e cascalhos podem ser fraturadas facilmente.
- Formações vugulares ou cavernosas fornecem canais para que a perda ocorra.
- Circulação de fluidos de perfuração de alta densidade induzem o aparecimento de fraturas. Sempre que o tubo é pressionado, existem ondas de pressão que podem causar perda de circulação.
- A presença de fraturas naturais torna muito fácil para os fluidos de perfuração penetrar tais formações.

Além dessas condições Rocha & Azevedo (2007) e Feng *et al.* (2016) ressaltaram que as pressões do fluido de perfuração que levam à falha da rocha na parede do poço, correspondem às pressões de colapso (falha da rocha por cisalhamento causada por tensões compressivas) e

de fratura (falha da rocha por tensões de tração). Este fenômeno pode ser observado na Figura 15.

Rocha & Azevedo (2007) afirmam o seguinte:

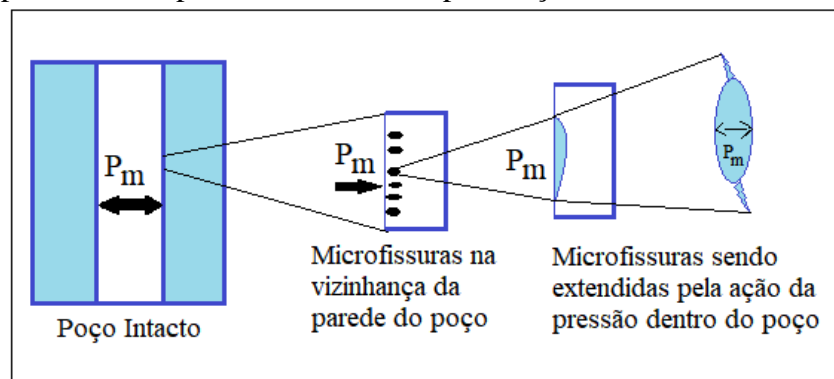
Pressão de Colapso:

“A pressão de colapso é a pressão que leva à falha da rocha por cisalhamento, ou seja, sob tensões de compressão. A ruptura por cisalhamento poderá ocorrer tanto devido a um baixo peso de fluido de perfuração, levando a uma falha por colapso inferior, quanto devido a um peso de fluido excessivo, ocorrendo uma falha por colapso superior.

Pressão de Fratura:

“A pressão de fratura é a pressão que leva à falha da rocha por tração. Da mesma forma que ocorre para o colapso da formação, a fratura pode ocorrer tanto em função da utilização de um baixo peso de fluido de perfuração, levando a uma falha devido à fratura inferior, quanto por alto peso de fluido de perfuração, ocorrendo uma falha por fratura superior. As consequências operacionais são desmoronamentos ou a perda de fluido de perfuração para a formação, conhecida por perda de circulação”.

Figura 15- Falha por Fratura – pressão do fluido de perfuração excessivamente alta.



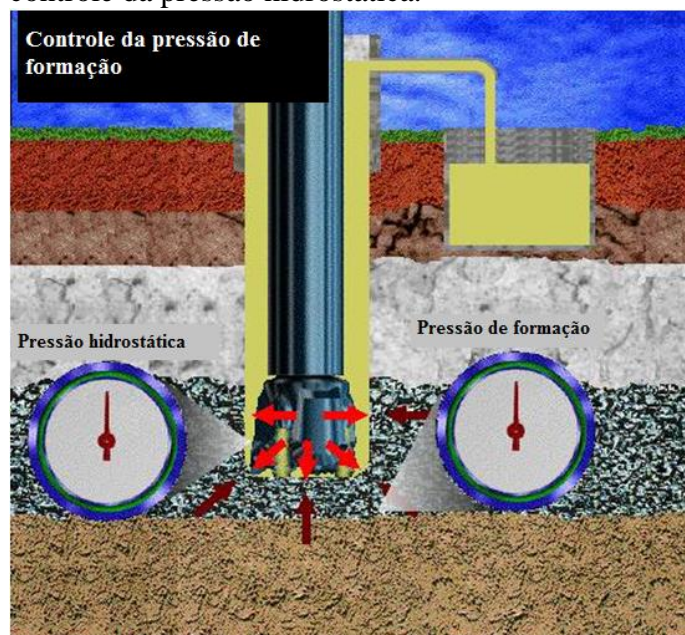
Fonte: Adaptada de ALVES *et al.*, 2004.

A perda de circulação total provoca instabilidade mecânica no poço, devido à redução da pressão hidrostática (Figura 16), com a queda do nível de fluido de perfuração no anular e, consequente, desmoronamento das camadas superiores ou inferiores a zona de perda, podendo inclusive, permitir a invasão indesejada dos fluidos da formação para dentro do poço (*kick*) pondo em risco a segurança do mesmo (AVELAR e colaboradores, 2009).

- Pressão hidrostática = Pressão de formação \Rightarrow equilíbrio desejável, mas perigoso.

- Pressão hidrostática < Pressão de formação \Rightarrow podem ocorrer desmoronamentos, estreitamento do poço e *kick*.
- Pressão hidrostática > Pressão de formação \Rightarrow situação normal para estabilização do poço; o filtrado invade a formação e forma o reboco.
- Pressão hidrostática \gg Pressão de formação \Rightarrow danos à formação pelo excesso de pressão do fluido; podem ocorrer fraturamento da formação e fugas de fluido com perdas de circulação (SANTOS, 2000).

Figura 16- Esquema do controle da pressão hidrostática.



Fonte: Adaptada de CHEVRON, 2014.

Cook *et al.* (2012) enfatiza que para contrariar este fenômeno, um programa de gerenciamento de perda de circulação, proporciona uma abordagem para mitigar as perdas de fluido, em função da gravidade do problema. Uma dessas abordagens é uma estratégia de quatro níveis que consistem em: prevenção, em que é necessário utilizar materiais de fortalecimento de poço, seleção do fluido de perfuração e boas práticas de fabricação e também as medidas de remediação, corrigindo com LCMs - materiais de perda de circulação (BENZAGOUTA & AMRO, 2007).

Pesquisas realizadas por Sanders *et al.* (2010) apresentam algumas características mais importantes, para o adequado desempenho de um LCM/WSM em formações impermeáveis:

- Tamanho das Partículas;
- Distribuição do Tamanho das Partículas (DTP);

- Forma;
- Textura da Superfície;
- Concentração;
- Resistência à Compressão;
- Resiliência.

A fim de mitigar o risco de perda de circulação são utilizadas partículas sólidas no fluido de perfuração, conhecidas como materiais de perda de circulação (LCM). Materiais de perda de circulação consistem em materiais particulados especialmente formulados de tamanhos diferentes que entram em uma fratura e impede a sua propagação (VAN OORT, FRIEDHEIM & PIERCE, 2009). De acordo com RAZAVI *et al.*, (2016), os LCMs presentes nos fluidos de perfuração criam pontes nas fratura, reduzindo as perdas (Figura 17). As perdas de circulação ocorrem de maneiras diferentes, no entanto, o tipo de perda que é tratável com LCMs é aquele relacionado às fraturas na parede do poço.

Figura 17- Infiltração do material de perda de carga (LCM) na fratura.



Fonte: Adaptada de SCHLUMBERGER, 2015.

Uma das grandes diferenças entre os fluidos base água e os fluidos à base de óleo é que o atrito entre as partículas de LCM tende a ser menor para os fluidos à base de óleo. Devido a isso, as pontes criadas com um fluido à base de óleo são de certa forma mais instáveis (IVAN *et al.*, 2002). Desde a introdução do LCMs ao fluido de perfuração, numerosas investigações experimentais têm sido conduzidas para compreender a verdadeira mecânica subjacente do selamento de fratura que ocorre devido à presença de LCMs em fluidos de perfuração (SWEATMAN *et al.*, 1997; GRANT *et al.*, 2016).

Duque Neto (2015) utilizou um simulador de escoamento em fratura (SEF) para coletar dados experimentais da queda de pressão e da velocidade ao quadrado do escoamento de diferentes fluidos com LCMs do tipo granular, flocos e laminar. Seus resultados mostraram que

os fluidos de perfuração contendo calcário com forma laminar apresentaram maior dispersão na distribuição granulométrica e foram mais eficientes no selamento mesmo a baixas concentrações.

Godoi (2017) avaliou a eficiência das suspensões contendo carbonato de cálcio floculado e laminar, no selamento de fraturas (SEF) de 2, 5 e 10mm. Neste estudo, também foram avaliadas as concentrações e as distribuições granulométricas do carbonato de cálcio. Segundo o autor, a suspensão contendo partículas médias foi eficiente no selamento das fraturas de 5 e 10 mm, enquanto que as suspensões contendo partículas finas selaram apenas a fratura de 2 mm. O SEF utilizado por Duque Neto (2015) e Godoi (2017) é o mesmo utilizado nessa tese.

Para cada tipo de perda, quer seja, pequena, parcial, severa e /ou total é necessário um tratamento recomendável, essa perda ainda resume principais referências de distribuição de material de combate à perda de circulação (LCMs). Os tipos de LCMs incluem os materiais particulados, como: flocos, fibras, granulados e combinados (Tabela 5).

- **Fibrosos:** Materiais fibrosos podem ser definidos como um tipo de LCM que é longo, fino e flexível de vários tamanhos e comprimentos de fibra. Como exemplos: caules de cana-de-açúcar triturados (bagaço), fibras de algodão, fibras de madeira, pó de serragem, papel picado, fibras de nylon, fibras de celulose e pelo de porco. Esses materiais têm relativamente pouca rigidez, porém são fortes e resilientes dentro das grandes aberturas, que irão formar um tapete semelhante a uma "ponte", que serve como um meio de filtragem para partículas menores em fraturas ou formações vulgares (DARLEY & GRAY, 1988).
- **Flocos:** Materiais floculados são definidos como um tipo de LCM de forma fina e plana com uma grande área de superfície. Exemplos: celofane triturado, flocos de mica, cascas de algodão, plástico laminado e carbonato de cálcio em flocos. Esses LCMs devem permanecer planos ao longo da face da formação, podendo ou não apresentar algum grau de rigidez e são capazes de formar um tapete na face da formação permeável (NAYBERG & PETTY, 1987). Se eles forem suficientemente fortes para resistir à pressão da lama, formarão um reboco externo compacto. Se não forem suficientemente fortes, serão forçados para dentro das aberturas e sua ação de obturação será então semelhante à dos materiais fibrosos (GOCKEL, GOCKEL & BRINEMANN, 1987).
- **Granular:** Conforme Howard & Scott (1951) e Nayberg & Petty (1987), os materiais granulares são definidos como aditivos que são capazes de formar uma vedação na superfície da formação ou dentro da fratura para evitar as perdas no interior da formação.

Materiais granulares (grafite, cascas de nozes, casca de amendoim, carbonato de cálcio, bentonita, asfalto e perlita) têm maior resistência de esmagamento.

➤ Combinados: A mistura de dois ou um conjunto com mais de LCM irá produzir um melhor desempenho em perdas de circulação, devido às diferentes propriedades e tamanhos das partículas (WHITFILL, 2008). Kumar & Savari (2011) avaliaram o efeito da combinação de LCMs granular, fibrosos e flocos no selamento de fraturas. Observou-se que há um melhor desempenho do fluido com o *blend* dos LCMs mármore moído e grafite, quando comparado aos fluidos com apenas o mármore moído e / ou o grafite.

Tabela 5- Materiais utilizados em diversos tipos de fratura.

| Tipo de Perda | Volume de Perda | Fluido | LCM's | Referência |
|---------------|--|---|------------|------------------------------|
| Pequenas | 5 a 10lb/bbl (14 a 29kg/m ³) | Base de água com fibra de celulose. | Fibroso | M-I SWACO (2011). |
| Parciais | 10 a 20lb/bbl (29 a 57kg/m ³) | | | |
| Severas | 20 a 35lb/bbl (57 a 100 kg/m ³) | | | |
| Pequenas | 2 a 10ppb (6 a 28,5kg/m ³) | Base de água com micro celulose. | Fibroso | DRILLING SPECIALTIES (2014). |
| Total | 25 a 60ppb (71 a 171kg/m ³) | | | |
| Pequenas | 2 a 10ppb (6 a 28,5kg/m ³) | Base de água com mica. | Flocos | GLOBAL DRILLING (2014). |
| Severas | 10 a 60ppb (29 a 171kg/m ³) | | | |
| Severas | 2 a 10ppb (6 a 28,5kg/m ³) 50ppb (142 kg/m ³) | Base de água com casca de nozes. | Granular | GEO DRILLING FLUID (2010). |
| | 30 a 50lb/bbl | | | |
| Severas | (85,59 a 142,65kg/m ³) | Base de água com fibras, granulares e flocos. | Combinados | HALLIBURTON (2014). |

Fonte: O autor, 2017.

Dawason *et al.* (2010) apresentaram o sucesso da perfuração na Malásia. As formações encontradas nesta área são macias, não consolidadas e têm uma história de perdas severas. De acordo com o estudo, os sólidos perfurados finos colmataram os poros da rocha e a prática contínua de *drilling* tem sido eficaz para combater as perdas como um parâmetro chave para o efeito invasão.

1.5 Efeito da distribuição das partículas nos fluidos de perfuração

1.5.1 Na fase de filtração

Diversos estudos teóricos e experimentais sobre propriedades de filtração de fluidos de perfuração à base água e óleo, com ou sem bombeio de fluido têm sido conduzidos em função do tipo de fluido, pH, permeabilidade, distribuição granulométrica de sólidos e reologia. O objetivo final dos estudos é definir a composição e propriedades reológicas ótimas do fluido de perfuração, em uma dada fase do poço.

Grande parte dos estudos propostos para a perda de circulação, na filtração, utiliza o conceito do uso de partículas sólidas para bloquear o fluxo através das formações permeáveis (LIU & CIVAN, 1993). Na prática, o sólido é invariavelmente composto por uma distribuição granulométrica, que promove um empacotamento e colmata os poros da rocha (WALDMANN *et al.*, 2008).

Segundo Karimi (2011), se o tamanho médio das partículas for maior do que o tamanho da garganta dos poros, então os espaços dos poros não podem ser selados de forma eficaz, uma vez que a garganta dos poros não está completamente coberta e o fluido pode passar através dos espaços.

De acordo com Skalle (2011), a permeabilidade do reboco depende da distribuição do tamanho de partículas presentes no fluido de perfuração. Em geral, quanto mais partículas houver no intervalo de tamanho coloidal, menor será a permeabilidade do reboco. Em formações permeáveis, as propriedades de filtração devem ser controladas a fim de evitar rebocos espessos, pois seu aumento reduz excessivamente a dimensão do diâmetro do poço.

Para Boker, Christopher & Philippe (2012) minimizar os danos à formação causados por fluidos de perfuração, os sólidos devem ser dimensionados para satisfazer dois critérios importantes. Primeiro, eles devem ser suficientemente grandes para não invadir a rocha, e segundo, eles devem ser pequenos o suficiente para formar um bolo de filtro que efetivamente impeça a perda de circulação nos poros da rocha (WAKEMAN, 2007).

Segundo Kinnarinen *et al.*(2015), o tamanho e a forma da partícula, a largura da distribuição do tamanho da partícula e a carga da superfície líquida das partículas estão entre os fatores que têm uma influência significativa nas características de filtração.

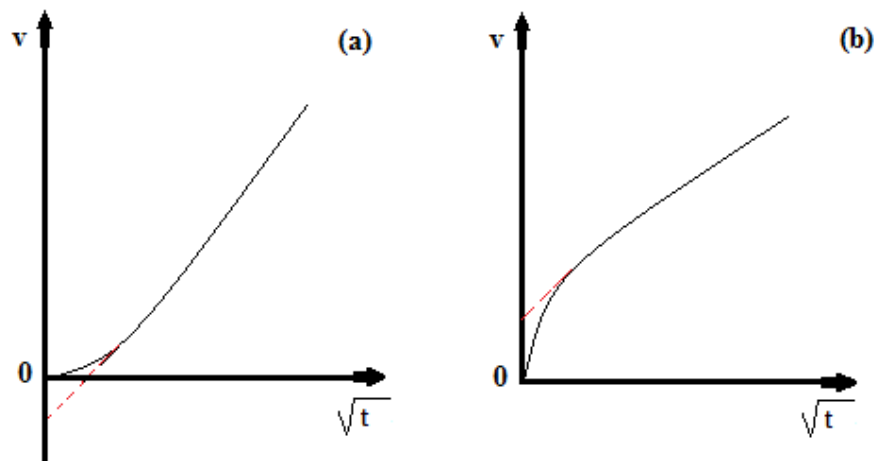
De acordo com Bourcier *et al.*(2016), em seu estudo sobre influência do tamanho das partículas de CaCO₃ e oxalato de urânio nas propriedades da torta de filtração, ao avaliar a filtrabilidade e compressibilidade da torta de filtração em função da forma da partícula, permitiu concluir que: o parâmetro de importância primária que afeta a filtração e o fator de compressibilidade é a distribuição do tamanho de partícula. Tanto a distribuição do tamanho de

partícula quanto o formato devem ser considerados para escolher as melhores condições de filtração.

A relação entre a distribuição de tamanho da partícula e as propriedades de filtração também foi estudada por GATES *et al.* (1942), as principais conclusões são que o menor volume de filtração foi obtido pela distribuição de partículas relativamente polidispersa e não existe nenhuma relação entre pH e tamanho de distribuição de partículas nos fluidos de perfuração testados.

Barkman & Davidson (1972) mostraram duas curvas de volume de filtrado “*versus*” a raiz quadrada da curva de tempo. De acordo com seus experimentos, dois tipos de curvas de filtração foram obtidos e são apresentadas na Figura 18 (a; b). Quando as partículas suspensas são maiores do que os poros do meio filtrante não ocorre o jorro de filtrado para dentro da formação rochosa - *spurt loss* (Figura 18a).

Figura 18- Curvas de volume de filtrado versus raiz quadrada do tempo.



Fonte: BARKMAN & DAVIDSON, 1972.

A intercepção da porção linear no tempo zero é negativa. Quando os sólidos em suspensão são muito menores do que os poros do meio filtrante, a invasão, pelo menos durante o início do teste reproduziu um *spurt loss* significativo. Obteve-se então um resultado positivo de intercepção, como mostrado na Figura 18(b).

Segundo Dantas *et al.* (2003), se as cadeias poliméricas e demais componentes particulados forem demasiadamente grandes, a coesão entre as partículas é menor, resultando em um reboco menos consolidado. Por outro lado, se o tamanho das partículas for

demasiadamente pequeno, estas tendem a entrar no meio poroso e formar um reboco interno, com maior resistência à erosão.

O trabalho de Hossain e colaboradores (2016) apresentaram uma abordagem em que grama (planta) é introduzida como um aditivo fluido de perfuração base de água. A formulação era composta de bentonita, grama em pó e água. As experiências foram realizadas em amostras de grama de 300, 90 e 35 μm , para estudar as características e o comportamento do fluido de perfuração recentemente desenvolvido à temperatura ambiente. Seus resultados mostram que as amostras de grama com diferentes tamanhos de partículas e concentrações podem melhorar a viscosidade, a resistência do gel e a filtração do fluido de perfuração, além de impedir a perda de circulação.

Shakib Kanani & Pourafshary (2016) estudaram nano-argilas como aditivos para controle de propriedades de filtração. As propriedades de viscosidade, filtração e reologia da lama recentemente projetada foram medidas para caracterizar o dano de formação devido à invasão de lama. Segundo os autores, a nanoargila mostra o melhor desempenho no controle de filtração, uma concentração de 6%, ela capaz de reduzir a taxa de filtração em cerca de 5% a mais do que os aditivos convencionais e ainda concluíram que este resultado provavelmente foi mais acentuado pela defloculação da argila.

Kinnarinen *et al.* (2015) relataram, em seu estudo sobre a influencia das distribuições de tamanho de partículas de CaCO_3 obtidas nas propriedades de filtração, que as partículas mais finas foram mais difíceis de filtrar, resultando na formação de uma torta porosa. Mas em geral, os resultados deste estudo ilustram muito claramente que a moagem excessiva de partículas tem um forte efeito negativo sobre a capacidade de filtragem, mesmo que as mudanças nas distribuições de tamanho não pareçam ser muito dramáticas.

LCMs de tamanho fino tem os melhores resultados em volume de filtração e menos dano à formação, quando fornece propriedades de enchimento. Entretanto, ponte pode ser iniciada quando os LCMs de tamanhos menores se unem nas aberturas entre as partículas maiores, formando ponte. Os materiais de tamanho fino têm mais área de superfície, de modo que possui mais resistência, o que permite bloquear os poros (AL-SABAGH *et al.*, 2016).

De acordo com a proposta de Waldmann *et al.* (2014), o dimensionamento dos LCMs e a forma das partículas apresentam bastante influencia na permeabilidade da torta de filtração. Ainda de acordo com os autores, fluido de perfuração base água com polímero goma xantana e LCMs carbonato de cálcio com características geométricas em forma de flocos (laminar) se distribuem melhor na torta e, por consequência, se acomodam melhor diminuindo os espaços vazios. Com isso esta disposição reduz a permeabilidade da torta de filtração.

Al-Sabagh *et al.* (2015) usaram três LCMs celulósicos naturais insolúveis em água - casca de amendoim, bagaço e serragem. Os resultados obtidos mostraram que a quantidade de perda de fluido depende do material de LCM, concentração e distribuição de tamanho. O amendoim apresenta melhores resultados entre o bagaço e a serragem, especialmente o fino que apresentou melhores resultados na filtração, devido às melhores propriedades de enchimento dos poros da rocha. Cascas de amendoim, bagaço e serragem mostram um leve efeito positivo nas propriedades reológicas da lama.

Boek *et al.* (2012) discutiram diversos mecanismos reológicos e de filtração para fluidos de perfuração à base de água de baixo custo, sustentáveis, ambientalmente corretos e de alto desempenho, utilizando bentonita (BT), celulose polianiónica (PAC) e nano-cristais de celulose (CNCs). O efeito da concentração de BT, PAC e CNC sobre as propriedades reológicas e de filtração foram investigadas. Os resultados mostraram que na presença de PAC, CNC e BT houve resultados positivos nas propriedades reológicas e de filtração dos fluidos de base de água. Segundo os autores, em um mesmo nível de concentração de PAC e CNCs, os CNCs tiveram mais impacto nas propriedades reológicas, enquanto o PAC teve mais influência na propriedade de filtragem. Já o uso combinado de PAC e CNC (polidispersão de material) produziram melhores propriedades reológicas e de filtração.

Segundo Wakeman & Tarleton (2005), fluidos de perfuração com LCMs de tamanho grosseiro podem ocorrer maiores perdas de circulação e formar tortas mais espessa e altamente permeável. Segundo os autores, é necessário que o fluido tenha um *blend* de partículas capazes de penetrar na rocha, e que outras fiquem presas na garganta do poro da rocha.

Segundo Thomas (2004), é essencial que o fluido tenha uma fração razoável de partículas com dimensões ligeiramente menores que as dimensões dos poros das rochas expostas. Se as cadeias poliméricas e demais componentes particulados forem demasiadamente grandes, a coesão entre as partículas é menor, resultando em um reboco menos consolidado. Quando existem partículas sólidas com dimensões adequadas, a obstrução dos poros é rápida e somente a fase líquida do fluido, o filtrado, invade a rocha.

De acordo com Abrams (1977), duas regras são usadas para selecionar o tamanho e a concentração de materiais LCMs. A primeira, a dimensão de partícula média do aditivo de ligação deve ser igual ou ligeiramente superior a um terço da dimensão média da garganta dos poros da formação. Em segundo, a concentração dos sólidos de tamanho pequeno deve ser de pelo menos 5% em volume dos sólidos na mistura do fluido de perfuração final.

Abrams (1977) foi pioneiro no trabalho sobre a concepção de sólidos em fluidos. Seu trabalho levou à introdução da conhecida "regra de um terço". Esta regra pode ser aplicada para

determinar o tamanho de sólidos usados para várias aplicações de obstrução de partículas (Tabela 6). A regra de um terço recomenda as seguintes diretrizes para o tamanho e a concentração de materiais em ponte:

- A dimensão de partícula média do aditivo de ligação deve ser igual a - ou ligeiramente superior a - um terço da dimensão média dos poros da formação.
- A concentração dos sólidos de tamanho de ponte deve ser de pelo menos 5% em volume dos sólidos na mistura de lama final.

Tabela 6- Regra de ABRAMS para concentração de LCMs em ponte.

| Diâmetro de Sauter (μm) | Tamanho da garganta de poros |
|--|-------------------------------------|
| D ₉₀ | Maior garganta de poro |
| D ₇₅ | < 2/3 garganta de poro |
| D ₅₀ | 1/3 da garganta média dos poros |
| D ₂₅ | 1/7 da garganta média dos poros |
| D ₁₀ | > menor garganta dos poros |

Legenda: D₉₀- Diâmetro médio apresentado por 90% das partículas; D₇₅- Diâmetro médio apresentado por 75% das partículas; D₅₀- Diâmetro médio apresentado por 50% das partículas; D₂₅- Diâmetro médio apresentado por 25% das partículas; D₁₀- Diâmetro médio apresentado por 10% das partículas.

Fonte: ABRAMS, 1977.

De acordo com Gockel & Brinemann (1987), materiais de forma fina e plana, suficientemente fortes para resistir à pressão da lama, formarão um reboco externo compacto. Se não serão forçados para dentro das aberturas e sua ação de obturação será semelhante à dos materiais fibrosos.

Conforme Alsaba & Nygaard (2014), outro produto muito utilizado como LCMSs são os materiais hidratáveis, que são basicamente uma mistura de LCMs com polímeros. Esses materiais serão ativados tanto por reagentes químicos ou sempre que entrar em contato com fluidos de perfuração ou até mesmo com fluidos da formação. Um exemplo são os hidrogéis, este produto hidrata e incha na presença de água doce, pode ser utilizado em fluido base água ou óleo. Ideal para perdas severas em operações de águas profundas (Halliburton, 2014), e também para perdas severas (MESSINA CHEMICALS, 2012; PROCOR CHEMICALS, 2014).

Vários estudos foram desenvolvidos, empregando partículas de sílica como redutor de filtrado (NAVARRETE *et al.*, 1994; CHARLES & XIE, 1995 e MCGOWEN & VITTHAL,

1997). Nestes trabalhos foi comprovada a eficiência desta sílica na redução da permeabilidade do meio poroso.

1.5.2 Na fase de fratura

Segundo Yuanhang *et al.* (2017), a perda de circulação não só custa grandes volumes de valiosos fluidos de perfuração, como também provoca grandes quantidades de tempo não produtivo, como quando a circulação ocorre, a equipe de perfuração não pode continuar a executar a maioria das funções. A invasão de fluidos de perfuração, na formação fraturada pode criar danos de formação severos em torno do poço e reduzir a produtividade e a recuperação final do campo (SALIMI & GHALAMBOR, 2011; WALDMANN *et al.* 2014 e SWEATMAN *et al.*, 1997).

Xu *et al.* (2017) mostraram que a combinação de grânulos rígidos, fibras e partículas elásticas pode criar um efeito sinérgico para otimizar o efeito de obstrução da fratura. Para a fratura de 500 µm de largura, as concentrações ótimas para grânulos rígidos, fibras e partículas elásticas são 5,0%, 1,5% e 2,5%, respectivamente.

Nasiri *et al.* (2017) sugeriram que materiais fibrosos (que é dito a qualquer material filamentosos firme que possui uma estrutura semelhante a uma corda para evitar o escape de líquido em meios ou fraturas porosas) são os materiais mais adequados utilizados para controlar a perda de lama em formações porosas.

Segundo Razavi e colaboradores (2016), em seu experimento sobre impacto da distribuição de tamanho de partícula (PSD), na capacidade de selagem de fraturas de misturas de material de perda de circulação, indicavam que para qualquer rocha com um dado conjunto de parâmetros de força e falha de rocha, existe um PSD ótimo para maximizar os benefícios do selamento das fraturas. Segundo os autores, o PSD ótimo é de importância primária, quase independente do tipo material de perda de circulação e deve ter uma estrutura bimodal, com concentrações suficientes de partículas finas e grossas de tamanho adequado.

Razavi *et al.* (2016) mostraram que a vedação ótima da fratura requer uma combinação de partículas grossas e finas com tamanho apropriado. Partículas mais grossas formam uma ponte ao longo da largura da fratura. As partículas mais finas acumulam-se atrás destes sólidos mais grosseiros e formam uma zona de baixa permeabilidade que reduz a pressão sobre a ponte formada.

Alsaba *et al.* (2014) usaram três LCM granulares com propriedades físicas distintas, sendo elas: grafite, carbonato de cálcio e casca de nozes. Os fluidos foram preparados com

diferentes concentrações e avaliados amostras puras e *blends*. Para LCM puros e em tratamentos de fratura natural, foi utilizada uma concentração total de 15 ppb (43 kg / m^3), e no tratamento severo, foi utilizada uma concentração total de 50 ppb (143 kg / m^3). Os *blends* foram misturas de carbonato de cálcio e grafite que foram investigadas em duas concentrações diferentes, 30 ppb (86 kg / m^3) e 80 ppb (228 kg / m^3). As misturas de grafite e casca de nozes foram testadas nas concentrações de 20 ppb (57 kg / m^3) e 40 ppb (114 kg / m^3). Segundo os autores, tanto a distribuição de tamanho de partícula (PSD) como a concentração total de LCM tiveram um efeito significativo na eficiência de vedação de fraturas. E ainda segundo os autores, com base nos resultados, verificou-se que, para efetivamente selar fraturas usando tratamentos LCM granulares, o valor D_{90} deve ser igual ou ligeiramente maior que a largura da fratura. No entanto, devido à disponibilidade de LCM maiores, os tratamentos LCM granulares só podem ser utilizados para selar fraturas até 2000 microns. Com as limitações atuais, outros tratamentos não convencionais são necessários para selar fraturas com mais de 2000 microns.

Segundo Lund (2013), os LCMs de tamanho maior entupiram rapidamente na garganta da fratura, enquanto as partículas menores preenchem os vazios entre as partículas maiores. Isso indica que partículas menores também são importantes para alcançar boas propriedades de ponte. Na segunda etapa da parte experimental deste trabalho, foram testados vários LCMs no selamento de fraturas (CaCO_3 , LC -Lube (Grafite), feldspar e quartz). Foram feitas algumas observações diferentes. Em primeiro lugar, o CaCO_3 misturado com LC - Lube (Grafite) mostrou ser adequado para criar pontes em sistemas à base de água. O Quartzo e Feldspato tiveram bons resultados e foram capazes de suportar uma pressão média alta para um amplo aspecto de selamento de fratura. Ambos os materiais eram capazes de formar ponte com uma concentração de 39 kg/m^3 . Em uma abertura de fratura de 500 micron, o Quartzo mostrou ser 400% melhor em termos de pressão de teste média do que CaCO_3 .

De acordo com Waldmann *et al.* (2012), a distribuição de tamanho de partícula, chamada pelo autor de polidispersão (diferentes tamanhos de partículas) do agente LCMs é um fator importante no processo de perfuração do poço de petróleo, tratando-se de perda de circulação, a polidispersão é importante na redução da permeabilidade da torta de filtração. Segundo os autores, a diversidade de tamanhos das partículas presentes na distribuição granulométrica do material, empacota melhor a torta de filtração, tornando-a menos permeável e porosa. Já no que diz respeito à fratura, a polidispersão é fundamental para a penetração e acomodação das partículas dentro dos diversos tipos e tamanhos de fraturas, (DUQUE *et al.*, 2015).

De acordo com Clapper, Szabo & Spence (2011), os problemas severos da perda de circulação, que não respondem bem aos tratamentos convencionais, podem ser curáveis detectando um material de combate à perda de circulação (LCM) e mantendo-o sob pressão suave durante um período predeterminado.

Kumar & Savari (2011) discutiram a aplicação do uso de grafite sintética para controlar a perda de carga ao aumentar a pressão de fratura. O desempenho do controle de perda de fluido do LCM foi testado em um aparato de *plug* de permeabilidade com discos cerâmicos com ranhuras (fendas) de 90 microns. Segundo os autores, a distribuição inadequada do tamanho de partícula de LCM no fluido de perfuração, em vez de controlar as perdas, poderia agravar o problema. Além disso, a resiliência do fluido de perfuração de maneira única é desejável tanto para o controle de perdas de zonas permeáveis quanto para o fortalecimento do poço.

Kefi *et al.* (2010) discutiram o controle de perdas, usando material fibroso em conjunto com partículas de LCM e concluíram que o *blend* de partículas colmatam a fratura mais rapidamente.

O tamanho adequado das combinações de LCMs é selecionado com base em vários modelos, como, por exemplo, a Regra de Tamanho de Partículas proposta por Abrams. De acordo com esta regra, o tamanho médio da partícula do material de ponte deve ser igual ou ligeiramente superior a 1/3 do tamanho médio dos poros da formação. Tran, Civan & Robb (2009) apresentaram uma discussão ampla sobre a natureza do selamento de fraturas e realizaram estudos experimentais, correlacionando o tempo de conexão e o tamanho de partícula ao tamanho da garganta dos poros em função da fração do volume de partículas do número de Reynolds. Os autores propõem que a regra de conexão 1/3 do tamanho médio da partícula de uso comum é válida para condições limitadas e não é adequada para aplicações gerais.

Vickers *et al.* (2006) investigaram o efeito da dispersão de tamanhos de partículas de aditivos, o diâmetro dos poros no desempenho de LCMs e redução de danos à formação. Os resultados desta pesquisa mostraram que, se os parâmetros de dispersão D10, D50 e D90 forem os mesmos para os tamanhos de partículas de LCM e para os poros, a perda de lama para a formação será mínima. De acordo com os pesquisadores, ao adicionar partículas ao fluido de perfuração com a distribuição de LCMs apropriada, a garganta da fratura será rapidamente bloqueada e a perfuração do poço de petróleo não seria interrompida.

Cargnel & Luzardo (1999) compilaram uma série de experimentos de tamanhos de partículas ideal para o selamento de fraturas. Seus resultados destacaram que os LCMs, com partículas de diâmetros médios entre 1/3 a 1/7 vezes o diâmetro médio dos poros, criam o

melhor bloqueio. Os resultados também mostraram que a suspensão com concentração de 25 ppb é otimizada para um bloqueio efectivo.

Jiao & Sharma (1996) descreveram o uso de dois agentes tamponantes distintos: CaCO_3 e fibras solúveis em ácido, especialmente, para reduzir a perda de circulação em um núcleo de rocha fraturada. Os autores propõem que os usos de aditivos fibrosos são muito mais efetivos que os aditivos granulares, como CaCO_3 . Outros autores abordam a mesma questão para esta aplicação (ELGADAFFI *et al.*, 2016).

Leoppke, Glowka & Wright (1990) chegaram à conclusão que quando o tamanho de partícula não é compatível com a largura da fratura, uma ponte estável não pode ser formada. Os autores propuseram que uma distribuição de tamanho de partícula adaptada tem as melhores capacidades de obstrução. Seus resultados experimentais mostraram que uma mistura de partículas granulares fornece o melhor plugue nas entradas da fratura.

Gatlin & Nemir (1961) afirmaram que os melhores LCMs são cascas de nozes moídas ou partículas de folhelho vitrificado, por que possuem resistência e rigidez na vedação por preenchimento dentro das ranhuras.

Howard & Scott (1951) realizaram diversas pesquisas sobre partículas granulares para selamento de fratura, especificamente carbonato de cálcio. Os resultados mostraram que os tamanhos dos LCMs influenciam muito sua capacidade de bloquear e aumentar o tamanho de pequenas fraturas. A mistura de materiais particulados irá produzir um melhor desempenho em perdas de circulação, devido às diferentes propriedades e tamanhos das partículas (NAYBERG & PETTY 1987; WHITFILL, 2008; VAN OORT *et al.*, 2007). No entanto, distribuição de tamanho inadequado de mistura de partículas poderia resultar num pobre desempenho de tamponamento (WHITE, 1956).

O fluido de perda de carga ideal deve formar reboco nas faces da fratura, para diminuir a perda de fluido e, simultaneamente, minimizar o dano (redução da permeabilidade), no pacote de agente de sustentação e faces da fratura. A viscosidade deve ser baixa na coluna do poço para reduzir a perda de carga e deve ser alta durante a propagação e fechamento da fratura, para evitar a decantação do agente de sustentação. Após o fechamento da fratura, a viscosidade deve ser reduzida rapidamente para facilitar a limpeza do poço (ECONOMIDES & NOLTE, 1989).

1.6 Empacotamento de partículas

De acordo com a revisão de literatura proposta neste trabalho, é observado o interesse dos estudos de pesquisadores, associando o conhecido empacotamento das partículas. Nesse

campo de ação, as “partículas” são consideradas como os grãos de agregados, minerais, metais ou pós-químicos, solos, moléculas, poros ou rochas. Assim, o comportamento de tais materiais depende parcialmente das propriedades das partes que o compõem e parcialmente das interações entre elas (STROEVEN & STROEVEN, 1999). A fluidez inicial de suspensões concentradas, tais como o fluido de perfuração, também depende de considerações físicas, isto é, da distribuição granulométrica e da área superficial das partículas (BONEN & SARKAR, 1995). Sendo assim, o projeto da distribuição de tamanho de partículas é de fundamental importância, pois promove o empacotamento e, juntamente com o fluido, define as propriedades reológicas do fluido de perfuração. Além disso, componentes finos e ultrafinos, com formato esférico têm sido adicionados às misturas tanto para facilitar o adensamento quanto para garantir uma melhor compactação e preenchimento dos vazios existentes entre os grãos, aumentando ainda mais a densidade desses materiais.

Dado o exposto, parece fundamental para o presente trabalho, realizar um estudo de investigação do empacotamento ótimo para a perda de carga na filtração e fratura.

1.7 Aditivos

Os aditivos têm um papel importante na formulação do fluido, pois são estes os responsáveis pelas modificações nas propriedades físico-químicas. A literatura registra que o uso de aditivos, como tentativa de controlar as propriedades de um fluido de perfuração, ocorreu pela primeira vez no ano de 1921. (DARLEY & GRAY, 1988). Cada tipo de aditivo é responsável por desempenhar uma propriedade no fluido. A água é o mais importante componente envolvido na tecnologia de fluido de perfuração base água. Em todos os outros momentos, no desenvolvimento da operação, água é o maior componente (pelo volume) do fluido. Sempre que um fluido de base água tem que ser substituído por um de base óleo, a água continua a desempenhar um importante papel no fluido de perfuração (DARLEY & GRAY, 1988). Seguem as funções dos aditivos utilizados no preparo do fluido.

1.7.1 Viscosificante

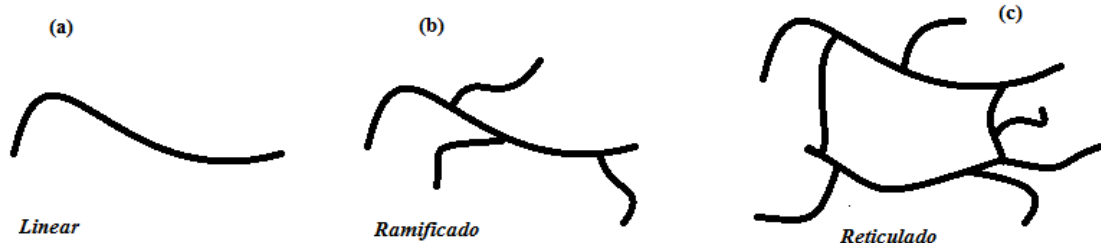
Os polímeros são usados nos fluidos como viscosificante, sendo sua função manter os cascalhos em suspensão, se comportam como um fluido pseudoplástico, ou seja, a viscosidade diminui com o aumento da taxa de deformação do fluido e é altamente estável em ampla faixa de pH (MACHADO, 2002b). Polímeros são usados em fluidos de perfuração desde o ano de 1930, quando foi introduzido como aditivo para controle de filtrações (perdas da fase contínua,

isto é, da base água do fluido, em formações permeáveis). Desde então, os polímeros vêm se tornando cada vez mais especializados e sua aceitabilidade aumentando proporcionalmente (PEREIRA, 2017a).

A escolha dos polímeros com aplicações, na indústria do petróleo, depende das características estruturais e conformacionais e da massa molar, que permitem a associação de propriedades com outros aditivos (MARTINS *et al.*, 2005). Os polímeros comumente utilizados na indústria de petróleo, no preparo de fluidos de perfuração, são hidrossolúveis e podem ser de origem natural, sintética e natural modificada (HOLMBERG, KRONBERG & LINDMAN, 2002). Os polímeros que controlam o filtrado formam partículas coloidais em suspensão que podem se deformar para bloquear os poros da torta de filtração (ADEMILUYI, JOEL & AMUDA 2011; AMORIM *et al.*, 2005).

Os polímeros são definidos como moléculas orgânicas com massa molecular acima de 200 Da., contendo várias unidades químicas repetidas, conhecidas como monômeros (CAENN & CHILLINGAR, 1996). Os polímeros apresentam distintas estruturas, tais como: (Figura 19) linear (a); ramificado (b) e ou reticulado (c).

Figura 19- Estrutura dos diferentes tipos de polímeros.



Fonte: O autor, 2017.

A escolha de polímero é destinada a conferir uma dada função ao fluido ou ao processo, está intrinsecamente associada à sua estrutura química e ao seu peso molecular (BISWAL & SINGH, 2004). A conjugação das estruturas conformacionais, funcionais e do peso molecular possibilita associar estrutura e propriedades, proporcionando melhor escolha da aplicação de um polímero nos diversos segmentos da indústria de petróleo (MARTINS, 2004).

A larga utilização dos materiais poliméricos deve-se principalmente ao seu baixo custo e às suas boas propriedades mecânicas. As propriedades mecânicas dos polímeros são dependentes da mobilidade molecular que é influenciada pela natureza química das macromoléculas, pela massa molecular, pela presença ou não de ramificações e de ligações cruzadas, do grau de cristalinidade, presença ou não de plastificante, carga, aditivos, orientação

e outros aspectos relacionados à história térmica da amostra em particular (HOLMBERG, KRONBERG & LINDMAN 2002).

Para este trabalho foram selecionados os mesmos polímeros, pois apresentam características estruturais distintas, de modo a apresentar comportamentos reológicos, principalmente, propriedades géis quando submetidos aos testes específicos. Além de avaliar a interação química dos polímeros com o material LCMs. Os polímeros forma selecionados, de acordo com a disponibilidade e são comumente utilizados na indústria de petróleo, foram:

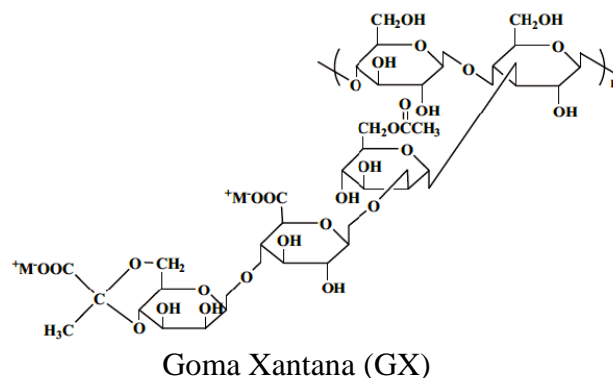
GX- goma xantana: é um polissacarídeo natural (Figura 20), com cadeias reticuladas e de elevado massa molecular extracelular, produzido pela bactéria *Xanthomonas campestris*, (BERGMANN, FURTH & MAYER, 2008). A sua estrutura básica compreende anéis β -glicose e D-glicose + cadeias laterais substituídas α -manose, β -glicose e anéis de β -manose, D-manose e ácido D-glucurônico. A GX é um polímero aniônico que contém até dois grupos carboxila por unidade de repetição (LONG *et al.*, 2013). Sua conformação estrutural pode ser alterada de acordo com as condições a que o polímero é submetida (KHAN, 2009). A goma de xantana é caracterizada pela estrutura secundária, que consiste em uma estrutura helicoidal e de elevada massa molecular, que é a razão pela qual a sua solução exibe elevada viscosidade e possui uma estrutura reticulada (VIEBKE & WILLIAMS, 2000). Uma conformação helicoidal é obtida pela remoção dos grupos piruvato, ao passo que uma conformação mais desordenada é obtida pela remoção dos grupos acetila (GULREZ *et al.*, 2012).

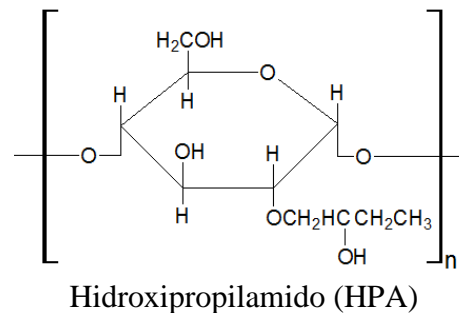
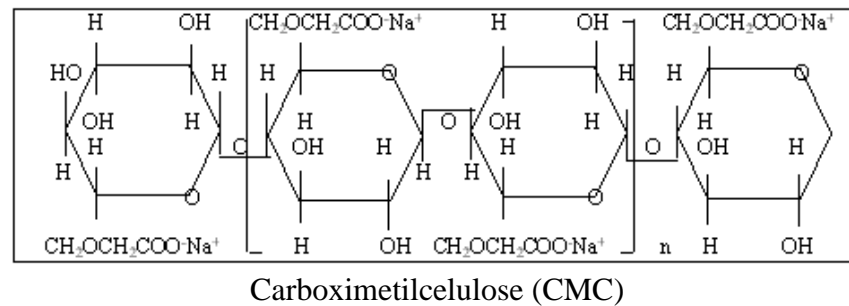
CMC - carboximetilcelulose: é um polímero natural, modificado de caráter aniônico, produzido pela carboximetilação da celulose com diversos valores de peso molecular (HEINZE & PFEIFFER, 1999). O CMC geralmente apresentado sob a forma de sal sódico (Figura 20), com graus variados de substituição e de peso molecular. Há uma série de grupos carboximeto de sódio (CH_2COONa), introduzidos na molécula de celulose, que promovem a solubilidade em água. As várias propriedades de CMC dependem de três fatores: massa molecular do polímero, número médio de conteúdo de carboxila por unidade de anidroglicose e distribuição de substituintes carboxílicos ao longo das cadeias de polímero (BAAR & KULICKE, 1994). As propriedades mais importantes do CMC são a elevada viscosidade e floculação (YADOLLAHI & NAMAZI, 2013). A molécula de CMC tem alguns grupos hidroxila e grupos carboxila na unidade de glicose em sua estrutura linear. As propriedades físicas do CMC semelhar-se ão, em parte, com os de polissacarídeos que ocorrem naturalmente e que têm grupos hidroxila e carboxila (YADOLLAHI & NAMAZI, 2013). O CMC de alta massa

molecular aumenta a viscosidade nos fluidos contendo argila devido às interações físicas formadas pelas ligações fracas (forças de dispersão), causada pelos ânions carboxilatos presentes na molécula de CMC e pelas cargas presentes na argila (VASILE *et al.*, 2004). Este comportamento é favorecido pela hidratação da cadeia polimérica e da argila em meio aquoso. O uso da CMC de baixa massa molecular reduz as perdas por filtração e produz rebocos muito finos e capazes de impedir o escoamento do fluido através das formações geológicas que estão sendo perfuradas (AMORIM *et al.*, 2005).

HPA - hidroxipropilamido: é um polímero natural à base de amido, modificado, de caráter catiônico, estrutura linear, produzido pela hidroxipropilação do amido (Figura 20). De acordo com Kobyłański e colaboradores (2004), amidos eterificados são produzidos, principalmente, por substituição com grupos alquil ou hidroxila. A hidroxipropilação de amidos granulares melhora as suas propriedades físico-químicas e aumenta o número de aplicações. O aumento do caráter hidrofílico pelo processo de hidroxipropilação resulta no enfraquecimento da estrutura interna dos grânulos. Um dos efeitos deste enfraquecimento está na redução da temperatura inicial de pasta neste amido modificado. Com o aumento do grau de substituintes hidroxipropil, ocorre redução na temperatura de pasta, até atingir o inchamento à temperatura ambiente (PAL *et al.*, 2002). Com o aumento da substituição de 0,4 para 1,0, o hidroxipropilamido apresenta dispersibilidade em água fria (RUTENBERG & SOLARECK, 1987; citados por PAL *et al.*, 2002). Devido à elevada estabilidade dos géis de hidroxipropilamido, estes têm sido referidos como “amidos estabilizados” (PAL *et al.*, 2002).

Figura 20- Biopolímeros.





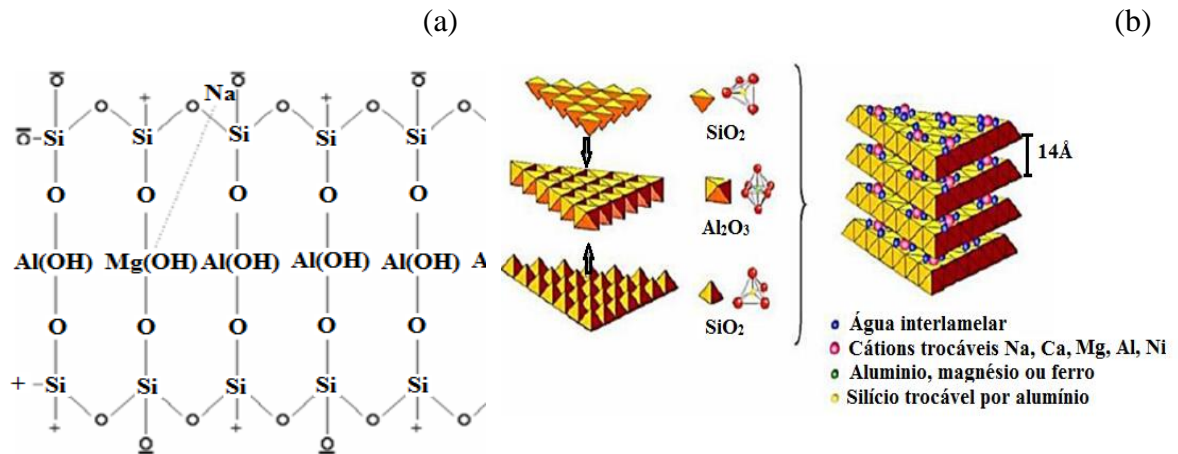
Fonte: O autor, 2017.

1.7.2 Adensante

A adição de agentes adensantes e obturantes ao fluido de perfuração tais como carbonato de cálcio, bentonita, barita, tem como objetivo formar uma torta de filtração de baixa permeabilidade com a parede do poço, minimizando a invasão do fluido ao reservatório.

Bentonita (BT) é um filossilicato de alumínio (Figura 21), composto principalmente de montmorilonita mineral de argila (MMT), fornecida pela Brasilminas. Dois tipos de BT existem na natureza, incluindo BT de sódio e BT de cálcio. A bentonita de sódio tem a capacidade de inchar diversas vezes o seu volume original em uma solução aquosa. A bentonita que contém montmorillonita de sódio a 70 - 90% possui um alto poder de inchamento (AU & LEONG, 2013). Devido às características intrinsecamente atraentes, como a dimensão da nanoescala, grande área superficial, alta proporção e módulo, habilidade de inchaço única, grande capacidade de permuta iônica e propriedades reológicas incomuns, a BT de sódio tem sido amplamente utilizada em várias indústrias como um aditivo para hidrogéis (STARODOUBTSEV *et al.*, 2000), absorvente de metais pesados, compósitos de polímero (KUKTAITE *et al.*, 2014) e fluidos de perfuração (LI *et al.*, 2016).

Figura 21- A estrutura esquemática da argila Bentonita. (a) estrutura Química; (b) lamelas da bentonita.



Fonte: (a) LUMMUS & AZAR, 1986; *apud* AMORIM, 2003; (b) AMORIM, 2007.

A indústria petrolífera desempenha uma ou várias das seguintes funções: aumentar a capacidade de limpeza do poço, reduzir as infiltrações nas formações permeáveis, formar uma membrana de baixa permeabilidade (reboco), promover a estabilidade do poço e evitar ou superar a perda de circulação, devido suas propriedades viscosificante (KELESSIDIS *et al.*, 2007). As suspensões de bentonita são altamente tixotrópicas e apresentam elevada viscosidade e tensão de cisalhamento a concentrações muito diluídas (ABDOU & AHMED, 2010). Estas características conferem à bentonita propriedades bastante específicas, que tem justificado uma vasta gama de aplicações nos mais diversos segmentos (SILVA & FERREIRA, 2008).

Estruturalmente, a BT (Figura 21) contém lamelas finas com espessura inferior a 1 nm e cada partícula possui uma camada octaédrica central de alumínio coberta por duas camadas tetraédricas de silício através das forças de Van der Waals (ABU-JDAYIL, 2011). No espaço entre as camadas encontram-se as moléculas de água adsorvidas e os chamados cátions trocáveis, que podem ser Ca²⁺, Mg²⁺ e Na⁺ e têm como função de compensar cargas negativas geradas por substituições isomórficas que ocorrem no reticulado (PAIVA *et al.*, 2008). A facilidade de troca de cátions depende da sua valência, concentração, dimensão e hidratação, além de outros fatores (BALTAR *et al.*, 2003). O empilhamento dessas lamelas é regido por forças polares relativamente fracas e por forças de *Van der Waals*. Há faces e arestas carregadas negativamente que ocupam menos do que 5% da área superficial total e a sua borda é carregada positivamente a um pH abaixo do ponto isoelétrico e carregada negativamente a um pH acima do ponto isoelétrico (KELESSIDIS *et al.*, 2007).

As bentonitas são definidas por Luz & Oliveira (2008), como agregados em pacotes laminares, como um baralho de cartas que ao entrarem em contato com a água vão se separando,

causando um efeito chamado de dispersão. As moléculas de água hidratam os íons de sódio, causando inchaço e, finalmente, delaminação. Como resultado, a bentonite é capaz de expandir a partir do seu volume seco para mais de 10 vezes o seu tamanho em água (AU & LEONG, 2013). Nos fluidos de perfuração, as argilas podem associar-se de diferentes maneiras, influenciando diretamente na qualidade e na eficiência dos fluidos. Os quatro efeitos possíveis causados pelas diferentes associações das argilas são: A agregação (argila seca), dispersão (estado pretendido pelo fluido, inverso da agregação), floculação (abrupto aumento da viscosidade e alta gelificação) e defloculação (inverso da floculação) (LARSON, 1999). A atuação dessas argilas no campo petrolífero dá-se pela alta retenção de água, conferindo ao fluido boas propriedades viscosificantes, formadoras de gel e controladoras de filtração.

Segundo Amorim (2003), a hidratação de argilas bentoníticas é também resultante das forças de cisalhamento aplicadas às dispersões. As forças do cisalhamento quebram as ligações químicas das estruturas das argilas, resultando na exposição de valências positivas dos átomos de silício, negativas dos átomos de oxigênio, ou ambas, dependendo de onde ocorra a quebra. Os íons absorvem maior quantidade de água, promovendo assim uma maior delaminação das camadas de argila. Essa água adsorvida é chamada de “água de ligação quebrada” e promove a diminuição de água livre disponível. Esse fenômeno justifica a aplicação de elevadas taxas de cisalhamento no preparo de fluidos com bentonite e explica o porquê de a viscosidade aumentar quando o cisalhamento é aplicado.

1.8 Material de Combate a Perda de Circulação (LCM)

Terra de Diatomácea (TD) é uma matéria prima mineral de origem sedimentar, constituída a partir do acúmulo de carapaças de algas diatomáceas que foram se fossilizando, desde o período pré-cambriano, pelo depósito de sílica sobre a sua estrutura. A fixação desta sílica, pelas algas diatomáceas, está relacionada com o ciclo geoquímico de decomposição das argilas, servindo como parte do material de estrutura para estas algas (BREESE, 1994).

Algumas das propriedades físicas da diatomácea que agregam valor comercial ao produto podem ser exemplificadas, tais como: baixa densidade aparente, porosa, alta área de superfície, elevado poder de adsorção, resistente ao desenvolvimento de bactéria, carga em grande variedade de produto (GOULART *et al.*, 2011; ANTONIDES, 1998).

Essas características permitem a utilização da diatomácea, em diferentes segmentos industriais. No mundo, o uso industrial da diatomácea aproxima-se do seguinte perfil: 60% como auxiliar de filtração, 30% como carga funcional e o restante como absorvente, abrasivo e

isolante (HARBEN & KUZVART, 1997). Ainda segundo esses autores, os principais usos da diatomácea são: como carga, nas indústrias de tinta, papel, borracha, pasta de dente, fármacos, etc. Outra finalidade muito importante da terra diatomácea é a fabricação de pasta de cimento para indústria de petróleo, em virtude de sua alta capacidade de adsorção.

O tipo de estrutura física e abundância estão relacionadas às condições climáticas da região e qualidade das águas. A definição da aplicação da terra de diatomácea depende do tamanho e da estrutura das carapaças que varia conforme a região em que é extraída, e do tratamento executado em seu processo de beneficiamento (BEQUISA, 2017).

As diatomáceas são minerais leves, de baixa massa específica e coloração que pode variar entre cinza e branco, e seu tamanho está distribuído entre 4 e 500 μm (SOUZA, 2003 e FRANÇA & LUZ, 2002). Além da sílica amorfa, principal constituinte mineral da diatomácea, outros componentes podem estar presentes, tais como alumina, ferro, cálcio, magnésio, sódio, potássio, titânio e outros, em menor proporção. Minerais co-depositados, denominados de secundários, são encontrados, com frequência, associados à diatomácea: argilas, quartzo, gipsita, mica, calcita e feldspato. Com menor frequência, pode também ocorrer com a diatomácea: pirita, enxofre e nódulos de manganês (BREESE, 1994). Quando grandes quantidades de impurezas estão associadas à diatomácea, existe uma terminologia para descrever esses materiais (FRANÇA & LUZ, 2002). Por exemplo, se contém muita argila é denominada de terra diatomácea, se está associada a calcário é denominada de marga diatomácea (SOUZA, 2003).

A peculiaridade da estrutura particulada, a alta capacidade de absorção e resistência à altas temperaturas são propriedades que permitem o uso da diatomácea também como carga funcional em tintas, controle de cor no processo de fabricação de papel e suporte cromatográfico.

A diatomácea na função de carga industrial é muito utilizada na indústria de tintas, plásticos e cosméticos. Nesses casos, as especificações relativas aos teores de minerais de ferro são mais restritas, uma vez que o material de carga não pode afetar a coloração do produto final (ANTONIDES, 1998). Na indústria de tintas, a diatomácea é utilizada como agente tixotrópico para tintas à base de PVA (poli acetato de vinila), e, na indústria de polímeros, é utilizada como carga na fabricação de borracha (ANTONIDES, 1998). Na indústria de cosméticos e afins a diatomácea é utilizada como carga, na fabricação de produtos odontológicos e de beleza. Outro ramo de aplicação da diatomácea como carga é a indústria de abrasivo, quando é utilizada na fabricação de polidores para pintura, vidros, metais e joias. Também pode ser utilizada como agente anti-empedante, nas usinas de fertilizante e pesticida (ANTONIDES, 1998).

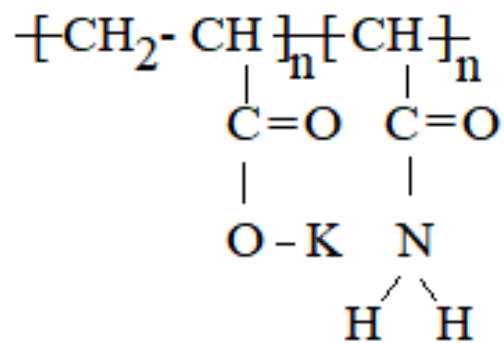
Os silicatos são não-tóxicos e são materiais multifuncionais que estão sendo usados em formulações de lama de perfuração, causando mudanças na densidade, força iônica e carga. A sílica é necessária para funções críticas de lama de perfuração, tais como: resfriamento de brocas, limpeza de brocas, remoção eficaz de aparas para superfície, controle de pressão de poço e estabilização de xisto (AL-SABAGH *et al.*, 2009).

Segundo Al-Sabagh *et al.*, (2016), a diatomácea pode ser combinada com outros materiais, como fibras orgânicas, para serem usadas como material de controle de perda de circulação em fluidos de perfuração à base água. É tipicamente usada como um modificador reológico.

Hidrogel (HG) é um copolímero de acrilamida e acrílate de potássio (Forth/as) (Figura 22). O hidrogel encontra-se na forma granulada parecendo cristais, em contato com a água, os cristais hidratam (incham) rapidamente formando um gel pela absorção da água (MARTINS, 1996). Acrilamida é um sólido branco em condições naturais, bastante tóxico e solúvel em água, álcool, éter e clorofórmio. Sua massa molecular é de 71 g/mol, densidade de 1,11g/cm³ e ponto de fusão de 84,5 °C. Além de polímero superabsorvente, o copolímero também é usado para tratamento de águas residuais, eletroforese em gel, fabricação de papel, processamento de minérios (WAN *et al.*, 2001). A acrilamida, que absorve água por meio da formação de ligações de hidrogênio e para o acrílate de potássio o mecanismo de absorção é, primariamente, osmose (WAN *et al.*, 2001).

A pressão osmótica faz com que o acrílate de sódio absorva água para equilibrar a concentração de íons sódio dentro e fora do polímero (SHAKHASHIRI, 1985). Estudos mostram uma grande tendência de utilizar o hidrogel em fluido perfuração. Muitas indústrias usam poliácrlamida para mitigar os problemas de instabilidade do poço, decorrentes do inchaço e dispersão de bentonita e das estacas dentro do poço, devido à sua propriedade exclusiva de encapsulamento de bentonita. Segundo Jain *et al.*, (2017), copolímero de acrilamida e acrílate de potássio pode ser utilizado para a perfuração de formações de xisto sensíveis à água. Os polímeros superabsorventes constituem uma classe de materiais que possui grande afinidade pela água. Esses materiais superabsorventes são duráveis e resistentes ao ataque de microrganismos, o que tem levado os pesquisadores a buscar novos materiais com o uso desses absorventes que tenham um menor impacto ao serem descartados no meio ambiente (YUK *et al.*, 1996).

Figura 22- Estrutura do copolímero de acrilamida e acrílate de potássio.



Fonte: O autor, 2017.

1.9 Planejamento Experimental e Otimização

Um dos problemas mais comuns, para quem faz experimentos, é determinar a influencia de uma ou mais variáveis sobre outra variável de interesse.

A essência de um bom planejamento consiste em projetar um experimento de forma que ele seja capaz de fornecer exatamente o tipo de informação que se procura. No planejamento de qualquer experimento, a primeira coisa que se deve fazer é dividir quais são os fatores e as respostas de interesse. Os fatores, em geral, são as variáveis que o experimentador tem condições de controlar. Podem ser quantitativos ou qualitativos. As respostas são as variáveis de saída do sistema, nas quais se está interessado, e que serão ou não afetadas por modificações provocadas nos fatores (BARROS NETO, 2003),

Para um planejamento de fatorial completo, é necessário realizar experimentos em todas as possíveis combinações dos níveis dos fatores; neste caso, fatorial é dito como completo. Cada um desses experimentos, em que o sistema é submetido a um conjunto de níveis definido é um ensaio experimental. Seja K o número de fatores a serem estudados, cada qual com N nível, denota-se um esquema fatorial completo N^K .

2 MATERIAIS E MÉTODOS - Escolha do melhor polímero

2.1 Seleção do material

Os biopolímeros carboximetilcelulose (CMC) e goma xantana (GX) foram adquiridos da empresa Systemmud e o biopolímero hidroxipropilamido (HPS) pela Lordrill Inc. A terra de diatomáceas (TD) foi gentilmente cedida pela Bequisa Inc., a argila bentonita pela Brasilminas S / A e o hidrogel (HG), composto de poliacrilato de potássio e poliacrilamida também gentilmente fornecido por Forth / s. O bactericida glutaraldeído foi adquirido pela Vetec. Todos

os materiais foram utilizados como recebidos. Água destilada foi utilizada em todos os procedimentos descritos.

2.2 Caracterização dos biopolímeros e dos materiais de combate à perda de circulação (LCMs)

2.2.1 Densidade

O equipamento utilizado, neste estudo, foi um picnômetro de gás *AccPyc 1330*. O picnômetro mede a mudança de pressão experimentada por uma quantidade conhecida de gás comprimido que enche uma câmara de referência de volume constante, quando se expande para uma segunda câmara, contendo uma amostra do material (MIRHOSSEINI & AMID, 2013). A densidade foi determinada de acordo com o método descrito pela Embrapa de Alimentos.

2.2.2 A cromatografia de exclusão de tamanho (SEC)

A massa molar das amostras de polímeros hidrossolúveis foi determinada por cromatografia de exclusão de tamanho (SEC). A SEC foi realizada com duas colunas *ViscoGEL PWXL*, cada uma medindo 6,0 mm x 40 mm com um tamanho de poro de 12 μm . Utilizou-se outra coluna *ViscoGEL PWXL* para uma filtração adicional da solução. Foi utilizada água destilada com uma vazão de 0,75 mL/min como eluente e foi injetado um volume total de 100 μL de amostra (concentração: 2 mg/mL). Para a calibração da coluna de cromatografia em gel, utilizou-se dextrano ($M_n = 512,000 \text{ g/mol}$) como padrão (BERGMANN, FURTH & MAYER, 2008).

2.2.3 Difração de raios-X (DRX)

Para a avaliação de mudanças mineralógicas, na estrutura dos biopolímeros, quando foram inseridos materiais sólidos foi utilizada a técnica de difração de raios-X. Os padrões DRX foram registrados em um difratômetro de raios-X *Shimadzu Rigaku Miniflex*, operando a uma tensão de 30 kV e uma corrente de 15 mA. As amostras em pó foram conduzidas utilizando radiação monocromática $\text{Co-K}\alpha$, ($\lambda = 0,155418 \text{ nm}$). A varredura foi conduzida de 4 a 20 (d), com intervalos de $0,050^\circ$ e tempo de aquisição de 2s.

2.2.4 Análise térmica

Dentro do poço são encontradas diferentes temperaturas e também tem o fato da broca estar superaquecida. É de fundamental importância avaliar a estabilidade térmica, para que o fluido exerça suas funções na operação de perfuração. Utilizou-se um analisador termogravimétrico TA *Instruments*, modelo *Q500 V6.4 Build 193*. As massas de amostras necessárias foram cerca de 5,5 mg para (TGA) e 3,7mg para o (DSC) foram colocados em cápsula de platina e esta foi aquecida em atmosfera de nitrogênio, com uma vazão de 100 mL/min., de 10°C a 600°C a uma velocidade de 20°C/min.

2.2.5 Fluorescência de Raio-X

A composição química dos sólidos e fluidos foi determinada por análise semiquantitativa em espectrômetro por fluorescência de raio-x (*FRX*)- (*WDS-2*) modelo *Axios (Panalytical)*. As amostras foram preparadas em prensa automática Vaneox (molde de 20mm, P= 20 ton. e t= 30s), utilizando como aglomerante ácido bórico (H_3BO_3) na proporção de 1:0,3 – 0,3 g do ácido e 1,0 g da amostra seca à 100°C. Os resultados semiquantitativos estão expressos em %, calculados como óxidos normalizados a 100%. A determinação da perda por calcinação (PPC) das amostras foi feita em equipamento Leco TGA-701. Primeira rampa de aquecimento 10°C/min de 25-107°C, segunda rampa 40°C/min de 107-1000°C. O ensaio é finalizado após três pesagens sequenciais idênticas.

2.3 Preparo dos fluidos não-Newtoniano a base de polímero e LCMs

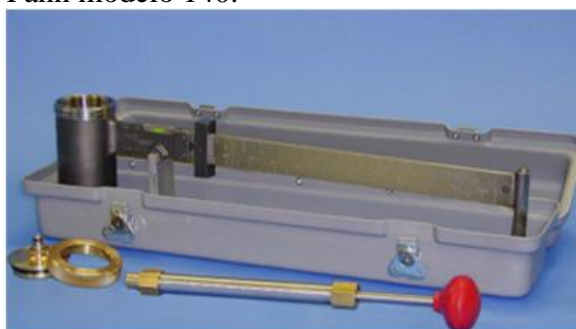
2.3.1 Preparação de fluidos de perfuração à base de água em escala de bancada

Os fluidos foram projetados para uma densidade de 1,14 g/cm³. Este valor é uma referência para os fluidos utilizados na perfuração de poços de petróleo (Tabela 7). Os fluidos foram nomeados seguindo os seguintes códigos, como segue na Tabela 8.

O preparo dos fluidos seguiu a metodologia API (2009), adicionando o biopolímero (X) desejado à água em um agitador de vórtice (Hamilton Beach) a 1500 rpm e depois adicionando

bentonita. A quantidade de CMC e GX foram definidas como $\approx 2,85 \text{ kg/m}^3$. No caso de HPA, uma concentração maior de $5,72 \text{ kg/m}^3$ foi utilizada para que a densidade do fluido fosse a mais próxima possível das que continham outros biopolímeros. Após a homogeneização, esta solução foi pesada em balança de lama (Fann modelo 140 – Figura 23), para determinar a quantidade de bentonita a ser adicionada para se alcançar a densidade, em torno de $1,10 \text{ g/cm}^3$. Os fluidos compostos do biopolímero e BT foram nomeados como F(X). Foram adicionados 0,23 mL de bactericida glutaraldeído.

Figura 23- Balança de lama Fann modelo 140.



Fonte: o autor, 2017.

A metodologia de ensaio de densidade é simples, colocou-se o fluido ensaiado no recipiente (copinho) da balança. A medida de densidade é obtida através do ajuste de uma peça móvel. Esta peça foi deslocada, a fim de equilibrar a balança, tendo como referência um nível de bolha. A medida de densidade foi então obtida na marcação presente no braço da balança onde a peça móvel equilibrou o conjunto. A balança de lama possui quatro escalas de leituras.

Os LCMs terra de diatomácea (TD) e hidrogel (HG) foram inseridos na formulação do fluido F(X), com a finalidade de mitigar a perda de circulação. A quantidade de cada amostra de LCMs foi determinada com base na densidade desejada do fluido.

Tabela 7- Formulação das suspensões de acordo com o padrão American Petroleum Institute (API).

| Componentes | Concentração lb/bbl | Quantidade (g) | Função |
|--------------------------|------------------------|-------------------|----------------|
| Água industrial | QSP* | - | Base |
| Polímero (CMC, GX) ou | 1 | 2,85 | Viscosificante |
| Polímero (HPA) | 2 | 5,72 | Viscosificante |
| Glutaraldeído | 0,5 | 0,214 | Bactericida |

| | | | |
|--------------------------|------|-------|-----------|
| Bentonita (BT) | *QSP | 45,45 | Adensante |
| Terra de diatomácea (TD) | *QSP | 22 | LCMs |
| Hidrogel (HG) | *QSP | 2 | LCMs |

Legenda: *QSP: quantidade suficiente para determinado volume.

$\rho \approx 1,14 \text{ g/cm}^3$; Volume de H₂O = 0,5 litros.

Fonte: O autor, 2017.

A terra de diatomácea como apresenta uma baixa densidade, não alterou a densidade do fluido, a massa deste LCM foi cessada, quando foi observado que o fluido de perfuração apresentava elevada concentração de partículas finas.

Tabela 8- Composição do fluido de perfuração a base água.

| Código | Composição do Fluido |
|---------------|---|
| F(GX) | Goma Xantana + Bentonita |
| F(CMC) | Carboximetilcelulose + Bentonita |
| F(HPA) | Hidroxipropilamido + Bentonita |
| F(GX)TD | Goma Xantana + Bentonita + Terra de diatomácea |
| F(CMC)TD | Carboximetilcelulose + Bentonita + Terra de diatomácea |
| F(HPA)TD | Hidroxipropilamido + Bentonita + Terra de diatomácea |
| F(GX)TD-HG | Goma Xantana + Bentonita + Terra de diatomácea + Hidrogel |
| F(CMC)TD-HG | Carboximetilcelulose + Bentonita + Terra de diatomácea + Hidrogel |
| F(HPA)TD-HG | Hidroxipropilamido + Bentonita + Terra de diatomácea + Hidrogel |

Fonte: O autor, 2017.

Os fluidos contendo biopolímero, BT e TD foram nomeados como F(X)TD. O hidrogel foi adicionado à suspensão e esperado hidratar por 5 minutos e assim aferida a densidade.

A quantidade de HG foi determinada de modo que a densidade final do fluido não ultrapasse $1,14 \text{ g/cm}^3$, que é a densidade padrão do fluido de perfuração usada nas operações do campo petrolífero. Os níveis de pH dos fluidos estavam na faixa de 8 a 9,8. Essa faixa é desejável em fluidos de perfuração, pois evita a corrosão de equipamentos (SANTOS, 2000). Esta forma de procedimento e a ordem de adição dos materiais foram realizadas de acordo com a formulação da Petrobras.

2.4 Caracterização dos fluidos de perfuração

Os fluidos de perfuração foram caracterizados quanto à sua reologia, viscoelasticidade, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), potencial zeta e tamanho de partículas.

2.4.1 Potencial zeta

A estabilidade das suspensões quanto à floculação e defloculação foram medidas no equipamento *Malvern Zetasizer Nano series*. Foi pesado 0,5 g do fluido previamente homogeneizado. Em seguida, foram adicionados 50 mL de solução de KCl 0,001 mol L⁻¹. O pH das suspensões foi ajustado com as soluções de HCl 0,01 mol L⁻¹ ou NaOH 0,01 mol L⁻¹. As análises foram realizadas *sob* agitação magnética. As cargas elétricas intrínsecas, nos materiais utilizados, neste estudo, foram medidas por um método bem estabelecido (*Zetasizer/ ZetaCad*) usando amostras em pó.

2.4.2 Microscopia eletrônica de varredura

A avaliação da morfologia dos fluidos foi realizada com auxílio da técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura, MEV (*Hitachi Tabletop modelo TM-1000*). As amostras foram recobertas com ouro e as micrografias adquiridas com ampliação de 800x, geradas por elétrons secundários. As micrografias permitiram avaliar as características micro estruturais e morfológicas das suspensões. Foi necessário, preparar tortas das suspensões para realizar esta análise. Para tal, as suspensões foram homogeneizadas e, em seguida, foram retiradas alíquotas com um volume de 10 mL. Esse volume foi colocado em uma forminha. Em seguida, a forminha foi colocada em uma estufa onde permaneceu por um período de 24h a 105° C. As suspensões foram colocadas na estufa para secar e formar uma torta. Portanto, as micrografias foram das suspensões seca.

2.4.3 Analisador de tamanho de partícula

A caracterização das faixas de tamanho de partícula foi feita em *Malvern – Mastersizer 3000 Hidro*. O equipamento opera em estado sólido e líquido. A análise dos materiais de LCMs foi realizada em estado sólido e para os fluidos no estado líquido. A fim de manter a amostra de fluido em suspensão e homogeneizada, esta é circulada continuamente através da janela de medição. Os fluidos por serem hidrossolúveis, foram analisados em etanol. Os resultados são expressos em percentual relativo de volume de material distribuído em uma ampla faixa de

tamanho que compõem as bandas do detector. O equipamento permite analisar uma faixa analítica de 0,01 a 3000 μm .

Para *American Petroleum Institute* - API (1974) recomenda-se determinar a classificação de partículas dos sólidos dos fluidos de perfuração de acordo com a Tabela 9.

Tabela 9- Definição dos tamanhos de partícula.

| Tamanho da Partícula (micra) | Classificação da partícula |
|-------------------------------------|-----------------------------------|
| Superior a 2000 | Grosseira |
| 2000-250 | Intermediária |
| 250-74 | Média |
| 74-44 | Fina |
| 42-2 | Ultrafina |
| 2-0 | Coloidal |

Fonte: API (1974).

2.4.4 Comportamento reológico

As propriedades reológicas de viscosidade (μ) e tensão de cisalhamento (τ) das suspensões de polímero, bentonita, terra de diatomácea e hidrogel em água foram medidos utilizando-se um reômetro de reoperação forçada Haake RheoStress reômetro (Thermo Scientific), na taxa de deformação variando de 0 a 1021 s^{-1} . Foi empregada a geometria do tipo cilindro coaxial utilizando copo de medição DG43 e rotor cilíndrico DG43-Ti. É sabido que está geometria não é ideal para estudar o comportamento reológico de suspensões contendo partículas tão grandes como os presentes nos fluidos com hidrogel. Uma geometria com maior gap foi necessária para realizar os testes de forma adequada. O controle térmico foi realizado com um banho termostático Haake K10, no qual a temperatura foi mantida a 25 ° C. Para cada teste, o fluido foi deixado a descansar por 10 min antes de qualquer medição. Medidas reológicas de viscoelasticidade (G' módulo gel e G'' módulo viscoso) foram realizadas em um reometro HAAK, com geometria placa-placa e o gap de 5 mm e frequência de 1 Hz a 12 Hz.

MATERIAIS E MÉTODOS – Escolha do melhor LCMs

2.5 Preparo de suspensões de CMC com LCMs

Suspensões aquosas (500 mL) contendo CMC e LCMs (bentonita - BT, terra de diatomácea - TD e hidrogel - HG) foram preparadas com 2,85g de CMC; 44,55 g de BT; 2,0 g de HG e 22 g de TD e caracterizadas conforme métodos descritos abaixo:

2.5.1 Caracterização das suspensões de LCMs e CMC - Microscopia Particle View V19

As imagens microscópicas do teste de sedimentação das suspensões e o inchamento da partícula de hidrogel, obtidas com o equipamento *Particle View V19* da marca Mettler Toledo.

A análise teve como objetivo facilitar a compreensão da dinâmica da sedimentação e do comportamento das partículas na suspensão de CMC e LCMs. Esse microscópio capta imagens *online* em pequenos intervalos de tempo, sem a necessidade de amostragem. Basta que as partículas se movimentem próximo o suficiente da lente de safira para que o equipamento consiga estabelecer o foco e transmitir as imagens ao computador.

2.5.2 Teste de inchamento de argila

O ensaio utilizado, neste caso, foi o de deformação linear para medir o grau de inchamento da argila em contato com as suspensões, por meio do equipamento Fann Instrument, Company Linear Swell Meter *Fann Instrument, Company Linear Swell Meter* (LSM), modelo 2000, conforme norma API RP 13B-1 (2009), utilizando a bentonita como argila padrão. As pastilhas de bentonita necessárias para o teste foram confeccionadas utilizando-se 20 g da argila, prensadas a 10.000 psi. Os ensaios foram realizados com água industrial e com as suspensões, Tabela 10.

Tabela 10- Composição dos fluidos avaliados nos testes de inchamento de argila e microscopia.

| Suspensão | 1 | 2 | 3 | 4 |
|------------|--------|-----------|--------------|--------------|
| Composição | CMC-BT | CMC-TD-BT | CMC-BT-HG-TD | CMC-TD-HG-BT |

Legenda: Carboximetilcelulose (CMC), Terra de diatomácea (TD), Bentonita (BT) e Hidrogel (HG)
Fonte: O autor, 2018.

Tomando-se a pastilha de bentonita, colocou-se em um recipiente (tipo *becher*) onde se encontravam as suspensões e ajustou-se o sensor de medição aplicando-se leve tensão. Após todo o processo de calibração do equipamento, adicionou-se o fluido a ser estudado até cobrir toda a pastilha, zerou-se o equipamento e, em seguida, iniciou-se a contagem de tempo. As medidas de deformação foram realizadas por meio de um transdutor automático-digital que permitiu sua leitura direta. Os ensaios foram realizados com um tempo total de ensaio de 21 horas.

2.6 Planejamento experimental e formulação do fluido

2.6.1 Planejamento fatorial de fluidos de perfuração

No planejamento experimental onde as variáveis são exploradas acima de 2 níveis é comum codificá-los usando os sinais (+) e (-). A atribuição destes sinais aos níveis superiores e inferiores é feita de forma arbitrária e não interfere na realização dos experimentos ou interpretação dos resultados, além de permitir esquematizar o planejamento na forma de matrizes de planejamento. Esta codificação de variáveis, embora pareça desnecessária, é de grande utilidade, quando se realizam os cálculos para determinar a influencia das variáveis estudadas e das suas interações no sistema em estudo. Os valores codificados e as equações para os cálculos utilizando os dados reais das variáveis independentes empregadas no planejamento encontram-se na Tabela 11.

Tabela 11- Níveis utilizados no planejamento experimental, para fluido base água em suspensão de CMC, bentonita, terra de diatomácea e hidrogel.

| Variáveis (g) | Nível | | | Equação para os dados reais $R^2=1$ |
|------------------|-------|-------|--------|--|
| | 1,0 | -1,0 | 0,0 | |
| CMC | 2,85 | 0,285 | 1,5675 | $y = 1,2825x + 1,5675$ |
| BT | 45,52 | 4,552 | 25,036 | $y = 20,484x + 25,036$ |
| TD | 22 | 11 | 16,5 | $y = 5,5x + 16,5$ |
| HG | 2 | 1 | 1,5 | $y = 0,5x + 1,5$ |

Legenda: R^2 - coeficiente de determinação;

Volume de fluido p/ 500ml.

Fonte: O autor, 2017.

Os níveis foram agrupados da seguinte forma de concentração das variáveis independentes: baixo (-1), alto (+1), ponto central (0). Os dados do ponto central foram utilizados apenas para o cálculo de confiabilidade experimental e /ou erros de medição. O R^2 (coeficiente de determinação) significa que 100% dos dados são explicados pela equação de regressão.

Para avaliar a influencia da interação do material utilizado, na formulação do fluido de perfuração, sob as propriedades de filtração e fratura, foi realizado um planejamento fatorial completo do tipo 2^4 com três experimentos no ponto central (Barros Neto *et al.*, 1996), como segue na Tabela 12.

Tabela 12- Planejamento fatorial dos fluidos base água na suspensão polimérica de CMC.

| Ensaio | Variáveis independentes e respectivos níveis | | | | Variáveis dependentes (R) |
|--------|--|----|----|----|---------------------------|
| | CMC | BT | TD | HG | |

| | | | | | |
|----|----|----|----|----|-----------------|
| 1 | -1 | -1 | -1 | -1 | R ₁ |
| 2 | 1 | -1 | -1 | -1 | R ₂ |
| 3 | -1 | 1 | -1 | -1 | R ₃ |
| 4 | 1 | 1 | -1 | -1 | R ₄ |
| 5 | -1 | -1 | 1 | -1 | R ₅ |
| 6 | 1 | -1 | 1 | -1 | R ₆ |
| 7 | -1 | 1 | 1 | -1 | R ₇ |
| 8 | 1 | 1 | 1 | -1 | R ₈ |
| 9 | -1 | -1 | -1 | 1 | R ₉ |
| 10 | 1 | -1 | -1 | 1 | R ₁₀ |
| 11 | -1 | 1 | -1 | 1 | R ₁₁ |
| 12 | 1 | 1 | -1 | 1 | R ₁₂ |
| 13 | -1 | -1 | 1 | 1 | R ₁₃ |
| 14 | 1 | -1 | 1 | 1 | R ₁₄ |
| 15 | -1 | 1 | 1 | 1 | R ₁₅ |
| 16 | 1 | 1 | 1 | 1 | R ₁₆ |
| 17 | 0 | 0 | 0 | 0 | R ₁₇ |
| 18 | 0 | 0 | 0 | 0 | R ₁₈ |
| 19 | 0 | 0 | 0 | 0 | R ₁₉ |

Legenda: R é o resultado obtido para: perda de circulação na filtração e fratura, viscoelasticidade, curva de fluxo, viscosidade aparente e os parâmetros do modelo de *Herschel Bulkley* (τ_0 , k e n).

Como variável independente, utilizou-se CMC, bentonita, hidrogel e terra de diatomácea e, como variável dependente, foi empregado à perda de circulação na filtração e fratura, viscoelasticidade, curva de fluxo, viscosidade aparente e os parâmetros do modelo de *Herschel Bulkley* (tensão crítica - τ_0 , índice de comportamento - k e índice de consistência - n).

Os métodos de otimização com o planejamento fatorial completo foi realizado através da ferramenta Industrial Statistic & Six Sigma (Experimental Design - DOE), o tratamento estatístico foi através do (diagrama de Pareto e superfície de resposta) baseados nos resultados experimentais, onde os coeficientes representam os efeitos e as interações dos fatores que envolvem a formulação do fluido de perfuração. O tratamento estatístico foi representado em forma de equação e gráfico.

2.6.2 Tratamento estatístico

Diagrama de Pareto - A sensibilidade dos parâmetros estudados sobre a resposta de interesse é examinada através do Diagrama de Pareto considerada no estudo. Ele consiste num gráfico de barras que ordena as frequências das ocorrências do Pareto (RODRIGUES & LEMMA, 2009). O diagrama de Pareto é um recurso gráfico utilizado na estatística que permite colocar os dados em uma ordem hierárquica, ajudando a identificar e avaliar os parâmetros e as interações mais significativas sobre cada variável de resposta maior para menor e permite a localização de problemas vitais e a eliminação de perdas. Um valor positivo, no diagrama de Pareto, indica que o referido fator influencia a resposta analisada no sentido de aumentá-la. Da mesma forma, um valor negativo referente a um parâmetro analisado, significa que tal variável contribui no sentido de diminuir o valor esperado para a resposta analisada (RODRIGUES & LEMMA, 2009).

Superfície de Resposta - Este método é classificado como um método simultâneo, sendo em geral, utilizado na etapa de otimização. Sua aplicação permite selecionar a combinação de níveis ótimos na obtenção da melhor resposta para uma dada situação. No método das análises de superfícies de resposta são realizados planejamentos fatoriais cujos resultados são ajustados a modelos matemáticos. Essas etapas, conhecidas como etapas de deslocamento e modelagem são repetidas varias vezes, mapeando a superfície de resposta obtida na direção da região de ponto ótimo desejado (RODRIGUES & LEMMA, 2009). A modelagem normalmente é feita ajustando – se os modelos mais simples, como linear e quadrático. Por sua vez, o planejamento fatorial completo executado, geralmente constitui-se de um número pequeno e pré-determinado de experimentos, que são determinados através de ajuste conseguido para o modelo aplicado no Diagrama de Pareto (BARROS NETO *et al.*, 2007).

2.7 Análise de Reologia dos Fluidos

2.7.1 Reometro – teste de viscoelasticidade

Foram empregadas as medidas reológicas de viscoelasticidade (G' módulo gel e G'' módulo viscoso) das suspensões de polímero, bentonita, terra de diatomácea e hidrogel em água, um reometro HAAKE RheoStress, com geometria placa-placa ranhurada e o *gap* de 10 mm.

Na geometria de placas paralelas, existe uma folga (“*gap*”) entre a parte superior e a inferior. No caso de fluido viscoso, faz-se necessária à realização de uma investigação a fim de

definir a melhor folga, em razão do tamanho das partículas presentes no fluido. De acordo com a literatura, a escolha da folga deve ser de uma ordem de grandeza maior do que o tamanho das partículas presentes no fluido, e por isso a necessidade prévia da determinação desse parâmetro (MACOSKO, 1994). A escolha da geometria ranhurada placa paralelas, foi devido à possibilidade que em baixas taxas de cisalhamento, houvesse migração das moléculas de hidrogel da borda das placas para o centro, formando uma fina camada de água entre a superfície e o centro, o que comprometia as medidas tomadas durante o experimento.

2.7.2 Viscosímetro Fan – testes de curva de escoamento

As propriedades reológicas de viscosidade (μ) e tensão de cisalhamento (τ) das suspensões de polímero, bentonita, terra de diatomácea e hidrogel em água foram medidas usando um viscosímetro Fann 35A.

Para que fosse determinada a escolha da folga no viscosímetro Fan 35A, foram realizados testes de curva de escoamento nos *bobs* B2, B3 e B4, esses *bobs* apresentam folgas (*gap*) diferentes (Tabela 13). Desta forma, foi avaliado qual dentre os *bobs*, gerariam valores que se sobrepuseram. A geometria ranhurada do cone coaxial foi escolhida, para evitar que houvesse deslizamento do fluido, na sua superfície. A Tabela 13 apresenta a faixa de medição da taxa de cisalhamento para viscosímetros de indicação direta encontrados no manual do Fann 35A (FANN INSTRUMENTS, 1996).

Tabela 13- Faixa de Medição da Taxa de Cisalhamento para Viscosímetros de Indicação Direta Fann 35 A.

| Taxa de Revolução do Cilindro Exterior, N (rpm) | Combinações Rotor-Bob | | |
|---|-----------------------|-------|-------|
| | R1 B2 | R1 B3 | R1 B4 |
| 3 | 1,131 | 0,804 | 0,804 |
| 6 | 2,262 | 1,608 | 1,608 |
| 30 | 11,31 | 8,04 | 8,04 |
| 60 | 11,31 | 16,08 | 16,08 |
| 100 | 37,7 | 26,8 | 26,8 |
| 200 | 75,4 | 53,6 | 53,6 |
| 300 | 113,1 | 80,4 | 80,4 |
| 600 | 226,2 | 160,8 | 160,8 |

Fonte: FANN INSTRUMENTS, 1996.

Para calcular a taxa de deformação para fluidos não-Newtonianos, foi utilizada a Equação 8, sugerida por Magalhães Filho *et al.* (2017) em seu estudo sobre medições reológicas contínuas em fluidos de perfuração. As constantes para os cálculos de tensão de cisalhamento e viscosidade são apresentadas na Tabela 14.

Tabela 14- As constantes para os cálculos de tensão de cisalhamento e viscosidade.

| Constantes | Combinações de Rotor-Bob | | |
|---|--------------------------|--------|--------|
| | R1 B2 | R1 B3 | R1 B4 |
| Constante da mola de torção, k_1 (Dynes / cm / deflexão do grau) | 386 | 386 | 386 |
| Constante de tensão de cisalhamento para superfície efetiva de Bob k_2 , (cm^{-3}) | 0,0261 | 0,0529 | 0,106 |
| Constante de taxa de cisalhamento k_3 , (sec^{-1} por rpm) | 0,377 | 0,268 | 0,268 |
| Raio do cilindro interno – r_1 (cm) | 1,2276 | 0,8622 | 0,8622 |
| Altura do cilindro interno - H (cm) | 3,8 | 3,8 | 1,9 |

Fonte: FANN INSTRUMENTS, 1996.

$$\tau = \left(\frac{k_1}{2\pi r_1^2 H} \right) \theta \quad (8)$$

A viscosidade também pode ser calculada usando a seguinte Equação 9. Os fatores de conversão estão listados na Tabela 13.

$$\mu = \frac{k_1 k_2}{k_3} \frac{\theta}{rpm} \times 100 \quad (9)$$

2.7.2.1 Medição dos valores de tensão e deformação – Viscosímetro Fann 35A

Após 24 horas de repouso do preparo da suspensão aquosas de CMC + bentonita + Terra de diatomácea + Hidrogel, o fluido foi agitado durante 5 minutos em um agitador mecânico Hamilton Beach modelo 936 à velocidade de 17.000 rpm.

Após a agitação, o fluido foi transferido para um recipiente próprio de medição do equipamento Fann 35A. No viscosímetro Fann 35A foram lidos seis valores de deflexão

(torque), com taxas de deformação variando de acordo com as taxas mostradas na Tabela 14. A leitura das medidas foi realizada com base na Norma Petrobras (PETROBRAS, 2005):

(i) Após 2 minutos, a partir do ligamento do aparelho, a velocidade de 3 rpm é lido o valor de θ_3 , isto é, a deflexão a 3 rpm.

(ii) Altera-se a velocidade de rotação para 6 rpm e, após 15 segundos, é lido o valor de θ_6 .

(iii) A velocidade é então aumentada a 30 rpm e espera-se estabilizar para efetuar a leitura de θ_{30} . O mesmo procedimento foi realizado para as velocidades de 60 rpm, 100 rpm, 200 rpm, 300 rpm e 600 rpm nas obtenções dos valores de θ_{60} , θ_{100} , θ_{200} , θ_{300} e θ_{600} .

(iv) A partir dos valores dos ângulos de deflexão lidos, foi possível a determinação das viscosidades aparente (VA), plásticas (VP) e limite de escoamento (LE), de acordo com a mesma norma:

(i) A viscosidade aparente, em cP, corresponde ao valor medido na leitura a 600 rpm dividido por 2;

(ii) A viscosidade plástica, em cP, é a diferença das leituras obtidas a 600 e 300 rpm;

(iii) O limite de escoamento, em N/m^2 , é calculado como sendo a diferença entre a leitura 300 rpm e a viscosidade plástica.

2.7.3 Força gel

A força gel é um parâmetro de natureza reológica, que indica o grau de gelificação ou tixotropia. Os valores de gel inicial e final caracterizam a capacidade do fluido em sustentar os cascalhos. É calculada como sendo a diferença entre as forças gel final e inicial. A força gel G_0 mede a resistência inicial para colocar o fluido em fluxo. Já a final, neste caso G_{30} , mede a resistência do fluido para reiniciar o fluxo, quando este fica certo tempo em repouso devido a manobras e conexões. A força gel é determinada colocando-se o viscosímetro Fan 35A em alta rotação (L600) por um minuto. O sistema permanece por 10 segundos desligado, no caso de gel inicial, e ou 10 minutos, no caso do gel final. Em seguida, o viscosímetro é desligado em rotação L3 (3 rpm) e faz-se a leitura do valor máximo registrado pelo ponteiro do dial, valor expresso em $lbf / 100 ft^2$. Todas as medidas foram realizadas em viscosímetro Fann 35A com diferentes forças cisalhantes (L600, L300, L200, L100, L6 e L3), seguindo a norma API RP 13B-1.

2.8 Avaliação dos Fluidos por Filtração e Fratura

Para avaliar os fluidos preparados em meios porosos fraturados e invasivos foi realizado um estudo que analisou a perda de carga dos fluidos de perfuração em um simulador de fraturas e filtração. O Simulador de Escoamento em Fraturas (SEF) foi planejado e desenvolvido pelo grupo de Interação Rocha Fluido (CENPES - Centro de Pesquisas Leopoldo Américo Miguez de Mello). Os experimentos de filtração foram realizados em uma célula HTHP (*High Temperature/High Pressure*) produzida pela OFI *Testing Equipments* (OFITE). O mesmo fluido de perfuração foi sempre testado nos dois equipamentos.

O volume total de fluido preparado foi de 150 litros, seguindo a metodologia discriminada no item 2.3. O preparo do fluido foi realizado em tanques de 200 litros através de agitadores mecânicos modelo Fluxomix F4D-015M da Grabe com potência de 1,5 cv e rotação de até 1800 rpm, equipados com impelidor do tipo hélice naval. A rotação utilizada no preparo dos fluidos foi de 1500 rpm.

2.8.1 Filtração

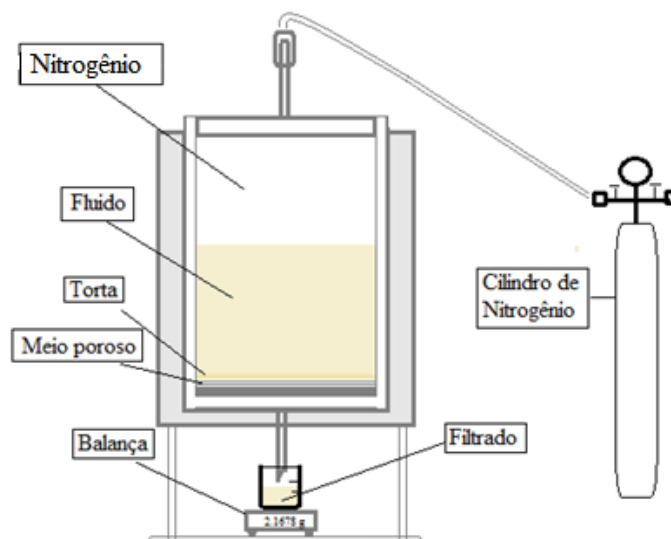
Os experimentos de filtração foram realizados em uma célula HTHP (*High Temperature/High Pressure*) produzida pela OFI *Testing Equipments* (OFITE). A célula fica alocado no Laboratório de Escoamento de Fluidos Guilio Massarani (UFRRJ). A Figura 24 ilustra a célula de filtração HTHP.

Embora a configuração do sistema não seja a mesma do poço, os experimentos permitem um maior controle da pressão e especificação da taxa de cisalhamento, quando for o caso de se trabalhar em condições dinâmicas. Isso permite que a célula realize medidas das propriedades de filtração *sob* diferentes condições dinâmicas, assemelhando-se às condições reais de operação do processo de perfuração de poços de petróleo. Os experimentos realizados, nesta célula de filtração, possibilitam a determinação de parâmetros de filtração e invasão de fluidos de perfuração em meios porosos.

Figura 24- Célula HTHP - *High Temperature/High Pressure*: (a) Foto ilustrativa (b) Desenho esquemático.

(a)

(b)

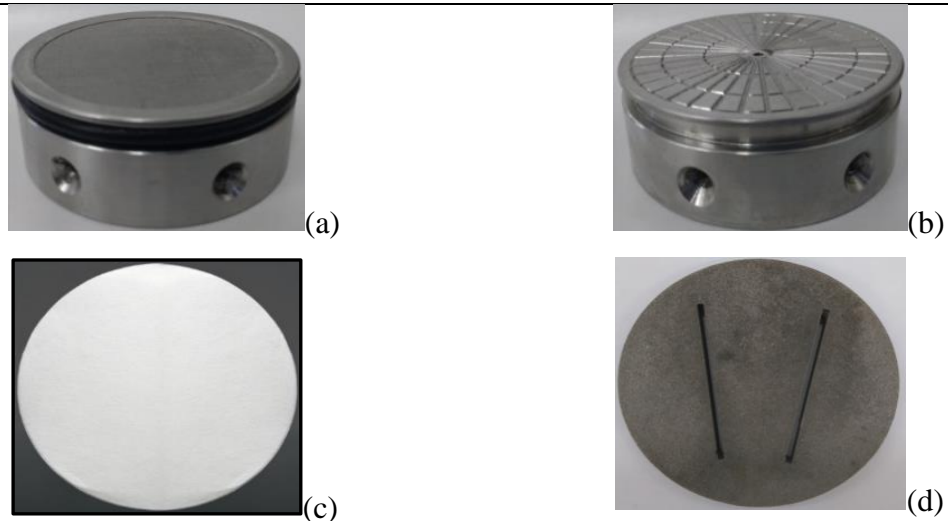


Fonte: O autor, 2017.

O meio filtrante (matriz permeável) pode ser gramatura de papel de filtro e / ou rocha reservatório (fenda) de 1,0 in de espessura. Para realização dos experimentos de filtração foram utilizadas duas matrizes permeáveis, sendo: um papel de filtro (marca Fann seguindo a norma *API American Petroleum Institute*, API (1974)) e um disco ranhurado não poroso, ambos com 6,30 cm de diâmetro (Figura 25c-d). No caso, o meio filtrante é encaixado no fundo da célula, apoiado sobre uma tela, e / ou matriz ranhurada para as rochas. Acima do meio filtrante, fica o fluido de perfuração a ser testado. Depois de adicionado, o fluido de perfuração na câmara (250 cm³), outra peça é encaixada na parte superior da célula. Esta peça tem uma válvula idêntica à que fica na parte inferior da célula, de onde sai o filtrado. A válvula superior é por onde entra o gás. O nitrogênio fica estocado em um cilindro e, através de uma mangueira, é conectada à câmara, onde se encontra o fluido. O gás então é transferido para a câmara e, assim, a pressão desejada de teste é imposta através de manômetros de pressão adaptado no cilindro do gás. A pressão imposta ao gás pressiona o fluido sobre o meio poroso e quando a pressão no manômetro é alcançada a válvula que foi acoplada na parte inferior da célula é aberta, e, assim, o filtrado é coletado em um béquer que fica sobre uma balança.

Os parâmetros determinados no estudo de filtração foram o volume de filtrado com o tempo e a espessura da torta, determinada diretamente utilizando um paquímetro digital. Quanto menor o volume coletado no ensaio, maior é a eficiência do aditivo redutor de filtrado.

Figura 25- Suporte para meio poroso que é acoplado na célula de filtração (a) aparato do papel de filtro, (b) aparato para o disco ranhurado (c) papel de filtro e (d) disco ranhurado não poroso.



Fonte: O autor, 2017.

As características das matrizes são apresentadas na Tabela 15. As condições experimentais foram a uma pressão de 100psi, e o tempo de teste foi de 20 minutos.

Tabela 15- Características da matriz permeável utilizada na filtração dos fluidos não-Newtonianos.

| Matriz permeável | Marca | Área permeável | Gramatura | Retenção de partícula |
|----------------------------|-------|-----------------------|----------------------|-----------------------|
| Papel de filtro | Fann | 22,70 cm ² | 0,13 mm ² | 2,7-5,0 μm |
| Disco ranhurado não poroso | - | 1 mm | - | - |

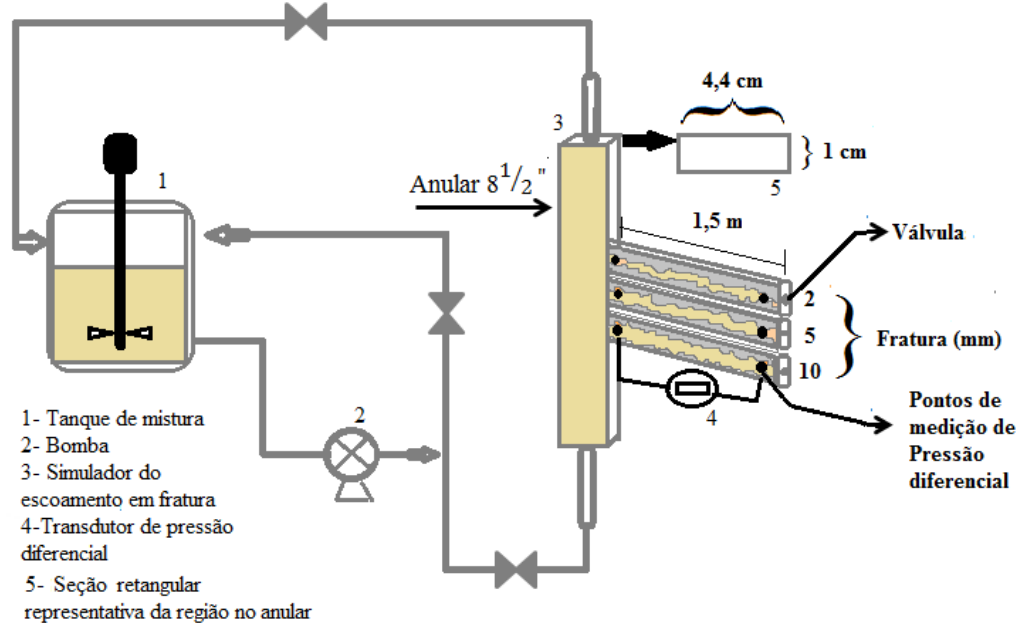
Fonte: O autor, 2017.

Para os testes de filtração estática foram determinados; o volume de filtrado dos fluidos (VF), e a espessura da torta de filtração (ER), segundo norma desenvolvida por (DEWAN & CHENEVERT, 2001).

2.8.2 Análise no equipamento Simulador de Escoamento em Fraturas

O Simulador de Escoamento em Fratura (SEF) fica alocado em comodato pela Petr6bras no Laborat6rio de Escoamento de Fluidos Guilio Massarani (UFRRJ). O SEF consiste em um loop (Figura 26) que simula o escoamento em uma regi6o anular do poço. O equipamento possui duas seções de fluxo, ascendente representativa geométrica, de um poço real.

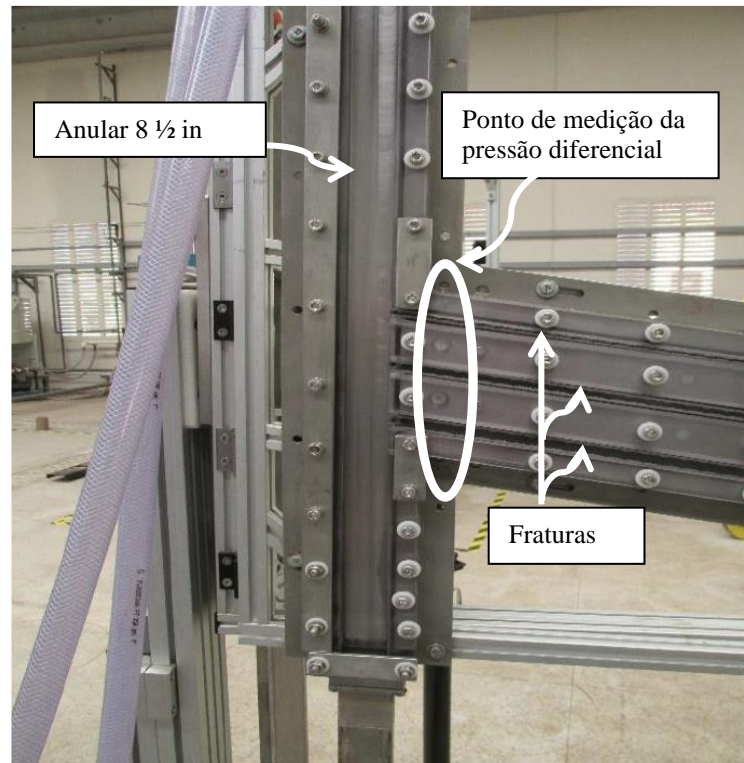
Figura 26- Esquema da unidade experimental de Fratura.



Fonte: O autor, 2017.

O simulador tem a função de reproduzir a circulação de fluidos na região anular de poços de perfuração. Permite estudar o escoamento de fluidos por fraturas de diferentes aberturas. As fraturas foram confeccionadas para representar fraturas encontradas nos poços de perfuração. Grande parte do equipamento foi fabricada em acrílico, de modo a permitir a visualização do escoamento. Este material, contudo, limita a pressão máxima de operação em torno de 150 psi. A Figura 27 mostra uma imagem do simulador de escoamento em fratura.

Figura 27- Simulador de Escoamento em fratura.



Fonte: DUQUE, 2015.

As fendas da fratura, presentes na Figura 28, foram projetadas com base em dados reais obtidas em rochas carbonáticas típicas do pré-sal. As fraturas apresentam características de natureza tortuosas, que foram mantidas, visando uma reprodução mais próxima da fratura real e assim uma melhor avaliação da deposição de partículas no seu interior. Nas extremidades de cada fratura, foi instalado ponto de medição, para coletar a pressão diferencial, com intuito de analisar a perda de carga. Com as válvulas instaladas, no final de cada fratura, é possível realizar ensaios, considerando múltiplas fraturas ou simplesmente uma única fratura (Figura 28). Para os testes no SEF foram determinados à vazão na fratura.

Figura 28- Ponto de medição- posicionado da saída da fratura e posicionado na entrada da fratura.

| 2mm | 5mm | 10mm |
|-------------------------------------|-----|------|
| Ponto de medição - saída da fratura | | |



Ponto de medição - entrada da fratura



Fonte: O autor, 2017.

MATERIAIS E MÉTODOS - Otimização do fluido de perfuração

2.9 Metodologia de Planejamento Fatorial sem Terra de Diatomácea

Tendo em vista a racionalização dos ensaios experimentais na maximização de um fluido de perfuração ideal, para a perfuração de um poço de petróleo, foi realizado um primeiro planejamento experimental de avaliação da influencia do polímero CMC, partículas de bentonita e LCMs (terra de diatomácea e hidrogel) na perda de carga, nas fases de fraturas e filtração estática. Neste estudo, apresenta-se a descrição da metodologia de planejamento fatorial utilizada na otimização do fluido de perfuração. Este novo planejamento experimental visa avaliar a perda de carga dos fluidos sem o LCMs terra de diatomácea, de acordo com a metodologia descrita no item 2.6.1.

Para preencher a matriz de ensaios do plano fatorial do tipo 2^3 , recorre-se aos níveis alto e baixo para completar as colunas e estabelecer as combinações possíveis (Tabela 16) Como resultado, obtêm-se oito combinações de dados cujo efeito do fator é determinado por cada uma das quatro possíveis combinações de níveis, além da triplicata no ponto central. Os ensaios foram nomeados como fluidos WBA. As respostas obtidas correspondem à interação dos demais fatores através do produto algébrico dos níveis correspondentes.

Tabela 16- Matriz de ensaios de um plano fatorial do tipo $2k$ (com $k = 3$).

| Ensaio | Fatores e respectivos níveis | | | Respostas Volume de perda de carga |
|--------|------------------------------|----|----|--|
| | CMC | BT | HG | |
| 1 | -1 | -1 | -1 | R ₁ |
| 2 | +1 | -1 | -1 | R ₂ |
| 3 | -1 | +1 | -1 | R ₃ |
| 4 | +1 | +1 | -1 | R ₄ |
| 5 | -1 | -1 | +1 | R ₅ |
| 6 | +1 | -1 | +1 | R ₆ |
| 7 | -1 | +1 | +1 | R ₇ |
| 8 | +1 | +1 | +1 | R ₈ |
| 9 | 0 | 0 | 0 | R ₉ |
| 10 | 0 | 0 | 0 | R ₁₀ |
| 11 | 0 | 0 | 0 | R ₁₁ |

Legenda: R é o resultado obtido para perda de circulação na filtração e fratura.

Fonte: O autor, 2019.

2.10 Avaliação dos Fluidos por Filtração e Fratura - sem terra de diatomácea

2.10.1 Testes de filtração

Os experimentos de filtração foram realizados na mesma célula HTHP (*High Temperature/High Pressure*), seguindo a mesma metodologia descrita no item 2.8.1. Nesse teste de filtração foi realizado apenas com o meio permeável, o disco ranhurado não poroso de 1mm.

2.10.2 Testes de fratura

Para estudar a ação dos materiais de combate à perda de circulação, no selamento de fraturas, e propor uma correlação entre a vazão e a queda de pressão em fendas, foram realizados testes em uma unidade experimental, contendo um simulador de escoamento em fraturas (SEF). A descrição completa da unidade experimental e da metodologia dos testes está demonstrada no item 2.8.2. Além da fratura de 2mm, o fluido que apresentou menor perda de circulação no teste de filtração, foi testado nas fraturas de 5 e 10mm.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO – Escolha do melhor polímero

3.1 Caracterização das matérias primas sólidas

3.1.1 Densidade

Através dos valores de densidade absoluta, foi possível calcular, a quantidade de sólido necessário, para alcançar a densidade desejada, que foi de $1,14 \text{ g/cm}^3$ para os fluidos de perfuração. Como foram empregados diferentes materiais, teve-se uma ideia da concentração de cada componente a ser adicionada ao fluido, através de sua densidade absoluta. O valor de densidade $1,14 \text{ g/cm}^3$, foi adotado baseado em valores médios de densidade real de fluidos de perfuração base água (API RP 13B-1, 2009). Após o preparo da suspensão, a densidade era aferida em uma balança de lama Fann modelo 140.

Conforme mostrado na Tabela 17, a bentonita é o sólido mais denso empregado no preparo das suspensões. Além de ela possuir grande capacidade de expansão, tem uma elevada densidade, que proporciona a maior adsorção de moléculas de polímero, tanto na superfície externa das partículas, como nas superfícies interlamelares (KIM *et al.*, 2011). Dentre os biopolímeros, a GX apresentou maior densidade, seguido do polímero CMC e o polímero HPA, com a menor densidade absoluta. Esta diferença de densidade é provocada pelas condições reacionais e pelo sistema catalítico empregado na polimerização dos polímeros (COUTINHO e colaboradores, 2003).

Tabela 17- Densidade dos sólidos.

| Sólido | GX | CMC | HPA | BT | TD | HG |
|--|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| $\rho \text{ (g/cm}^3\text{)}$ | 1,54 | 1,49 | 0,98 | 2,20 | 0,13 | 1,11 |
| erro | ($\pm 0,00$) | ($\pm 0,00$) | ($\pm 0,00$) | ($\pm 0,01$) | ($\pm 0,00$) | ($\pm 0,00$) |

Fonte: O autor, 2017.

Sugere-se que sejam utilizadas concentrações diferentes do polímero para a formulação do fluido, devido às diferentes densidades. A terra de diatomácea, como esperado, apresentou uma densidade muito baixa, quando comparada aos demais componentes. Por fim, o hidrogel apresentou uma alta densidade, e seu valor assemelha aos outros polímeros.

Como segue na Tabela 17, foram utilizados cálculos de balanço de massa, para se determinar a quantidade necessária de cada componente para desenvolver os fluidos F(X), F(X)TD e F(X)TD-HG.

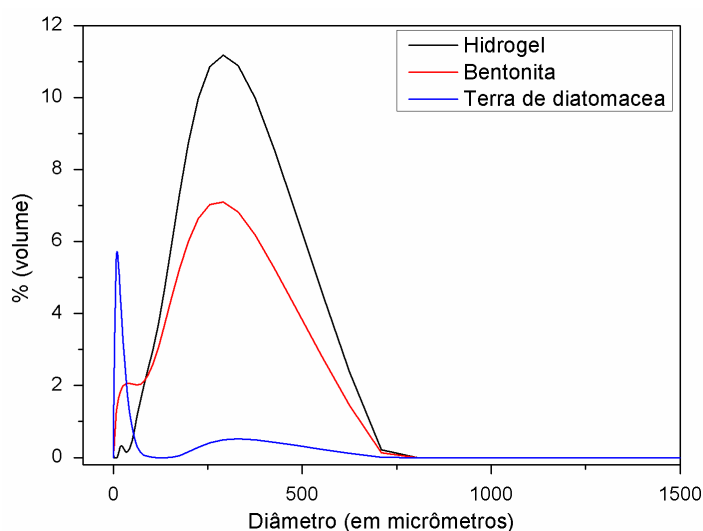
3.1.2 Massa molar dos polímeros

A massa molar (MM) obtida para GX foi de $8,202 \times 10^5$ Da. Segundo Faria *et al.* (2011), esta faixa de MM garante à GX, uma alta viscosidade, mesmo em baixas concentrações, e uma conformação molecular rígida. O CMC, um biopolímero à base de celulose, apresentou massa molar de $6,892 \times 10^5$ Da. Segundo Baar & Kulicke (1994) o CMC, nesta faixa de MM, possui uma alta viscosidade. O material polimérico HPA, à base de amido, apresentou massa molar de $4,698 \times 10^5$ Da. Pode-se observar que o polímero reticulado apresentou uma maior massa molar. Polímero ramificado tem um efeito acentuado sobre a viscosidade (COUTINHO e colaboradores, 2003).

3.1.3 Tamanho de partículas dos sólidos avaliadas por Malvern

Na Figura 29, são apresentados os resultados de tamanho de partículas dos LCMs. Esta análise foi realizada com os materiais em pó seco. O hidrogel retém grande quantidade de água e a absorção aquosa incha em até mil vezes sua própria massa (RADWAN, *et al.* 2017).

Figura 29- Caracterização granulométrica dos materiais.



Fonte: O autor, 2017.

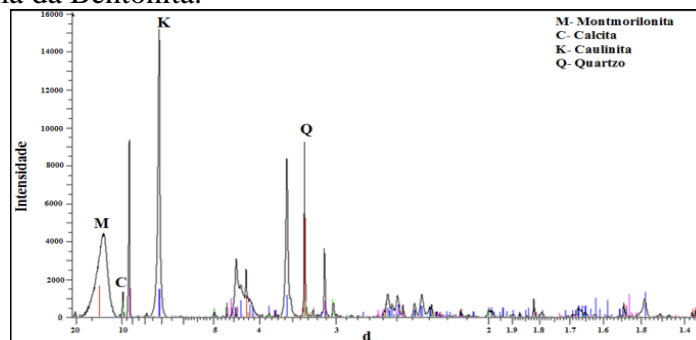
Dentre os LCMs, o HG apresentou o maior diâmetro médio (D_{50}) de partículas ($414,16 \mu\text{m}$), e a TD o menor ($47,48 \mu\text{m}$). A bentonita apresentou o (D_{50}) na faixa de $298 \mu\text{m}$. O LCMs granular - HG, apresentou ampla faixa de distribuição granulométrica, e o LCMs laminar - TD, apresentou estreita faixa de distribuição granulométrica. Esses tipos de LCMs são comumente usados em fluidos para mitigar perdas pequenas (MESSINA CHEMICALS, 2012).

3.1.4 Análise de Difração de Raios -X (DRX)

A técnica de difração de raios X foi utilizada para caracterizar todos os materiais empregados, e posteriormente, os fluidos.

A bentonita (Figura 30) utilizada no preparo dos fluidos de perfuração contém não só montmorilonita ($d= 14,7$ e $2\Theta= 6,0$), mas também vários outros minerais, como quartzo ($d= 3,34$ e $2\Theta= 26,3$), caulinita ($d= 7,15$ e $2\Theta= 12,5$), calcita ($d= 10$ e $2\Theta= 8,8$), dentre outros minerais (ABU-JDAYIL, 2011).

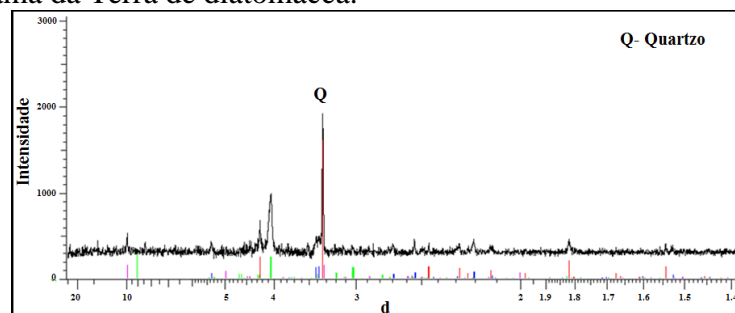
Figura 30- Difratoograma da Bentonita.



Fonte: O autor, 2017.

O difratograma da terra de diatomácea é apresentado na Figura 31.

Figura 31- Difratoograma da Terra de diatomácea.



Fonte: O autor, 2017.

Dentre os constituintes que compõem a terra diatomácea destaca-se, o Quartzo ($d= 3,34$ e $2\Theta= 26,3$) como material cristalino, mas outros componentes podem estar presentes em menor proporção ou são amorfos.

3.1.5 Fluorescência de raio-X (FRX)

A composição química da bentonita (uma montmorilonita), hidrogel e da terra de diatomácea foi determinada por análise semiquantitativa em espectrômetro por fluorescência de raios-x, FRX (modelo WDS-2 Axios, Panalytical). A bentonita apresenta em sua composição principalmente os elementos alumínio (29,6%) e sílica (49,1%) (Kim & Palomino, 2011), e a terra de diatomácea (TD) é, predominante, composta por sílica (89%). O HG é um sal orgânico, cujo metal é composto basicamente de potássio - K (Tabela 18). Pode-se observar que a bentonita apresenta íon trocável Na^+ ; sendo assim, esta argila pode inchar até 20 vezes o volume da argila seca, quando imersas em água (DARLEY & GRAY, 1988).

Tabela 18- Composição química dos sólidos bentonita, hidrogel e terra de diatomácea.

| Espécie Química | Teor % | | |
|------------------------------------|--------|-----------|------|
| | TD | Bentonita | HG |
| Na₂O | 0,48 | 1,5 | 0,26 |
| Al₂O₃ | 7,9 | 29,6 | <0,1 |
| SiO₂ | 88,8 | 49,1 | 0,19 |
| P₂O₅ | <0,1 | <0,1 | <0,1 |
| SO₃ | <0,1 | <0,1 | 0,32 |
| K₂O | 0,26 | 0,49 | 13,1 |
| CaO | 0,11 | 0,99 | <0,1 |
| Fe₂O₃ | 0,61 | 3,5 | <0,1 |
| Cl | <0,1 | 0,18 | <0,1 |
| MgO | 0,15 | 3,2 | ND |
| TiO₂ | 0,23 | 0,68 | ND |
| *PPC | 1,16 | 10,56 | 86,0 |

Legenda: *PPC- perda por calcinação; (%) Teor da espécie química.

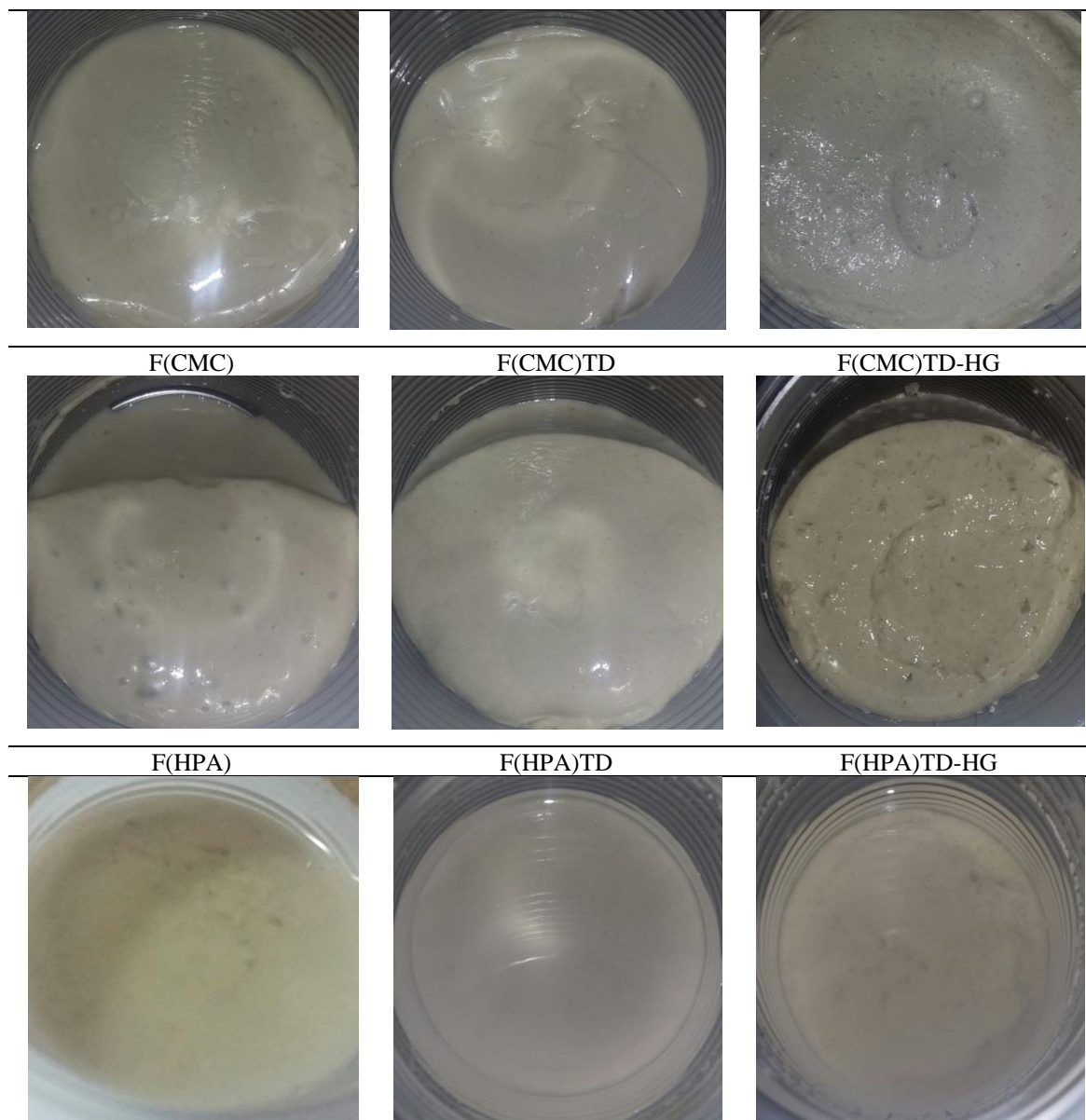
Fonte: O autor, 2017.

3.2 Preparo dos Fluidos

Três fluidos de base de água, F(X), foram preparados utilizando diferentes biopolímeros (goma-xantana, carboximetilcelulose e hidroxipropilamido) e a bentonita, como adensante. A estes fluidos à base de água foram adicionados terra de diatomácea, sendo preparados os fluidos F(X)TD e, posteriormente, o hidrogel, para a preparação dos fluidos F(X)TD-HG (Figura 32). Este procedimento e a ordem de adição dos materiais foram realizados de acordo com a formulação da Petrobras (Tabela 8).

Figura 32- Imagens dos fluidos à base água.

| F(GX) | F(GX)TD | F(GX)TD-HG |
|-------|---------|------------|
|-------|---------|------------|



Fonte: O autor, 2017.

Depois de formulados, os fluidos permaneceram em repouso, por 48 horas, com o objetivo de avaliar, se ocorreria a sedimentação dos LCMs em uma parada de circulação do fluido, dentro do reservatório. Os fluidos como biopolímero GX e CMC, em um período de 48 horas, mantiveram uma forma totalmente homogênea. Não foram observados aspectos de sedimentação. Já os fluidos formulados com o biopolímero HPA, notou-se a formação de duas fases.

Os fluidos à base de F(GX) e F(GX)TD apresentaram aspecto sólido e superfície lisa. Os fluidos, apesar de o recipiente ter sido inclinado, não escoaram. No fluido F(GX)TD-HG,

foi observado um pequeno aspecto gel com predominância viscosa, sendo difícil o seu escoamento ao inclinar o recipiente.

Os F(CMC), F(CMC)TD e F(CMC)TD-HG apresentaram característica poucos viscosas e altamente gel. Ao verter o recipiente, os respectivos fluidos escoaram pela parede do recipiente. Os fluidos contendo HG apresentaram uma aparência gelatinosa.

Podemos notar que as interações entre os materiais e as moléculas dos polímeros são muito importantes, afetando significativamente as propriedades de inchamento do hidrogel.

Apenas no fluido, F(CMC)TD-HG, foram observadas o inchamento das partículas de hidrogel. As interações de materiais, principalmente, de plaquetas de argila e polímero dependem da estrutura do polímero, da estrutura do monômero, da distribuição das cargas ao longo da cadeia polimérica (M'BODJ *et al.*, 2004).

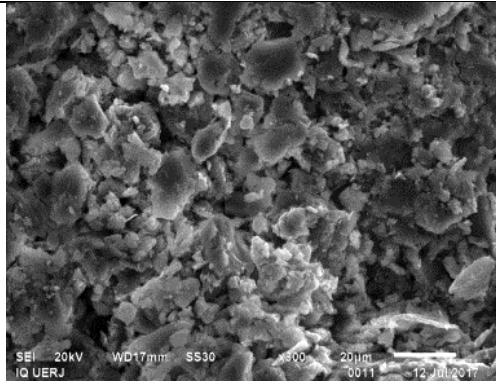
3.2.1 Morfologia dos LCMs e fluidos de perfuração

As imagens morfológica foram realizadas pela parte superior da torta e ampliadas a 800x, em um Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV (Figura 33). A bentonita apresenta partículas aglomeradas, cujos fragmentos revelaram que o material analisado possui tamanhos de partículas irregulares (BOREZEK, 2002). Pode-se observar uma distribuição granulométrica com muitas partículas finas. As micrografias do hidrogel revelaram uma superfície lisa e uniforme. As micrografias da terra de diatomácea revelam que as partículas do TD possuem uma ampla faixa de tamanho e forma laminar.

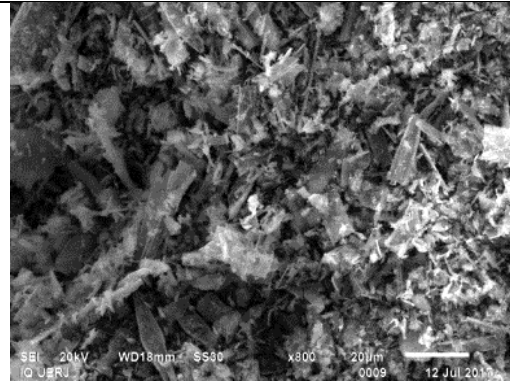
No fluido à base de água F(X) a indicação da presença de BT, ela é rica em plaquetas de quartzo e argila. Plaquetas de quartzo e argila são empilhadas juntas. Na amostra de F(X) há irregularidade na superfície com poucas ondulações, indicando uma ordem do tipo cristalino e empilhamento das folhas do material, devido à presença de montmorilonita.

Ao adicionar TD ao fluido, foram observadas partículas mais soltas e de tamanhos bem variados ao fluido F(X)TD. Parece que a adsorção dos polímeros é alterada, ocorrendo menor interação do material polimérico com o LCMs TD, este fenômeno apresenta a defloculação do fluido F(X)TD. A TD compete com a bentonita, tendo a preferência na adsorção ao polímero. Notou-se a micrografia, tipo uma esponja e bastante porosa.

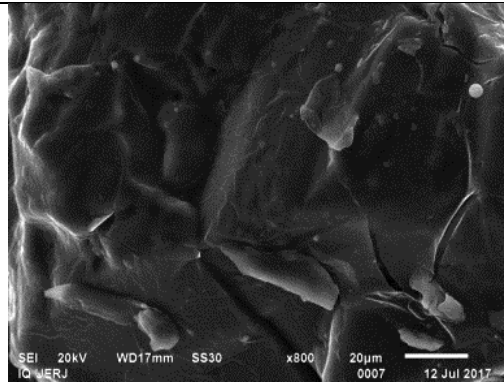
Figura 33- Micrografia obtida dos materiais utilizados na composição do fluido à base água e também dos fluidos base água já preparados.



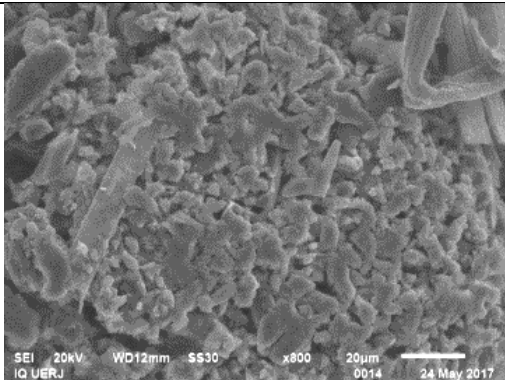
BT - Bentonita



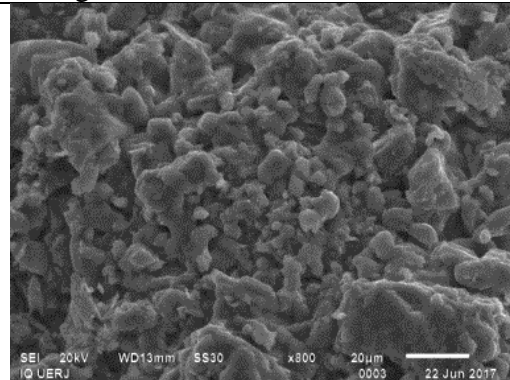
TD - Terra de diatomácea



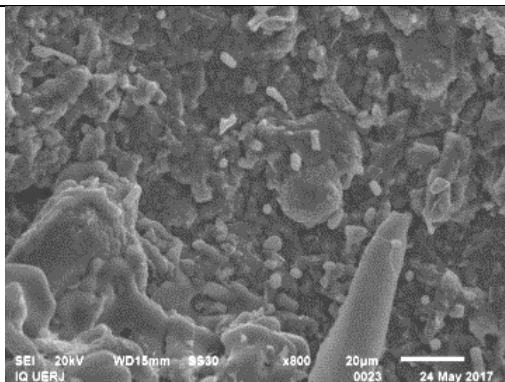
HG - Hidrogel



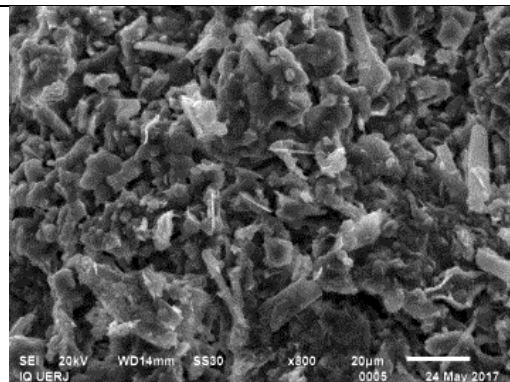
F(GX) – Goma xantana e bentonita



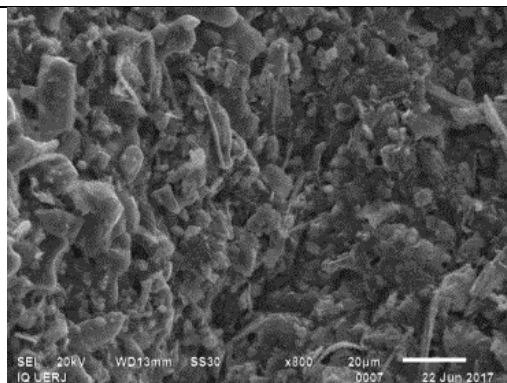
F(CMC)-Carboximetilcelulose e bentonita



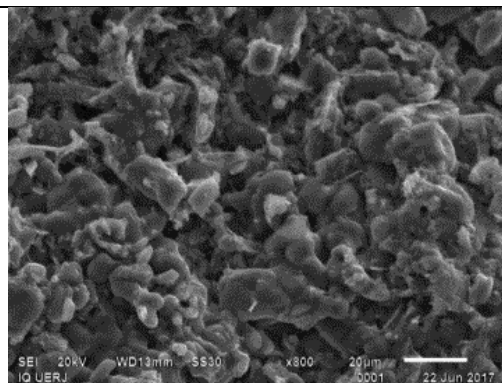
F(HPA)- Hidroxipropilamido e bentonita



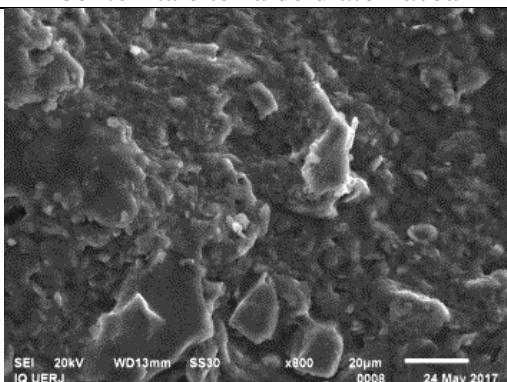
F(GX)TD – Goma xantana, bentonita e terra de diatomácea



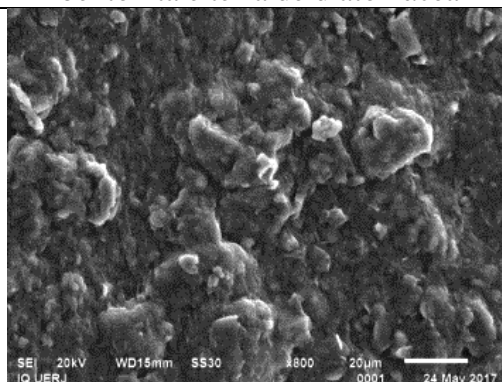
F(CMC)TD-Carboximetilcelulose,
bentonita e terra de diatomácea



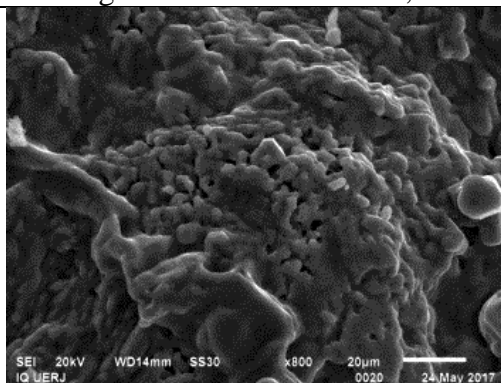
F(HPA)TD-Hidroxiopropilamido,
bentonita e terra de diatomácea



F(GX)TD-HG - Goma xantana, bentonita,
terra de diatomácea e hidrogel



F(CMC)TD-HG-Carboximetilcelulose,
bentonita, terra de diatomácea e hidrogel



F(HPA)TD-HG-Hidroxiopropilamido, bentonita, terra de diatomácea e hidrogel

Fonte: O autor, 2017.

Notou-se uma textura mais homogênea e a formação de bastante aglomerados para os fluidos F(X)TD-HG, e um princípio de floculação e reticulação dos fluidos (GREGORY & BARANY, 2011). O fluido, F(CMC)TD-HG foi observado pelo MEV um um sinergismo, algumas grandes partículas puderam ser vistas e uma superfície bem lisa foi formada, o que, possivelmente, favorecerá a perda de filtrado. O sinergismo entre polímero e os demais componentes dos fluidos possibilitam novas funcionalidades, reduzem a quantidade de material e os custos (DARLEY, 1981).

3.3 Caracterização dos fluidos de perfuração

3.3.1 Densidade dos fluidos

Todas as suspensões apresentaram densidade próxima ao valor de referência ($1,14\text{g/cm}^3$) com um desvio padrão de 0,01%.

O fluido base F(X) foi preparado com uma densidade próximo de $1,10\text{ g/cm}^3$ levando em consideração o hidrogel que seria inserido por último a suspensão.

Na adição de TD, a densidade manteve-se praticamente constante, por ser um material de baixíssima densidade, diâmetro médio de partículas pequenas e por apresentar apenas sílica em sua composição, não foram observadas alterações significativas a esses fluidos na presença de TD (GOULART *et al.* 2011). Ao adicionar o hidrogel, elevou-se a densidade do fluido, densidade tal dentro da faixa de, aproximadamente, $1,14\text{ g/cm}^3$ permitida para a função esperada do fluido.

3.3.2 Tamanho de partículas das suspensões avaliadas por Malvern

É de grande relevância, para o desenvolvimento do fluido, que ele apresente uma ampla faixa de distribuição granulométrica. Segundo Waldmann *et al.* (2012), a ampla faixa de distribuição granulométrica de materiais presentes, no fluido de perfuração, empacota melhor o meio poroso, tornando – o menos permeável e poroso. Na Tabela 19 são apresentados os resultados de tamanho de partículas dos fluidos preparados. Ao adicionar bentonita à suspensão biopolimérica e assim formar os fluidos base-água F(GX), F(CMC) e F(HPA), notou-se que o F(GX), um biopolímero reticulado, apresentou o menor diâmetro médio de partículas, enquanto F(CMC) e F(HPA) o maior. Provavelmente, nas suspensões formuladas CMC e HPA, a estrutura linear destes polímeros facilitou a adsorção da bentonita em um mecanismo de ponte (Gregory & Barany, 2011), dando origem a partículas de maior tamanho (STARODOUBTSEV *et al.*, 2000). Zhang (2013) estudou o impacto da estrutura de biopolímeros (um linear e o outro ramificado) sobre a taxa de floculação de suspensão da bentonita. Segundo o autor, a suspensão do biopolímero ramificado, com a bentonita, possuiu menor turbidez do quando comparado à suspensão com o biopolímero linear, sendo o biopolímero carregado positivamente (ramificado) mais eficiente para a floculação da argila. Por outro lado, o tamanho de partículas suspensas foi maior no biopolímero linear, sugerindo que a ramificação foi capaz de adsorver partículas menores de argila.

Tabela 19- Caracterização granulométrica dos fluidos à base de água.

| Fluido | D10* | D50* | D90* |
|------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| Base água | (μm) | (μm) | (μm) |
| F(GX) | 80,54 | 175,00 | 259,19 |
| F(CMC) | 84,12 | 287,81 | 397,25 |
| F(HPA) | 79,18 | 213,33 | 346,97 |
| F(GX)TD | 27,67 | 116,77 | 210,57 |
| F(CMC)TD | 30,43 | 128,19 | 211,11 |
| F(HPA)TD | 42,10 | 152,51 | 255,37 |
| F(GX)TD-HG | 58,23 | 298,68 | 339,04 |
| F(CMC)TD-HG | 65,4 | 351,25 | 481,18 |
| F(HPA)TD-HG | 99,57 | 320,13 | 371,07 |

Legenda: *D₁₀, D₅₀, D₉₀, é o diâmetro máximo apresentado por 10%, 50% e 90% das partículas em μm .

Fonte: O autor, 2017.

O F(CMC) foi o fluido que apresentou maior faixa de distribuição granulométrica (313 μm), seguido do F(GX) que foi 279 μm . A faixa de distribuição granulométrica (D_p) do fluido F(HPA), foi muito menor, em torno de 267 μm . O tamanho de partículas diminuiu, significativamente, quando foi inserido TD aos fluidos base água. Provavelmente, a presença da TD causou defloculação da bentonita. Este resultado não é satisfatório, o desempilhamento das lamelas de bentonita deixam suas cargas expostas mais reativas com outras cargas, e isso é um fator que compromete a segurança da perfuração. Segundo Kelessidis *et al.* (2007), a delaminação da argila aumenta a perda de fluido de perfuração em formações sub-superficiais. Não foi observada uma variação na distribuição granulométrica dos fluidos na presença de TD.

Para os fluidos, F(GX)TD-HG; F(CMC)TD-HG e F(HPA)TD-HG, notou-se um aumento no tamanho da partícula, quando foi adicionado hidrogel. O diâmetro máximo apresentado por 90% das partículas (D_{90}), mostrou-se maior quando comparado os fluidos já discutidos. Com isso, foi possível observar que a defloculação apresentada pela bentonita, não impediu o entumescimento do hidrogel. Baseado na faixa de tamanho de partícula, o fluido F(CMC)TD-HG apresentou a maior faixa de distribuição granulométrica (416 μm), seguido do F(GX)TD-HG (281 μm). O F(HPA)TD-HG apresentou faixa de distribuição de partículas próximo ao fluido F(HPA) que foi 272 μm . Notou-se que os resultados corroboraram com as imagens do MEV (item 5.2.1); na presença do biopolímero GX não foi observado um inchamento significativo do hidrogel.

Segundo Waldmann (2008), a mistura de diferentes agentes LCMs, no fluido, pode gerar uma ampla faixa de distribuição granulométrica capaz de preencher todos os poros do poço e, conseqüentemente, evitar a invasão do fluido de perfuração na rocha, durante a etapa de filtração. A mistura de diferentes LCMs poderá produzir também um material que apresente partículas finas capazes de selar as rochas e fraturas, evitando as perdas de circulação (WHITFILL, 2008; VAN OORT *et al.*, 2007; NAYBERG & PETTY 1987). No entanto, distribuição de tamanho inadequado de mistura de partículas poderia resultar em um fluido com baixo desempenho, para selamento das fraturas e formação de torta na filtração (WHITE, 1956).

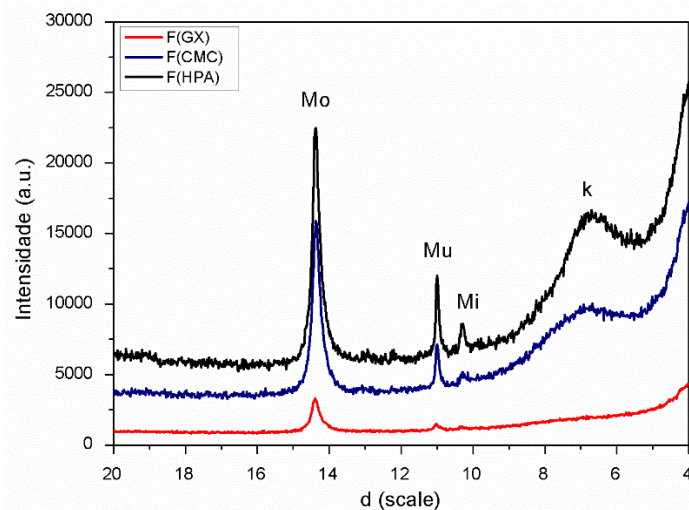
3.3.3 Análise de Difração de Raios -X (DRX)

A análise de DRX (Figura 34) dos fluidos F(X) apresentou o pico de difração da argila montmorilonita para o fluido F(GX) em $d=14,39(2\Theta=6,1)$, para o fluido F(CMC) em $d=14,37(2\Theta= 6,0)$ e para o fluido F(HPA) em $d=14,37(2\Theta= 6,0)$, indicando que esta argila não defloculou nem ocorreu a entrada do biopolímero em sua intercamada. Além do pico da montmorilonita, foram observados também os picos da caulinita em $d = 6,8$.

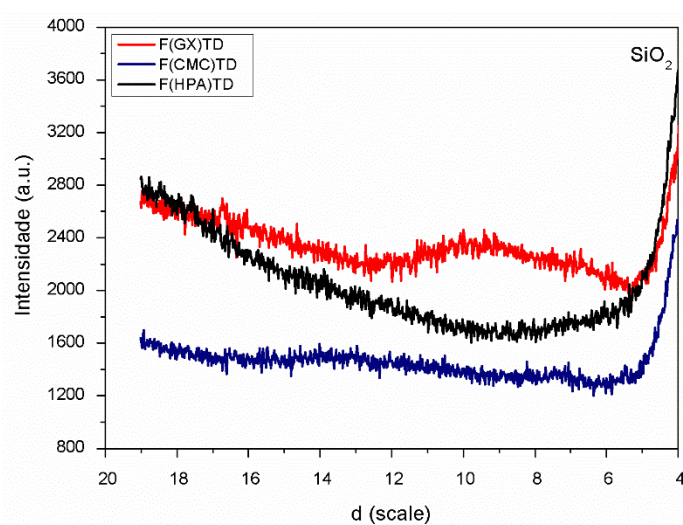
A presença da terra de diatomácea, TD, alterou completamente a cristalinidade da BT (Figura 34b). Pode ser observado que o pico associado ao plano (001) da argila desapareceu, o que sugere que a argila foi totalmente defloculada. Foi observada apenas a presença de silício da terra de diatomácea. Estes resultados corroboraram com os resultados de tamanho de partículas obtido no *Malvern*, ou seja, TD provocou a defloculação da argila, o que pode ter contribuído para a formação de um fluido com partículas bem finas.

Ao adicionar HG ao fluido (Figura 34c), notou-se, novamente, a presença do pico d001 da montmorilonita: para o fluido F(GX)TD-HG em $d=14,41(2\Theta=6,2)$, para o fluido F(CMC)TD-HG em $d=14,35(2\Theta= 6,0)$ e para o fluido F(HPA)TD-HG em $d=14,39(2\Theta= 6,1)$ o que sugere que a argila não foi defloculada e que os biopolímeros e o HG estão adsorvidos. Com os resultados, d001, podemos concluir que o biopolímero não penetrou nas lamelas da bentonita, provavelmente, foi o biopolímero recobriu a partícula de bentonita, formando agregados.

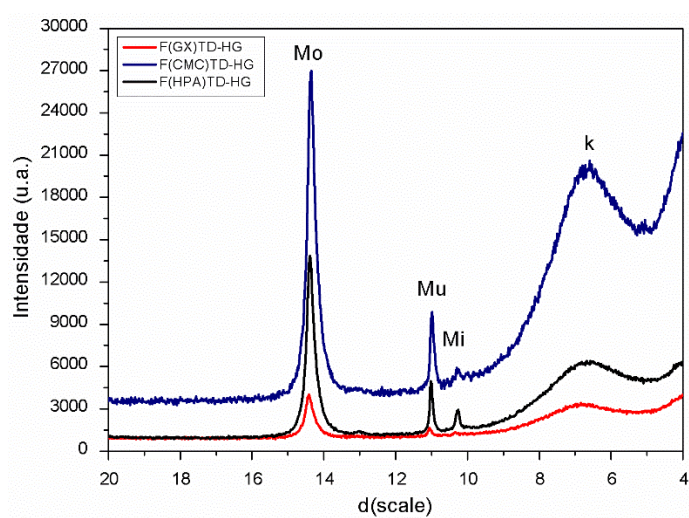
Figura 34- Difratoograma do fluido de base de água (a) F(X), (b) F(X)TD e (c) F(X)TD-HG.



(a)



(b)



(c)

Legenda: (a) F(X): Mo- montmoriolita; Mu- muscovita; Mi- mica; k caulinita. (b) F(X)TD: SiO₂- Óxido de Silício.

(c) F(X)TD-HG: Mo- montmoriolita; Mu- muscovita; Mi- mica; k caulinita.

Fonte: O autor, 2017.

3.3.4 Efeito das cargas caracterizado pelo potencial zeta (ζ -potencial)

O potencial zeta é definido como a diferença de potencial eletrostático entre o meio de dispersão e a fase estacionária de íons e moléculas ligadas à partícula dispersa. O potencial zeta foi introduzido como um parâmetro que descreve o potencial elétrico na camada interfacial sólido / líquido de um material, em solução aquosa, sendo um indicador importante e útil de cargas superficiais (DINGER, 2006).

A interação entre o sólido e o polímero é complexa (NASCIMENTO, 2015). Por este motivo, essas suspensões foram estudadas, detalhadamente, pelas curvas de potencial zeta (ζ -potencial), em função do potencial hidrogeniônico (pH). As medições foram feitas variando o pH de 1 de 12.

- Potencial zeta dos componentes do fluido de perfuração

A Figura 35 mostra os resultados de medição do potencial zeta dos materiais utilizados, na formulação do fluido de perfuração. Em toda a faixa de pH analisado, a TD encontrou-se carregada positivamente. Foi observado o ponto isoelétrico para a bentonita em $\text{pH} \approx 2,3$; a partir deste pH, o potencial foi diminuindo. Notaram-se valores de potencial zeta bem próximos para a bentonita e terra de diatomácea acima de $\text{pH} = 6$. O potencial zeta do Hidrogel apresentou cargas carregadas, positivamente, e, na gama de pH menor, manteve-se quase constante, foi observado um aumento do potencial zeta a partir de $\text{pH} = 6$. O polímero CMC, apresenta potencial zeta, significativamente negativo depois do pH 2,5 devido suas características de polieletrólito aniônico, enquanto que o ζ -potencial perto de zero foi descrito em pH próximo de 2.

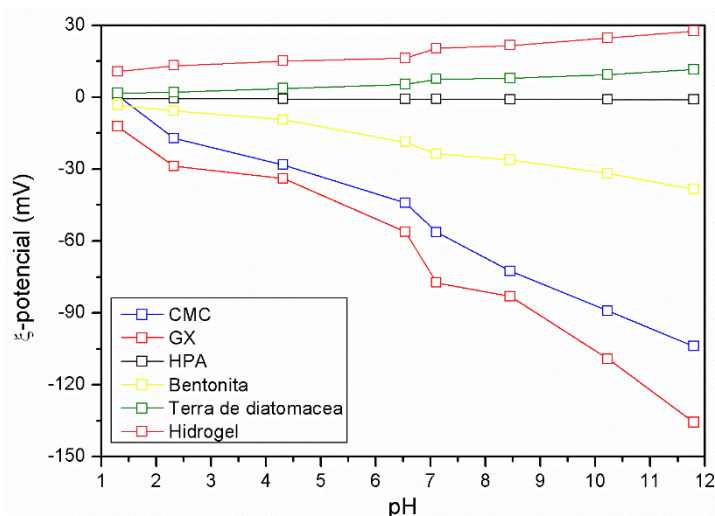
A goma xantana apresentou seus valores em módulo de ζ -potencial carregado, negativamente, em toda a faixa de pH analisado. Em contraste, as amostras de CMC e GX, o polímero HPA apresentou um caráter levemente aniônico, seus valores de ζ -potencial ficaram em torno de -0,3 a -0,9 ao longo da faixa de pH analisado.

O elevado grau de negatividade do ζ -potencial, em condições alcalinas, é devido à ionização aumentada dos grupos carboxila dos biopolímeros GX e CMC (TIMILSENA *et al.*, 2016).

Segundo Dinger (2006), a natureza e as forças atrativas e repulsivas são em função do tamanho das partículas, das áreas superficiais, da composição da mistura, e da magnitude das cargas eletrostáticas superficiais de ambos os tipos de partículas. Os biopolímeros GX e CMC apresentam, em sua estrutura química, grupos ácidos carboxílicos e hidroxila, enquanto o HPA apresenta apenas grupo hidroxila. O HG possui grupos ácidos e grupo amida. A força ácida do

grupo carboxila ($pK=4,5$) é muito maior que a hidroxila ($pK=18,0$), assim, no pH estudado, o grupo hidroxila sempre estará não ionizado. A bentonita possui cargas negativas em pH neutro ou básico. Dessa forma, para anular as cargas eletrostáticas na suspensão é necessária a adição de grandes quantidades de H^+ , para interagir com as cargas negativas dos carboxilatos e da argila, (NASCIMENTO, 2015).

Figura 35- O potencial zeta dos materiais que compõe o fluido de perfuração como uma função do pH.



Fonte: O autor, 2017.

- Potencial zeta dos fluidos de perfuração

As propriedades de cargas exercem grande influencia na eficiência de floculação de fluidos de perfuração, portanto o potencial zeta dos fluidos de perfuração foi avaliado (Tabela 21).

Os valores de ζ -potencial para a maioria dos fluidos apresentaram o comportamento de um polieletrólito carregado negativamente em todas as faixas pH estudadas (Tabela 20). A magnitude da carga negativa começou a diminuir à medida que o pH foi reduzido, porém não foi observado o ponto isoelétrico (IP), exceto para o F(CMC)TD-HG.

O ζ -potencial dos fluidos F(CMC) e F(HPA) é negativo e entre 0 a -10 mV, no intervalo de pH 1 a 4, sugerindo a floculação do fluido. Acima dessa faixa de pH, o fluido começa a deflocular, porém o valor do ζ -potencial indica uma deflocução parcial do fluido. Segundo Koksall *et al.* (1990) a floculação completa da bentonita ocorre em baixo pH.

No ζ -potencial do fluido, F(GX), encontra-se a flocular, no intervalo de pH 1 a 2; acima desta faixa de pH, o valor de ζ -potencial indica uma deflocução parcial do fluido. Estes resultados estão de acordo com os resultados de DRX (Figura 34a), onde foi observado o pico

cristalino da argila em pH próximo de 9 (STARODOUBTSEV *et al.*, 2000). O resultado do *Malvern* (Tabela 19) corrobora com estes resultados, já que os fluidos F(CMC) e F(HPA) apresentaram maior faixa de distribuição granulométrica - Dp (Dp 256,39 e 213,16 μm , respectivamente), ou seja, estão mais floculados quando comparados ao fluido F(GX) – Dp 204,91 μm . Segundo García-Ochoa *et al.* (2000), a floculação é atribuída à interação ou ao emaranhamento intermolecular, aumentando as dimensões efetivas das macromoléculas.

Tabela 20- Medidas de potencial zeta.

| Fluido | F(GX) | | | | F(GX)TD | | | | F(GX)TD-HG | | | |
|-------------------------|--------|------|-------|--------------|----------|-------|-------|--------------|-------------|------|-------|--------------|
| pH (25 ⁰ C) | 1,3 | 3,2 | 5,8 | 8,5* | 1,2 | 3,3 | 6,1 | 8,6* | 1 | 3 | 5,9 | 8,9* |
| ζ -potencial (mV) | -6,4 | -15 | -22,3 | -32,9 | -55 | -68,5 | -84,9 | -99,1 | -3,1 | -10 | -18,6 | -26,4 |
| D/F | F | D/F | D/F | D/F | D/F | D | D | D | F | F | D/F | D/F |
| Fluido | F(CMC) | | | | F(CMC)TD | | | | F(CMC)TD-HG | | | |
| pH (25 ⁰ C) | 1,3 | 3,5 | 6,5 | 8,4* | 1,5 | 3,6 | 6,8 | 8,2* | 1,4 | 3,2 | 6,2 | 8,7* |
| ζ -potencial (mV) | -2,2 | -8,8 | -16,1 | -25,3 | -43 | -81,7 | -88,3 | -98,9 | 1,7 | -6,2 | -11,8 | -14,6 |
| D/F | F | F | D/F | D/F | D/F | D | D | D | F | F | F | D/F |
| Fluido | F(HPA) | | | | F(HPA)TD | | | | F(HPA)TD-HG | | | |
| pH (25 ⁰ C) | 1,2 | 3,6 | 6,4 | 8,2* | 1,5 | 3,3 | 6,7 | 8,1* | 1,2 | 3,3 | 6,3 | 8,5* |
| ζ -potencial (mV) | -2,5 | -5,9 | -12,3 | -16,3 | -40 | -48,5 | -63 | -75,7 | -0,4 | -0,6 | -1,44 | -1,9 |
| D/F | F | F | D/F | D/F | D/F | D/F | D | D | F | F | F | F |

Legenda: *pH no qual o fluido não provoca a corrosão dos equipamentos; D: suspensão defloculadas que apresentam potencial zeta a partir de ± 60 mV até ± 100 mV; F: Suspensão floculada ocorre quando potencial zeta entre + 10 mV e - 10 mV (ZETASIZER, 2007). D/F: suspensão parcialmente defloculada.

Fonte: O autor, 2017.

Na presença da terra de diatomácea observou-se um aumento (negativo) significativo no ζ -potencial, permanecendo negativo em toda a faixa de pH. No fluido base água F(X)TD apareceu uma suspensão altamente defloculadas. O resultado do *Marlven* mostrou que este fluido apresentou tamanho muito pequeno de partículas. Além disso, de acordo com o observado pelo DRX, os fluidos F(X)TD não mostraram o pico da argila, indicando que em pH= 9, a argila encontrava-se totalmente defloculada. Segundo Delgado, Gonzalez-Caballero & Bruque (1986) se todas as partículas em suspensão possuírem um grande ζ -potencial, positivo ou negativo, estas vão ter a tendência de repelirem umas as outras e não terão a tendência de flocular.

Para o fluido F(GX)TD-HG, o ζ -potencial diminuiu negativamente tornando-o mais estável. No caso do fluido F(CMC)TD-HG em pH ≈ 1 , foi observado um valor de ζ -potencial positivo, momento em que, provavelmente, ocorreu a protonação de todas as cargas negativas.

Entretanto, notou-se uma instabilidade deste mesmo fluido a uma faixa de pH de 1 a 6. Já em $\text{pH} \approx 9$, apresentou um potencial zeta próximo de $-14,6 \text{ mV}$, podendo-se inferir que este fluido (F(CMC)TD-HG), foi marginalmente flocculado (Tabela 20). A completa flocculação e instabilidade foi observada para o fluido F(HPA)TD-HG, visto que seus resultados de potencial zeta estavam na faixa de $-0,4$ à $-1,95 \text{ mV}$. O que, provavelmente, indica que houve maior interação sólido/polímero na suspensão de modo a anular mais as cargas eletrostáticas das partículas no meio, resultando em ζ -potencial menor (WAKEMAN, 2007). Mesmo ocorrendo uma completa flocculação, o fluido F(HPA)TD-HG apresentou menor polidispersão, provavelmente pelo biopolímero HPA possuir cadeia menor, quando comparado aos demais biopolímeros. Em geral, o fluido F(GX)TD-HG, F(CMC)TD-HG e F(HPA)TD-HG foram mais flocculados, quando comparados aos F(GX), F(CMC) e F(HPA).

O aumento negativo do ζ -potencial promoveu o reforço da barreira eletrostática repulsiva, resultando uma diminuição das forças de atração, entre as partículas, e diminuição das interações entre as partículas na suspensão e, conseqüentemente, a resistência ao fluxo diminuiu (SOMASUNDARAN *et al.*, 2005). Ao diminuir o valor absoluto do ζ -potencial também foi indicado que as moléculas dos polímeros adsorveram na superfície das partículas e a viscosidade do fluido foi aumentada. Com a diminuição do potencial zeta (em módulo) em pHs mais baixos, as suspensões tendem a apresentar maiores viscosidades, pois, as partículas em suspensão interagem melhor, em consequência da diminuição da barreira eletrostática repulsiva com o decaimento do ζ -potencial (GARCIA *et al.*, 2003).

A presença do polímero HG nos fluidos, ao longo de toda faixa de pH, produz uma maior instabilidade eletrostática (ζ -potencial é igual zero ou próximo de zero). A flocculação foi mais acentuada para os fluidos com a presença de biopolímeros lineares. No fluido composto por biopolímero reticulado (GX), as suspensões foram altamente defloculadas.

Segundo Wakeman (2007), a força repulsiva líquida aumenta com o aumento do potencial ζ .

3.3.5 Análise termogravimétrica (TGA)

A degradação térmica de um polímero constitui um dos principais fatores responsáveis pela perda das propriedades físico-químicas dos fluidos e é, fortemente, influenciada pelas altas temperaturas. Em outras palavras, se a energia térmica é maior que a energia de uma ligação, provavelmente, ocorrerá à quebra das cadeias poliméricas e a formação de macro-radicais, implicando, assim, a redução da massa molar e da viscosidade (BACKFOLK *et al.*, 2002).

Segundo Alaskari *et al.* (2007), um motivo de crescente perda de fluido para a formação é a temperatura muito elevada que provoca a degradação térmica do polímero.

Observam-se, na Figura 36, que os fluidos F(X)TD-HG apresentaram diferentes estágios de perda de massa.

Nas três curvas de TGA (Figura 36) são observadas a perda gradativa de massa desde a temperatura de 50°C até 200°C para os fluidos F(CMC)TD-HG (T_{onset} 144°C) e F(HPA)TD-HG (T_{onset} 136°C) e de até 250°C para o fluido F(GX)TD-HG (T_{onset} 159°C), o que indica a presença água superficial ou água nos fluidos de perfuração. Os fluidos derivados de biopolímeros reticulados apresentaram T_{onset} em temperatura > (maior).

O fluido F(GX)TD-HG (Figura 36a) mostrou o terceiro estágio de degradação, correspondente ao estágio de perda de massa relacionado à degradação da cadeia polimérica. Na faixa de temperatura de 305 a 500°C, refere-se ao estágio que condiz com a degradação dos possíveis compostos como o piruvato, o acetato e a glucose (41,51% e 1,249mg).

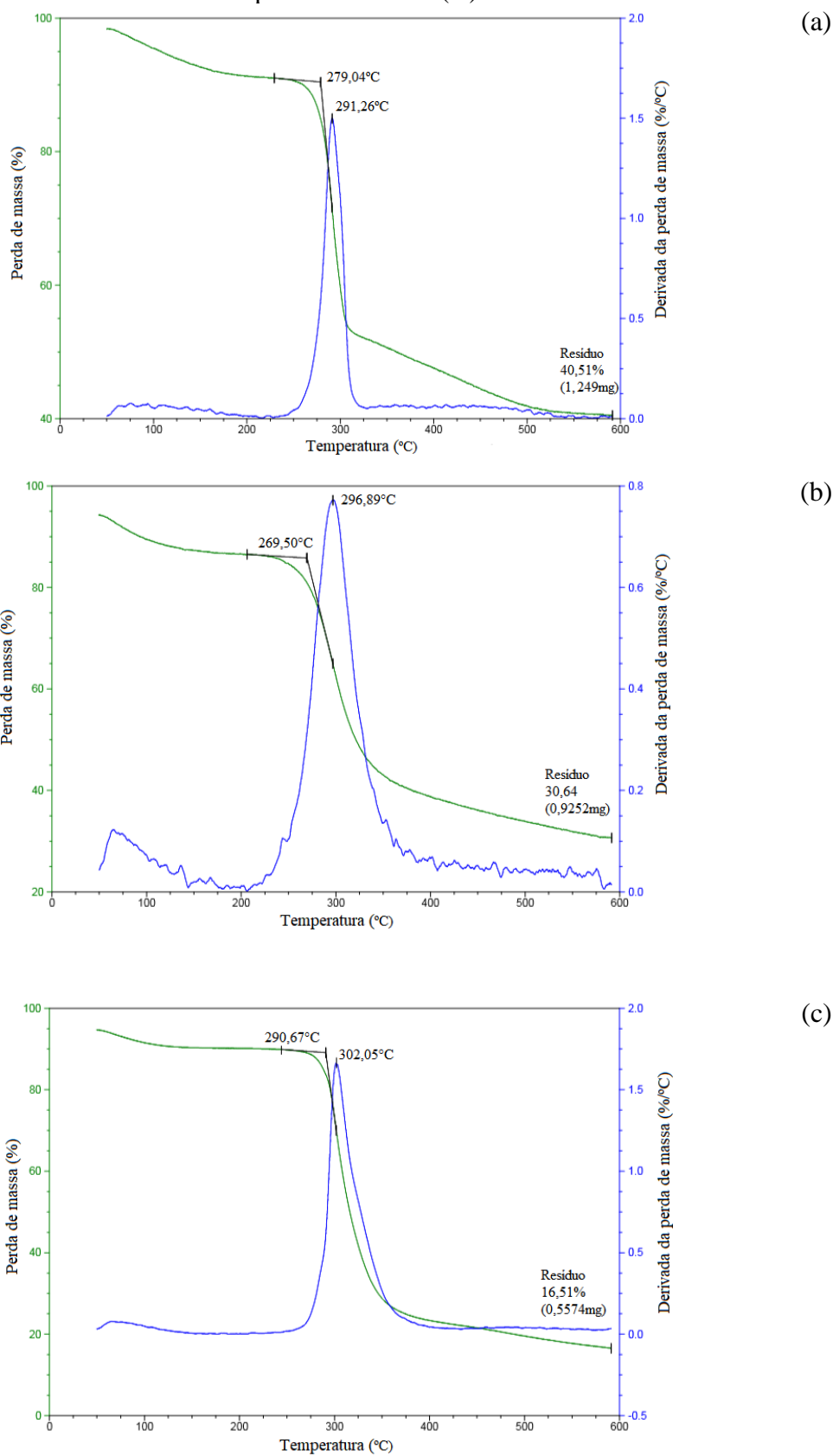
O segundo estágio de perda de massa, refere-se à temperatura (225 a 375°C), na qual a velocidade de degradação deste estágio é máxima e correspondeu ao $T_{\text{máx}} \approx 297^\circ\text{C}$. Na faixa de temperatura de 355 a 600°C, refere-se ao terceiro estágio de perda de massa, que condiz com a degradação dos grupos hidroxila e carboxila (30,64% e 0,925mg).

A Figura 36c apresentou o segundo estágio de perda de massa, refere-se à temperatura 290 até 375°C, que correspondeu a velocidade de degradação deste estágio é máxima e correspondeu ao $T_{\text{máx}} \approx 302^\circ\text{C}$. O terceiro estágio de perda de massa, na faixa de temperatura de 355 a 600°C, relacionado à degradação da cadeia polimérica de HPA, sendo resíduo de 16,51% e 0,5574mg.

O fluido com o biopolímero GX apresentou boa estabilidade térmica, sendo a menor estabilidade observada para o fluido com biopolímero HPA.

O fluido com o polímero GX apresentou maior quantidade de resíduo, devido à elevada presença de íons Na^+ em sua estrutura, tais íons podem formar diferentes compostos inorgânicos, durante o processo de degradação.

Figura 36- Curvas de TG e DTG para os fluidos F(X)TD-HG.



Fonte: O autor, 2017.

3.4 Propriedades reológicas dos fluidos

3.4.1 Tensão de cisalhamento versus taxa de deformação

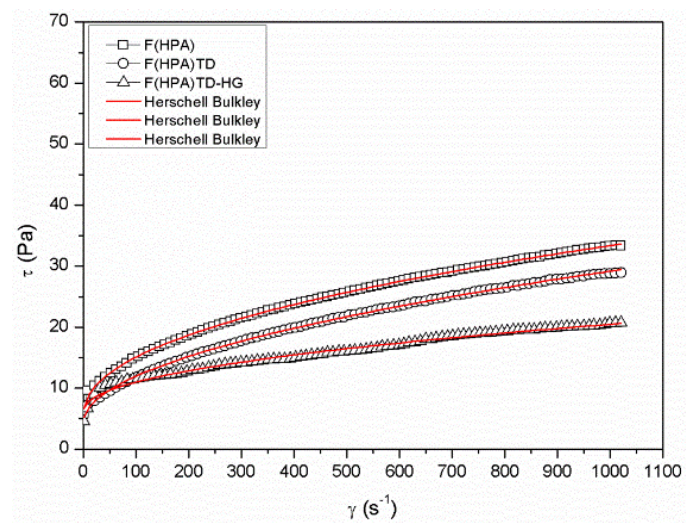
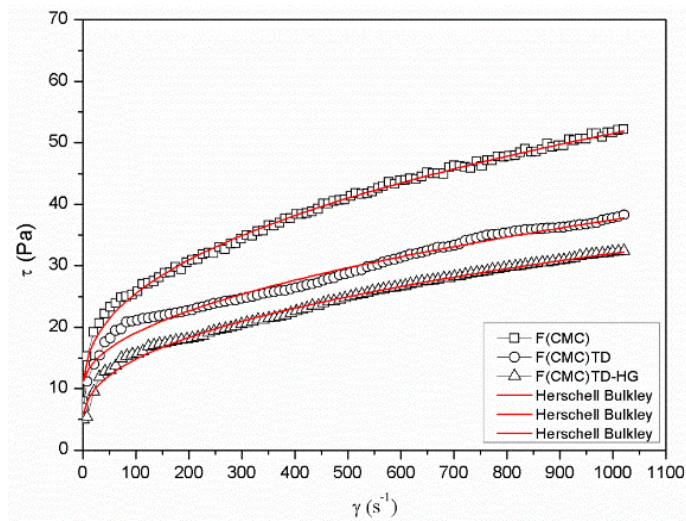
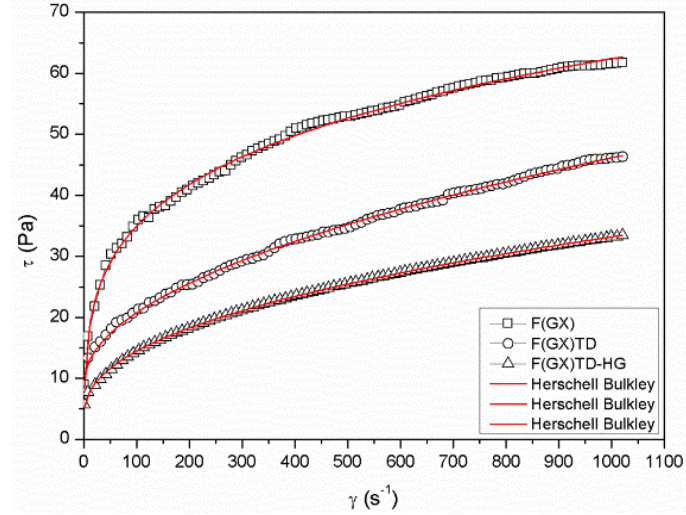
A Figura 37 mostra o resultado da tensão crítica inicial (τ_0) obtidos, quando aplicadas taxa de deformação a um $\text{pH} \approx 9$, para todos os fluidos estudados. Notou-se, nos reogramas de tensão de cisalhamento, que os fluidos não partem da origem dos eixos, mostrando que a suspensão preparada apresenta resistência ao fluxo inicial, ou seja, limite de escoamento diferente de zero. Esse comportamento pode ser explicado em função das forças interpartículas e/ou intermoleculares fortes, formadas nas dispersões (ERGE *et al.*, 2015). A tensão de cisalhamento é maior para os fluidos F(X), provavelmente, devido ao inchamento da argila. Nas taxas de cisalhamento acima de $900 \text{ (s}^{-1}\text{)}$, a tensão de cisalhamento tende a ser constante para os fluidos à base de HPA. Isto ocorre, possivelmente, pela orientação das macromoléculas (RAMOS-TEJADA *et al.*, 2001). Biopolímeros lineares serão mais facilmente alinhados que os reticulados e, conseqüentemente, serão menos resistentes ao escoamento. Observou-se que os fluidos constituídos de GX, um biopolímero reticulado, foram os que apresentaram maior resistência ao escoamento, comparados aos fluidos obtidos com biopolímeros lineares - CMC e HPA (EREN *et al.*, 2015).

Para os fluidos com GX, a tensão inicial, τ_0 , foi de 2,57 Pa ($\pm 0,10$), 1,65 Pa ($\pm 0,10$) e 1,22 ($\pm 0,11$) Pa para F(GX), F(GX)TD e F(GX)TD-HG, respectivamente (Figura 37a). Foi observada uma diminuição de τ_0 quando foi inserido TD e HG, como material LCMs. O fluido F(GX)TD, por estar totalmente defloculado, conforme resultado mostrado pelo potencial zeta (Tabela 21) deveria apresentar um maior τ_0 , quando comparado aos demais fluidos. Pôde-se deduzir que o inchamento da argila foi que provocou maior resistência do fluido escoar (AU & LEONG, 2013). No entanto, a adição de TD, provavelmente, cessa seu inchamento e / ou até mesmo compete com a bentonita na adsorção do polímero, diminuindo o τ_0 . Por outro lado, a adição do HG a este fluido, F(GX)TD, acarretou uma parcial floculação, tornando o fluido com menos partículas suspensas e assim um menor τ_0 é observado.

Para os fluidos F(CMC), a tensão inicial foi de 2,38 Pa ($\pm 0,11$), $\tau_0 = 1,64$ Pa ($\pm 0,13$) e $\tau_0 = 1,19$ Pa ($\pm 0,10$), F(CMC), F(CMC)TD e F(CMC)TD-HG, respectivamente, (Figura 37b). Observou-se o mesmo fenômeno apresentado para os fluidos com o biopolímero GX, ou seja, uma diminuição de τ_0 quando foram adicionados os LCMs. Entretanto, a adição do HG, no fluido F(CMC)TD, acarretou em fluido com uma tensão de cisalhamento próxima ao fluido

F(GX)TD-HG. A presença do HG ao fluido contendo o biopolímero reticulado, GX, facilitou a orientação das cadeias da macromolécula (KEFI *et al.*, 2010).

Figura 37- As propriedades reológicas dos fluidos de perfuração com a taxa de deformação.



Fonte: O autor, 2017.

Os fluidos formulados com o biopolímero HPA, o τ_0 foram de 2,12 Pa ($\pm 0,10$), $\tau_0=1,53$ Pa ($\pm 0,12$) e $\tau_0= 1,04$ Pa ($\pm 0,15$) para os fluidos F(HPA), F(HPA)TD e F(HPA)TD-HG, respectivamente, (Figura 37c).

Os fluidos à base de HPA apresentaram menor τ_0 , provavelmente, a floclulação dos materiais presentes ao fluido contribuiu para o escoamento comparado aos demais biopolímeros (GARCÍA-OCHOA *et al.*, 2000). Nota-se que o comportamento foi o mesmo para os fluidos preparados com os outros biopolímeros, ou seja, a diminuição de τ_0 com a adição do material LCMs, embora os valores de tensão *versus* taxa de deformação fossem menores. O tamanho de partícula é um fator importante, na predição da resposta do material à deformação, uma vez que as interações de partículas com o polímero podem ser bastante diferentes (SCHMIDT, SHAH & GIANNELIS, 2002). Maior tensão cisalhante do fluido permite atuar como controlador ou auxiliar na diminuição da perda de fluido para a formação, além de melhorar as suas propriedades viscosas (MACHADO, 2002).

3.4.2 Modelo reológico

Os valores de índice de consistência (k) e índice de comportamento (n) ajustado e o coeficiente de correlação (R^2) estão listados na Tabela 22. Notou-se que o índice de comportamento do fluxo apresentou grandes variações a presença dos LCMs. Este índice indicou o quanto o comportamento de fluxo do fluido se afastou do comportamento Newtoniano. Os fluidos com valores próximos à unidade apresentaram comportamento próximo de um fluido Newtoniano. Como o valor obtido se encontra bem afastado da unidade, é chamado fluido não-Newtoniano.

Os valores de coeficiente de correlação- R^2 (Tabela 21) mostraram que todos os fluidos estudados obedeceram ao modelo de *Herschell-Bulkley*, representaram bem as curvas obtidas experimentalmente e apresentaram valores próximos da unidade.

O índice de consistência do fluido k apresentou maior variação em relação tanto à composição polimérica com bentonita quanto ao material particulado TD e HG, sendo bastante sensíveis a esses três parâmetros (τ_0 , k e n). O índice de consistência indica o grau de resistência do fluido ao escoamento: quanto maior o valor de k , maior sua resistência ao escoamento e, portanto, maior a sua viscosidade aparente.

A diminuição do índice de consistência com a adição de HG não era de fato esperado, acredita-se que a geometria (cilindro axial sem ranhuras) utilizada, nos testes reológicos, não é a ideal, para estudar fluidos com LCMs de tamanhos grandes.

Tabela 21- Os parâmetros de *Herschel-Bulkley* ajustados às curvas dos fluidos F(X), F(X)TD e F(X)TD-HG (25 °C).

| Modelo matemático <i>Herschel Bulkley</i> | | | | | | | | | |
|---|------------|------------|------------|------------|------------|-------------|------------|------------|-------------|
| Fluido | F(GX) | F(GX)TD | F(GX)TD-HG | F(CMC) | F(CMC)TD | F(CMC)TD-HG | F(HPA) | F(HPA)TD | F(HPA)TD-HG |
| τ_0 | 2,45 | 1,68 | 1,25 | 2,88 | 1,78 | 1,55 | 2,22 | 1,75 | 1,12 |
| | $\pm 0,04$ | $\pm 0,03$ | $\pm 0,02$ | $\pm 0,04$ | $\pm 0,05$ | $\pm 0,01$ | $\pm 0,02$ | $\pm 0,03$ | $\pm 0,03$ |
| k | 3,52 | 1,11 | 1,38 | 2,49 | 0,93 | 1,22 | 1,11 | 0,69 | 0,56 |
| (Pa s ⁿ) | $\pm 0,02$ | $\pm 0,03$ | $\pm 0,09$ | $\pm 0,04$ | $\pm 0,03$ | $\pm 0,02$ | $\pm 0,03$ | $\pm 0,02$ | $\pm 0,01$ |
| n | 0,22 | 0,51 | 0,43 | 0,41 | 0,49 | 0,43 | 0,47 | 0,52 | 0,47 |
| | $\pm 0,01$ | $\pm 0,01$ | $\pm 0,02$ | $\pm 0,01$ | $\pm 0,01$ | $\pm 0,01$ | $\pm 0,00$ | $\pm 0,00$ | $\pm 0,02$ |
| R^2 | 0,99 | 0,99 | 0,99 | 0,99 | 0,99 | 0,99 | 0,99 | 0,98 | 0,99 |

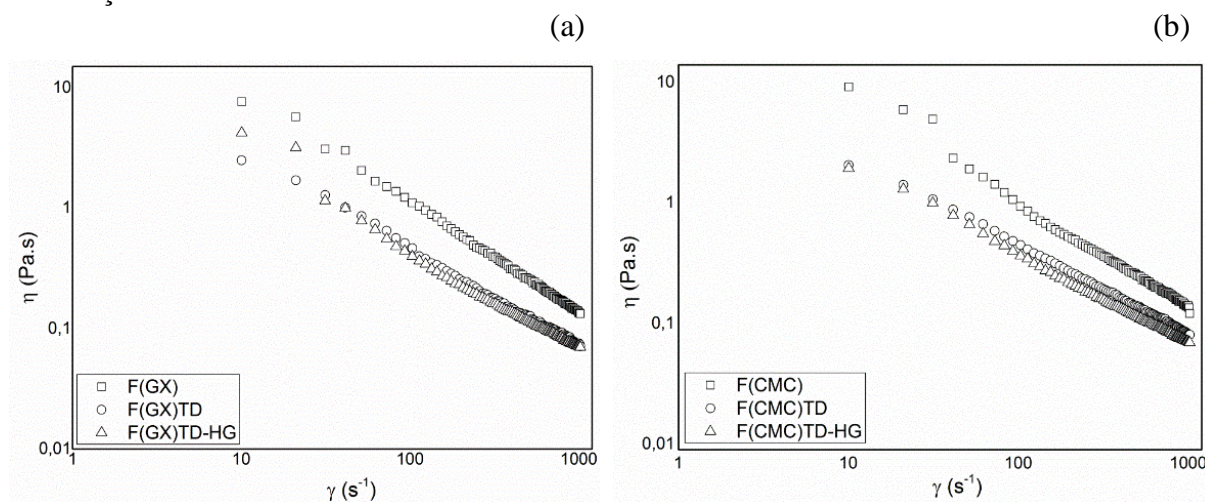
Legenda: (n) índice de comportamento de fluxo; (R^2) coeficiente de correlação; (k) índice de consistência.
Fonte: O autor, 2017.

3.4.3 Viscosidade aparente *versus* taxa de deformação

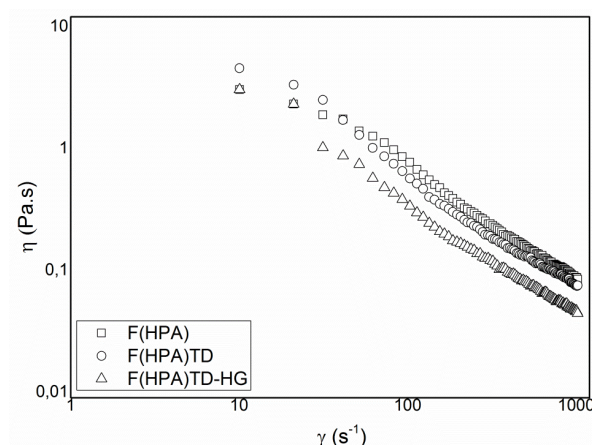
Observou-se na Figura 38, que a viscosidade aparente decresceu com o aumento da taxa de cisalhamento e foi conservada quando foram adicionados os LCMs (TD e HG) aos fluidos-base (ZIAEE *et al.*, 2015; KHALIL & JAN, 2012).

Na Figura 38, pôde-se observar o decrescimento da viscosidade aparente com o aumento da taxa de deformação dos fluidos, nos quais podem ser caracterizados como fluidos com características pseudoplásticas (LIVESCU, 2012). Estes resultados corroboram os obtidos para os valores de n (Tabela 22), onde $n < 1$ (NWOSU & EWULONU, 2014).

Figura 38- As propriedades reológicas dos fluidos de perfuração viscosidade *versus* taxa de deformação.



(c)



Fonte: O autor, 2017.

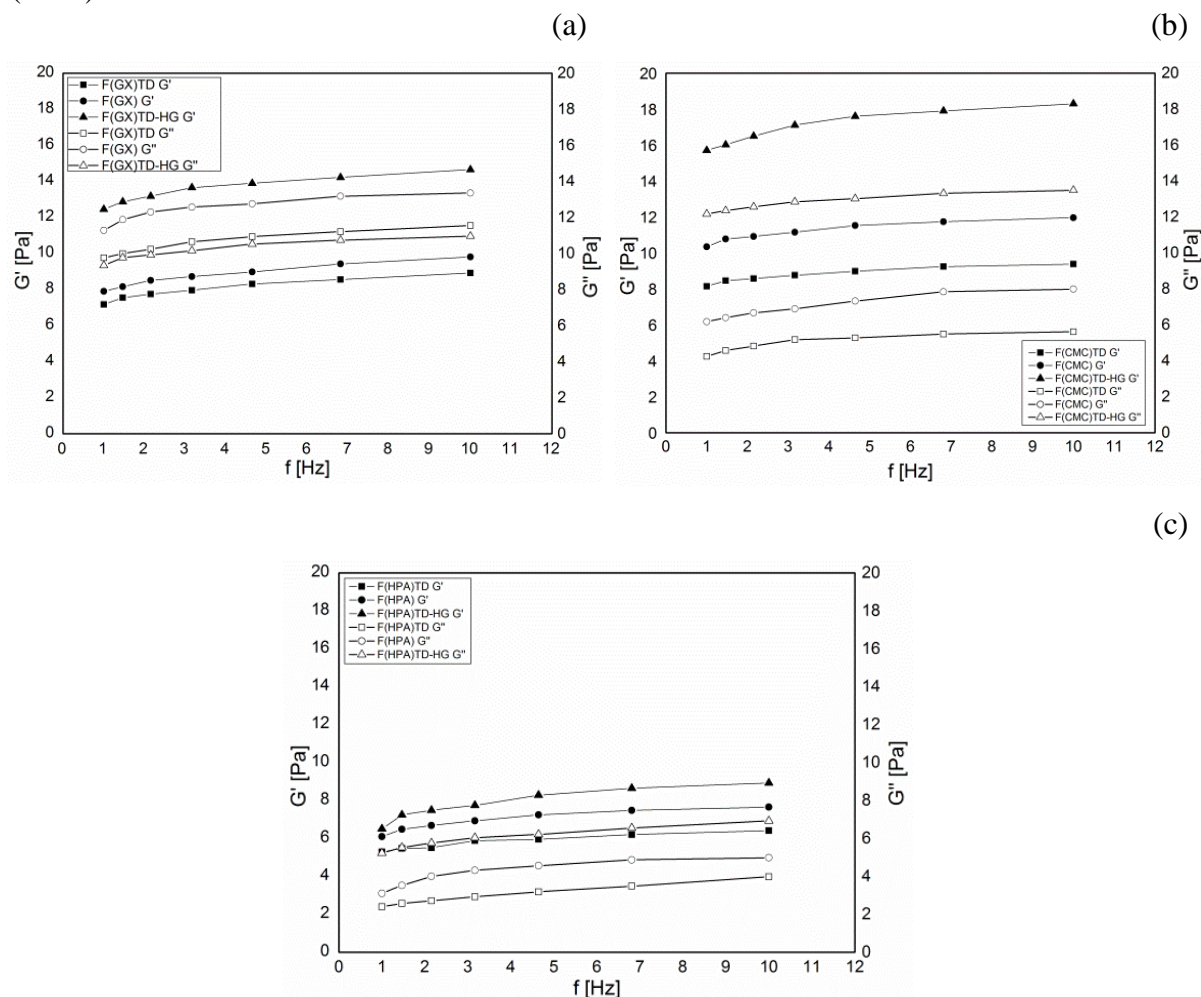
3.4.4 Módulos G' (elástico) e G'' (viscoso)

A viscoelasticidade dos fluidos está associada à capacidade do material armazenar e dissipar energia simultaneamente, durante uma solitação mecânica (Figura 39). As propriedades viscoelásticas dos fluidos foram analisadas a partir dos módulos de G' (comportamento elástico - gel) e G'' (comportamento viscoso). O módulo de elasticidade G' é a parte do módulo que está em fase com a deformação e é uma medida da energia armazenada elasticamente, durante um ciclo de deformação. O módulo de perda G'' é a parte do módulo que está fora de fase com a deformação e fornece uma medida da energia dissipada em um ciclo, representando o componente viscoso.

As suspensões poliméricas de GX, CMC e HPA com a bentonita e os LCMs apresentaram gelificação com apenas 4, 2 e 7 minutos de repouso, respectivamente. Eles foram deixados em repouso por um período de 10 minutos, porque foi considerada a variação dos diferentes polímeros da concentração do polímero e concentração material particulado. O tempo de gelificação é fundamental, para se avaliar o tempo que o fluido retorna ao seu estado fundamental. A realização do *cross over* (ruptura do fluido totalmente gelificado) foi observada a inversão dos módulos G' e G'' e o escoamento do fluido. Observou-se que os módulos G' e G'' sofreram influencia do tipo de LCMs adicionado, TD e HG, ao fluido base (Figura 39). A adição de TD tornou o fluido base mais viscoso (maior G''). Por outro lado, os fluidos contendo HG apresentaram um comportamento gel (maior G').

O fluido F(CMC)TD-HG apresentou os maiores módulos G' e G'' , ou seja, comportamento viscoelástico mais favorável, para um fluido de perfuração: maior propriedade viscoelástica e uma faixa maior de partículas polidispersa.

Figura 39- Curvas de G' e G'' versus frequência [Hz] para os fluidos (a) F(GX), F(GX)TD e F(GX)TD-HG; (b) F(CMC), F(CMC)TD e F(CMC)TD-HG; (c) F(HPA), F(HPA)TD e F(HPA)TD-HG.



Fonte: O autor, 2017.

Os experimentos realizados, com os fluidos base F(X) e posterior adição dos LCMs hidrogel e terra de diatomácea, para a escolha do melhor polímero permitiram as seguintes conclusões:

A terra de diatomácea causou a defloculação da bentonita, contribuindo para a formação de um fluido com partículas bem finas, o que não é desejado para o estudo. A inserção do HG, ao fluido F(X)TD, causou, novamente, a floculação.

Os fluidos, que possuem em sua base F(GX)TD-HG, apresentaram boa condição reológica, ou seja, sua viscosidade é típica de um fluido de perfuração, porém este fluido não

apresentou predomínio da propriedade gel, possui estreita faixa de distribuição de partículas, manteve os LCMs suspensos, não apresentou boa estabilidade térmica e não foi observado o inchamento do hidrogel. O fluido F(HPA)TD-HG não é ideal para o estudo em questão, pois apresentou baixa viscosidade, baixa faixa de distribuição de partículas e alta sedimentação dos sólidos. As análises a seguir foram realizadas, apenas, para o fluido com o biopolímero CMC, pois este fluido mostrou possuir boa afinidade com os LCMs, foi observado o inchamento do hidrogel, potencial zeta instável (floculado), condições reológica típica de um fluido de perfuração não invasivo, ampla faixa de distribuição granulométrica, manteve os LCMs suspensos e apresentou boa estabilidade térmica.

RESULTADOS E DISCUSSÃO – Escolha do melhor LCMs


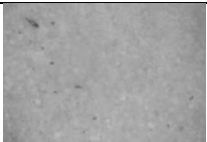

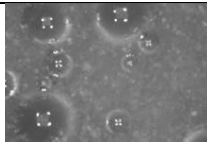



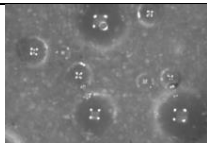

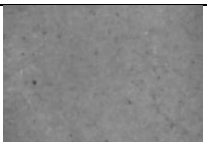

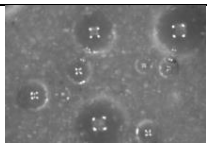
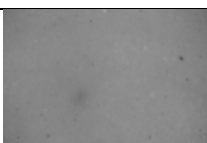


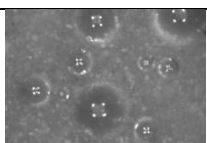
3.5 Formulação final do fluido

A partir do estudo para escolha do melhor polímero, foi identificado dentre os três biopolímeros, que o CMC apresentou propriedades semelhantes de fluidos não invasivo nas rochas permeáveis e fraturas naturais, tais como: boas condições reológica, potencial zeta instável (floculado) e ampla faixa de distribuição granulométrica, possibilitando assim desenvolver um único fluido selante à fratura e menos invasivo a rocha permeável e pososa.

3.5.1 Caracterização microscópica dos fluidos de perfuração

O comportamento das suspensões preparadas com o CMC, BT e diferentes LCMs foram visualizados pelas imagens de microscopia óptica, em diferentes tempos, através do equipamento *Particle View V19* (Figura 40).

Figura 40- Microscopia óptica para suspensão polimérica em LCMs após 20 minutos do teste de sedimentação: a) CMC-BT; b) CMC-BT-TD; c) CMC-BT-HG-TD; d) CMC-TD-HG-BT.

| Tempo (min) | (a) CMC-BT | (b) CMC-TD-BT | (c) CMC-BT-HG-TD | (d) CMC-TD-HG-BT |
|----------------|---|---|--|---|
| 5 |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |
| 15 |  |  |  |  |
| 20 |  |  |  |  |

Fonte: O autor, 2018.

O microscópio não possui resolução para visualizar as partículas com nitidez, visto que elas, as partículas, possuem um diâmetro muito pequeno. As suspensões foram deixadas em repouso durante 20 minutos, a fim de avaliar a sedimentação dos LCMs, em solução polimérica, e, a cada 5 minutos foi capturada a imagem. No período do teste, não foi observada a sedimentação dos LCMs na solução polimérica, o que comprova que o polímero CMC é capaz de manter esses tipos de LCMs em suspensão. Na Figura 40a, uma suspensão homogênea foi observada. No entanto, não foi possível visualizar as partículas de bentonita. Entretanto, para os casos da suspensão polimérica de CMC + TD em BT (Figura 40b), foi observada uma suspensão heterogênea, em que foi possível visualizar uma grande quantidade de partículas finas.

Na Figura 40c não foram observadas partículas de hidrogel, sendo vista uma suspensão puramente homogênea. Provavelmente, o elevado inchamento das partículas de BT não permitiu o intumescimento do Hidrogel. Na otimização da forma de preparo do fluido, (Figura 40d) pôde-se observar que as partículas de BT, quando adicionadas por último, no preparo do fluido, foram inibidas do inchamento, o que resultou numa dispersão instável e elevado inchamento do HG.

As propriedades dos géis polieletrólíticos podem ser, significativamente, modificadas pela incorporação de argilas na suspensão (STARODOUBTSEV *et al.*, 2000). Os contra-íons tornaram-se osmoticamente passivos e não contribuíram para a pressão osmótica que é a principal causa do inchaço do gel. Em resumo, a TD, por apresentar mesma carga, repele-se e permite o *intumescimento* do gel, já a BT não contribuiu com a pressão osmótica e não inchou o gel. Como mostrado na Figura 40d, a modificação de incorporação da BT ao fluido de perfuração melhora, significativamente, a capacidade de *intumescimento* do hidrogel. O provável mecanismo é baseado na adsorção do polímero nos sítios de argila reativa, presentes no xisto (JAIN *et al.*, 2017).

3.5.2 Análise de Potencial de Inibição de Inchamento de Argila

As análises de inchamento de argila dos fluidos aquosos base CMC foram realizadas como já discutido, nos procedimentos do item 2.5.2, usando o equipamento LSM-2000 FANN.

De maneira geral, as lamas de base aquosa possuem baixo custo, quando comparadas aos demais fluidos, como as lamas base de óleo, isso porque, elas são biodegradáveis e se dispersam facilmente na coluna d'água. Porém apresentam algumas limitações de uso, principalmente relacionadas ao fato de conterem argilas altamente hidrofílicas em sua

composição, as quais reagem quimicamente com a água presente no próprio fluido, o que provoca um inchamento da argila, interferindo mecanicamente na perfuração (DURRIEU *et al.*, 2000).

O inchamento de argilas (folhelhos) deve ser analisado, já que aproximadamente 75% das formações perfuradas são constituídas de folhelhos, aos quais se associam 90% dos problemas de instabilidade de poço (OSISANYA & CHENEVERT, 1996). Assim, a base que será usada na formulação do fluido de perfuração deve interagir o mínimo possível com as argilas.

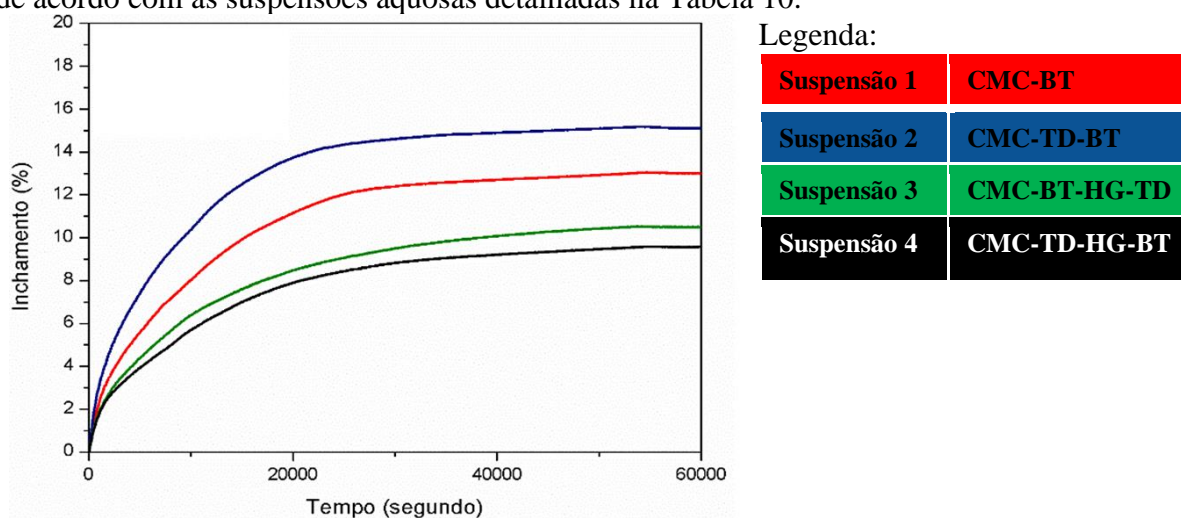
O ensaio de deformação linear avalia a ocorrência de interações diretas entre a base ou o fluido de perfuração e a argila (folhelho), nos primeiros momentos de contato entre eles. Este ensaio mede o grau de inchamento que pode ser tolerado antes da desintegração da argila (folhelho), assim como avalia a eficiência da base utilizada na formulação de um fluido de perfuração ou do próprio fluido de perfuração. As medidas de deformação são realizadas através de transdutor automático-digital, o qual permite a leitura da deformação. A partir destes valores de deformação medidos pelo transdutor, é calculada a porcentagem de deformação linear, dividindo-se o valor de deformação pela altura original da amostra (CORRÊA, 2017).

Conforme a Figura 41 pode-se observar que as curvas de porcentagem de inchamento (%) *versus* tempo (segundo), apresentam certa variação da porcentagem de inchamento da argila nas suspensões. A argila foi mais expansiva, no CMC, na presença de TD (suspensão 2), quando comparada apenas ao teste em CMC (suspensão 1). Soares *et al.* (2018) relatou que a TD promove a dispersão dos folhelhos de argila nas suspensões dos fluidos. O HG analisado (suspensão 3) possui menor porcentagem de inchamento de argila (< 11%), que na presença de TD (> 15%) e apenas CMC (>13%). Este resultado corrobora com o comportamento observado no item 3.5.1, em que a bentonita interage, fortemente, com a água, o que provoca o seu inchamento ou até mesmo sua dispersão devido à formação de ligação do hidrogênio da água com os grupos silanóis na superfície da argila. Assim, para evitar essa interação água-argila utilizam-se hidrogéis que irão competir com a bentonita pela água (REID & DOLAN, 1995). A forte interação hidrogel - água favorece a presença de uma menor quantidade de água, livre para interagir com a argila, impedindo o seu inchamento (suspensão 4). Ainda podemos observar que a TD, na suspensão 4, apresenta efeito significativo e auxilia na expansão do hidrogel, este fenômeno também é observado visualmente. Isso ocorre porque os íons de potássio tendem a se encaixar muito mais nas estruturas de argila, reduzindo assim, sua capacidade de hidratar (JOEL; DURUEKE; NWOKOYE, 2012). Quando a bentonita é

adicionada à água, contendo mais de 100 ppm de qualquer um desses íons, o grau de hidratação é bastante reduzido e a tendência à dispersão é inibida (DANKWA *et al.*, 2018).

Portanto, o novo sistema de fluido de perfuração em suspensão de CMC e LCMs (TD e HG) apresentou-se eficiente com a inibição de inchamento de argila, podendo então ser utilizado em cenários que perfuram formações argilosas como os folhelhos.

Figura 41- Representação comparativa das curvas de % de inchamento de argila *versus* tempo de acordo com as suspensões aquosas detalhadas na Tabela 10.



Fonte: O autor, 2018.

3.5.3 Formulação e Avaliação reológica dos fluidos de perfuração

3.5.3.1 Formulação dos Fluidos de Perfuração

Seguindo o planejamento experimental fatorial completo, 16 (dezesesseis) fluidos e mais as triplicatas do ponto central totalizando 19 fluidos, foram formulados de acordo com a Tabela 12. A avaliação reológica, a força gel e a viscoelasticidade dos fluidos foram determinadas e, posteriormente, avaliou-se em unidade de fratura e filtração estática a perda de circulação.

3.5.3.2 Avaliação reológica

O perfil reológico, que é o comportamento da viscosidade em função da taxa de cisalhamento, é de fundamental importância para caracterização de fluidos de perfuração, visto que altos valores de viscosidade podem comprometer várias propriedades, como o bombeamento do fluido do tanque de armazenamento, para a coluna de perfuração e possíveis erosões nas paredes do poço que podem comprometer a estabilidade da perfuração. São determinados os valores das propriedades viscoelásticas gel (G') e viscosa (G''), os quais estão relacionados com a capacidade do fluido de sustentar os cascalhos gerados durante o processo de perfuração do poço, quando a operação de perfuração é interrompida, evitando assim sua decantação e possível prisão da coluna. Essa característica que permite aos fluidos adquirir um estado semirrígido, quando em repouso e fluído quando em movimento é conhecida como tixotropia.

Assim como a análise do perfil reológico é importante, para a caracterização do fluido pronto, considera-se que esta análise também seja importante para a base que será utilizada na formulação deste fluido, visto que essas propriedades reológicas são ajustadas com a adição de aditivos específicos, tais como: os viscosificantes, os gelificantes, os adensantes, etc.

Assim, sugere-se neste trabalho que a análise da reologia seja um dos principais parâmetros para avaliar se uma determinada concentração de matéria-prima (planejamento experimental estatístico) poderá ou não ser utilizada como base em formulações de fluidos de perfuração para poços de petróleo e gás. E pelo fato do fluido de perfuração desenvolvido neste estudo, conter tamanhos de partículas de diferentes faixas de distribuição granulométrica, foi realizado teste com três diferentes tipos de *bobs*, de forma a avaliar gaps diferentes e ter uma precisão dos resultados reológicos. O modelo com o Rotor (R1) e Bob (B4) foi o que melhor se adequou aos testes de reologia dos LCMs. As propriedades reológicas, tais como tensão de escoamento, índice de consistência e índice de comportamento do fluido foram determinadas através de dados experimentais de reologia de cisalhamento constante no modelo de *Herschel Bulkey*, para estudar o comportamento não-Newtoniano. Os resultados dos testes, utilizando os bobs B2 e B3, encontram-se no Anexo A.

3.5.3.2.1 Parâmetro do modelo de *Herschel Bulkey*

A Tabela 22 apresenta os parâmetros do modelo reológico para os 16 fluidos preparados a partir do planejamento experimental (Tabela 12). Os parâmetros que, possivelmente, influenciaram o modelo de *Herschel Bulkey* foram inicialmente pesquisados, quanto aos seus efeitos significativos. A matriz de projeto de todas as variáveis independentes e a variável

dependente correspondente são dadas na Tabela 12. O ponto central realizado em triplicata, foi útil para obter o erro padrão dos coeficientes. A competência do modelo foi avaliada com base no teste de Fischer para análise de variância (ANOVA).

Ao verificar os valores descritos do coeficiente de correlação, R^2 , observa-se que todos os fluidos apresentaram R^2 entre 0,9980 e 0,9999, o que indica que o modelo *Herschel Bulkley* foi capaz de ajustar satisfatoriamente os dados experimentais.

Tabela 22- Parâmetros reológicos dos fluidos do planejamento estatístico com o R1-B4.

| Fluido | τ_0 | k (Pa.s ⁿ) | n | R^2 |
|--------|---------------------|--------------------------|---------------------|--------|
| 1 | 1,07 ($\pm 0,04$) | 1,05 ($\pm 0,08$) | 0,71 ($\pm 0,01$) | 0,9818 |
| 2 | 1,50 ($\pm 0,04$) | 1,06 ($\pm 0,08$) | 0,50 ($\pm 0,06$) | 0,9839 |
| 3 | 1,78 ($\pm 0,08$) | 1,44 ($\pm 0,03$) | 0,63 ($\pm 0,05$) | 0,9870 |
| 4 | 1,95 ($\pm 0,05$) | 1,58 ($\pm 0,06$) | 0,47 ($\pm 0,06$) | 0,9847 |
| 5 | 2,44 ($\pm 0,08$) | 1,24 ($\pm 0,02$) | 0,71 ($\pm 0,01$) | 0,9824 |
| 6 | 2,89 ($\pm 0,05$) | 1,18 ($\pm 0,03$) | 0,52 ($\pm 0,04$) | 0,9934 |
| 7 | 3,30 ($\pm 0,07$) | 1,18 ($\pm 0,06$) | 0,67 ($\pm 0,07$) | 0,9856 |
| 8 | 3,45 ($\pm 0,01$) | 1,29 ($\pm 0,03$) | 0,40 ($\pm 0,07$) | 0,9896 |
| 9 | 2,40 ($\pm 0,01$) | 2,29 ($\pm 0,08$) | 0,58 ($\pm 0,02$) | 0,9978 |
| 10 | 2,45 ($\pm 0,03$) | 2,42 ($\pm 0,08$) | 0,50 ($\pm 0,03$) | 0,9969 |
| 11 | 2,20 ($\pm 0,07$) | 2,13 ($\pm 0,03$) | 0,57 ($\pm 0,06$) | 0,9910 |
| 12 | 3,58 ($\pm 0,01$) | 2,19 ($\pm 0,02$) | 0,39 ($\pm 0,01$) | 0,9997 |
| 13 | 3,10 ($\pm 0,03$) | 2,60 ($\pm 0,04$) | 0,59 ($\pm 0,02$) | 0,9872 |
| 14 | 3,65 ($\pm 0,04$) | 1,85 ($\pm 0,02$) | 0,45 ($\pm 0,06$) | 0,9861 |
| 15 | 3,49 ($\pm 0,08$) | 2,51 ($\pm 0,07$) | 0,50 ($\pm 0,06$) | 0,9860 |
| 16 | 3,74 ($\pm 0,04$) | 2,60 ($\pm 0,01$) | 0,42 ($\pm 0,06$) | 0,9975 |

Legenda: Índice de comportamento de fluxo (n), índice de consistência (k), tensão crítica (τ_0), coeficiente de determinação (R^2).

Fluido 1- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 2- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 3- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 4- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 5- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 6- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 7- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 8- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 9- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 10- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 11- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 12- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 13- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 14- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1), Fluido 15- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 16- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1).

Fonte: O autor, 2018.

- Efeito do parâmetro n do modelo de *Herschel Bulkley*.

Ao verificar os valores descritos do índice de comportamento de fluxo, n , observa-se que todos os fluidos são não-Newtonianos (n menor que a unidade).

As variáveis independentes, que foram significativas ao nível de 5% ($p < 0,05$), foram consideradas como tendo um efeito importante na resposta e foram selecionadas para futuros estudos de otimização. Das quatro variáveis independentes, apenas fator CMC ($P_{\text{value}} = 0,00$) influenciou significativamente o parâmetro n do modelo de *Herschel Bulkley*. A seguinte equação 10 foi encontrada em termos de fatores codificados. A equação para os dados reais encontra-se na Tabela 11.

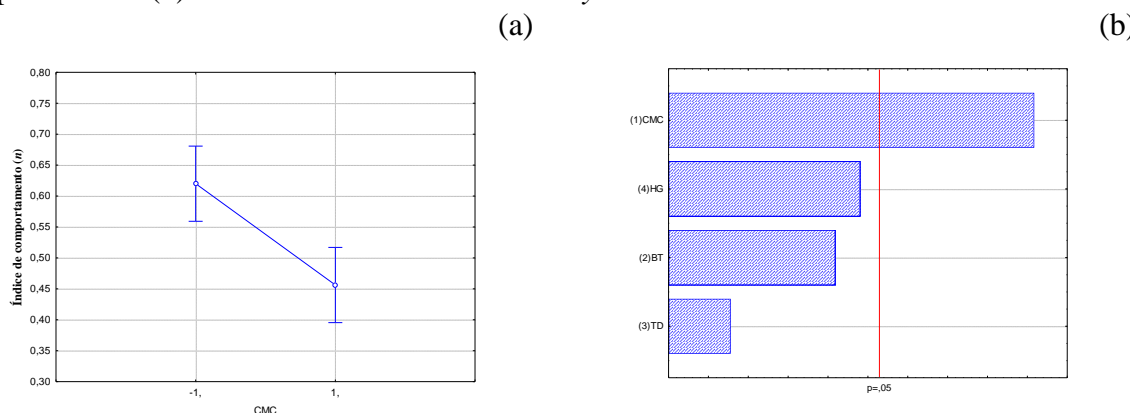
Equação final em termos de fatores codificados:

$$\text{Índice de comportamento } (n) = 0,51 - 0,08 \text{ CMC} - 0,03 \text{ BT} - 0,01 \text{ TD} - 0,03 \text{ HG} \quad (10)$$

Sendo $-1 < \text{CMC} < 1$; $-1 < \text{BT} < 1$; $-1 < \text{TD} < 1$ e $-1 < \text{HG} < 1$.

Com base nos resultados da análise estatística, o CMC exerceu os principais efeitos no índice de comportamento do fluido. Teoricamente, a alta concentração (+1) de CMC é importante, pois resulta em fluidos com comportamento do fluido não-Newtoniano. No entanto, isso pode ter acontecido porque o CMC apresentou propriedade viscosificante, seu comportamento não é modificado na presença das demais variáveis independentes (Soares *et al.*, 2018). Fig. 42 (a e b) mostra os respectivos gráficos estatísticos. Estes gráficos ilustram a variável e as interações significativas (caso ocorram), eles foram usados para determinar as condições ótimas do parâmetro n .

Figura 42- Os gráficos estatísticos (a) de médias e (b) de Pareto para o parâmetro índice de comportamento (n) do modelo de *Herschel Bulkley*.



Fonte: O autor, 2019.

No gráfico de médias (Fig. 42a) seu resultado revelou que o índice de comportamento (n) distância da unidade com o aumento da concentração de CMC. O diagrama de Pareto

(Figura 42b) evidencia que apenas o CMC em nível (+1) é significativo, e que a interação entre as variáveis não fora significativa.

- Efeito do parâmetro k do modelo de *Herschel Bulkley*

O índice de consistência (k) indica o grau de resistência do fluido ao escoamento: quanto maior o valor de k , maior a sua resistência ao escoamento, e, portanto, maior a sua viscosidade aparente.

As variáveis independentes que foram significativas ao nível de 5% ($p < 0,05$) foram consideradas como tendo um efeito importante na resposta. Das quatro variáveis independentes, apenas os fatores BT ($P_{\text{value}} = 0,00$) e HG ($P_{\text{value}} = 0,00$) influenciaram significativamente o parâmetro k do modelo de *Herschel Bulkley*. A seguinte equação 11 foi encontrada em termos de fatores codificados. A equação para os dados reais encontra-se na Tabela 11.

Equação final em termos de fatores codificados:

$$\text{Índice de consistência } (k) = 1,76 + 0,07BT + 0,53HG + 0,067 CMC * BT \quad (11)$$

Sendo $-1 < CMC < 1$; $-1 < BT < 1$; $-1 < TD < 1$ e $-1 < HG < 1$.

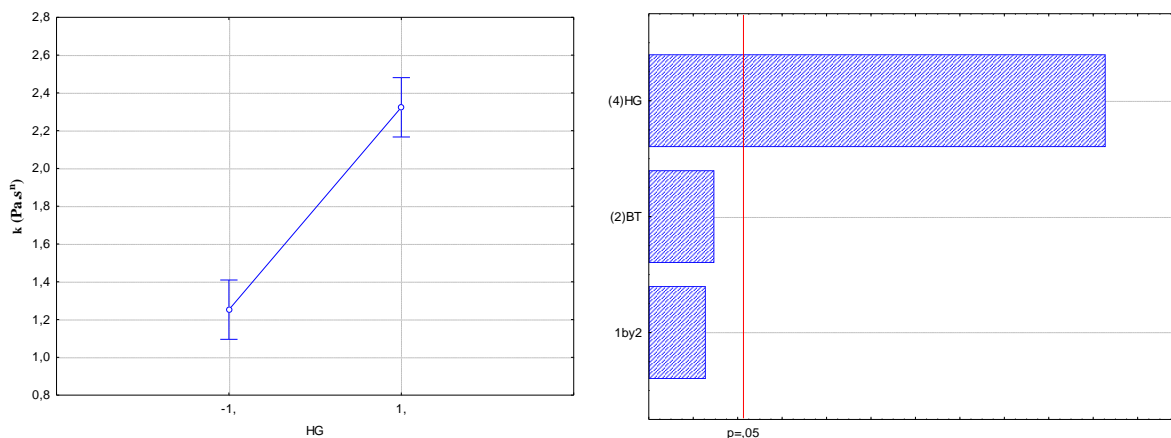
Teoricamente, a alta concentração de HG é importante na resistência ao escoamento, pois subsequentemente resultam em maior maiores valores de k . No entanto, partículas de tamanhos e formas também aumentam o parâmetro k . De acordo com a literatura, fluidos de perfuração com LCMs, de ampla faixa de distribuição granulométrica e LCMs de forma diferente do esférico, aumentam a resistência ao escoamento (WALDMANN *et al.*, 2008; AL-SABAGH *et al.*, 2016).

A Figura 43 (a - b) mostra as plotagens do gráfico de médias e do diagrama de Pareto. O aumento da concentração do HG é evidenciado por um aumento pronunciado do índice de consistência (k), como observado na Figura 43a. Efetivamente, apenas a variável independente HG em nível (+1) é significativa para aumentar o parâmetro k , não sendo influenciado por nenhuma outra variável e ou interação (Figura 43b).

Figura 43- O gráfico estatístico (a) de médias e (b) de Pareto para o parâmetro índice de consistência (k) do modelo de *Herschel Bulkley*.

(a)

(b)



Fonte: O autor, 2019.

- Efeito do parâmetro tensão crítica (τ_0) do modelo de *Herschel Bulkley*.

Considerando a análise ANOVA, variáveis independentes, com $p < 0,05$, foram encontrados altamente significativos afetando a tensão crítica ao escoamento (τ_0). Apenas as variáveis CMC ($P_{\text{value}} = 0,00$), BT ($P_{\text{value}} = 0,00$), TD ($P_{\text{value}} = 0,00$) e HG ($P_{\text{value}} = 0,00$), comprovadamente, afetam significativamente o parâmetro τ_0 do modelo de *Herschel Bulkley*. A seguinte equação 12 polinomial de segunda ordem foi encontrada em termos de fatores codificados. A equação para os dados reais encontra-se na Tabela 11.

Equação final em termos de fatores codificados:

$$\text{Tensão crítica } (\tau_0) = 2,66 + 0,21 \text{ CMC} + 0,24 \text{ BT} + 0,57 \text{ TD} + 0,38 \text{ HG} - 0,07 \text{ BT} * \text{HG} - 0,16 \text{ TD} * \text{HG} \quad (12)$$

Sendo $-1 < \text{CMC} < 1$; $-1 < \text{BT} < 1$; $-1 < \text{TD} < 1$ e $-1 < \text{HG} < 1$.

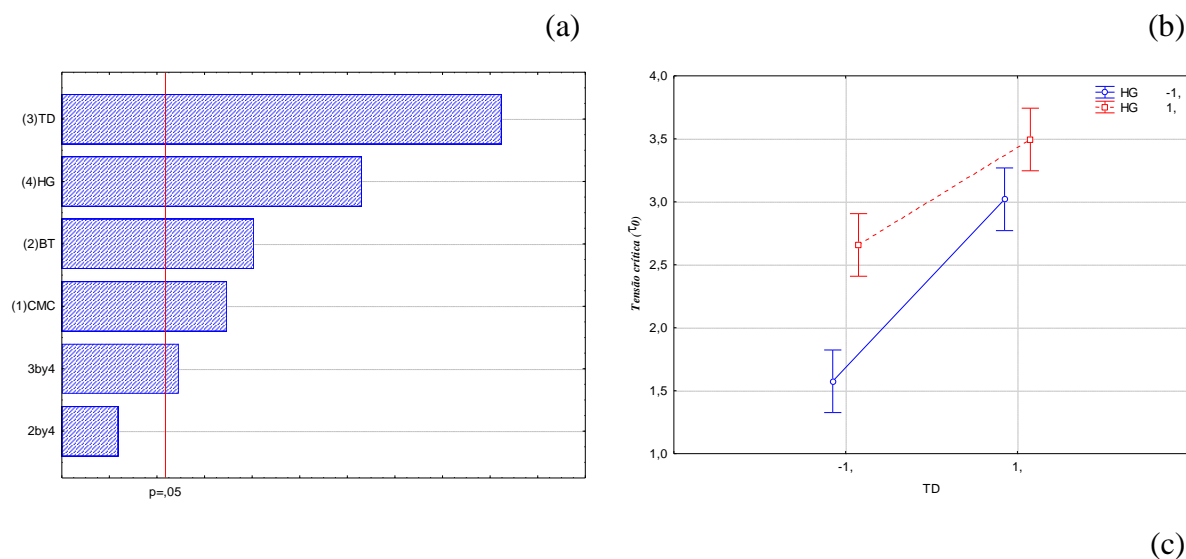
A partir da análise de otimização dos dados experimentais, as variáveis independentes que propiciaram um aumento da tensão crítica dentre todas as variáveis determinadas pela análise de DOE neste estudo foram TD (+1) e HG (+1).

A Figura 44 (a, b e c) mostra as plotagens do diagrama de Pareto, o gráfico de médias e a superfície de resposta, respectivamente.

O gráfico de Pareto (Figura 44a) mostra que entre as quatro variáveis independentes a TD foi altamente significativa, seguida do HG, BT e posteriormente o do CMC no aumento da tensão crítica ao escoamento. No entanto, LCMs propiciam o aumento da tensão crítica, em alguns estudos relataram que partículas de tamanhos e formas variados apresentam resistência

ao se aninhar ao escoamento do fluido (CAENN *et al.*, 2016; KHALIL & JAN, 2012). O aumento do parâmetro τ_0 era esperado devido aos fluidos apresentarem ampla faixa de distribuição granulométrica e distintas formas apresentadas pelos LMCs.

Figura 44- O gráfico estatístico (a) de médias e (b) de Pareto (c) de superfície de resposta para o parâmetro tensão crítica ao escoamento (τ_0) do modelo de *Herschel Bulkley* para HG e TD, sendo BT=0 e CMC=0.



Fonte: O autor, 2019.

A interação entre as variáveis TD x HG também foi significativa. No gráfico de médias (Figura 44b) é observado que a interação entre as variáveis HG x TD, quando TD passa do nível -1 para +1, promove o aumento a tensão crítica do HG independente da sua concentração, entretanto em nível (+1) de HG a tensão crítica é mais elevada.

A Fig. 44c mostra a superfície de resposta para a interação da TD com HG. Os resultados revelaram que na concentração, em nível (+1), de HG e TD é observada uma resposta de tensão

crítica maior. Quando reduzida a concentração para nível (-1), foi observada uma resposta de tensão crítica menor. Este comportamento pode ser explicado com o aumento da concentração das variáveis, sendo maior o atrito interno das partículas no fluido.

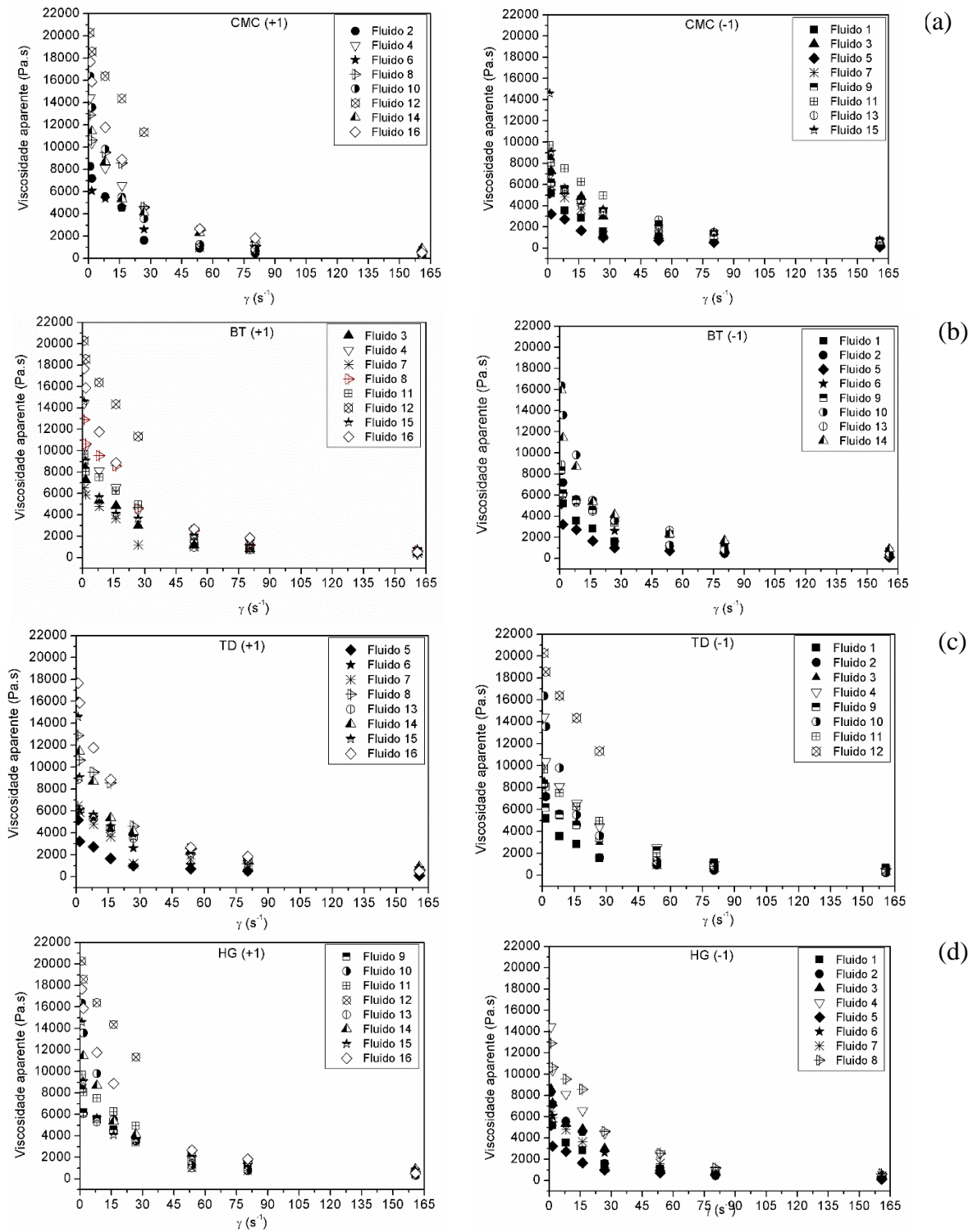
3.5.3.2.2 Viscosidade aparente (VA) *versus* taxa de deformação

As propriedades como viscosidade aparente (VA) e tensão de cisalhamento foram medidas em função da taxa de cisalhamento ao longo de 1 a 165 s⁻¹ a 25^oC. A viscosidade aparente dos fluidos preparados com base no planejamento estatístico foi obtida a partir dos resultados do ângulo de deflexão medidos no viscosímetro Fann 35A (Figura 45).

Cada experimento reológico foi realizado três vezes para garantir a reprodutibilidade dos resultados experimentais. Todas as medidas foram realizadas em viscosímetro Fann 35A com rotor (R1) e bob (B4) com diferentes forças cisalhantes (L600, L300, L200, L100, L6 e L3), seguindo a norma API RP 13B-1. A VA dos 16 fluidos de perfuração do planejamento experimental diminuiu com o aumento da taxa de cisalhamento (γ), demonstrando a pseudoplasticidade dos fluidos (Figura 45). Nas altas taxas de cisalhamento, a redução da VA pode ser atribuída a maior deformação dos novelos poliméricos, formados pelas repulsões eletrostáticas entre os mesmos grupos carboxilatos. O desnovelamento das cadeias polimérica *sob* cisalhamento é obtido pelo enfraquecimento das interações intermoleculares.

É possível observar que a viscosidade aparente dos fluidos apresentaram variações quanto à concentração e ao tipo de material utilizado em sua formulação. A análise do planejamento estatístico foi realizada em uma taxa de deformação de 15 s⁻¹, pois uma maior variação da VP pelas variáveis independentes foi observada.

Figura 45- Curvas de viscosidade aparente para os fluidos preparados com base no planejamento experimental estatístico.



Legenda: Fluido 1- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 2- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 3- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 4- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 5- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 6- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 7- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 8- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 9- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 10- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 11- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 12- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 13- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 14- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1), Fluido 15- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 16- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1).

Fonte: O autor, 2019.

Considerando a análise ANOVA, variáveis independentes, com $p < 0,05$ foram encontrados altamente significativos afetando a viscosidade aparente (VA). Apenas as variáveis CMC ($P_{\text{value}} = 0,00$), BT ($P_{\text{value}} = 0,00$), HG ($P_{\text{value}} = 0,01$) e as interações CMC*BT ($P_{\text{value}} = 0,02$) comprovadamente afetam significativamente a viscosidade aparente dos fluidos de perfuração. A seguinte equação 13 foi encontrada em termos de fatores codificados. A equação para os dados reais encontra-se na Tabela 11.

Equação final em termos de fatores codificados:

$$\text{Viscosidade aparente (VA)} = 55,8 + 6,27 \text{ CMC} + 4,79 \text{ BT} - 5,12 \text{ TD} + 3,14 \text{ HG} + 5,88 \text{ CMC} * \text{BT} - 2,14 \text{ TD} * \text{HG} \quad (13)$$

Sendo $-1 < \text{CMC} < 1$; $-1 < \text{BT} < 1$; $-1 < \text{TD} < 1$ e $-1 < \text{HG} < 1$.

A partir da análise de otimização dos dados experimentais, nota-se que as variáveis independentes CMC, BT, HG em nível (+1) apresentaram maiores valores de VP. Na interação das variáveis CMC*BT pode-se observar um ganho significativo de viscosidade aparente. O ganho de viscosidade aparente observados para fluidos com CMC em nível (+1) foi atribuído, principalmente, a repulsão eletrostática entre os grupos carboxilatos (COO⁻). O aumento da VP para a variável independente HG era esperado, pois de acordo com estudo, a viscosidade aparente da suspensão é aumentada com o aumento das partículas esféricas no meio (SCHRAMM *et al.*, 2006).

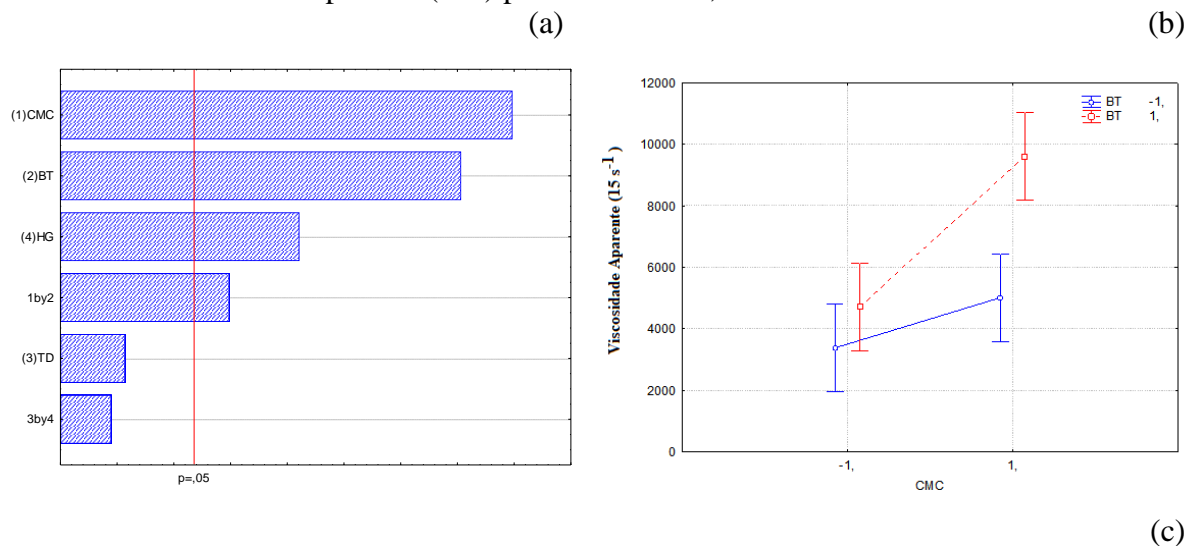
A Figura 46 (a, b e c) mostra as plotagens do diagrama de Pareto, o gráfico de médias e a superfície de resposta, respectivamente.

O gráfico de Pareto (Figura 46a) mostra que dentre as quatro variáveis independentes a CMC e BT foram altamente significativas, seguido do HG no aumento da viscosidade aparente. A interação CMC x BT apresentou efeito significativo no aumento da VA. A terra de diatomácea não foi significativa. Assim, pode-se dizer que partículas de pequena faixa de distribuição granulométrica não influenciam na VA.

No gráfico de médias (Figura 46b) é observado que a interação entre as variáveis CMC*BT, quando CMC passa do nível -1 para +1, promove o aumento da viscosidade aparente de BT, independente da sua concentração, entretanto, em nível (+1) de BT, a viscosidade aparente é mais elevada.

A Fig. 46c mostra a superfície de resposta para a interação da CMC com BT. Os resultados revelaram que, na concentração em nível (+1) de CMC e BT, é observado uma

Figura 46- O gráfico estatístico (a) de médias; (b) de Pareto; (c) de superfície de resposta para as curvas de viscosidade aparente (VA) para BT e CMC, sendo HG=0 e TD=0.



Fonte: O autor, 2019.

resposta de VA maior. Quando foi reduzida a concentração para nível (-1), é observado uma resposta de VA menor. Embora as partículas de argila não estejam quimicamente ligadas à rede polimérica, elas atuam como cargas ativas e contribuem significativamente para o aumento da VA.

3.5.3.2.3 Tensão de Cisalhamento *versus* Taxa de deformação

É possível observar que a curva de fluxo dos fluidos apresentaram variações quanto à concentração e ao tipo de material utilizado em sua formulação. No entanto, os testes estatísticos foram realizados em uma taxa de deformação de 100 s^{-1} , pois uma maior variação do escoamento pelas variáveis independentes foi observada.

Considerando a análise ANOVA, variáveis independentes com $p < 0,05$, foram encontrados altamente significativos afetando a curva de fluxo. Apenas as variáveis CMC ($P_{\text{value}} = 0,01$), e TD ($P_{\text{value}} = 0,02$) comprovadamente afetam significativamente a curva de fluxo dos fluidos de perfuração. A interação CMC*TD ($P_{\text{value}} = 0,03$) também foi significativa. A seguinte equação 14 foi encontrada em termos de fatores codificados. A equação para os dados reais encontra-se na Tabela 11.

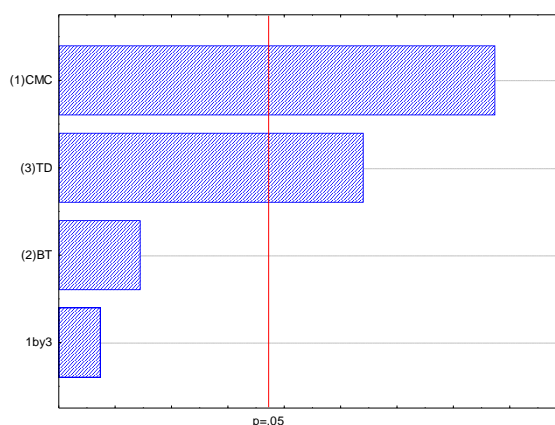
Equação final em termos de fatores codificados para curva de fluxo (CF):

$$CF (100^{-1}) = 33,99 + 9,38 CMC + 5,37 BT + 7,89 TD + 4,92 CMC * TD \quad (14)$$

Sendo: $-1 < CMC < 1$; $-1 < BT < 1$; $-1 < TD < 1$ e $-1 < HG < 1$.

O gráfico de Pareto (Figura 47) mostra que, entre as quatro variáveis independentes, a CMC e o TD foram altamente significativos no aumento do escoamento do fluxo. A interação entre as variáveis independentes não apresentou efeitos significativos no escoamento dos fluidos, apenas auxiliou no ajuste da equação.

Figura 47- Diagrama de Pareto para os testes de curva de fluxo do planejamento fatorial completo.



Fonte: O autor, 2019.

A influência das variáveis independentes e suas concentrações podem ser claramente vistas na Fig. 48 que, para uma mesma taxa de deformação ($100s^{-1}$), a tensão cisalhante aplicada para escoar as suspensões dos materiais LCMs com o polímero CMC em nível (+1) é maior do que para as suspensões dos fluidos com biopolímero em nível (-1). Este resultado corrobora com resultados do diagrama de Pareto, na qual é observado que o CMC em nível (+1) é muito

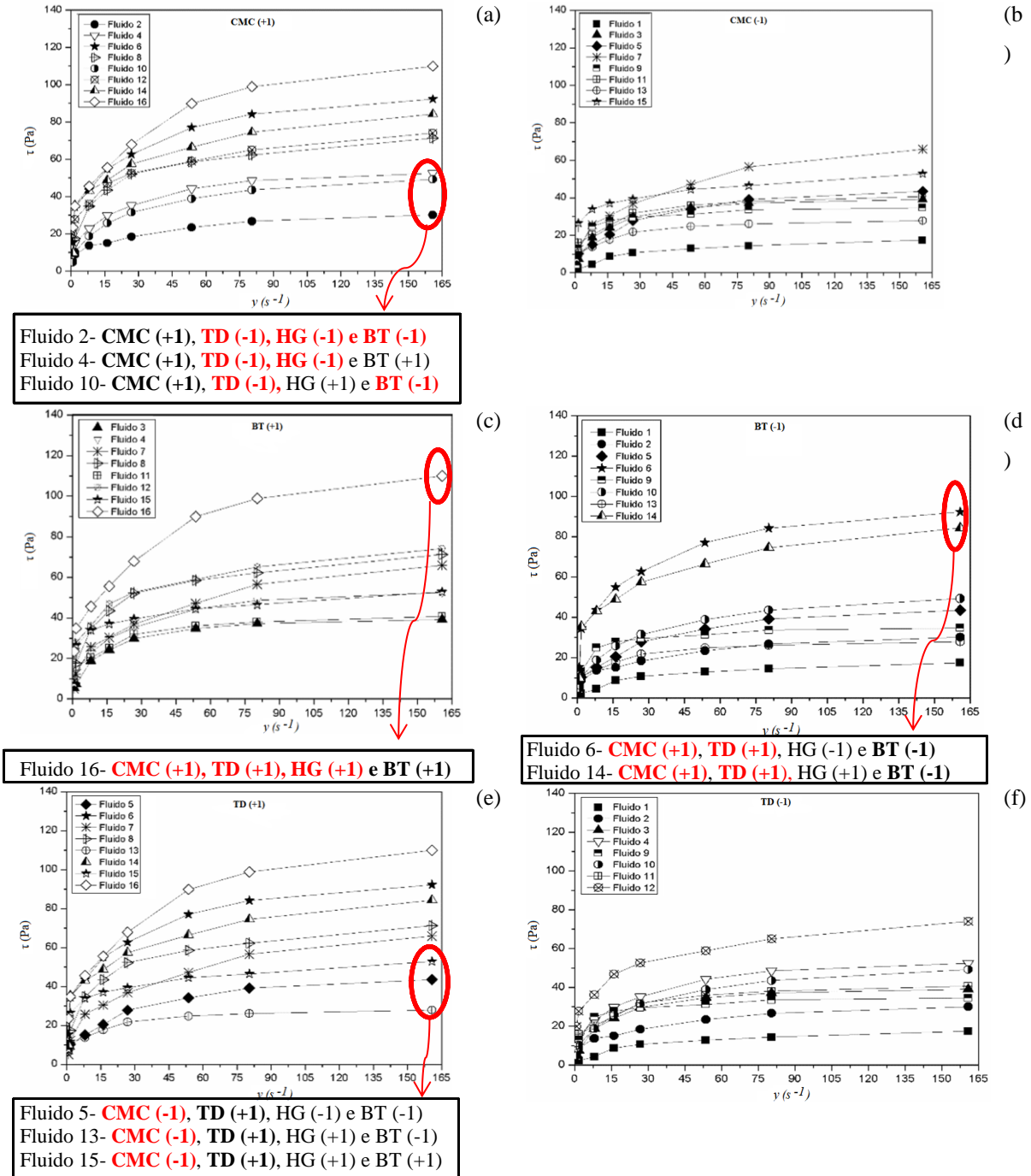
significativo no aumento da curva de fluxo ao longo da taxa de deformação. No entanto, é visto que os fluidos 2, 4 e 10 (Figura 48a) se comportaram igualmente (>60 Pa) com os fluidos em nível (-1) de CMC (Figura 48b). Possivelmente, a baixa concentração das variáveis independentes TD, HG e BT influenciaram na curva de fluxo, promovendo um esforço menor para sua fluidez. O biopolímero cria uma estrutura mais rígida em volta do material LCMs, sendo mais dificultosa a orientação da macromolécula ao escoamento (AHMAD *et al.*, 2018). A baixa concentração de polímero afeta a força repulsiva, que ocorre entre o polímero e os demais componentes do fluido, diminuindo assim a interação do polímero com os materiais de combate a perda de circulação (Figura 48 a-b).

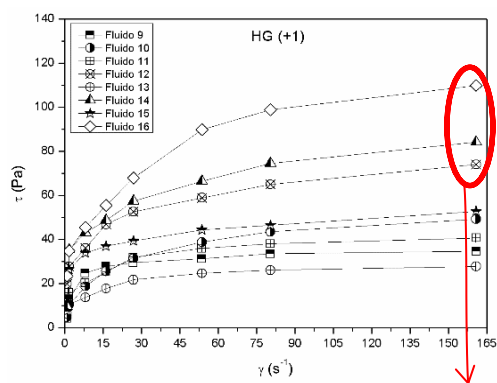
A tensão aplicada para ocorrer o escoamento são maiores para a suspensão de bentonita em nível (+1) que em relação à suspensão de bentonita (-1) para uma mesma taxa de deformação (Figura 48 c-d). No fluido 16 (Figura 48c) podemos observar uma maior tensão de cisalhamento quando comparado aos demais fluidos em nível (+1) de BT, possivelmente a presença das variáveis independentes em nível (+1) promoveu essa maior resistência ao escoamento ao longo da taxa de deformação. Isso demonstra a influencia da concentração das partículas na reologia dos fluidos (GODOI *et al.*, 2018). Na Figura 48d é observado que os fluidos 6 e 14 apresentaram um aumento nas curvas de fluxo com o aumento da taxa de deformação. Esse salto na tensão de cisalhamento provavelmente foi impulsionado pela maior concentração de CMC e TD. O resultado apresentado corrobora com o teste de Pareto (Figura 47), no qual é observado que apenas as variáveis independentes CMC e TD são altamente significativas nos testes de tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação.

Como pode ser visto na Fig. 48 (e-f), a suspensão de partículas finas de terra de diatomácea em nível (+1 e -1) apresentaram influencia do escoamento dos fluidos. Nos fluidos em nível (+1) são observados aumentos pronunciados da tensão de cisalhamento para praticamente todos os fluidos (vide Figura 48e). No entanto, para os fluidos (5, 13 e 15) foi evidenciado um comportamento semelhante de suas curvas de escoamento, ao comparar fluidos em nível (-1) TD (Figura 48f). Possivelmente, a baixa concentração da variável CMC influenciou na menor resistência ao escoamento. Esses resultados corroboram com as análises do parâmetro reológico (sessão 5.5.3.2.1), sendo que as partículas de terra de diatomácea em nível (+1) provocaram um aumento de τ_0 . Partículas com formatos de estacas são dificilmente orientadas ao escoamento, devido sua baixa fluidez. Na Figura 48 (g-h) pode ser claramente visto que o hidrogel em nível (+1 e -1) apresentou pouca influencia na curva de fluxo para os fluidos do planejamento experimental, a maioria dos fluidos apresentou curva de fluxo >50 Pa. O que é observado, após

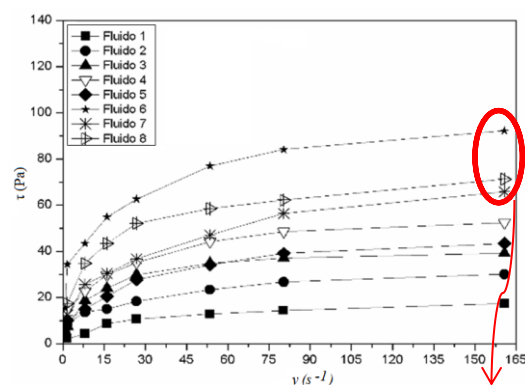
aplicar uma alta tensão crítica para o fluido escoar as partículas de HG, alinha-se facilmente à rede polimérica.

Figura 48- As curvas de fluxo e de viscosidade aparente dos fluidos do planejamento experimental.





(g)



(h)

Fluido 12- **CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1)**
 Fluido 14- **CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1)**
 Fluido 16- **CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1)**

Fluido 6- **CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1)**
 Fluido 7- **CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1)**
 Fluido 8- **CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1)**

Legenda: Fluido 1- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 2- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 3- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 4- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 5- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 6- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 7- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 8- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 9- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 10- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 11- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 12- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 13- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 14- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1), Fluido 15- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 16- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1).

Fonte: O autor, 2018.

Segundo Corrêa (2003), a presença de tamanhos de partículas próximos ao esférico é mais facilmente orientada ao escoamento, pelo fato de seu tamanho de partículas grandes dificultarem, o escoamento inicial apenas. Ainda pelo seu aspecto gelatinoso, favorece seu deslizamento quando submetida a uma tensão crítica, portanto, ao longo da taxa de deformação, a resistência ao fluxo vai diminuindo.

No entanto, é observado que os fluidos 2, 14 e 16 em nível (+1) HG (Figura 48g) apresentaram tensão de cisalhamento (<60 Pa). Provavelmente, as variáveis independentes em nível (+1) influenciam na reologia do fluido, independentemente do tipo e da composição do material (AHMAD *et al.*, 2018).

Ao avaliar a curva de fluxo para a variável independente HG em nível (-1), é observado um aumento da tensão de cisalhamento para os fluidos 6, 7 e 8. O que mais uma vez comprova que as partículas de TD promovem o aumento da reologia do fluido. Segundo Ahmad *et al.* (2018), as interações de porções carregadas negativamente na cadeia polimérica do CMC nas plaquetas dos outros materiais, como, por exemplo, a terra de diatomácea causam um aumento da curva de fluxo.

3.5.3.2.4 Viscoelasticidade em pequenas deformações de cisalhamento oscilatório

- Módulo Gel- G'

Como o fluido 16 é o que possui todos os componentes com maior concentração (+1), a avaliação dos valores do módulo viscoso e elástico foi previamente analisada na frequência de 1 Hertz a fim de se determinar as condições de análise para os demais fluidos. O fluido apresentou uma gelificação com apenas 2 (dois) minutos de repouso, esta característica é importante, pois é sabido que o fluido leva um tempo para retornar seu estado fundamental. Como o G' possui um módulo maior que o G'' , há predomínio dos efeitos elásticos. Além disso, é possível determinar a região viscoelástica linear, que se encontra dentro da faixa em que os módulos são constantes e paralelos com o tempo. Ao final dessa região, quando ocorre o cruzamento das curvas (*crossover*), o valor de G'' ultrapassa o valor de G' , ou seja, o módulo viscoso torna-se maior que o módulo elástico, indicando o início do escoamento do fluido. A região viscoelástica linear ocorre até aproximadamente 3 Pa.

Para a comparação da viscoelasticidade dos fluidos (Figura 49), foi imposta uma tensão de 3Pa a fim de garantir a região viscoelástica linear. Pelos resultados, não se observa sedimentação e os módulos elásticos e viscosos se mantiveram constantes e paralelos no decorrer do experimento.

A análise do planejamento estatístico foi realizada em uma taxa de oscilação de 5 Hz, faixa na qual uma maior variação da viscoelasticidade pelas variáveis independentes foi observada.

Considerando a análise ANOVA, variáveis independentes com $p < 0,05$, foram significativas afetando o módulo Gel - G' (5Hz). Entre as quatro variáveis, apenas o CMC ($P_{\text{value}} = 0,00$) e o HG ($P_{\text{value}} = 0,00$) comprovadamente afetam significativamente o módulo Gel. A interação entre as variáveis independentes não foi significativa, apenas foi utilizada no ajuste da equação 15 seguinte. A equação foi encontrada em termos de fatores codificados.

Equação final em termos de fatores codificados:

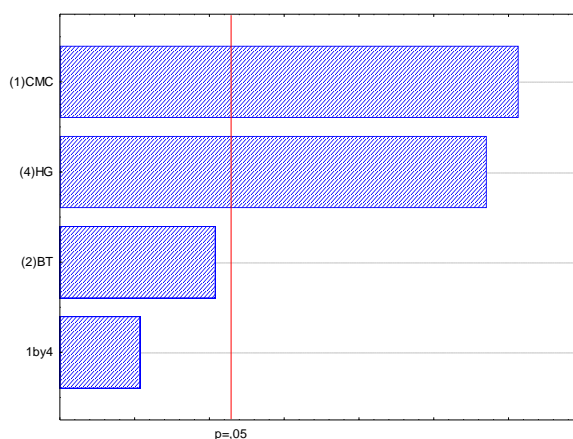
$$G'(5Hz) = 90,78 + 35,09 CMC + 17,61 BT + 33,26 HG + 13,25 CMC * HG \quad (15)$$

Sendo: $-1 < CMC < 1$; $-1 < BT < 1$; $-1 < TD < 1$ e $-1 < HG < 1$.

De acordo com a análise estatística, as variáveis independentes CMC e HG são importantes na viscoelasticidade dos fluidos, pois, subsequentemente, resulta em maior módulo

Gel. A Figura 49 (a e b) mostra a plotagens do diagrama de Pareto. Efetivamente, apenas a variável independente HG e CMC em nível (+1) são altamente significativas para obter fluidos com propriedades géis, não sendo influenciado por nenhuma outra variável e ou interação.

Figura 49- Diagrama de Pareto da viscoelasticidade (G' - módulo Gel) dos fluidos do planeamento fatorial completo.



Fonte: O autor, 2019.

- Módulo Viscoso – G''

Considerando a análise ANOVA, das variáveis independentes com $p < 0,05$, foram significativas afetando o módulo Viscoso - G'' (5Hz). Apenas as variáveis TD ($P_{\text{value}} = 0,00$), HG ($P_{\text{value}} = 0,00$) e as interações CMC*BT ($P_{\text{value}} = 0,00$) afetam significativamente o módulo viscoso. A equação 16 foi encontrada em termos de fatores codificados.

Equação final em termos de fatores codificados:

$$G''^{(5Hz)} = 20,75 + 4,65 TD + 5,62 HG - 3,26 CMC * BT + 1,61 TD * HG \quad (16)$$

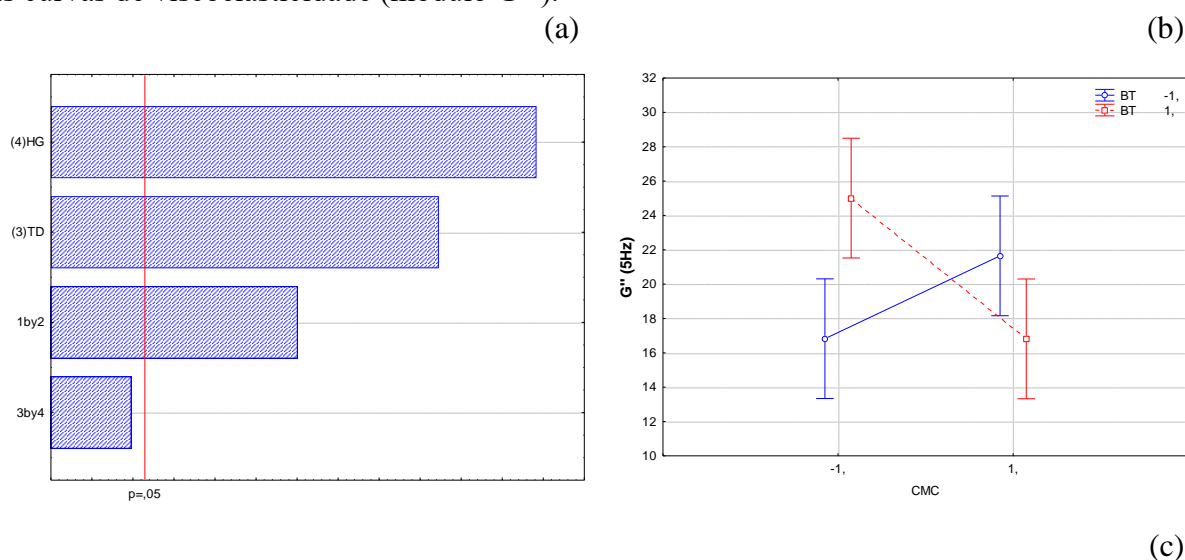
Sendo: $-1 < CMC < 1$; $-1 < BT < 1$; $-1 < TD < 1$ e $-1 < HG < 1$.

A Figura 50 (a, b e c) mostra as plotagens do diagrama de Pareto, o gráfico de médias e a superfície de resposta, respectivamente.

De acordo com o diagrama de Pareto (Figura 50a), as variáveis independentes TD, HG e a interação CMC*BT influenciam na viscoelasticidade dos fluidos, pois subsequentemente, resulta em maior módulo viscoso (G''). O módulo viscoso não é satisfatório para o fluido que se pretende desenvolver, pois, em uma parada de circulação do fluido dentro do poço de

petróleo, não manteria os cascalhos suspensos por longo tempo. Já os fluidos com propriedades géis formam uma estrutura rígida, o que mantém os cascalhos suspensos por longo período (RAZAVI *et al.*, 2016).

Figura 50- O gráfico estatístico (a) de médias; (b) de Pareto; (c) de superfície de resposta para as curvas de viscoelasticidade (módulo G'').



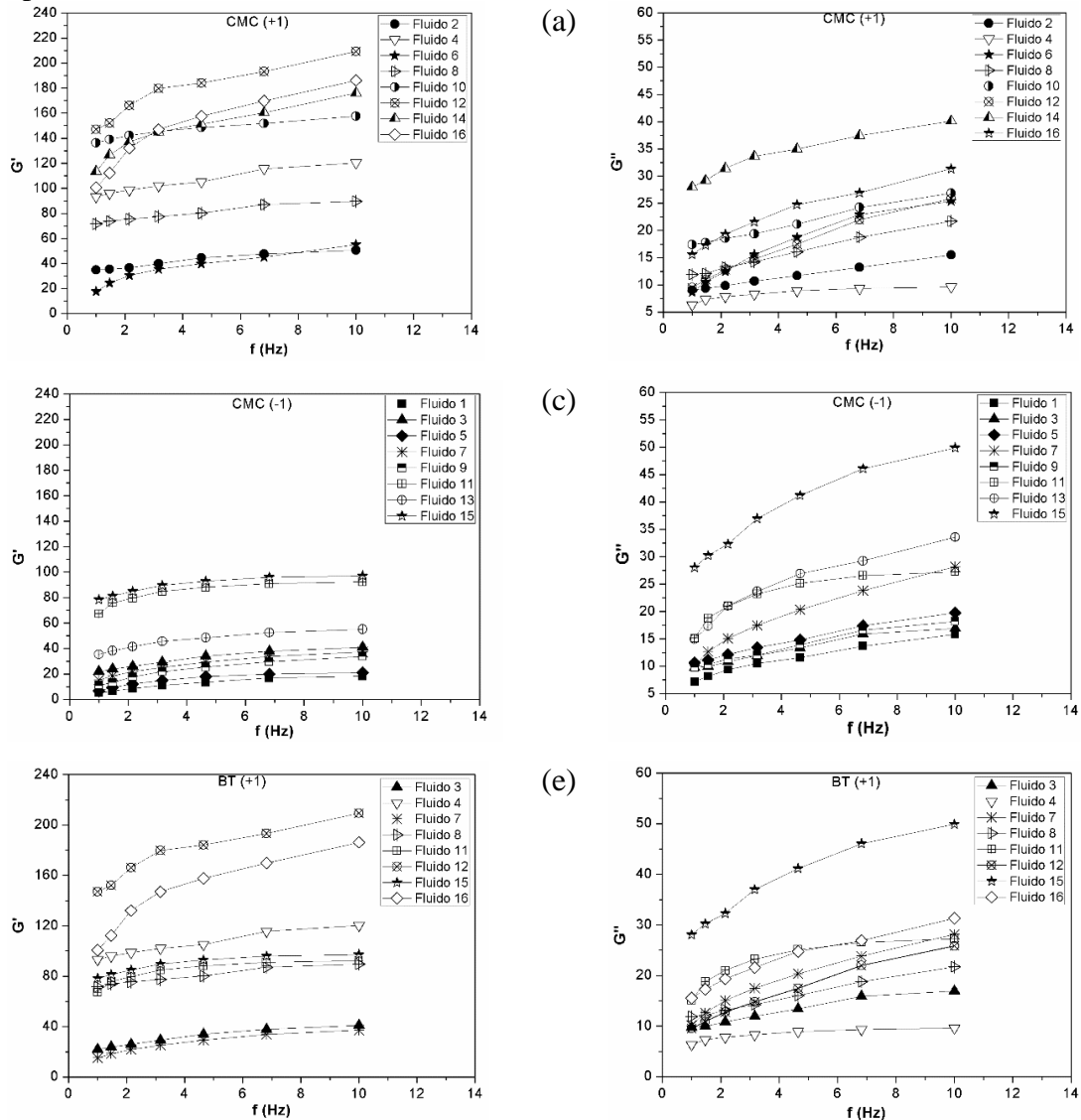
No gráfico de médias (Figura 50b), é observado que a interação entre as variáveis CMC x BT, quando CMC passa do nível -1 para +1, promove o aumento do módulo G'' quando foi utilizada alta concentração de BT no fluido de perfuração, entretanto, em nível (-1) de BT, o módulo viscoso é diminuído.

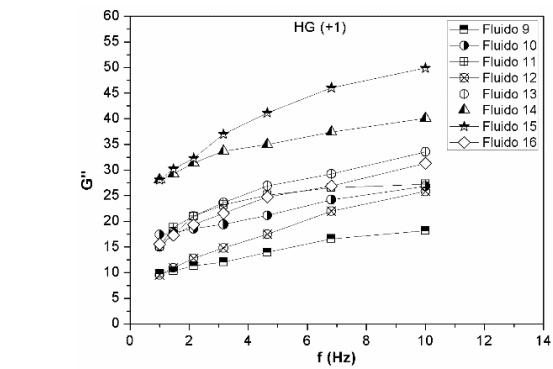
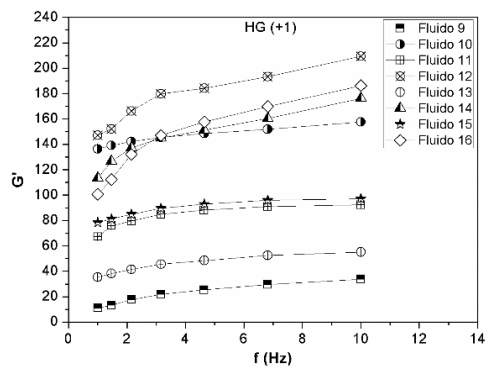
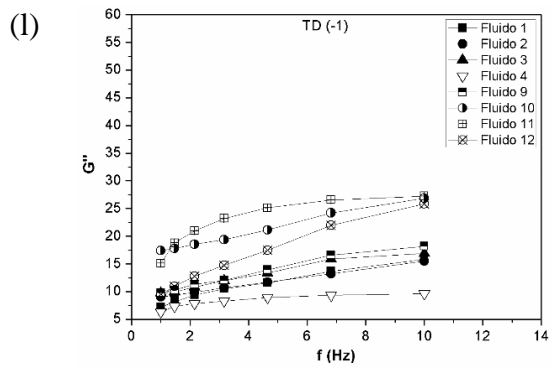
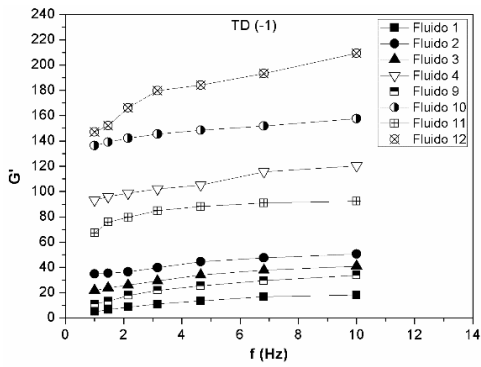
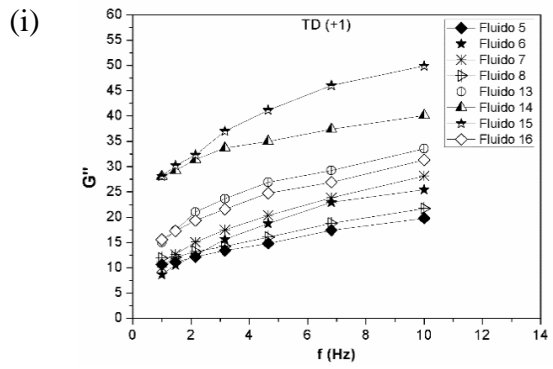
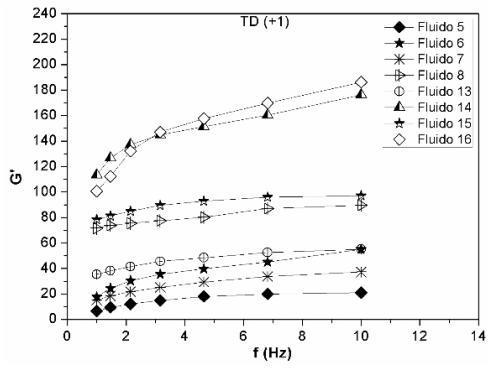
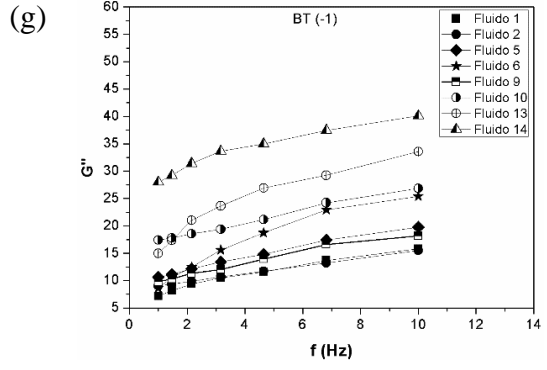
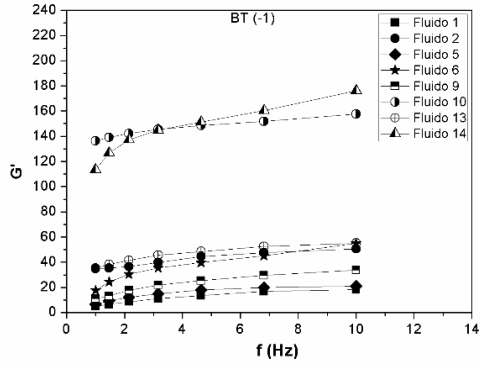
A Fig. 50c mostra a superfície de resposta para a interação da CMC*BT. Os resultados revelaram que a concentração em nível (-1) de CMC e (+1) de BT ou (+1) de CMC e (-1) de BT apresenta uma resposta no aumento do módulo viscoso. Embora as partículas de argila não

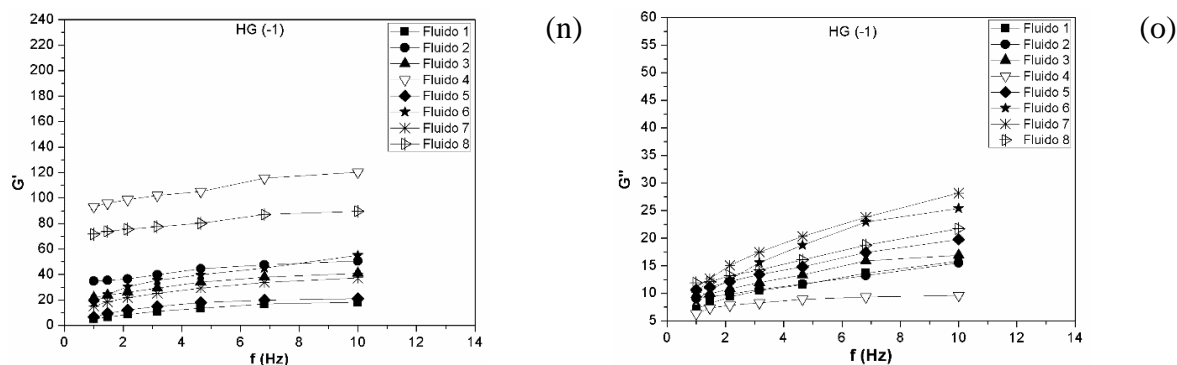
estejam quimicamente ligadas à rede polimérica, elas atuam como cargas ativas e contribuem significativamente para o pronunciamento do módulo viscoso.

As curvas de viscoelasticidade (Figura 51) corroboram com a análise estatística, em que Fluidos com CMC em nível (+1) apresentaram módulo gel (G') maior do que os fluidos em nível CMC (-1), indicando que a maior concentração do CMC influencia no valor do módulo, fornecendo um fluido predominantemente elástico (Figura 50a-c).

Figura 51- Comportamento viscoelásticos pertinente aos fluidos de perfuração do planejamento experimental.







Legenda: Fluido 1- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 2- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 3- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 4- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 5- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 6- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 7- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 8- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 9- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 10- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 11- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 12- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 13- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 14- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1), Fluido 15- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 16- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1).

Fonte: O autor, 2018.

Na bentonita em nível (+1) foi observado um comportamento bastante variado da viscoelasticidade (Figura 51e-h). No Fluido 3- (CMC (-1), TD (-1), HG (-1), BT (+1)) e no Fluido 7 - (CMC (-1), TD (+1), HG (-1), BT (+1)) foram observados um menor módulo $G' \approx 20\text{Pa}$ (Figura 51e).

Provavelmente, a interação química entre o polímero CMC (-1) e BT (+1) diminuiu a intensidade do módulo gel, esse fenômeno pode ser justificado nos fluidos 4 e 8, que apresentam a mesma formulação, só que nível (+1) de CMC, ou seja, para eles é observado um aumento pronunciado do módulo gel. O resultado apresentado corrobora com o gráfico de média, que claramente mostra este efeito, em que a concentração influencia no módulo elástico do fluido o qual prevalece sobre a viscosa. O que se pode dizer é que, na interação polímero CMC (+1) e bentonita (+1), predominam as propriedades viscosas.

A variável independente TD influencia significativamente na viscoelasticidade dos fluidos (Figura 51 i-m), sendo predominantemente gel. Isso indica que a natureza elástica do fluido prevalece sobre a viscosa. Assim, pode se assumir que as partículas representam parâmetro importante, o qual deve ser levado em consideração na reologia dos fluidos.

Ao adicionar o HG em nível (+1) nos fluidos 9-16, foi observado para os fluidos 11 e 15 em nível de CMC (-1) um módulo gel semelhante aos fluidos 4 e 8 em nível de CMC (+1). Provavelmente, CMC e HG apresentam a mesma natureza elástica. E, quando o CMC e HG estão interagindo em nível (+1) – Fluidos 12 e 16, um comportamento predominantemente elástico é observado (Figura 51n). Em uma mesma faixa de frequências, o comportamento

elástico dos fluidos na presença de HG (+1) é superior ($G' > G''$) e, dessa forma, a suspensão será mais estável. O fato das amostras de fluidos de perfuração em nível (+1) ter maiores valores de G' que as outras amostras em nível (-1), indicam que essas amostras são mais rígidas.

Além das partículas influenciarem na reologia dos fluidos, as interações químicas das variáveis independentes também influenciou significativamente na viscoelasticidade, criando estrutura complexa.

Com isso, os resultados obtidos nesse estudo indicam o Fluido 12 preparado com CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1) como ideal para ser utilizado na formulação do fluido de perfuração, tendo em vista que o comportamento reológico observado para a essa solução satisfaz as condições desejadas para ser empregado na formulação do fluido de perfuração.

3.6 Avaliação tecnologica dos Fluidos por Filtração e Fratura

3.6.1 Teste de filtração estática com papel de filtro

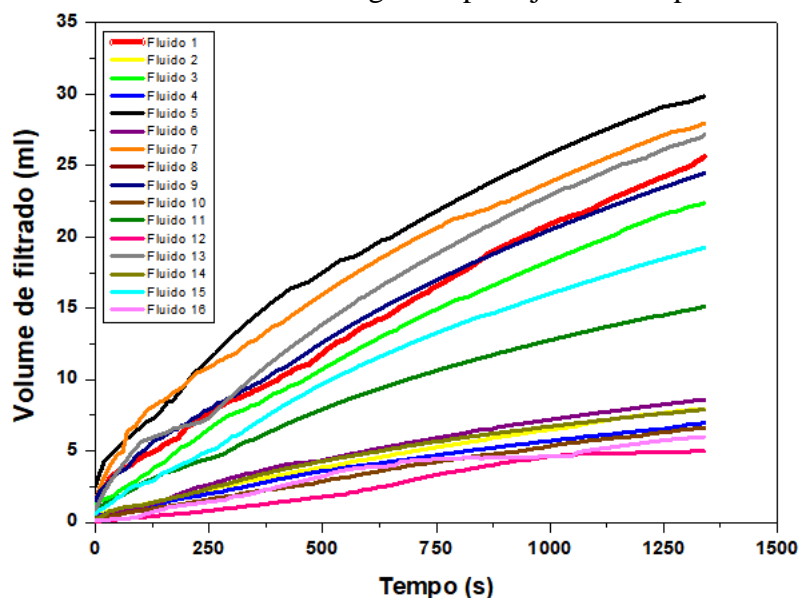
Os resultados do volume de filtrado (HTHP), para todos os fluidos são apresentados na Figura 52. Todo o filtrado das dispersões era translúcido, sendo composto apenas pela água, confirmada por sua densidade.

O influxo da fase líquida do fluido (filtrado), na formação rochosa deve ser controlado, para evitar danos às zonas produtivas de petróleo e gás (RAZAVI *et al.*, 2016). O material particulado (LCMs) foi usado, em fluidos de perfuração, para controlar a perda de circulação em rochas permeáveis. A eficiência do controle de perda de circulação com materiais LCMs pode ser explicada pela interação dos LCMs com a cadeia polimérica do CMC, podendo formar uma estrutura muito bem empacotada, o que impediria o fluxo do filtrado invadir o meio poroso.

São observados dois conjuntos de curvas bem distintas (Figura 52): uma, localizada na parte inferior do gráfico, representado pelo baixo volume de filtrado, e a outra localizada, na parte superior, representada pelo maior volume de filtrado. Foi possível observar que o conjunto de curvas com menor volume de filtrado, foi evidenciado para os fluidos com CMC em nível (+1) e as curvas praticamente se sobrepuseram. No entanto, no conjunto de curvas com maior volume de filtrado, CMC em nível (-1), observou-se uma grande dispersão das curvas. Neste caso, sugere-se que LCMs presentes no fluido influenciam na sua filtração. Preliminarmente, podemos dizer que o CMC em nível (+1) governou a perda de circulação, e em nível (-1) de CMC foi o LCM quem governou a perda de circulação. Segundo Ahmad *et al.* (2018), a adsorção do CMC, nas paredes internas do poço, através da interação inter-iônica forma uma

fina camada e evita a perda de circulação de fluidos de perfuração para a formação rochosa do poço.

Figura 52- Volume de filtrado dos fluidos base água do planejamento experimental.



Legenda: Fluido 1 (volume- 25,61ml)- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 2 (volume- 8,57ml)- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 3 (volume- 22,38ml)- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 4 (volume- 6,95ml)- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 5 (volume- 29,87ml)- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 6 (volume- 8,57ml)- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 7 (volume- 27,95ml)- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 8 (volume- 7,87ml)- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 9 (volume- 24,46ml)- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 10 (volume- 6,58ml)- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 11 (volume- 15,11ml)- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 12 (volume- 4,96ml)- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 13 (volume- 27,18ml)- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 14 (volume- 7,87ml)- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1), Fluido 15 (volume- 19,25ml)- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 16 (volume- 5,97ml)- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1).

Fonte: O autor, 2018.

Ao iniciar os testes de filtração, imediatamente após a abertura da válvula de saída de filtrado é observado que o fluido de perfuração atravessa o meio poro, e é coletado no *Becker* de filtrado. Este fluido, que atravessa o meio poroso é conhecido como *spurt loss*, e é dito como salto de volume de filtrado que passa pelo meio poroso, quando a torta de filtração ainda não foi formada. De acordo com Jiao e Sharma (1992), é neste momento que as partículas sólidas presentes no fluido, invadem a formação e forma o reboco externo. De acordo com os fluidos do planejamento experimental, um *spurt loss* menos significativo foi evidenciado apenas quando se trabalhou com CMC e hidrogel com concentração em nível (+1); provavelmente, uma rápida camada menos permeável foi formada sobre o meio filtrante. As partículas de BT, em nível (+1), interagindo com a alta concentração de CMC (Fluidos 4, 8, 12 e 16) também formaram uma camada de baixa permeabilidade sobre o meio poroso e impediu a invasão de

fluido. O LCMs de terra de diatomácea, com nível (+1 e -1) foi observado um elevado *spurt loss*.

Nos fluidos 12 e 16 foi observado baixo volume de filtrado em relação aos demais fluidos do planejamento. Este fenômeno corrobora com a viscoelasticidade dos fluidos. Segundo LUCAS *et al.* (2015), a viscoelasticidade aumentada com predominância Gel retarda a taxa de filtração de fluidos de perfuração.

Em relação aos 16 experimentos do planejamento experimental, pode-se dizer que o menor volume de filtrado, ou seja, uma menor perda de circulação foi observada para o Fluido 12 (CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1)).

Na Figura 53, é possível observar como os componentes da formulação do fluido de perfuração influenciaram no volume de filtrado nos testes de filtração estática. O CMC em nível (+1) apresentou volume de filtrado variando de 4,95 até 8,57 ml, no entanto, um maior volume de filtrado foi observado para o CMC em nível (-1), variando em torno de 15,11 a 29,87 ml (Figura 53a). Pode se dizer que o polímero CMC, em altas concentrações, é muito significativo na perda de circulação.

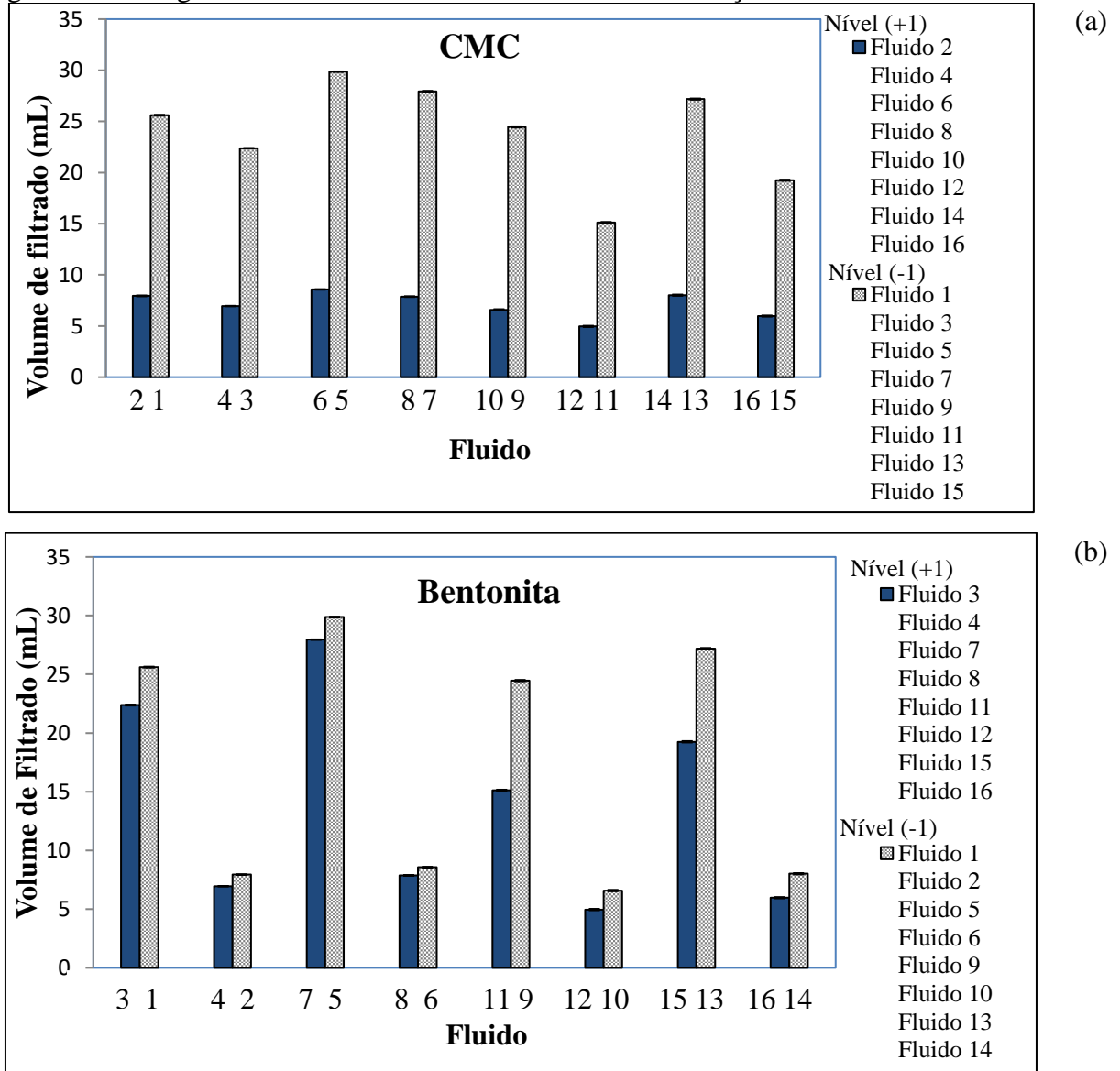
Avaliando a variável independente bentonita (BT) em níveis (+1 e -1), pode-se dizer que a bentonita foi significativa na perda de circulação, em que é observado um menor volume de filtrado para os fluidos (3, 4, 7, 8, 11, 12 15 e 16) em nível (+1) de BT (Figura 53b). Um grupo de fluidos sendo eles (4, 8, 12 e 16) encontra-se com volume de filtrado bastante reduzido quando comparado aos demais da Figura 53b. Pode-se dizer que o baixo volume de filtrado apresentado, nesses fluidos tem a ver com a interação com o polímero CMC (+1). Pode-se concluir que a bentonita também influencia significativamente a perda de circulação, mas o polímero é que auxilia o mecanismo.

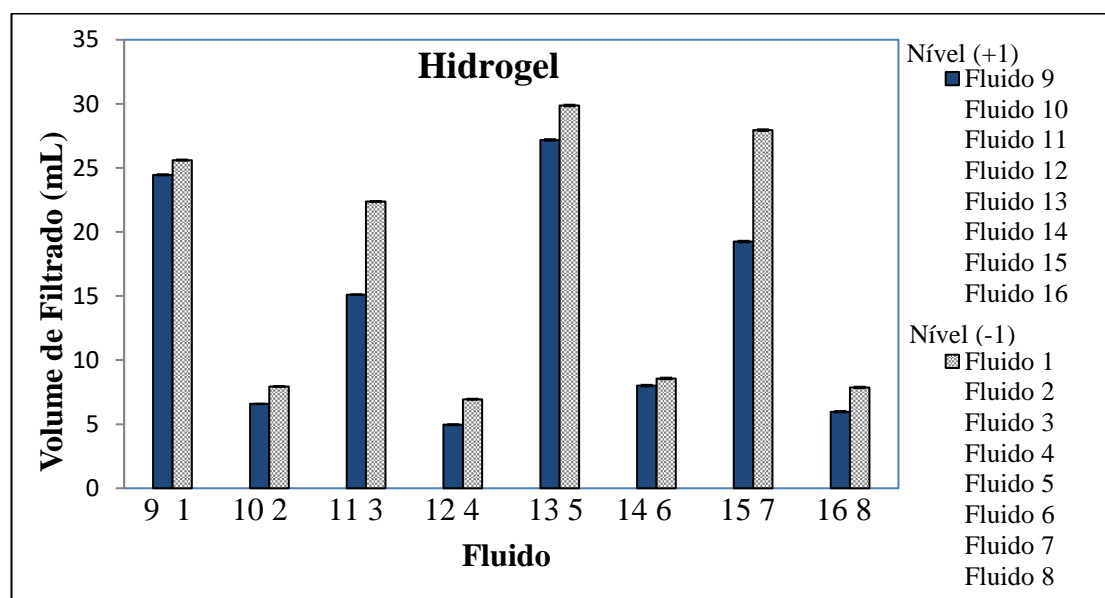
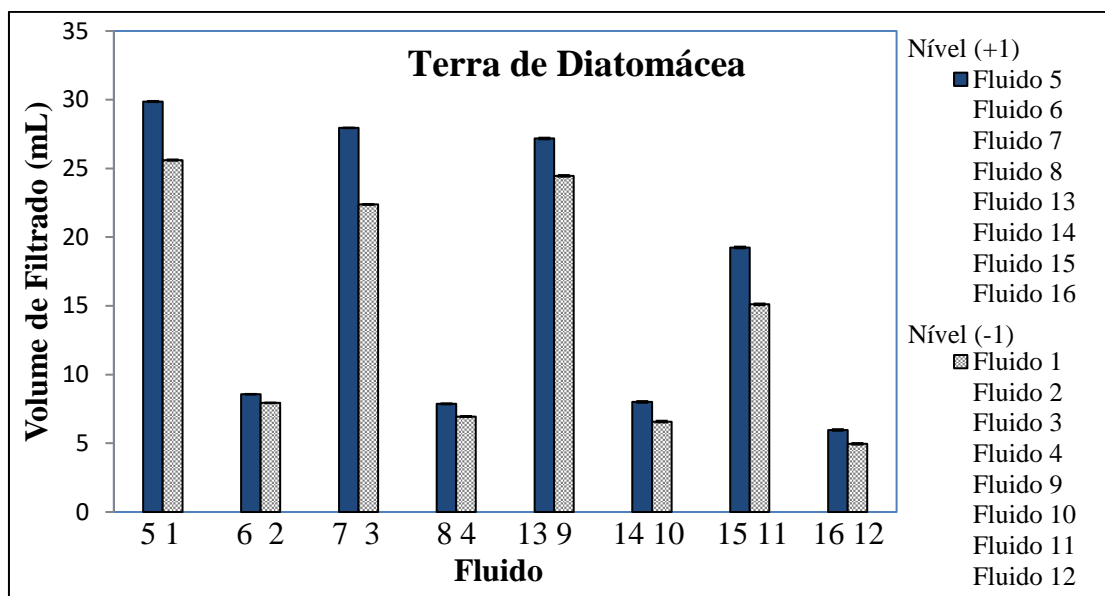
A adição de terra de diatomácea, em níveis (+1 e -1), apresentou comportamento diferente do CMC e BT, provocando moderada influencia na invasão de filtrado (Figura 53c). Pôde ser observado um volume de filtrado um pouco maior em nível (+1) de TD, quando comparado ao nível (-1). Ao comparar os Fluidos, 12 e 16, que apresentam as mesmas concentrações dos componentes, variando apenas o TD, sendo o Fluido 16 (+1) e Fluido 12 (-1) de TD, pôde ser notado uma diminuição pronunciada do volume de filtrado. O que nos permite dizer que a Terra de diatomácea não é significativa, na redução da perda de circulação.

De acordo com a Figura 53d, foram observados dois conjuntos de volume de filtrado, num dos conjuntos de fluidos (1, 3, 5, 7, 9, 11, 13 e 15) foi observada elevada perda de filtrado, em torno de 15,11 à 29,87 mL. O outro conjunto de fluidos (2, 4, 6, 8, 10, 12, 14 e 16) um baixo volume de filtrado é apresentado, em torno de 4,96 a 8,57 mL. Pode-se dizer que o hidrogel,

em nível (+1), apresentou uma diminuição do volume de filtrado. Possivelmente, essas partículas auxiliam os polímeros controladores de perda de fluido criando, uma estrutura complexa no bolo de filtrado. Mas também a interação polímero e hidrogel como são observadas, para o segundo conjunto de fluidos, auxilia na redução do volume de filtrado, diminuindo, assim, a perda de circulação nas operações de filtração.

Figura 53- Histograma do volume de filtrado dos testes de filtração.





(d)

Legenda: Fluido 1 (volume- 25,61ml)- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 2 (volume- 8,57ml)- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 3 (volume- 22,38ml)- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 4 (volume- 6,95ml)- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 5 (volume- 29,87ml)- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 6 (volume- 8,57ml)- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 7 (volume- 27,95ml)- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 8 (volume- 7,87ml)- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 9 (volume- 24,46ml)- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 10 (volume- 6,58ml)- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 11 (volume- 15,11ml)- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 12 (volume- 4,96ml)- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 13 (volume- 27,18ml)- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 14 (volume- 7,87ml)- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1), Fluido 15 (volume- 19,25ml)- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 16 (volume- 5,97ml)- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1).

Fonte: O autor, 2018.

3.6.2 Teste estatístico para filtração estática com papel de filtro

A análise ANOVA, com um nível de confiança de 95%, indicou que o modelo mínimo quadrático foi significativo (Figura 54). Das variáveis independentes com $p < 0,05$, foram significativos afetando a perda de circulação dos fluidos através do meio poroso, apenas as variáveis CMC ($P_{\text{value}} = 0,00$), BT ($P_{\text{value}} = 0,00$), TD ($P_{\text{value}} = 0,03$) e HG ($P_{\text{value}} = 0,01$). A seguinte equação 17 foi encontrada em termos de fatores codificados. De acordo com a equação 17 para os testes de filtração é observado que as variáveis independentes CMC, BT e HG em nível (+1) são altamente significativas para diminuir a perda de circulação nas fases de filtração.

Equação final em termos de fatores codificados:

$$\text{Filtração (ml)} = 14,99 - 8,40 \text{ CMC} - 1,77 \text{ BT} + 1,24 \text{ TD} - 1,65 \text{ HG} + 1,04 \text{ CMC} * \text{BT} - 0,84 \text{ CMC} * \text{TD} + 0,83 \text{ CMC} * \text{TD} - 0,83 \text{ BT} * \text{HG} \quad (17)$$

Sendo $-1 < \text{CMC} < 1$; $-1 < \text{BT} < 1$; $-1 < \text{TD} < 1$ e $-1 < \text{HG} < 1$.

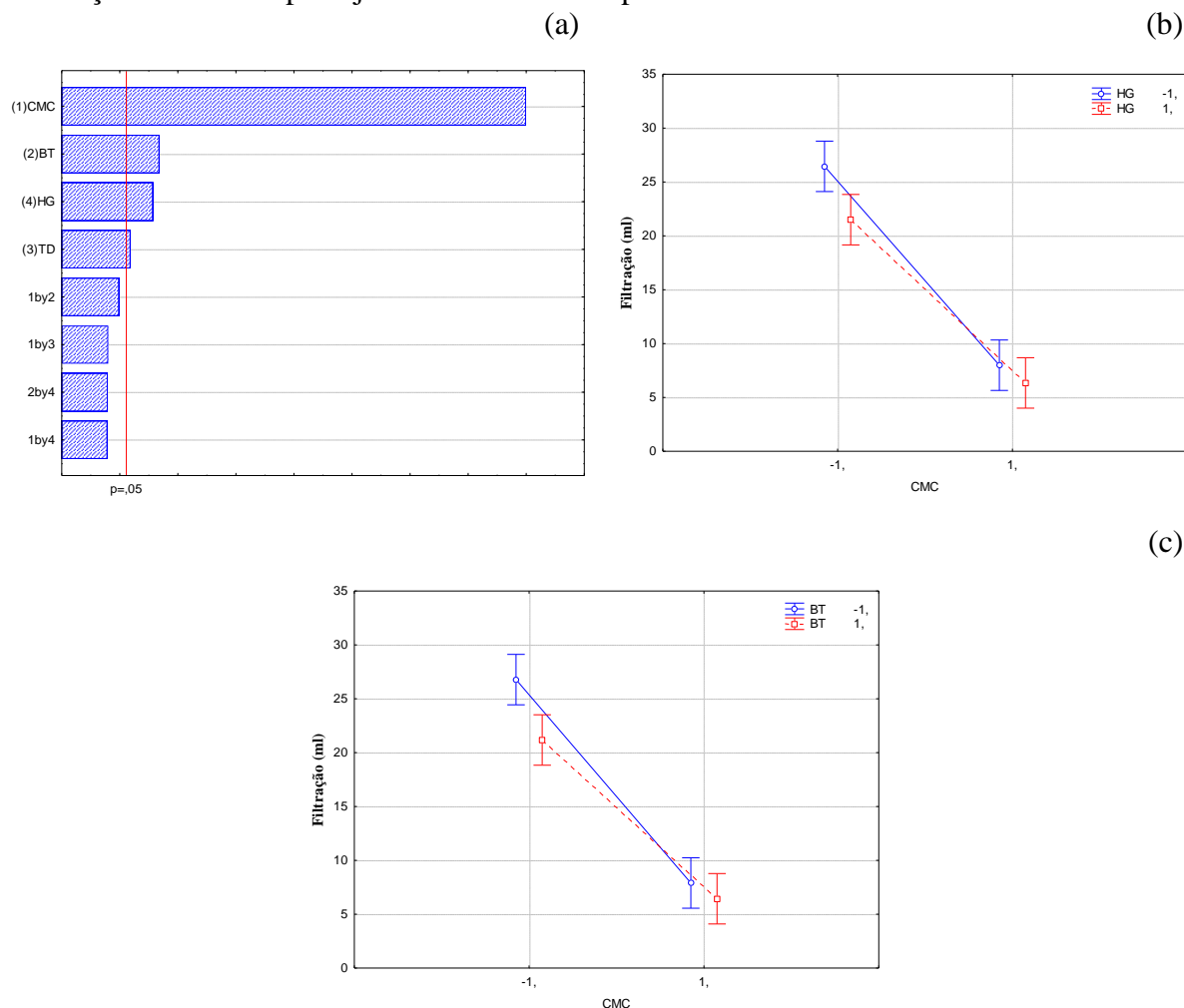
A Figura 54 mostra as plotagens do diagrama de Pareto e o gráfico de médias, respectivamente.

De acordo com o diagrama de Pareto (Figura 54a), todas as variáveis independentes influenciam na filtração estática. A interação entre as variáveis não afetou significativamente a fase de filtração.

Teoricamente, a alta concentração de CMC é muito importante na perda de circulação, mas o hidrogel e a bentonita, isoladamente, também influenciaram no controle de filtrado, pois, subsequentemente, resultaram em menor volume de filtrado nos testes experimentais. Este resultado corrobora com os testes de reologia, em que foi observado o aumento da curva de fluxo, maior viscosidade aparente e propriedade gel. Foram significativamente influenciados pelo CMC em nível +1. No entanto, a concentração TD mostrou pouca influencia na fase de filtração. Este resultado corrobora com o teste experimental de filtração, no qual foi observado que a TD aumentou a perda de circulação.

Avaliando algum efeito significativo entre as interações, nos gráficos de médias (Figura 54 b-c), foi observado que, ao interagir as variáveis CMC* HG e CMC*BT, respectivamente, quando CMC passa do nível -1 para +1, promove a redução da perda de carga independentemente da concentração de HG e BT, sendo possível inferir que, independentemente da concentração das variáveis BT e HG, o que impediu efetivamente a perda de circulação na filtração foi o polímero CMC em nível (+1).

Figura 54- O gráfico estatístico (a) de diagrama de Pareto; (b - c) de média para os experimentos de filtração estática do planejamento fatorial completo.

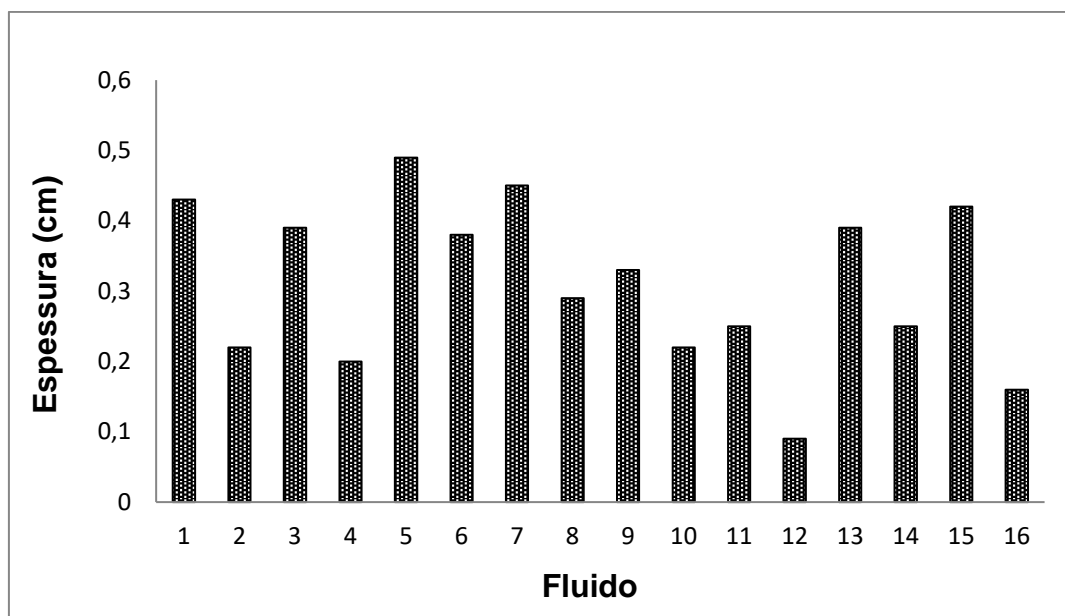


Fonte: O autor, 2019.

3.6.3 Espessura da torta de filtração

A espessura da torta, em mm, foi obtida, experimentalmente, logo após o fim do experimento de filtração, com o auxílio de uma régua em microescala (Figura 55). As maiores espessuras foram observadas nos fluidos com CMC em nível (-1). As menores espessuras de torta foram observadas para o fluido 12 e 16, respectivamente (Figura 56a-b). Observou-se que, neste fluido, a única diferença é o nível de adição da TD.

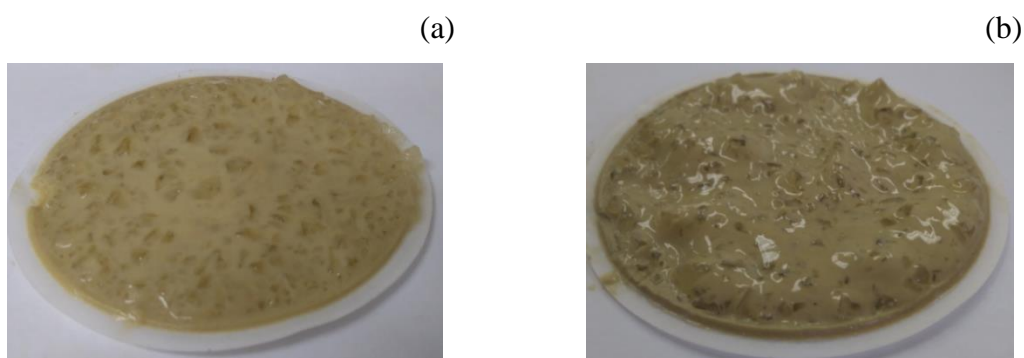
Figura 55- Espessuras das tortas formadas experimentalmente dos 16 fluidos, de acordo com o planejamento estatístico.



Legenda: Fluido 1- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 2- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 3- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 4- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 5- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 6- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 7- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 8- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 9- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 10- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 11- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 12- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 13- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 14- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1), Fluido 15- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 16- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1).

Fonte: O autor, 2019.

Figura 56- Imagens das tortas de filtração sobre o meio poroso papel de filtro.



Legenda: (a) Fluido 12- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); (b) Fluido 16- CMC (+1), TD (+1), HG (+1).
Fonte: O autor, 2018.

Assim, pôde-se observar que a presença da TD, no fluido 16, afetou a resistência da torta de filtração e forneceu maior volume de filtrado. Uma camada mais fina, cremosa e firme foi estabelecida para os fluidos em nível (-1) de TD (Figura 56a). Segundo Al-Sabagh *et al.*, (2016), o uso da TD em fluidos de perfuração, é muito importante devido à formação de um tampão sólido, no qual um bolo de filtro impermeável pode então se formar.

3.6.4 Teste de filtração estática na matriz com fenda de 1mm.

Após os testes de filtração utilizando o papel de filtro da marca Fann, foi selecionado o fluido que apresentou menor volume de filtrado (Fluido 12) e foi realizado o mesmo teste de filtração estática agora substituindo o meio filtrante de papel de filtro por matriz com fenda de 1 mm (Figura 57a). Os testes foram realizados nas mesmas condições experimentais, como segue descrito na metodologia, (item 4.8.1).

Pôde-se observar que, na fenda, um reboco foi formado, o que impediu a invasão de fluido para o meio poroso (Figura 57b).

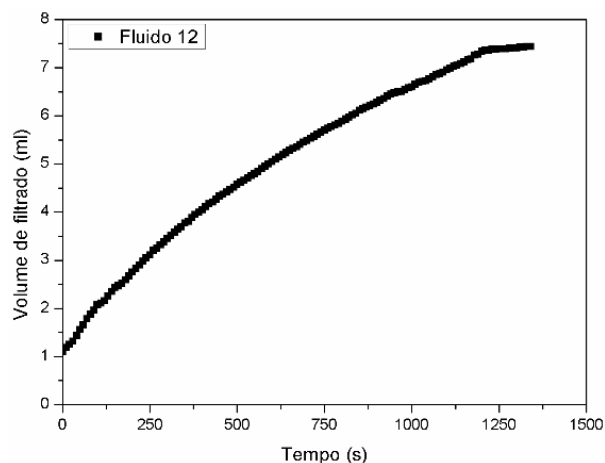
Figura 57- Imagem dos testes de filtração estática – a) matriz fraturada; b) torta formada na matriz fraturada.



Fonte: O autor, 2018.

Inicialmente, a taxa de perda de fluido, durante a experiência, foi alta durante os 2 primeiros minutos (Figura 58). Esta alta taxa inicial (*spurt loss*) de perda de fluido foi devida à ausência da torta formada na fenda, no início dos testes de filtração. À medida que a experiência de filtração prosseguia a taxa de perda de fluido diminuía em comparação com o início do teste devido à formação do bolo de filtração. Nos 3 minutos finais do teste, pôde-se observar a formação de um patamar na curva de filtração, neste momento, uma torta consolidada foi formada e praticamente nenhum fluido atravessou a região da fenda (Figura 58).

Figura 58- Filtração estática - curva de volume de filtrado versus tempo para o fluido 12- matriz fraturada de 1mm.



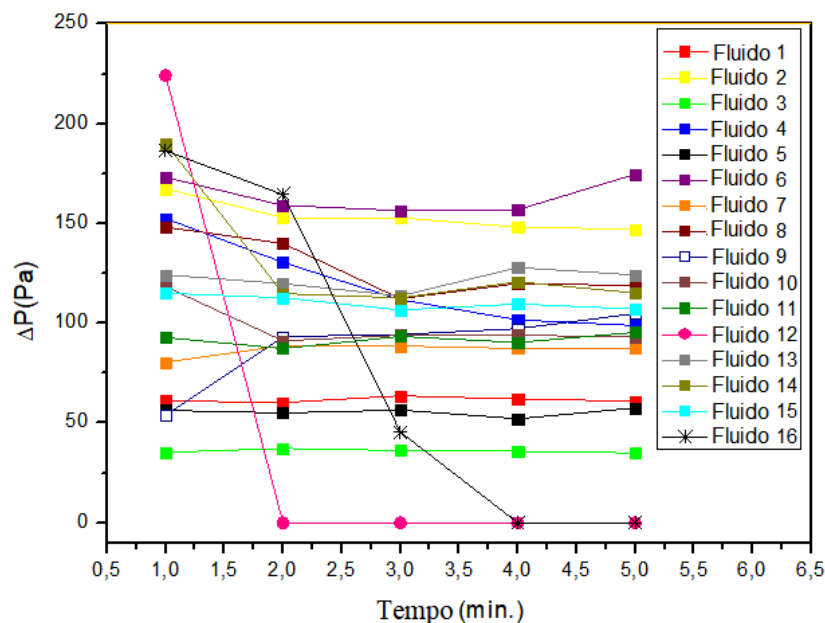
Fonte: O autor, 2018.

3.7 Testes de escoamento em fraturas de 2mm

Nesta seção, foi avaliada a capacidade dos fluidos, contendo diferentes LCMs-bentonita, terra de diatomácea e hidrogel – influenciarem no selamento da fratura, conforme o procedimento do item 2.6.1. São apresentados os resultados para a fenda de 2mm, na seção de alimentação, que apresenta similaridade com o anular 8 1/2” com uma coluna de perfuração de 5” polegada (Figura 59). Os ensaios, neste trabalho, visaram à obtenção da perda de carga em função da vazão (3,0m³/h) e a eficiência de cada material no selamento da fratura. A influencia da interação dos materiais LCMs, nas propriedades de fraturas, foi investigada a partir da análise dos níveis (+1 e -1). Estabilizou-se a vazão em torno de 3,0m³/h e, na medida em que o fluido passou pela fratura, é foi possível perceber uma queda na vazão de retorno, uma vez que parte do fluxo foi perdido pela fratura. Essa queda de vazão é identificada pelo sensor de vazão posicionado no retorno do anular e representado pela abertura da válvula, no final da fratura.

A Figura 59 é observado os dados de queda de pressão *versus* tempo, para os 16 fluidos do planejamento coletado no teste de fratura. Podemos observar, que apenas, os Fluidos 12 e 16 apresentaram uma queda do ΔP , começando a selar a fratura após 2 e 4 minutos, respectivamente, do início dos testes.

Figura 59- Variação da pressão (ΔP) na fratura durante o teste de selamento para os 16 fluidos do planejamento experimental fatorial completo.



Legenda: Fluido 1- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 2- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 3- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 4- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 5- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 6- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 7- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 8- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 9- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 10- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 11- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 12- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 13- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 14- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1), Fluido 15- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 16- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1).

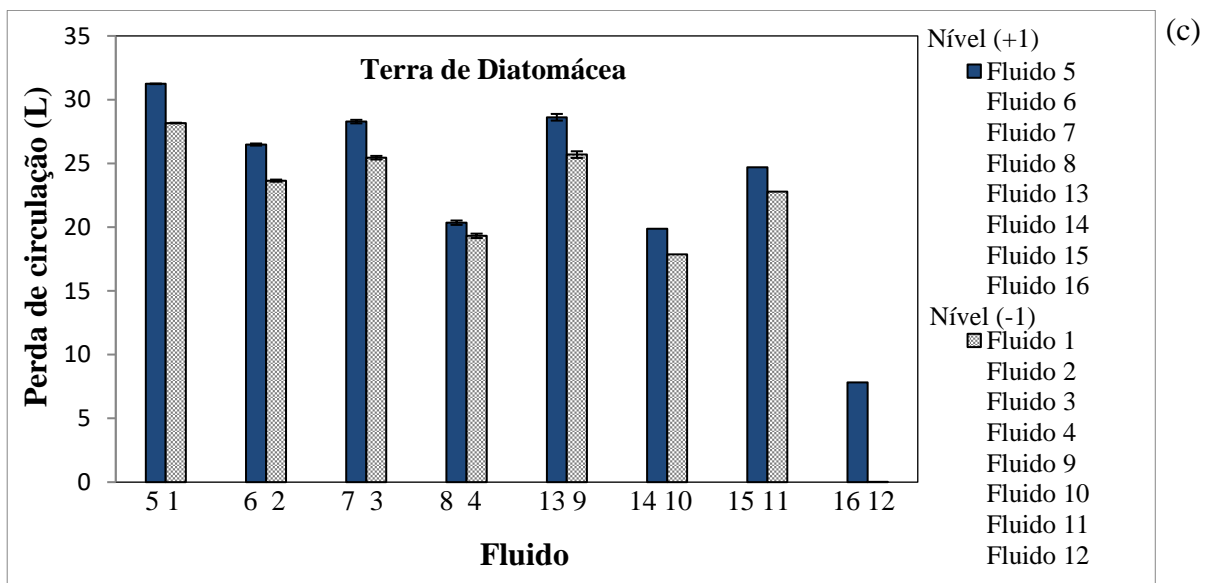
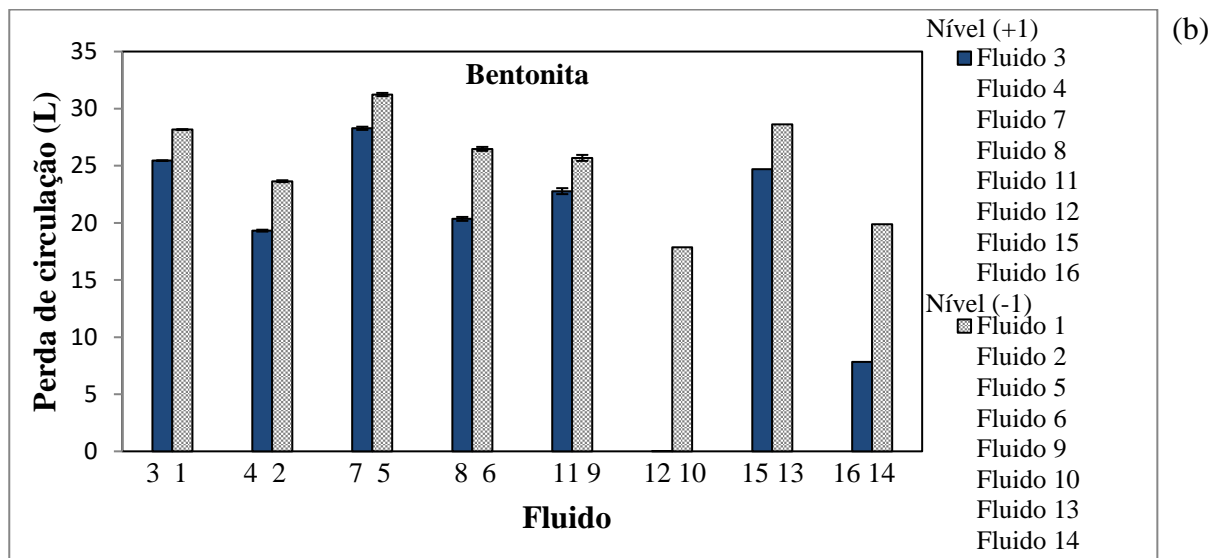
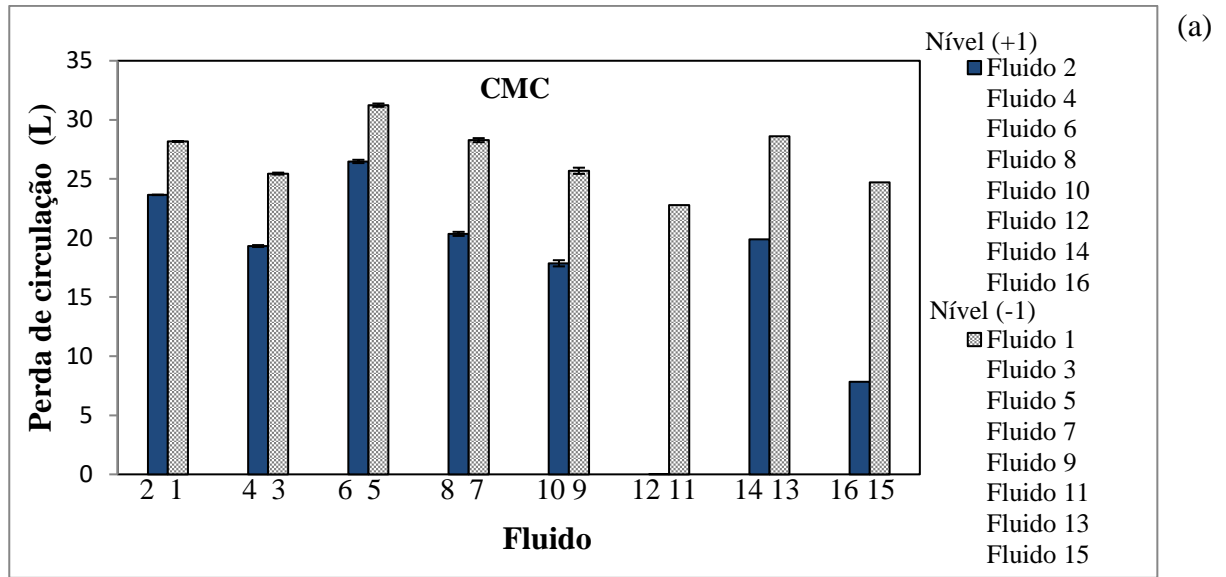
Fonte: O autor, 2018.

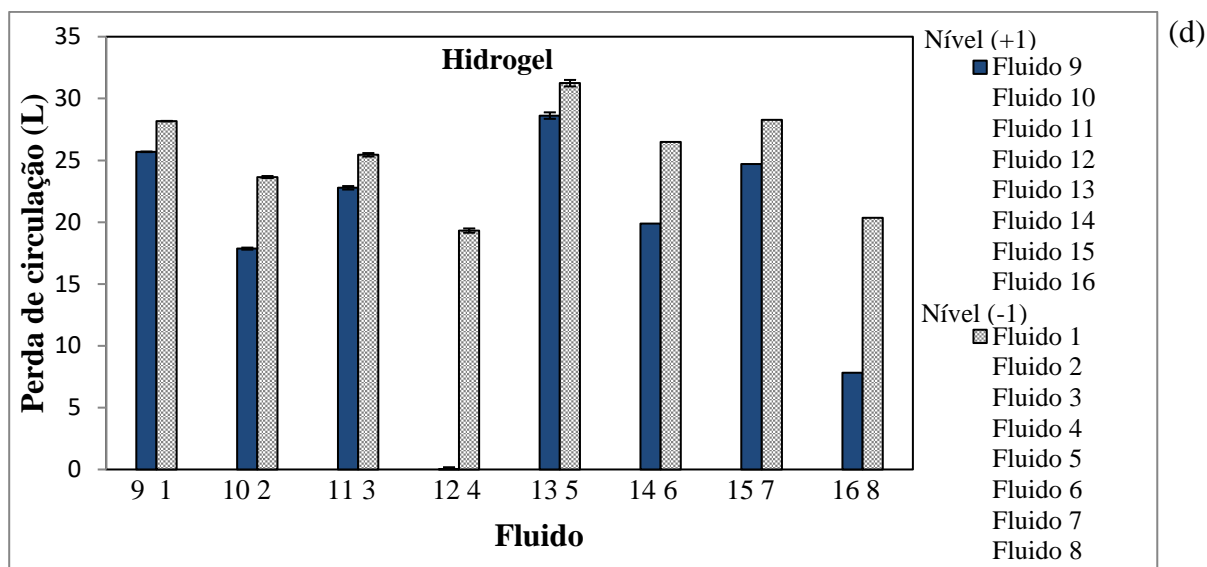
O Fluido 14 apresentou um decréscimo na queda de pressão (ΔP 190 a 130 Pa), após 2 minutos, o fluxo de fluido manteve-se constante, posteriormente, não ocorrendo o selamento. Os demais fluidos mantiveram-se, praticamente constante, a variação de pressão, ΔP . Os fluidos com nível de CMC (-1), apresentaram um ΔP elevada (>100 Pa), possivelmente, devido à baixa viscosidade apresentada pela concentração de CMC, que não foi suficiente para criar uma estrutura rígida e interagir com os demais LCMs, diminuindo sua fluidez dentro da fratura.

3.7.1 Perda de circulação dos fluidos contendo LCMs

O volume perdido nos testes de fraturas, de acordo com o planejamento experimental é mostrado na Figura 60. Pôde-se observar um erro experimental muito pequeno, para os testes de fratura. De forma geral é evidenciado que o CMC em nível (+1), contribui fortemente para o selamento de fraturas (Figura 60a).

Figura 60- Histograma do volume de filtrado dos testes de fratura.





Legenda: Fluido 1- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 2- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 3- CMC (-1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 4- CMC (+1), TD (-1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 5- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 6- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (-1); Fluido 7- CMC (-1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 8- CMC (+1), TD (+1), HG (-1) e BT (+1); Fluido 9- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 10- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 11- CMC (-1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 12- CMC (+1), TD (-1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 13- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1); Fluido 14- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (-1), Fluido 15- CMC (-1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1); Fluido 16- CMC (+1), TD (+1), HG (+1) e BT (+1).

Fonte: O autor, 2018.

A influencia positiva do CMC (+1), na redução da perda de circulação, é observada em todos os fluidos do planejamento experimental. No entanto este fenômeno é muito bem apresentado nos fluidos 11 e 12. A presença de diferente concentração de CMC (+1 e -1) e concentrações iguais para os demais componentes do fluido mostraram quanto o CMC é significativo, para diminuir a perda de carga (Figura 60a). A bentonita apresentou respostas significativas na perda de circulação. A interação interiônica da bentonita a outro componente forma uma fina camada e evita a perda de circulação (AHMAD *et al.*, 2018). Os resultados de menor perda de circulação em nível (+1) de BT, foram mais intensificados, quando o fluido compunha CMC em nível (+1). Possivelmente a baixa concentração de CMC e BT não permitiu que uma estrutura rígida fosse formada, sendo assim, um elevado volume de fluido invadiu a zona fraturada.

O nível (+1) da terra de diatomácea implicou na maior perda de circulação como pode ser observado (Figura 60c). Um efeito muito pronunciado, quando se trabalha com terra de diatomácea em nível (+1) é observado nos fluidos 12 e 16. Desta forma, a alta concentração de TD aumentou a perda de circulação, possivelmente, pelo fato de sua partícula ser porosa.

As partículas de HG presente, no fluido, possivelmente, alojou-se nas ranhuras da fratura, diminuindo sua permeabilidade e uma menor perda de circulação foi observada (Figura 60d). Este fenômeno pode ser visto comparando os respectivos fluidos (1 e 9; 2 e 10; 3 e 11; etc).

O Hidrogel influenciou, na perda de circulação, quando se trabalhou com nível (+1). Em baixas concentrações, não foi possível observar uma influência significativa do material.

Um melhor controle da perda de circulação foi observado quando se trabalhou com nível (+1) de CMC, BT, HG e nível (-1) para TD. Esta composição foi evidenciada no Fluido 12.

3.6.2 Teste estatístico para fratura

A análise ANOVA, com um nível de confiança de 95%, indicou que o modelo mínimo quadrático foi significativo (Figura 61). Das variáveis independentes com $p < 0,05$, foram significativos afetando a perda de circulação dos fluidos através da fratura, apenas as variáveis CMC ($P_{\text{value}} = 0,00$), BT ($P_{\text{value}} = 0,00$) e HG ($P_{\text{value}} = 0,01$) e as interações CMC*BT ($P_{\text{value}} = 0,00$) e CMC*HG ($P_{\text{value}} = 0,00$). A seguinte equação 18 foi encontrada em termos de fatores codificados. De acordo com a equação 18, para os testes em um equipamento de escoamento de fratura (2 mm), foi observado que as variáveis independentes CMC, BT e HG em nível (+1) são altamente significativas para diminuir a perda de circulação nas fases de filtração. As interações entre as variáveis CMC*BT e CMC*HG não foi relevante apenas para o ajuste da equação polinomial de segunda ordem, estas variáveis apresentaram influencia significativa para mitigar a perda de circulação.

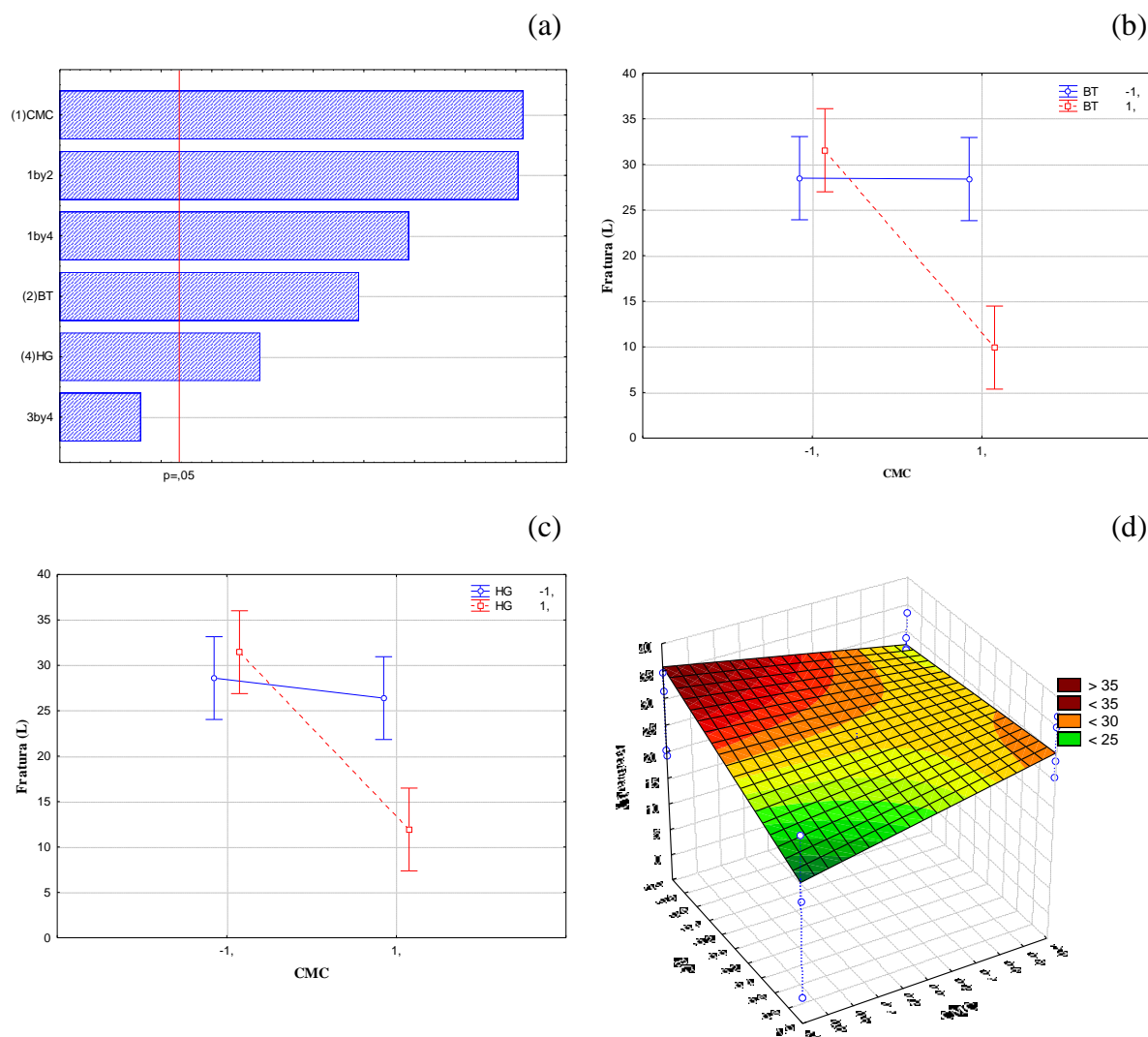
Equação final em termos de fatores codificados:

$$\text{Fratura (L)} = 24,75 - 5,43 \text{ CMC} - 3,85 \text{ BT} - 2,90 \text{ HG} - 5,38 \text{ CMC} * \text{BT} - 4,33 \text{ CMC} * \text{HG} + 1,75 \text{ TD} * \text{HG} \quad (18)$$

Sendo $-1 < \text{CMC} < 1$; $-1 < \text{BT} < 1$; $-1 < \text{TD} < 1$ e $-1 < \text{HG} < 1$.

A Figura 61 mostra as plotagens do diagrama de Pareto, o gráfico de médias e a superfície de resposta, respectivamente.

Figura 61- O gráfico estatístico (a) do diagrama de Pareto; (b-c) de médias; (d) de superfície de resposta para os experimentos de fratura para HG e CMC, sendo BT=0 e TD=0



Fonte: O autor, 2019.

De acordo com o diagrama de Pareto (Figura 61a), apenas a variável independente TD não foi significativa para o selamento da fratura de 2 mm. Nas interações entre as variáveis CMC*BT e CMC*HG foi observado efeito muito significativo na perda de circulação na fase de fratura, quando comparado com as variáveis BT e HG isoladamente.

Teoricamente, a alta concentração de CMC, BT e HG é muito importante na perda de circulação, pois subsequentemente resultou em menor perda de carga nos testes experimentais.

Avaliando algum efeito significativo entre as interações, nos gráficos de médias foi observado que ao interagir as variáveis CMC* BT (Figura 61b), quando CMC passou do nível -1 para +1, ocorreu a redução da perda de carga na fratura de 2 mm com a BT em nível (+1). Na bentonita em nível (-1) não foi observada nenhum efeito na perda de carga quando CMC passou de nível -1 para +1. No entanto, um fenômeno similar foi observado para a interação

das variáveis CMC*HG, (Figura 61c). Quando CMC passou do nível -1 para +1 ocorreu a perda de carga na fratura de 2 mm com a variável HG em nível (+1). Na baixa concentração de HG é observada uma leve influencia na perda de circulação.

É bem conhecida na literatura, quando polímeros estão presentes junto à argila, a interação entre as plaquetas e o polímero resulta na adsorção de cadeias poliméricas e assim reduz significativamente a perda de circulação (ROSSI *et al.*, 1997; LUCKHAM & ROSSI, 1999; M'BODJ *et al.*, 2004).

Neste estudo, é observado que mesmo a bentonita não participando ativamente sobre a estrutura do polímero CMC, ela atuou como redutor na perda de circulação.

Na Fig. 61d, no gráfico de superfície de resposta entre a interação das variáveis CMC*HG, é observado menor perda de circulação quando as variáveis estavam em nível (+1). Quando foi reduzido a concentração das variáveis para nível o nível (-1), é observado uma resposta de perda de circulação maior.

A interação das variáveis independentes HG e BT na suspensão polimérica de CMC auxiliam no controle de perda de fluido criando uma estrutura complexa no interior da fratura, mitigando a perda de circulação. Além disso, o selamento ocorreu rapidamente e menos fluido foi perdido, até que a fratura fosse totalmente selada. Esses resultados de fratura estão corroborando com os resultados de perda de circulação na filtração (Figura 52), em que foi observada similaridade da influencia em nível (+1), das variáveis independentes CMC, BT e HG, em mitigar perda de circulação na fratura e filtração.

Dentre os 16 fluidos de perfuração do planejamento experimental, o Fluido 12, o qual possui menor concentração de TD, formou um fluido com sua estrutura muito bem empacotada e com propriedades reológicas típica de um fluido de perfuração não invasivo, mitigou a perda de circulação para o poço nas fases de fratura e filtração.

3.8 Avaliações adicionais para o fluido 12

Como o fluido 12 foi o que apresentou melhor comportamento frente à filtração e à fratura, foram realizados ensaios adicionais visando, melhor avaliação deste material: teste *squeezes* e o Força gel.

3.8.1 Teste de *squeezes*

O teste *squeezes*, uma técnica de injeção de água ou gás forçada contra corrente a fratura, serve na sua desobstrução. Após 24 horas, do Fluido 12 ter ficado dentro do equipamento, foi necessária a desobstrução da fratura. Entretanto, foi necessário injetar água a uma pressão de 2 psi, durante 5 minutos.

3.8.2 Força gel

Quando se trata de um fluido de perfuração, segundo a norma brasileira, API RP 13B-1, é recomendável que o fluido apresente valores de L3 (taxa de cisalhamento a 3 rpm) elevados, para garantir uma boa capacidade de transporte e sustentação dos cascalhos no interior do poço (CORRÊA *et al.*, 2017). Normalmente, inicia-se a perfuração de uma dada fase com baixos valores de L600 (taxa de cisalhamento a 600 rpm) e L3 e, com o progresso da perfuração acompanha-se o contínuo aumento dessas propriedades, devido à incorporação de sólidos ao fluido (CORRÊA *et al.*, 2017). Diferentemente, os valores de gel inicial (G_i) e final (G_f) não podem ser nem muito elevados, nem muito abaixo dos valores estipulados pela norma API RP 13B-1 (3-12lbf / 100ft² para G_i e 8-20lbf / 100ft² para G_f). Se G_i e G_f forem muito elevados, ao reiniciar-se a perfuração, após uma parada, uma alta viscosidade exigiria grande esforço mecânico, e se forem muito baixos podem ocasionar o entupimento do poço devido a não sustentação dos cascalhos.

O Fluido 12 apresentou valores força gel de $G_i = 8\text{lbf} / 100\text{ft}^2$ e G_f de $15\text{lbf} / 100\text{ft}^2$. Estes resultados foram satisfatórios de acordo com a norma; sendo assim, o fluido não necessita de aditivos específicos de forma a alterar as suas propriedades G_i e G_f .

A viscosidade plástica VP (cP) é considerada como a medida da resistência interna para o escoamento do fluido, como resultado da interação dos sólidos que estão presentes, em um fluido de perfuração (CURBELO *et al.*, 2008). O fluido 12 apresentou valor de VP em torno de 12cP. Resultados confirmam que o fluido 12 é adequado, para ser utilizado como fluido de perfuração. De acordo com a norma API RP 13B-1, valores de VP abaixo de 10cP não são adequados para fluidos de perfuração e são indicativos de que há um alto limite de escoamento e isso pode levar a um estado de floculação para os sólidos presentes. Por outro lado, valores de VP muito acima de 10cP podem gerar sobrecarga para o sistema de bombeamento de fluido devido à elevada viscosidade.

A partir dos experimentos de perda de carga nos equipamentos fratura e filtração, o teste com fluidos de perfuração não-Newtonianos - F(CMC)TD-HG, foi possível concluir que o simulador de escoamento em fraturas e filtração utilizado foi capaz de fornecer dados

necessários para caracterizar a eficiência dos materiais particulados na cura de fraturas e filtração. Nos resultados do planejamento, o polímero CMC exerceu os principais efeitos, no combate a perda de circulação, nas fases de fratura e filtração. Teoricamente, a alta concentração de CMC é importante na formulação do fluido, pois subsequentemente resulta em menor perda de fluido para a formação. Entretanto, a partícula de bentonita também é importante, pois atuando sozinha ou interagindo com o CMC foi observada sua eficiência, no combate à perda de circulação. Além disso, os LCMs hidrogel influenciou na fratura e filtração e a terra de diatomácea não é significativa para combater a perda de circulação. Os 16 fluidos avaliados, no planejamento experimental apresentaram boa estabilidade, no carregamento de partículas e nenhuma separação de fases foi observada, mesmo num período de repouso, dando um indicativo da sua aplicação como base para fluidos de perfuração.

Para a otimização do fluido de perfuração foi selecionado apenas o Fluido 12 (CMC (+1), HG (+1), TD (-1) e BT (+1)) os testes de filtração e fratura mostraram que este fluido apresenta uma eficácia superior e atuou como dupla ação, no controle de filtrado e na cura de fraturas, apresentando mínima perda de carga. Além de apresentar excelente condição reológica, predominantemente gel, apresentou propriedade de inibição de argila e foi observado que a força gel estava de acordo com as normas API RP 13B-1.

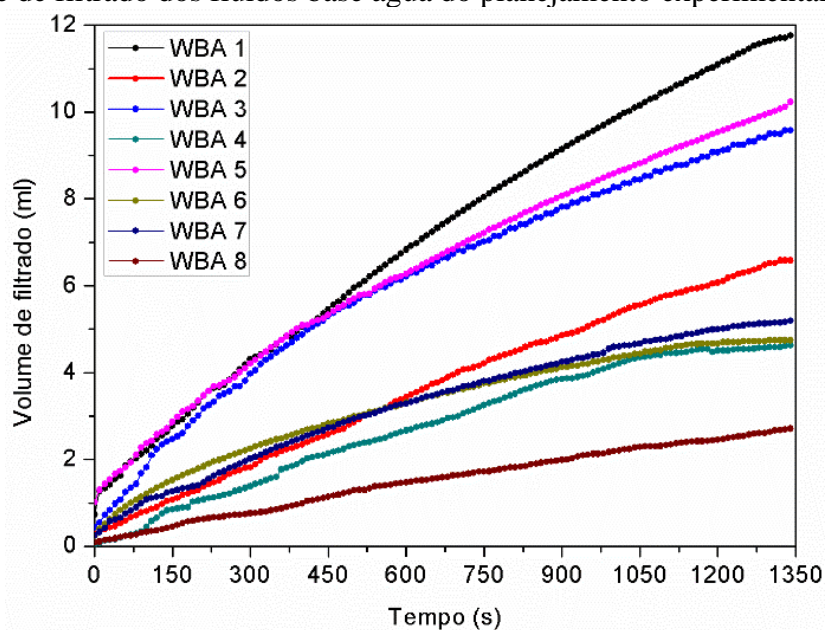
RESULTADOS E DISCUSSÃO – Otimização do fluido de perfuração

3.9 Testes de filtração estática do fluido s/ terra de diatomácea

Na seção anterior (escolha do melhor LCMs) foi visto que a adição do LCMs - terra de diatomácea em nível +1 e -1, não foi significativo, no combate à perda de circulação nas fases de fratura e de filtração. Para a otimização do fluido de perfuração, um novo planejamento estatístico fatorial completo foi sugerido. Novos fluidos foram formulados sem o LCMs terra de diatomácea, mas seguindo a metodologia previamente descrita no item 2.3.1. Os fluidos sem o LCM - terra de diatomácea foram classificados como WBA (Fluido Base Água).

Os resultados do volume de filtrado (HTHP), para os fluidos de um novo planejamento experimental (item 2.9) são apresentados na Figura 62. Os testes de filtração foram realizados em 20 minutos a uma pressão de 300 psi. Todos os fluidos apresentaram menor volume de filtrado, quando comparados aos testes de filtração (Figura 52), fluidos preparados com a terra de diatomácea. Este resultado corrobora com os testes de filtração para os 16 fluidos base água.

Figura 62- Volume de filtrado dos fluidos base água do planejamento experimental.



Legenda: WBA 1 (volume- 11,76ml)- CMC (-1), HG (-1) e BT (-1); WBA 2 (volume- 6,58ml)- CMC (+1), HG (-1) e BT (-1); WBA 3 (volume- 9,58ml)- CMC (-1), HG (-1) e BT (+1); WBA 4 (volume- 4,63ml)- CMC (+1), HG (-1) e BT (+1); WBA 5 (volume- 10,23ml)- CMC (-1), HG (+1) e BT (-1); WBA 6 (volume- 4,74ml)- CMC (+1), HG (+1) e BT (-1); WBA 7 (volume- 5,19ml)- CMC (-1), HG (+1) e BT (+1); WBA 8 (volume- 2,71ml)- CMC (+1), HG (+1) e BT (+1).

Fonte: O autor, 2019.

Dois conjuntos de curvas também são observados nesta filtração. Entretanto, a baixa concentração, em nível (-1) de CMC, continua promovendo um aumento significativo da perda de circulação, representado pelo conjunto de curvas, na parte superior do gráfico. O hidrogel, em nível (+1), promove influencia na, redução da perda de fluido, seu volume de filtrado variou

de 6,58 até 4,74 ml para os fluidos WBA 2 e WBA 6, respectivamente. Pode se dizer que a bentonita, em altas concentrações, também é bastante significativa na perda de circulação. Notou-se um volume de filtrado variando de 11,76 até 9,58 ml, sendo para os fluidos (WBA 1 e WBA 3) e também variando de 6,58 até 4,63 ml para os fluidos (WBA 2 e WBA 4), respectivamente. No entanto, este fenômeno foi observado para o CMC em nível (-1) e (+1). No entanto, pode-se dizer que a interação do biopolímero CMC e bentonita não determina a perda de circulação.

As tortas de filtração apresentaram espessura variando de 0,05 a 0,11 cm. A menor espessura foi representada pelo fluido WBA 8, e a maior espessura, representada pelo fluido WBA 1.

3.9.1 Teste Estatístico para filtração s/ terra de diatomácea

As variáveis independentes significativas ao nível de $p < 0,05$ foram consideradas como tendo um efeito importante na resposta. O polímero CMC ($P_{\text{value}} = 0,00$), a BT ($P_{\text{value}} = 0,00$) e o HG ($P_{\text{value}} = 0,01$) foram significativos na filtração. As interações entre as variáveis independentes não foram significativas.

A equação 19, polinomial de segunda ordem, foi encontrada para explicar as interações em fatores codificados.

Equação final em termos de fatores codificados para o Volume de Filtrado (VF):

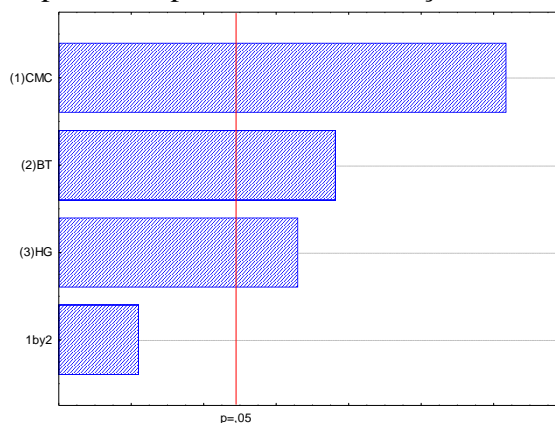
$$VF(\text{mL}) = 7,28 - 2,26 \text{ CMC} - 1,40 \text{ BT} - 1,21 \text{ HG} + 0,41 \text{ CMC} * \text{BT} \quad (19)$$

Sendo $-1 < \text{CMC} < 1$; $-1 < \text{BT} < 1$; $-1 < \text{TD} < 1$ e $-1 < \text{HG} < 1$.

Teoricamente, a alta concentração do CMC é muito importante na formulação do fluido, pois resulta em um menor volume perdido para a rocha reservatório. Entretanto a bentonita e o hidrogel também são importantes, atuando sozinhos foram observados sua influencia no combate a perda de circulação.

O diagrama de Pareto, para os resultados das 8 execuções, em triplicata, é apresentado na Figura 63. A partir da análise ANOVA, obteve-se um nível de confiança de 95%, indicando que o modelo era significativo para os testes de fratura. O valor-p do modelo foi estatisticamente significativo ($< 0,00$). O valor de R^2 em 0,9997 indicou uma boa precisão deste modelo, por ser um modelo não linear e por trabalhar com mais de três variáveis.

Figura 63- Diagrama de Pareto para os experimentos de filtração sem terra de diatomácea.



Fonte: O autor, 2019.

3.9.2 Teste para fratura s/ terra de diatomácea

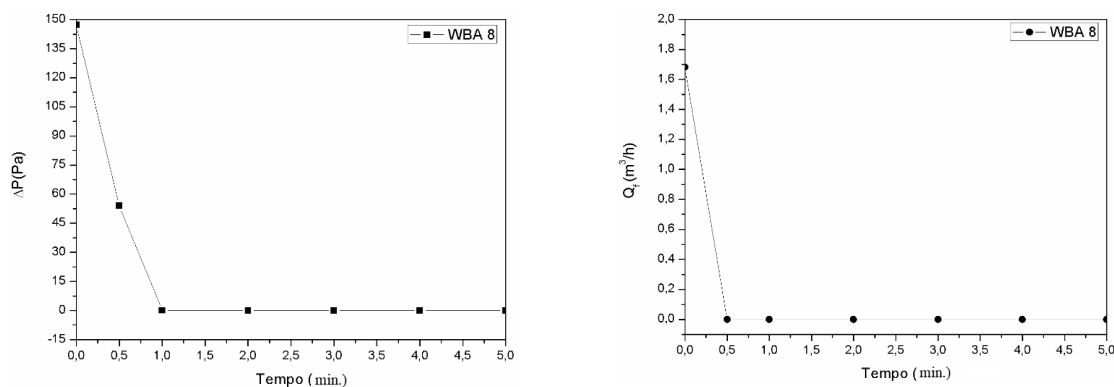
Apenas o fluido WBA 8 (CMC (+1), HG (+1) e BT (+1)) foi selecionado, para o teste de fratura, pois apresentou menor volume de filtrado. Os testes foram realizados nas mesmas condições experimentais, como segue descrito na metodologia, (item 2.8.2). Pôde-se observar, o selamento da fratura de 2 mm, o que impediu a invasão do fluido para a rocha (Figura 64). Os dados de queda de pressão e vazão na fratura coletados, no teste de selamento do WBA 8, estão presente na Figura 64a-b.

O fluido WBA 8 foi capaz de selar a fratura de 2mm sem *spurt loss*. O selamento da fratura de 2 mm pôde ser acompanhado a partir de meio minuto de teste, evidenciado pela redução da queda de pressão (Tabela 23a). Neste mesmo instante a vazão chegou à zero, indicando que a perda de circulação está completamente superada com o tamponamento da fratura. Entretanto, o fluido WBA 8 apresentou desempenho superior na mitigação da perda de carga, quando comparado ao fluido 12, que possuía terra de diatomácea em sua formulação. Pode-se dizer que a terra de diatomácea propiciou um aumento da perda de carga, nos mecanismos de fratura e filtração.

Figura 64- Escoamento em fratura: (a) Queda de pressão e (b) Dados de vazão durante no teste de selamento para o fluido WBA 8.

(a)

(b)



Fonte: O autor, 2019.

A fratura 2mm selou quase instantaneamente, como discutido anteriormente, e nenhum volume foi perdido para a formação (Tabela 23a).



O fluido WBA 8, também foi testado nas fraturas de 5 e 10 mm. Para a fratura de 5 mm, a vazão começou a diminuir após meio minuto de teste, e completou o selamento em 1 minuto, pouco fluido foi perdido até que a fratura fosse completamente selada (Tabela 23b). Por fim, na fratura de 10 mm, foi observado boa eficiência do fluido WBA 8. Entretanto, a vazão começou a diminuir e a fratura foi completamente tamponada com 2 minutos de teste. Um maior volume de fluido foi perdido (Tabela 23c). Pode-se concluir que o LCM hidrogel e bentonita associados ao polímero apresentaram bom desempenho no selamento das fraturas de 2, 5 e 10mm.

A utilização da metodologia, do planejamento fatorial, foi possível inferir que o LCMs terra de diatomácea estava realmente aumentando a perda de carga, nas fases de fratura e filtração.

De acordo com essa pesquisa, pode-se inferir que realmente o LCMs terra de diatomácea - TD, não apresentou relevância na perda de circulação na filtração e na fratura, visto que todas as três variáveis independentes CMC, BT e HG em nível (+1) exerceram os principais efeitos no combate a perda de circulação na fratura e filtração.

Tabela 23- Influencia do Fluido WBA 8 com concentração de ≈ 2 lb/bbl no tempo de selamento da fratura de 2, 5 e 10mm.

| Fratura (mm) | Tempo de selamento (min.) | Volume de fluido Perdido (L) | Fotos das fraturas |
|--------------|---------------------------|------------------------------|--------------------|
| | | <i>Spurt loss</i> | |

| | | | |
|----|-----|------|---|
| 2 | 0,5 | 0 |  |
| 5 | 1 | 0,63 |  |
| 10 | 2 | 1,19 |  |

CONCLUSÃO

O estudo investigativo da escolha do melhor polímero permitiu inferir que entre os polímeros goma xantana - GX, carboximetilcelulose - CMC e hidroxipropilamido – HPA, o polímero CMC mostrou possuir uma boa afinidade com os materiais de combate à perda de circulação - LCMs, podendo ser utilizada como fluido de perfuração, no que tange o selamento de fraturas e filtração. O fluido F(CMC)TD-HG formado, apresentou boa condição reológica, ou seja, sua viscosidade é típica de um fluido de perfuração, alta polidispersão, boa estabilidade térmica, além disso manteve os cascalhos suspensos em modo estático (fluido parado dentro do reservatório) e apresentou propriedade predominantemente gel.

A partir da investigação da escolha do melhor LCMs para compor o fluido de perfuração, foi possível concluir que o simulador de escoamento em fraturas e filtração utilizado foi capaz de fornecer dados necessários para caracterizar a eficiência das variáveis independentes na cura de fraturas e filtração. Os testes de filtração e fratura mostraram que o Fluido 12 (CMC (+1), HG (+1), TD (-1) e BT (+1)) apresentou eficiência superior e atuou como dupla ação, no controle de filtrado e na cura de fraturas, apresentando mínima perda de carga.

Nos resultados do planejamento, o polímero CMC em nível (+1), exerceu os principais efeitos, no combate à perda de circulação, nas fases de fratura e filtração. A partícula de bentonita em nível (+1), também é importante, pois atuando sozinha ou interagindo com o fluido, foi observada sua eficiência, no combate à perda de circulação. Além disso, o LCMs hidrogel influenciou nas fases de fratura e filtração e a terra de diatomácea não foi significativa, para combater a perda de circulação.

Por fim, na etapa de otimização do fluido de perfuração, a perda de circulação foi diminuída progressivamente nos testes de filtração estática para todos os fluidos sem terra de diatomácea (WBA), em comparação aos fluidos com terra de diatomácea. No teste de fratura também foi observado o mesmo fenômeno.

Nos resultados do planejamento experimental sem terra de diatomácea, indicaram, claramente, que o desempenho do fluido WBA 8 - (CMC (+1), HG (+1) e BT (+1)), foi superior. Pode-se dizer que o fluido WBA 8 formou uma estrutura muito bem empacotada, o que mitigou a perda de circulação para o poço. Estes resultados corroboram com os resultados do primeiro planejamento experimental, em que foi observada uma similaridade da influencia dos materiais CMC, bentonita e hidrogel, na perda de circulação tanto na fratura quanto na filtração. A terra de diatomácea, realmente, não foi significativa para mitigar a perda de circulação. Sob estas condições ótimas, a concentração prevista do fluido de perfuração Fluido WBA 8 alcançou uma concentração de $5,4709 \text{ kg/m}^3$ ($\approx 2\text{lb/bbl}$).

Pode-se concluir também que, além de selar a fratura de 2 mm, o fluido WBA 8 apresenta bom desempenho no selamento das fraturas de 5 e 10 mm.

Sugestões para Trabalhos Futuros

Abaixo, encontram-se relacionadas algumas perspectivas de estudos futuros, que se dispõem como extensão deste trabalho de dissertação.

1. Avaliar o benefício de se utilizar o CMC de maior peso molecular, visando redução do custo final do fluido pela diminuição do uso de LCMs e bentonita, visto que o CMC é quem mais influencia no combate a perda de carga.
2. Estudar o fluido desenvolvido neste trabalho em rocha fraturada (*Core holder*).
3. Fazer ensaios de rolamento de forma que o fluido passe por um condicionamento de uma situação real a partir do envelhecimento do fluido de perfuração estudado.
4. Realizar novos testes de selamento em fratura de (5 e 10 mm) e filtração (fendas de 5 mm) de forma a efetivamente avaliar a eficiência do fluido em diâmetro hidráulico no tamponamento de fraturas.
5. Estudar a influencia do cloreto de sódio nso fluidos projetados neste estudo.

REFERÊNCIAS

ABDO, J.; H. AL-SHARJI, H.; HASSAN, E. *Effects of nano-sepiolite on rheological properties and filtration loss of water-based drilling fluids*. Published online in Wiley Online Library: 7 March 2016.

ABDOU, M.I. & AHMED, H.E. *Evaluation of low-solids mud rheological behavior during drilling shale formation and their effect on the pay zone productivity*. *Petrol, Sci. Technol.* 28 (9), 934–945, 2010.

ABOULROUS, A. A.; MAHMOUD, T.; ALSABAGH, A. M.; ABDOU, M. I. *Application of natural polymers in engineering*. *Natural Polymers*, p. 185- 210, 2013.

ABRAMS, A. *Mud Design to Minimize Rock Impairment Due To Particle Invasion*. *Journal of Petroleum Technology*, SPE-5713-PA, 1977.

ABU-JDAYIL, B. *Rheology of sodium and calcium bentonite-water dispersions: effect of electrolytes and aging time*. *Int. J. Miner. Process.* 98, p.208–213, 2011.

ADEMILUYI, T.; JOEL, O. F.; AMUDA, A. K. *Investigation of local polymer (cassava starches) as a substitute for imported sample in viscosity and fluid loss control of water based drilling fluid*. *Journal Eng. Appl. Sci.* 6, p. 1819–6608, 2011.

AHMAD, H. M., KAMAL, M. S., AL-HARTHI, M. A. *High molecular weight copolymers as rheology modifier and fluid loss additive for water-based drilling fluids*. *J. Mol. Liq.* 252, p. 133–143, 2018.

ALASKARI, M. K. G. & TEYMOORI, R. N. *Effects of salinity, ph and temperature on CMC polymer and XG polymer performance*. *International Journal of Engineering. Transactions B: Applications*, Vol. 20, No. 3, p. 283-290, 2007.

ALSABA, MORTADHA, NYGAARD, RUNAR, HARELAND, GEIR. *Review of Lost Circulation Materials and Treatments with an Updated Classification*. In AADE National Technical Conference and Exhibition, Houston, TX, Apr, p. 15 e 16, 2014.

AL-SABAGH, A.M.; EL-AWAMRI, A.A.; ABDOU, M.I.; HUSSIEN, H.A.; ABD EL FATAH, H.M.; rasmy, W.E. *Egyptian diatomite as high fluid loss squeeze slurry in sealing fractures and high permeable formation*. *Egyptian Journal of Petroleum*, 25, p. 409- 421, 2016.

AL-SABAGH, A. M.; ABDOU, M. I.; AHMED, H. E.; KHALIL, A. A.; ABOULROUS, A. A. *Evaluation of some natural water-insoluble cellulosic material as lost circulation control additives in water-based drilling fluid*. *Egyptian Journal of Petroleum*. v. 24, n. 4, dez, p. 461-468, 2015.

AL-SABAGH, A.M.; EL-DIN, M.R.N.; MOHAMED, H.M. *Oil base mud. Part I: Synthesis of some local surfactants used as primary emulsifiers for oil base mud and evaluation of their rheology properties*. *Journal of Dispersion Science and Technology* v. 30, n. 7, p. 1079-1090, 2009.

AL-ZUBAIDI, NADA S., ASAWER, A. ALWASITI, MOHMOOD, DENA. *A comparison of nano bentonite and some nano chemical assitives to improve drilling fluid using local clay and comercial bentonites*, *Egypt. J. Petrol.* 26, p. 811-818, 2016.

ALVES, J. L.; OLIVEIRA M. C.; MENEZES, L. F. *Spring back Evaluation with Several Phenomenological Yield Criteria*. Materials Science Forum v. 455-456, p. 732-737, 2004.

AMORIM, L. V. *Melhoria, Proteção e Recuperação da Reologia de Fluidos Hidroargilosos para Uso na Perfuração de Poços de Petróleo*. In: Tese de Doutorado em Engenharia e Processos - Centro de Ciências e Tecnologia, Universidade Federal de Campina Grande, p. 290, 2003.

AMORIM, L. V.; FARIAS, K. V.; VIANA, J. D.; BARBOSA, M. I. R.; PEREIRA, E.; FRANÇA, K. B. *Fluido de perfuração à base de água. Parte I: Efeitos de aditivações poliméricas nas propriedades reológicas*. Cerâmica – 51, p. 128–38, 2005.

ARAÚJO, C.A.O. *Estudo da Filtração Cruzada em Geometria Cilíndrica*. Dissertação de Mestrado, UFRRJ, Seropédica, Rio de Janeiro, Brasil, 2010.

BAGCI, S.; KOK, M. V.; TURKSOY, U. *Determination of formation damage in limestone reservoirs and its effect on production*. J. Petrol. Sci, Eng. 28, p. 1-12, 2000.

ANDRADE, A. & MOURA, E. *Básico de Fluido de Perfuração*, Baker Hughes Incorporated, 2012.

ANTONIDES, L. E. *Mineral Commodity Summaries (1998)*.
Disponível em < [http:// minerals. usgs.gov/minerals/pubs/mcs/](http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/mcs/)>
Acesso em: 25 abr. 2017.

API Bolletim 13C. *Drilling Fluids Processing Equipment*. American Petroleum Institute, Dallas, 1974.

API RP 13B-1; *Recommended Practice for Field Testing Water-based Drilling Fluids*, 4th ed., Washington, DC, 2009.

AU, P.-I. & LEONG, Y.-K. *Rheological and zeta potential behaviour of kaolin and bentonite composite slurries*. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 436, p. 530– 541, 2013.

AVELAR, C. S.; RIBEIRO, P. R.; SEPEHRNOORI, K. *Deepwater gas kick simulation*. Journal of Petroleum Science and Engineering 67, p.13–22, 2009.

BAAR, A. & KULICKE, W. M. *Nuclear magnetic resonance spectroscopic characterization of carboxymethylcellulose*. Macromolecular Cellular Physics, 195, p. 1483–1492, 1994.

BACKFOLK, K.; LAGERGE, S.; ROSENHOLM, J.B.; EKLUND, D. *Aspects on the Interaction between Sodium Carboxymethylcellulose and Calcium Carbonate and the Relationship to Specific Site Adsorption*. Journal of Colloid and Interface Science, v. 248, p. 5–12, 2002.

BALTAR, C. A. M.; LUZ, A. B.; OLIVEIRA, C. H. & ARANHA, I. B. *Caracterização, Ativação e Modificação Superficial de Bentonitas Brasileiras*. Insumos Mineraiis para a Perfuração de Poços de Petróleo, Cap. 2, p. 21- 46, 2003.

BARKMAN, J. H. & DAVIDSON, D. H. *Measuring Water Quality and Predicting Well Impairment*. JPT, p. 865-873, 1972.

BARROS NETO, B., SCARMINIO, I. E., BRUNS, R. E., *Planejamento e Otimização de Experimentos*, 2.ed., São Paulo: Editora Unicamp, 1996.

BEDRIKOVETSKY, P. *Upscaling of stochastic micro model for suspension transport in porous media*. Transp. Porous Media 75, p. 335–369, 2008.

BENCHABANE, A.; KARIM, B. *Effects of anionic additives on the rheological behavior of calcium montmorillonite suspensions*. Rheologica Acta v.45, n.4, p. 425-434, 2006.

BENNETT, C. O. & MEYERS, J. E. *Fenômenos de transporte: quantidade de movimento, calor e massa*. São Paulo: McGraw- Hill do Brasil, 1982.

BENZAGOUTA, M. S. & AMRO, M. M. *Fracture study horizontal drilling will improve algerian oil field production*. Oil & Gas Journal, v.. 105, n.. 8, p.. 26, 2007.

BEQUISA – A COMPANY OF DEGESCH GROUP, **FORTH GEL**.

Disponível em: <<http://www.bequisa.com.br/produtos//INSECTO>>

Acesso em: 15 de maio de 2016.

BERGMANN, D.; FURTH, G.; MAYER, C. *Binding of bivalent cations by xanthan in aqueous solution*. International Journal of Biological Macromolecules 43, p. 245–251, 2008.

BIRD, R. B.; ARMSTRONG, R. C.; HASSGER, O. *Dynamics of polymeric liquids*. Volume 1, Fluid Mechanics, John Wiley & Sons Inc. USA, 2. ed., 1987.

BISWAL, D. R.; SINGH R. P. *Characterisation of carboxymethyl cellulose and polyacrylamide graft copolymer*. Carbohydrate Polymers 57, p. 379–387, 2004.

BLKOOOR, S. O.; KA, F. *The Influence of XC-Polymer on Drilling Fluid Filter Cake Properties and Formation Damage*. Journal Petroleum Environ. Biotechnol. 2013.

BOEK, EDO S.; HALL, CHRISTOPHER; TARDY, PHILIPPE M. J. *Deep Bed Filtration Modelling of Formation Damage Due to Particulate Invasion from Drilling Fluids*. Transp. Porous Med., 91, p. 479–508, 2012.

BONEN, D.; SARKAR, S. L. *The superplasticizer adsorption capacity of cement pastes, pore solution composition, and parameters affecting flow loss*, Cem.Concr. Res. v. 25, n. 7, p.1423-1434, 1995.

BOREZEK, J. L.; HARRIS, W. G.; KIZZA, P. N. *Monolayer to Bilayer Transitional Arrangements of Hexadecyltrimethylammonium cations on Na-montmorillonite*. Clays and Clay Minerals, 50, p. 11-17, 2002.

BOURCIER, D.; FÉRAUD, J. P.; COLSON, D.; MANDRICK, K.; ODE, D.; BRACKX, E.; PUEL, F. *Influence of particle size and shape properties on cake resistance and compressibility during pressure filtration*. Chemical Engineering Science 144, pp. 176-187, 2016.

BREESE, R. O. Y. *Diatomite*. In: *Industrial Minerals and Rocks*, Ed. SMME, 6a edition, Senior Editor: CARR, D. D. p. 397-412, 1994.

BUGBEE, J. M. *Lost Circulation—A Major Problem in Exploration and Development*. Spring Meeting of Southwestern District, Division of Production, Texas- 1953.

DURRIEU, J.; ZURDO, C.; BENAÏSSA, S.; CLARK, D. *Environmentally Friendly Invert Fluid Systems with Enhanced Rate of Biodegradation*. Paper SPE 61212 International Conference on Health, Safety and the Environment, Stavanger, June 26-28, 2000.

CABASSUD, C.; MENDRET, J.; SCHMITZ, P.; GUIGUI, C. *In situ dynamic characterization of fouling under different pressure conditions during dead-end filtration: compressibility properties of particle cakes*. Journal of Membrane Science. v. 333, n. 1–2, p. 20-29, 2009.

CAENN, R.; CHILLINGAR, G.V. *Drilling Fluids: State of the art*. Journal of Petroleum Science and Engineering, v.14, p.221, 1996.

CAENN, R.; DARLEY, H.; GRAY, G. *Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids*, 7ed. Gulf Professional Publishing, Houston, p. 451, 2016.

CALÇADA, LUIS AMÉRICO; SCHEID, C. M.; CALABREZ, N. D.; A.T.A. WALDMANN. A. *Simplified Methodology for Dynamic Drilling Fluid Filtration Estimation Considering Mudcake Compressibility*. In: SPE International Symposium and Exhibition on Formation Damage Control, SPE, v. 1. p. 1-15, 2014.

CARGNEL, R. D., & LUZARDO, J. P. *Particle Size Distribution of CaCO₃ in Drilling Fluids: Theory and Applications*. Presented in 1999 SPE Latin American and Caribbean Petroleum Engineering Conference, SPE 53937, Caracas, Venezuela, 21–23 April de 1999.

CHANDER, S. *Challenges in characterization of concentrated suspensions colloids and surfaces*. Physicochemical and engineering aspects, v. 133, 1998.

CHARLES, D. D.; XIE, X. *Effectiveness of fluid loss additives in laboratory dynamic fluid loss experiments*. Production Operations Symposium, Oklahoma City, USA, April 2-4, 1995.

CHEVRON PHILLIPS CHEMICAL COMPANY, 2014. Products Data Sheets.
Disponível em:< <http://www.cpchem.com/bl/drilling/en-us/pages/drillingmuds.aspx>>
Acesso em: 10 abril 2017.

CHIN, W. C. *Formation Invasion, with Applications to Measurement While Drilling, Time Lapse Analysis and Formation Damage*. Gulf Publishing Company, Houston, Texas, p. 145, 1995.

CHILINGARIAN, G. V.; VORABUTR, P. *Drilling and drilling fluids*. Updated Textbook Edition – Elsevier Amsterdam – Oxford; New York, 1983.

CLAPPER, D., SZABO, J., SPENCE S. *One sack rapid mix and pump solution to severe lost circulation*. In: Proceedings of the SPE/IADC Drilling Conference and Exhibition, Amsterdam, The Netherlands, 2011.

COUTINHO F. M. B.; Mello, I. L.; de Santa Maria, L. C. Polietileno: principais tipos, propriedades e aplicações. *Polímeros* v.13, n.1, jan./ mar. 2003.

COOK, J.; GROWCOCK, F.; GUO, G.; VAN OORT, E.; HODDER, M., *Stabilizing the Wellbore to Prevent Lost circulation*. *Oilfield Review* Winter 2011/2012: 23, no. 4. 2012.

CORRÊA, C. C.; CRUZ, G. F.; VAZ JR, A. S. L.; ARAÚJO, B. DE S. A.; SILVA, A. A.; RODRIGUES, R. A.; LOMBA, R. F. T.; WALDMANN, A. T. de A. *Avaliação do potencial uso de bioglicerina como base para formulação de fluidos de perfuração aquosos para poços de petróleo e gás*. *Quim. Nova*, v. 40, n. 4, p. 378-387, 2017.

CORRÊA, O. L. S., *Petróleo: Noções sobre Exploração, Perfuração, Produção e Microbiologia*, Editora Interciência, p. 21, 2003.

CURBELO, F. D. S.; GARNICA, A. I. C.; DANTAS, E. L. T.; BARROS NETO, N. C. *Oil recovery by ionic surfactant and sweep efficiency study in sandstones*. *Brazilian Journal of Petroleum and Gás*. v. 2, n. 1, p. 9-16, 2008.

DANKWA, O; BRONI- BEDIAKO, E.; APPAU, P. O. *Evaluating the Effects of Monovalent and Divalent Salts on the Rheological Properties of Water Based Mud*. *The Open Petroleum Engineering Journal*, v. 1, p. 99-106, 2018.

DANTAS, CASTRO T. N.; SANTANNA, V. C; DANTAS NETO, A. A; BARROS, E. L; MOURA, M. C. P. *Rheological properties of a new surfactante-based fracturing gel*. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 225, p. 129 – 135, 2003.

DARLEY, H.C.H. & GRAY, G.R. *Composition and properties of oil well drilling fluids*. Gulf Publishing Co., Houston, Texas, 1981.

DARLEY, H.C. H. & GRAY, G. R. *Composition and properties of drilling and completion fluids*, 5.ed. Gulf Publishing Company, Houston, Texas, 1988.

DAWASON, G.; BUCHAN, A.; KARDANI, I.; HARRIS, A.; WERCHOULK, L.; KHAZALI, K.; SHARIFF, A.; SISSION, K. *Direction Casing While Drilling (DCwD) Heralds a step Change in Drilling Efficiency from a Production Platform*. Paper OTC 20880 presented at the OTC, Houston Texas, 3-6 May, 2010.

DELGADO, A.; GONZALEZ-CABALLERO, F.; BRUQUE, J.M. *On the zeta potential and surface charge density of montmorillonite in aqueous electrolyte solutions*. *J. Colloid Interface Sci.* 113, p. 203–211, 1986.

DEWAN, J. T. & CHENEVERT, M. E. *A model for filtration of water-base mud during drilling: determination of mudcake parameters*. *petrophysics*, v. 42, n. 3, p. 237-250, 2001.

DIAS, F. T. G.; SOUZA R. R.; LUCAS E. F. *Influence of modified starches composition on their performance as fluid loss additives in invert-emulsion drilling fluids*. *Fuel* 140, p 711–716, 2015.

DING, Y.; HERZHAFT, B., RENARD, G. *Near- wellbore formation damage effects on well performance: a comparison between under balanced and overbalanced drilling*. *SPE Prod. Oper.* v. 21, n. 1, p. 51–57, 2006.

DINGER, DENNIS. *Medidas de Pontos Isoelétricos sem o Uso de Analisador de Potencial Zeta*. Dinger Ceramic Consulting Services, 103 Augusta Rd, C. P. 29631, Clemson - SC, USA. *Cerâmica Industrial*, 11, n.3, maio/junho, 2006.

DUQUE, N. O. A.; CALÇADA, L. A.; MAGALHAES FILHO, S. C.; SCHEID, C. M.; BORGES FILHO, M. N.; A. T. A. WALDMANN. *Evaluation of suspension flow and particulate materials for control of fluid losses in drilling operation*. *Journal of Petroleum Science & Engineering*, v. 131, p. 1-10, 2015.

ECONOMIDES, M. J.; NOLTE, K. G. *Reservoir stimulation*. Schlumberger Educational Services - Houston, Texas, 1989.

ELKATATNY, S. M.; MAHMOUD, M. A.; NASR-EL-DIN, H. A. *Characterization of filter cake generated by water-based drilling fluids using CT scan*. SPE 144098, 2012

ELGADAFFI, R.; AHMED, R.; GROWCOCK, F. *Settling behavior of particles in fiber-containing Herschel Bulkley fluid*. *Powder Technology*- v. 301, p. 782-793, 2016.

EREN, N. M.; SANTOS, P. H. S.; CAMPANELLA, O. *Mechanically modified xanthan gum: Rheology and polydispersity aspects*. *Carbohydrate Polymers* 134, p. 475–484, 2015.

ERGE, ONEY; OZBAYOGLU, EVRENM.; MISKA, STEFAN Z.; YU, MENGJIAO; TAKACH, NICHOLA; SAASEN, ARILD; MAY, ROLAND. *Laminar to turbulent transition of yield power law fluids in annuli*. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, p. 128–139, 2015.

FARIA, S.; PETKOWICZ, C. L. DE O.; MORAIS, S. A. L.; TERRONES, M. L. G. H.; RESENDE, M. M. DE; FRANCA, F. P. DE; CARDOSO, V. L. *Characterization of xanthan gum produced from sugar cane broth*. Faculty of Chemical Engineering, Federal University of Uberlândia, P.O. Box 593, 38400-902 Uberlândia, MG, Brazil *Carbohydrate Polymers* 86, 469–476, 2011.

FANN INSTRUMENTS, revision C, Part No. 209064, *Model 23D Electrical Stability Tester*, Instruction Manual. Model 35 viscometer, 1996.

FENG, YONGCUN, JONES, JOHN F., GRAY, K.E. *A Review on fracture-initiation and-propagation pressures for lost circulation and wellbore strengthening*. *SPE Drilling & Completion* v. 31, n. 2, p. 134 – 144, 2016.

FOX, R. W.; McDONALD, A. T.; PRITCHARD, P. J. *Introdução à mecânica dos fluidos*. 4.ed., Editora LTC, 2010.

FRANÇA, S. C. A.; LUZ, A. B. *Beneficiamento de diatomita da Bahia*. Rio de Janeiro: CETEM/ MCT, 50p, 2002.

GARCIA, J. E. L.; PAULA, J. L.; FERNANDES, P. D.; MARTINS, J. A. S. *Faturamento hidráulico*. Centro de Desenvolvimento de Recursos Humanos Norte-Nordeste (CEN-NOR), Petrobrás, 2003.

GARCÍA-OCHOA, F.; SANTOS, V.E.; CASAS, J.A. GOÂMEZ, E. *Xanthan gum: production, recovery, and properties*. Biotechnology Advances 18, p. 549- 579, 2000.

GATES, G.L. AND BOWIE, C.P. *Correlation of Certain Properties of Oil Well Drilling Fluids with Particle Size Distribution*. United States Bureau of Mines, R.I. 3645, p. 1-22, 1942.

GATLIN, C. & NEMIR, C.E. *Some effects of size distribution on particle bridging in lost circulation and filtration tests*. In: Journal of Petroleum Technology. 6, p. 575-578, 1961.

GEO DRILLING FLUIDS, Inc. 2010. *Products Descriptions*.

Disponível em: <<http://www.geodf.com/index.cfm/fuseaction/Pages.Page/id/292>>

Acesso em: 10 dez. 2016.

GLOBAL DRILLING FLUIDS & CHEMICALS. In: *Loss circulation material*. Disponível em: <http://www.globaldrillchem.com/products/index/cellophane-flakes_3955.html>

Acesso em: 02 ago de 2017.

GOCKEL, J.F.; GOCKEL, C.E.; BRINEMANN, M. *Lost Circulation: A Solution Based on the Problem*. In: SPE/IADC paper 16082, Drill. Conf., March p. 15-18, 1987.

GODOI, F. A. P.; SCHEID, C. M.; BERNARDO, L. S.; OLIVEIRA, B. R.; BORGES FILHO, M. N.; CALCADA, L. A. *Study of the pressure drop and the flow of loss circulation material suspension in a physical simulator of fractures*. Journal of Petroleum Science and Engineering, v. 168, p. 48-58, 2018.

GOINS, W.C., Jr.; NASH, F., Jr., *Methods and Composition for Recovering Circulation of Drilling Fluids in Wells*, U.S. Patent No. 2,815,079 , dec. 3, 1957.

GOULART, M. R.; SILVEIRA, C. B.; CAMPOS, M. L.; ALMEIDA, J. A. *Methodology for the reused of the diatomite earth residue, originating from the filtration and clarification of the beer*. Departamento de Solos e Recursos Naturais, Centro de Ciências Agroveterinárias, Universidade do Estado de Santa Catarina, Av. Luís de Camões, s/n, 88509-900 Lages-SC, Brasil. Quím. Nova v..34, n.. 4 ,São Paulo, 2011.

GRANT, PATRICK, LASSUS, LAURENT, SAVARI, SHARATH, WHITFILL, DONALD L. *Size Degradation Studies of Lost Circulation Materials in a Flow Loop*. In IADC/SPE Drilling Conference and Exhibition. Society of Petroleum Engineers, 2016.

GROWCOCK, F.B., SIMON, G.A., GUZMAN, J., AND PAIUK, B. *Applications of Novel Aphron Drilling Fluids*, AADE-04-DF-HO-18, presented at the Houston Chapter of AADE 2004 Drilling Fluids Conference, Houston, TX, Apr. 6-7, 2004.

GULREZ, S. K. H., AL-ASSAF, S., FANG, Y., PHILLIPS, G. O., & GUNNING, A. P. *Revisiting the conformation of xanthan and the effect of industrially relevant treatments*. Carbohydrate Polymers, v.90, n.3, p 1235–1243, 2012.

GUO, Q.; FENG, Y. Z.; JIN, Z. H. *Fracture aperture for wellbore strengthening applications*. In: Presented at the 45th U.S. Rock Mechanics/Geomechanics Symposium. American Rock Mechanics Association, 2011.

HALLIBURTON. *Products Data Sheet*.

Disponível em: <<http://www.halliburton.com/en-US/ps/baroid/default.page?node-id=hg4zbf6>> Acesso em: 10 dez. de 2016.

HARBEN, P. W. and KUZVART, M. *Diatomite*. In: *Industrial Minerals Global Geology*. Industrial Minerals Information Ltd, London, p.161-167, 1997.

HEINZE, T. & PFEIFFER, K. *Studies on the synthesis and characterization of carboxymethyl-cellulose*. *Angew.Makromol.Chem.*, 266, p. 37–45, 1999.

HERMOSO, J.; JOFORE, B. D.; MARTÍNEZ-BOZA, F. J.; GALLEGOS, C. *High Pressure Mixing Rheology of Drilling Fluids*. *Ind. Eng. Chem. Res.*, 51, p. 14399–14407, 2012.

HOLMBERG, K. B. J.; KRONBERG, B.; LINDMAN, B. *Surfactants and Polymers in Aqueous Solution*. Second Edition ed.; John Wiley & Sons, Ltd. page 177, 2002.

HONEY, H. C., PRETORIUS, W. A. *Laminar Flow Pipe Hydraulics of Pseudoplastic-Thixotropic Sewage Sludges*. Department of Chemical Engineering, University of Pretoria, South Africa, 1999.

HOSSAIN, M. ENAMUL; WAJHEEUDDIN, MOHAMMED. *The use of grass as an environmentally friendly additive in water-based drilling fluids*. *Pet. Sci.* v. 13, p. 292–303, 2016.

HOWARD, G. C.; SCOTT, P. P. *An Analysis of the Control of Lost Circulation*. SPE-951171-G. *Journal of Petroleum Technology*, v. 3, n. 6, p. 171-182, 1951.

HWU. *Drilling Engineering, Lecture Material*. Institute of Petroleum Engineering, Heriot Watt University, Edinburg, UK, (Unpublished) p. 358–363, 2009.

IVAN, CATALIN D., BRUTON, JAMES R., MARC, THIERCELIN, BEDEL, JEAN-PHILIPPE. *Making a Case for Rethinking Lost Circulation Treatments in Induced Fractures*. In SPE Annual Technical Conference and Exhibition. Society of Petroleum Engineers 2002.

JAIN, R.; PASWAN, B. K.; MAHTO, T. K.; MAHTO, V. *Study the effect of synthesized graft copolymer on the inhibitive water based drilling fluid system*. *Egyptian Journal of Petroleum*. Volume 26, Issue 4, December 2017, Pages 875-883.

JIAO, D. AND SHARMA, M. M. *Formation damage due static and dynamic filtration of water-base muds*. SPE 23823, 1992.

JIAO, D.; SHARMA, M. *Mud-Induced Formation Damage in Fractured Reservoirs*. SPE Drilling Complet., p. 11–16, 1996.

JIAO, D. and SHARMA, M. M. *Dynamic filtration of invert-emulsion muds*. SPE 24759. 1993b.

JOEL, O. F.; DURUEKE, U. J.; NWOKOYE, C.U. *Effect of cement contamination on some properties of drilling mud*. Nigeria Annual International Conference and Exhibition, p. 1-5 Abuja, Nigeria, 2012.

GREGORY, JOHN & BARANY, SANDOR. *Adsorption and flocculation by polymers and polymer mixtures*. Advances in Colloid and Interface Science 169 Journal of Atmospheric and Oceanic Technology – v. 5, p. 1–12, 2011.

GUIMARÃES, I. B.; ROSSI, L. F. S. – *Estudo dos constituintes dos fluidos de perfuração: proposta de uma formulação otimizada e ambientalmente correta -4 PDPETRO – Campinas – SP. 2007.*

KARIMI, M.; GHALAMBOR, A. MONTGOMERY, M.; MOELLENDICK, T. E. *Formation Damage and fluid loss reduction due to plastering effect of casing drilling*. SPE, University of Louisiana at Lafayette, Ali Ghalambor, SPE, Oil Center Research International, 2011.

KEFI, S., LEE, C.J., SHINDGIKAR, D.N., CAMBUS, B.C., VIDICK, B. AND DIAZ, I.N. (2010). *Optimizing in four steps composite lost circulation pills without knowing loss zone width*. IADC/SPE 133735. IADC/SPE Asia Pacific Drilling Technology Conference and Exhibition, Vietnam, 1-3 November, 2010.

KELESSIDIS, V.C.; TSAMANTAKI, C.; DALAMARINIS, P. *Effect of pH and electrolyte on the rheology of aqueous Wyoming bentonite dispersions*. Appl. Clay Sci. 38, p. 86–96, 2007.

KHALIL, M.; JAN, B. M. *Herschel-Bulkley Rheological Parameters of a Novel Environmentally Friendly Lightweight Biopolymer Drilling Fluid from Xanthan Gum and Starch*. J. Appl. Polym. Sci., p. 124, 595–606, 2012.

KHAN, A. U.; MAHMOOD, N.; BAZMI, A. A. *Direct comparison between rotational and extrusion rheometers*. Materials Research, 12, p. 477-481, 2009.

KIM, SUNGHO; PALOMINO, ANGELICA M. *Factors influencing the synthesis of tunable clay-polymer nanocomposites using bentonite and polyacrylamide*. Applied Clay Science 51, p. 491–498, 2011.

KINNARINEN, TEEMU; TUUNILA, RITVA; HUHTANEN, MIKKO; HÄKKINEN, ANTTI; KEJIK, PAVEL; TOMAS, SVERAK. *Wet grinding of CaCO₃ with a stirred media mill: Influence of obtained particle size distributions on pressure filtration properties*. Powder Technology 273, p. 54–61, 2015.

KOKSAL, E; RAMACHANDRAN, R.; SOMASUNDARAN, P.; MALTESH, C. *Flocculation of oxides using polyethylene oxide*. Powder Tech. 62, p. 253- 259, 1990.

KOSYNKIN, D. V.; CERIOTTI, G.; WILSON, K. C.; LOMEDA, J. R.; SCORSONE, J. T.; PATEL, A. D.; FRIEDHEIM, J. E.; TOUR, J. M. *Graphene Oxide as a High-Performance Fluid-Loss-Control Additive in Water- Based Drilling Fluids*. ACS Appl. Materials, Interfaces, 4, p. 222–227, 2012.

KOBYLAŃSKI, J. R.; PÉREZ, O. E.; PILOSOFF, A. M. R. *Thermal transitions of gluten-free doughs as affected by water, egg white and hydroxypropylmethylcellulose*, *Thermochimica Acta* ,411, p. 81-89, 2004.

KUKTAITE, R.; TÜRE, H.; HEDENQVIST, M. S.; GÄLLSTEDT, M.; PLIVELIC, T. S. *Gluten Biopolymer and Nanoclay-Derived Structures in Wheat Gluten–Urea–Clay Composites: Relation to Barrier and Mechanical Properties*. ACS Sustainable Chem. Eng., 2, p. 1439–1445, 2014.

KUMAR, A. & SAVARI, S. *Lost Circulation Control and Wellbore Strengthening: Looking Beyond Particle Size Distribution*. In: AADE-11-NTCE-21, AADE National Technical Conference and Exhibition, Houston, USA, PP 12-14, 2011.

LARSON, R.G. *The Structure and Rheology of Complex Fluids*. Oxford University Press, New York, 1999.

LESSA, L. Z. *Simulação de escoamento com inércia de um fluido viscoplástico através do método de elementos finitos via Galerkin Minimos quadrados*- Dissertação de Mestrado em Engenharia - Porto Alegre, 2008.

LEOPPKE, G. E.; GLOWKA, D.A.; WRIGHT, E. K. *Design and Evaluation of Lost Circulation Materials for Severe Environments*. J. Petrol. Technol, 42, p. 328–337, 1990.

LI, MEI-CHUN; QINGLIN WU; KUNLIN SONG; CORNEILS F. DE HOOP; SUNYOUNG LEE; YAN QING; YIQIANG WU. *Cellulose Nanocrystals and Polyanionic Cellulose as Additives in Bentonite Water-Based Drilling Fluids: Rheological Modeling and Filtration Mechanisms*. Industrial & engineering chemistry research- Ind. Eng. Chem. Res., v.55, n.1, p. 133–143, 2016.

LI, M.-C.; WU, Q.; SONG, K.; QING, Y.; WU, Y. *Cellulose Nanoparticles as Modifiers for Rheology and Fluid Loss in Bentonite Water-based Fluids*. ACS Appl. Mater. Interfaces, 7, p. 5006–5016, 2015a.

LIU, X., CIVAN, F. *A Multiphase Mud fluid Infiltration and filter Cake formation model*. In: SPE International Symposium on Oilfield Chemistry, SPE 25215, New Orleans, EUA, 2-5 March, 1993.

LIVESCU, S. *Mathematical modeling of thixotropic drilling mud and crude oil flown well sand pipelines—a review*. Journal Pet. Sci. Eng. 98, p. 174–184, 2012.

LONG XU, GUIYING XU, TENG LIU, YIJIAN CHEN, HOUJIAN GONG. *The comparison of rheological properties of aqueous welan gum and xanthan gum solutions*, Carbohydrate Polymers v.92 p. 516– 522, 2013.

LUCAS E., FERREIRA L., KHALIL C.: *Polymers Applications in Petroleum Production* [in:] Mark H. (Ed.), Encyclopedia of Polymer Science and Technology. John Wiley & Sons, Inc., 2015.

LUCKHAM, P.F.; ROSSI, S. *The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions*. Adv. Colloid Interf. Sci. 82, p. 43–92, 1999.

LUMMUS, J. L., AZAR, J. J. *Drilling Fluids Optimization*. A Practical Field Approach, Penn Well Publishing Company, Tulsa, Oklahoma – 1986.

LUND, SIGURD. *Experimental Circulation Loss Study*. MSc Petroleum Engineering / Drilling Technology, Faculty of Science and Technology, October, 2013.

LUZ, A. B. & OLIVEIRA, C. H. *Argila Bentonita*. Rochas & Minerais Industriais. CETEM/MCT, Capitulo 11, CETEM-MCT, pp. 239-253, 2008.

MACHADO, J. C. V. *Reologia e Escoamento de Fluidos - Ênfase na Indústria de Petróleo*; 2.ed. 2002.

MACHADO, J. C. V. *Fluido de Perfuração. Programa trainees Petrobras - UM- BA/ST/EP*, 2002b.

MAGALHÃES FILHO, S. DA C.; FOLSTA, M.; NORONHA, E. V. N.; SCHEID, C. M.; CALÇADA, L. A. *Study of continuous rheological measurements in drilling fluids*. *Brazilian Journal of Chemical Engineering* v.. 34, n.. 03, p. 775 – 788, July – September, 2017.

MARTINS, A. L. *Quantificação das Forças Resistivas na Escoamento de Soluções Poliméricas em Meios Porosos e seu Impacto na Engenharia de Poços de Petróleo*. Tese de Doutorado - Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE/UFRJ, 192p. 2004.

MARTINS, A.L.; WALDMANN, A. T. A., ARAGÃO, A. F. L; LOMBA, R. F. T. *Predicting and Monitoring Fluid Invasion in Exploratory Drilling*. In: SPE International Symposium and Exhibition on Formation Damage Control, SPE 86497, EUA, p. 18-20, 2005.

MARTINS, J. E. *Environmental impact studies of the disposal of polyacrilate polymers used in consumer products*. *The Science of the Total Environment*, v. 191, p. 225-234, 1996.

Macosko, C. W. *Rheology: principles, measurements, and applications. measurements, and applications*. Published by wiley, p. 235, 1994.

MATHO, V. & SHARMA, V. P. *Rheological study of a water based oil well drilling fluid*. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 45, p. 123-128, 2004.

M'BODJ, O.; ARIGUIB, N.K.; AYADI, M.T.; MAGNIN, A. *Plastic and elastic properties of the systems interstratified clay–water–electrolyte–xanthan*. *J. Colloid Interface Sci.* 273, p. 675–684, 2004.

MOTHÉ, C. G.; CORREIA, D. Z.; DE FRANÇA F. P.; RIGA, A. T. *Thermal and rheological study of polysaccharides for enhanced oil recovery*. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. Volume 85, p 31–36, 2006.

McGOWEN, J. M.; VITTHAL, S. *Evaluation of particulate and hydrocarbon fracturing fluid loss additives under dynamic conditions*. SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Oklahoma City, Oklahoma, March 9-11, 1997.

MELO K. C.; DANTAS, T. N. C. *Influencia da temperatura na reologia de fluidos de perfuração preparados com carboximetilcelulose, goma xantana e bentonita*. *HOLOS*, v 29, n.. 5., 2013.

MENEZES, R. R.; CAMPOS, L. F. A.; FERREIRA, H. S.; MARQUES, L. N.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. *Rheological behavior study of bentonite clays from Cubati, Brasil – Cerâmica* 55, p. 349- 355, 2009.

MESSINA CHEMICALS, 2012. Products Data Sheet. Disponível em: < <http://www.messinachemicals.com/index.php/products/drilling-chemicals/lost-circulationseepage-control-materials> >. Acesso em: 22 october 2018.

MENG, X.; ZHANG, Y.; ZHOU, F.; CHU, P. K. *Effects of carbon ash on rheological properties of water-based drilling fluids*. *J. Pet. Sci. Eng.*, 100, pp. 1–8, 2012.

MIRHOSSEINI, H. & AMID, B. T. *Effect of different drying techniques on flowability characteristics and chemical properties of natural carbohydrate-protein Gum from durian fruit seed*. *Chemistry Central Journal* [1752-153X] Mirhosseini, Hamed yr: v.7 p. 1, 2013.

M-I SWACO *Technical Service Group: Fundamentals of Lost Circulation* “. Houston: Prevention and control of Lost Circulation, p. 1-7, 2011.

MITCHELL, R.F. *Fundamentals of drilling engineering*. SPE textbook series, Society of Petroleum Engineers, 2001.

MURCHISON, W. J. *Lost Circulation for the Man on the Rig*. Murchison Drilling Schools, Inc. 2006.

NASIRI, ALIREZA; GHAFARKHAH, AHMADREZA; MORAVEJI, MOSTAFA KESHAVARZ ;GHARBANIAN, ALI; VALIZADEH, MAJID. *Experimental and field test analysis of different loss control materials for combating lost circulation in bentonite mud*. *Journal of Natural Gas Science and Engineering* 44, p. 1 e 8, 2017.

NAVARRETE, R. C.; CAWIEZEL, K. E.; CONSTIEN, V. G. *Dynamic fluid loss in hydraulic fracturing under realistic shear conditions in high permeability rocks*. SPE Annual Technical Conference, New Orleans, Louisiana, September p. 25-28, 1994.

NAYBERG, T. M.; PETTY, B. R. *Laboratory Study of Lost Circulation Materials for use in Both Oil-base and Water-base Drilling Muds*. In: IADC/SPE Drilling Conference, Dallas, USA, p.10-12, February 1987.

NWOSU, O. U.; EWULONU, C. M. *Rheological behaviour of ecofriendly drilling fluids from biopolymers*. *Journal Polym.Biopolym.Phys. Chem.*, 2, p. 50–54, 2014.

OCHI, J.; VERNOUX, J. F. *A two-dimensional network model to simulate permeability decrease under hydro dynamic effect of particle release and capture*. *Transp. porous media* v. 37, n.3, p. 303–325, 1999.

OLIVEIRA, I. R., STUDART, A. R., PILEGGI, R. G., PANDOLFELLI, V. C. *Dispersão e empacotamento de partículas, princípios e aplicações em processamento cerâmico*. Fazendo Arte Editorial, São Paulo, 2000.

OLIVEIRA, J.L.; SOUZA, E. A. *Avaliação da efetividade do colchão de perda sealbondplus em fratura artificial*. Relatório do Cenpes, 2013.

OORT, E. V.; YANG, L.; HALE, A. *Automated drilling fluid analysis using advanced particle size analyzers*. The University of Texas at Austin. Iadc/SPE Drilling Conference and Exhibition Held in Fort Worth, Texas, USA, 1–3 march 2016.

ORTEGA, F. S., PANDOLFELLI, V. C., RODRIGUES, J. A., SOUZA, D. P. F. *Aspectos da reologia e da estabilidade de suspensões cerâmicas*. Parte I: fundamentos. Revista Cerâmica, v. 43, 1997.

OSISANYA, S. O.; CHENEVERT, M. E.; *Physico-chemical modeling of wellbore stability in shale formations*. J. Can. Pet. Technol. v.35, n.2, p. 35 -53, 1996.

PAIVA, L. B.; MORALES, A. R.; VALENZUELA DIAZ, F. R. *Organoclays: Properties, preparation and applications*. Applied Clay Science, In Press, Corrected Proof, Available online 29 February 2008.

PAL, J.; REKHA, S. S.; PUSHPA.R. K. *Physicochemical properties of hydroxypropyl derivative from corn and amaranth starch*. Carbohydrate Polymers.v.48, p. 49-53, 2002.

PANG, S., SHARMA, M. M. *A model for predicting infectivity decline in water- injection wells*. SPE Form.Eval. v.12, n.3, p. 194–201, 1997.

PAYATAKES, A. C., RAJAGOPALAN, R., TIEN, C. *Application of porous media models to the study of deep bed filtration*. Can. J. Chem. Eng. 52, p. 722–731, 1974.

PEREIRA, E. *Química dos Polímeros e Aplicações*. Parte I, Disponível em: <www.systemmud.com.br> Acesso em 10 de março, 2017a.

PETROBRAS. *Manual de Fluidos de Perfuração*. Rio de Janeiro, CENPES, 1991.

PETROBRAS. *Manual de determinação das propriedades e parâmetros reológicos da pasta e cimento através de um viscosímetro rotativo*. Padrão interno, CENPES/ PETROBRAS, 3 Revisão, Julho, 2005.

PROCOR CHEMICALS- *Lost circulation material beaker test*. Disponível em: <<https://www.bloomberg.com/profiles/companies/0963307D:US-procor-chemicals-inc>> Acesso em: 21 fev. 2019

RADWAN, M. A.; AL-SWEASY, O. H.; ELAZAB, H. A. *Preparation of Hydrogel Based on Acryl Amide and Investigation of Different Factors Affecting Rate and Amount of Absorbed Water*. Agricultural Sciences, Vol.8 No.2, Pages 161-170, 2017.

RAMOS-TEJADA, M. M.; ARROVO, F. J.; PEREN, R.; DURAN, J. D. G. *Scaling behavior of the rheological properties of montmorillonite suspensions: correlation between interparticle interaction and degree of flocculation*. J. Colloid Interface Sci. 235, 251–259, 2001.

RAZAVI, O.; VAJARGAH A. K.; OORT, E. V.; ALDIN, M.; GOVINDARAJAN, S. *Optimum particle size distribution design for lost circulation control and wellbore strengthening*. Journal of Natural Gas Science and Engineering 35, 836 – 850, 2016.

- RAZAVI, O.; VAJARGAH, A. K.; OORT, E., ALDIN, M. *Comprehensive analysis of initiation and propagation pressures in drilling induced fractures*. Journal of Petroleum Science and Engineering, Volume 149, 20, Pages 228-243, 2017.
- REID, P.I., AND DOLAN, B. *Mechanism of Shale Inhibition by Polyols in Water Based Drilling Fluids*. SPE/International Symposium on Oilfield Chemistry, San Antonio, TX, No.28960, pp.155, 1995.
- REILLY, S.I., VRYZAS, Z., KELESSIDIS, V.C., GEROGIORGIS, D. *First-principles rheological modelling and parameter estimation for nanoparticle-based smart drilling fluids*. Comput. Aided Chem. Eng. 38, pages 1039–1044, 2016.
- ROCHA, D. C. *Determinação da Perda de Carga de Fluidos de Perfuração no Escoamento Através de Acessórios Especiais*. Dissertação de mestrado - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, 2008.
- ROCHA, L. & AZEVEDO, C. *Projetos de poços de petróleo: geopressões e assentamento de colunas de revestimentos*. Rio de Janeiro: Interciências: Petrobras, 2007.
- RODRIGUES, M. I.; LEMMA, A. F. *Planejamento de experimentos e otimização de processos*. Maria Isabel Rodrigues, Antonio Francisco lemma. – 2ª. Ed - Campinas, SP: Casa do Espírito Amigo Fraternidade Fé e Amor, pp 163, 2009.
- ROSSI, S., LUCKHAM, P., ZHU, S., BRISCOE, B., TADROS, T.F. *Influence of low molecular weight polymers on the rheology of bentonite suspensions*. Rev. Int. Fr. Pétrol. 52, pages 199–206, 1997.
- SAJJADIAN, M.; MOTLAGH, E. E.; DAYA, A. A. *Experimental Study of Engineered Cement Plug to Effectively Cure Losses While Drilling in Iranian Oil/Gas Well*. International Journal of Geosciences, 7, pp. 115-119, 2016.
- SALIMI, S. & GHALAMBOR, A. *Experimental Study of Formation Damage during Underbalanced-Drilling in Naturally Fractured Formations*. Energies, 4, pp. 1728-1747, 2011.
- SANDERS. M.W., SCORSONE. T.J. & FRIEDHEIM.E.J. *High fluid loss, high strength loss circulation treatments*. SPE 135472, SPE Deepwater Drilling and Completions Conference, Galveston, U.S.A, 5-6 October 2010.
- SANTOS, H. *Differentially Stuck Pipe: Early Diagnostic and Solution*. In: IADC/SPE Drilling Conference, New Orleans. SPE-59127-MS, p. 23-25, February, 2000.
- SANTOS, M. B. *Perfuração de poços de petróleo: fluidos de perfuração*. Revista de divulgação do projeto Universidade Petrobras e IF Fluminense, vol. 2, n. 1, p. 121-127, 2012.
- SCHLUMBERGER, 2013. Products Data Sheet. Disponível em: <http://www.slb.com/services/miswaco/services/drilling_fluid/df_products/lost_circulaton_material.aspx>
- Acesso em: 15 fev. 2017.

SCHMIDT, D.; SHAH, D.; GIANNELIS, E. P. *New advances in polymer / layered silicate nanocomposites*. Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. 6, p. 205–212, 2002.

SCHRAMM, G. *Reologia e reometria: fundamentos teóricos e práticos*. Editora Artliber, São Paulo, p. 223, 2006.

SENSOY, T.; CHENEVERT, M. E.; SHARMA, M. M. *Minimizing Water Invasion in Shale Using Nanoparticles*. SPE Annual Technical Conference and Exhibition, New Orleans, LA; Society of Petroleum Engineers: Richardson, TX, 2009; SPE Paper No. 124429, October 4–7, 2009.

SHAKHASHIRI, B.Z. *Chemical demonstrations: A handbook for teachers of chemistry*. Madison: University of Wisconsin Press, v. 3, p. 368, 1985.

SHAKIB, J. T.; KANANI, V.; POURAFSHARY, P. *Nano-clays as additives for controlling filtration properties of water–bentonite suspensions*. Journal Pet. Sci.Eng. 138, p. 257–264, 2016.

SILVA, A. R.; FERREIRA, H. C. *Argilas bentoníticas: conceito, estruturas propriedades, usos industriais, reservas, produção e produtores, fornecedores nacionais e internacionais*. Revista Eletrônica de Materiais e Processos. v. 3.2, p. 26-35, 2008.

SKALLE, P. *Drilling Fluid Engineering*. Ventus publishing Aps, p. 7, 2011.

SKELAND, A. H. P. – Non Newtoniano flow and heat transfer - Wiley Edition, 1967.

SOMASUNDARAN, P.; LEE, H.K.; SHCHUKIN, E.D.; WANG, J. *Cohesive force apparatus for interactions between particles in surfactant and polymer solutions*. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 266, p. 32–37, 2005.

SOARES, A. S. F.; MARQUES, M. R. C.; CALÇADA, L. A.; BORGES FILHO, M. N.; PETKOWICZ, C. L. O. *Interaction of blockers on drilling fluids rheology and its effects on sealing of fractures and prevention of filtrate invasion*. Journal of Petroleum Science and Engineering, v. 171, p. 260-270, 2018.

SONG, H. J. & ROJAS, C. J. *Preventing mud losses by wellbore strengthening*. SPE 101593, SPE Russian Oil and Gas Technical Conference and Exhibition, Moscow, Russia, 3-6 October 2006.

SOUZA, G. P. *Caracterização do material compósito diatomáceo natural*. Cerâmica, São Paulo, v. 49, n. 309, p. 40 – 43, 2003.

SHAPIRO, A. A., BEDRIKOVETSKY, P. G., SANTOS, A., MEDVEDEV, O. O. *Astochastic model for filtration of particulate suspensions within complete pore plugging*. Transp. Porous Media 67 (1), 135–164, 2007.

STARODOUBTSEV, S. G.; CHUROCHKINA, N. A.; KHOKHLOV, A. R. *Hydrogel Composites of Neutral and Slightly Charged Poly (acrylamide) Gels with Incorporated Bentonite*. Interaction with Salt and Ionic Surfactants. Langmuir, 16, p.1529–1534, 2000.

STEFFE, J. F. *Rheological Methods in Food Process Engineering*. Second Edition. Freeman Press, East Lansing, Michigan, 1996.

STROEVEN, P. & STROEVEN, M. *SPACE system for simulation of aggregated matter application to cement hydration*, Cem.Concr.Res. v.29, n. 8, p. 1299-1304, 1999.

SWEATMAN, R. E., KESSLER, C. W., HILLIER, J. M. *New Solutions to Remedy Lost Circulation, Crossflows, and Underground Blowouts*. In SPE/IADC drilling conference. Society of Petroleum Engineers 1997.

THOMAS, J. E. *Fundamentos de Engenharia de Petróleo*. 2. ed., Editora Interciência Ltda, Rio de Janeiro, RJ, 271p., 2004.

TIEN, C. *Principles of Filtration*. Elsevier Science, Boston, 1st Edition, p 112, 2012.

TIMILSENA, Y. P., WANG, B., ADHIKARI, R., & ADHIKARI, B. *Preparation and characterization of chia seed protein isolate–chia seed gum complexcoacervates*. Food Hydrocolloids, 52, p. 554–563, 2016.

TRAN, V. T.; CIVAN, F. & ROBB, I. *Correlating flowing time and condition for perforation plugging by suspended particles*. SPE 120473, SPE Production and Operations Symposium, Oklahoma, U.S.A, 4-8 April 2009.

VAN OORT, E.; BROWNING, T.; BUTLER, F.; LEE, J.; FRIEDHEIM, J. *Enhanced Lost Circulation Control through Continuous Graphite Recovery*. In: AADE National Technical Conference, Houston, p. 10-12, April 2007.

VAN OORT, E.; FRIEDHEIM, J.; PIERCE, T.; LEE, J. *Avoiding Losses in Depleted and Weak Zones by Constantly Strengthening Wellbores*. In: SPE Annual Technical Conference and Exhibition, New Orleans, Louisiana, USA. p. 4-7, October 2009.

VASILE, C.; BUMBU, G. G.; DUMITRIU, R. P.; STAIKOS G. *Comparative study of the behavior of carboxymethyl cellulose-g poly(Nisopropylacrylamide) copolymers and their equivalent physical blends*. European Polymer Journal 40, p. 1209–1215, 2004.

VAUSSARD, A., MARTIN, M., KONIRSCH, O. E PATRONI, J. M. *An experimental study of drilling fluids dynamic filtration*. SPE 15412, 1986.

VICKERS, S.; COWIE, M.; JONES, T. & TWYNAM, V. *A new methodology that surpasses current bridging theories to efficiently seal a varied pore throat distribution as found in natural reservoir formations*. AADE-06-DF-HO-16, AADE National Technical Conference and Exhibition, Houston, 2006.

VIEBKE, C. & WILLIAMS, P. A. *Determination of molecular mass distribution of carrageenan and xanthan using asymmetrical flow field-flow fractionation*. Food Hydrocolloids, v. 14, n. 3, p. 265–270, 2000.

WAKEMAN, R. J. & TARLETON, E.S. *Solid/Liquid Separation: Principles of Industrial Filtration*, Elsevier, Oxford, 2005.

WAKEMAN, RICHARD. *The influence of particle properties on filtration*. *Separation and Purification Technology* 58, p. 234–241, 2007.

WALDMANN, A. T. A.; ANDRADE, A. R.; MARTINS, A. L.; ARAGÃO, A. F. L.; PIRES, I. J.; LOMBA, R. F. T., Otimização de agentes obturantes para operações de perfuração Seminário de Fluidos de Perfuração e Completação, Rio de Janeiro, 2008.

WALDMANN, A.T. A.; LIMA, V. A. R. M. P.; SOUZA, E. A.; D'ALMEIDA, A. R.; TEIXEIRA, G. T.; SCHEID, C. M.; CALÇADA, L. A.; GERACI, A. C. M.; DUQUE NETO, O. A.; MAGALHÃES, S. *Efforts to Control Fluid Losses in Off shore Drilling*. In: AADE 107 National Technical Conference, Houston, p. 15-16, 2014.

WALDMANN, A. T. A.; MARTINS, A. L.; SOUZA, E. A.; LOUREIRO, S. A.; ANDRADE, A. R.; SCHEID, C. M.; CALÇADA, L. A.; MORENO, R. Z.; DANNENHAUER, C. E. *Efforts to Control, Monitor and Identify Drilling Fluid Invasion Into Reservoir Rocks*. In: 1st International Conference on Upstream Engineering and Flow Assurance, a part of the 2012 AIChE Spring Meeting, Houston, Texas, USA, 1-5 April 2012.

WAN, E.; GALEMBECK, E. & GALEMBECK, F. *Polímeros sintéticos*. In: Cadernos Temáticos de Química Nova na Escola. DE PAOLI, M.-A. e MALDANER, O.A. (Eds.). n. 2, p. 5-8, 2001.

WHITE, R. J. *Lost-Circulation Materials and Their Evaluation*. API-56-352. Drilling and Production Practice, New York, New York, USA, 1 January 1956.

WHITFILL, D. L. *Lost Circulation Material Selection, Particle Size Distribution and Fracture Modeling with Fracture Simulation Software*. In: Asia Pacific Drilling Technology Conference and Exhibition, Jakarta, Indonesia, p. 25-27, Aug. 2008.

WHITFILL, D. L., HEMPHILL, T. *All Lost-circulation Materials and Systems are Not Created Equal*. In: SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Denver, SPE-84319-MS, p. 5-8, October, 2003.

WINDARTO; AGUS Y. G.; PUDJO, S.; EDY, S. *Modelling of formation damage due to mud filtrate invasion in a radial flow system*. *Journal of Petroleum Science and Engineering* 100, p. 99–105, 2012.

XIE, L.; YE, X.; LIU, D. & YING, Y. *Quantification of glucose, fructose and sucrose in bayberry juice by NIR and PLS*. *Food Chemistry*, 114, p. 1135–1140, 2009.

XU C., KANG Y., CHEN F., YOU Z. *Analytical model of plugging zone strength for drill-in fluid loss control and formation damage prevention in fractured tight reservoir*. *Journal of Petroleum Science and Engineering*. v. 149, p.s 686-700, 2017.

YADOLLAHI, M. & NAMAZI, H. *Synthesis and characterization of carboxymethyl cellulose/layered double hydroxide nanocomposites*. *Journal Nano-part.Res.*, 15, p. 1563, 2013.

YOU, Z., BADALYAN, A., BEDRIKOVETSKY, P. *Size- exclusion colloidal transport in porous media—stochastic modeling and experimental study*. *SPEJ*. v. 18, 4, p. 620–633, 2013.

YOU, Z., OSIPOV, Y., BEDRIKOVETSKY, P., KUZMINA, L. *Asymptotic model for deep bed filtration*. Chem. Eng. J. 258, p. 374–385, 2014.

YUAN, H., SHAPIRO, A. A. *Induced migration of fines during water flooding in communicating layer-cake reservoirs*. J. Pet. Sci. Eng. v.78, n. 3–4, p. 618–626, 2011.

YUAN, H., YOU, Z., SHAPIRO, A. A., BEDRIKOVETSKY, P. *Improved population balance model for straining- dominant deep bed filtration using network calculations*. Chem. Eng. J. 226, p. 227–237, 2013.

YUANHANG, C.; MENGJIAO, Y.; STEFAN, M.; EVREN, O.; SHAOHUA, Z.; NASSER, A. *Fluid flow and heat transfer modeling in the event of lost circulation and its application in locating loss zones*. Louisiana State Univeristy, Craft & Hawkins Department of Petroleum Engineering, Baton Rouge, LA 70803, USA- v. 148, p. 1–9, 2017.

YUK, S. H.; CHO, S. H.; SHIN, C. B. e LEE, B. H. *A novel semi-interpenetrating networks system as an absorbent material*. European Polymer Journal, v. 32, n. 1, p. 101-104, 1996.

Zetasizer.Nano User Manual Malvern England, 2007.

Disponível em: <<http://www.malvern.co.uk>> Acesso em: 1 juho 2016.

ZHANG, B.; HAIQUAN, S.; XIAO, J.; XIAO LING H.; HUIMIN, W. *Effect of structure and charge of polysaccharide flocculants on their flocculation performance for bentonite suspensions*. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 436, 443–449, 2013.

ZIAEE, H.; ARABLOO, M.; GHAZANFARI, M. H.; RASHTCHIAN, D. *Herschel–Bulkley rheological parameters of lightweight colloidal gas aphron (CGA) based fluids*. Chem. Eng. Res. Des., 93, 21–29, 2015.

ANEXO A

Parâmetros reológicos dos fluidos do planejamento estatístico com o R1-B2.

| Fluido | τ_0 | k (Pa.s ⁿ) | n | R^2 |
|--------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------|--------|
| 1 | 0,3460 ($\pm 0,4341$) | 0,14814 ($\pm 0,0818$) | 0,8109 ($\pm 0,1001$) | 0,8818 |
| 2 | 8,6599 ($\pm 6,3826$) | 11,4658 ($\pm 5,0821$) | 0,2986 ($\pm 0,0652$) | 0,8839 |
| 3 | 2,0513 ($\pm 3,7733$) | 7,5440 ($\pm 3,3238$) | 0,2267 ($\pm 0,0573$) | 0,9170 |
| 4 | 17,2316 ($\pm 28,4566$) | 47,3759 ($\pm 26,6519$) | 0,1659 ($\pm 0,0614$) | 0,9247 |
| 5 | 204,9798 ($\pm 3845,82608$) | 208,4369 ($\pm 3845,524$) | 0,0061 ($\pm 0,1113$) | 0,9124 |
| 6 | 11,1234 ($\pm 5,9524$) | 16,5839 ($\pm 5,2904$) | 0,2190 ($\pm 0,0407$) | 0,8934 |
| 7 | 13,0127 ($\pm 14,7522$) | 19,5847 ($\pm 13,7646$) | 0,1704 ($\pm 0,0779$) | 0,9756 |
| 8 | 19,0892 ($\pm 21,2619$) | 32,8925 ($\pm 19,2569$) | 0,2018 ($\pm 0,0716$) | 0,9796 |
| 9 | 0,5798 ($\pm 1,0693$) | 5,3005 ($\pm 0,8683$) | 0,2862 ($\pm 0,0237$) | 0,9978 |
| 10 | 44,2000 ($\pm 19,3446$) | 52,3842 ($\pm 18,9247$) | 0,0985 ($\pm 0,0275$) | 0,8969 |
| 11 | 4,8428 ($\pm 0,7628$) | 0,9279 ($\pm 0,3209$) | 0,5701 ($\pm 0,0605$) | 0,9800 |
| 12 | 37922,2959 ($\pm 1,60E+07$) | 38007,592 ($\pm 1,60E+07$) | 0,0003 ($\pm 0,1146$) | 0,7487 |

| | | | | |
|----|-----------------------------|-----------------------------|-------------------------|--------|
| 13 | 1,6395 ($\pm 2,3366$) | 0,8988 ($\pm 0,9272$) | 0,5895 ($\pm 0,1814$) | 0,8172 |
| 14 | 241,8533 ($\pm 3,48E+02$) | 256,5832 ($\pm 346,2427$) | 0,0497 ($\pm 0,0588$) | 0,7861 |
| 15 | 31,7378 ($\pm 24,875$) | 45,9067 ($\pm 22,7625$) | 0,1916 ($\pm 0,0589$) | 0,8860 |
| 16 | 33,7323 ($\pm 8,4613$) | 16,2339 ($\pm 7,1545$) | 0,2586 ($\pm 0,0610$) | 0,9555 |

Parâmetros reológicos dos fluidos do planejamento estatístico com o R1-B3.

| Fluido | τ_0 | k (Pa.s ⁿ) | N | R ² |
|--------|------------------------------|-------------------------------|--------------------------|----------------|
| 1 | 1259,9891 ($\pm 2,75E+05$) | 1260,859 ($\pm 2,75E+05$) | 0,0011 ($\pm 0,2191$) | 0,8323 |
| 2 | 22,4302 ($\pm 9,8366$) | 28,11816 ($\pm 9,48271$) | 0,1489 ($\pm 0,0356$) | 0,9048 |
| 3 | 6,8937 ($\pm 12,6267$) | 10,89487 ($\pm 12,09676$) | 0,1598 ($\pm 0,1228$) | 0,7808 |
| 4 | 20,8463 ($\pm 39,9680$) | 53,52128 ($\pm 38,20953$) | 0,1633 ($\pm 0,0801$) | 0,8742 |
| 5 | 2747,0145 ($\pm 1,46E+06$) | 2753,5690 ($\pm 1,46E+06$) | 0,00036 ($\pm 0,1894$) | 0,8689 |
| 6 | 22,2231 ($\pm 15,7272$) | 24,90273 ($\pm 15,361$) | 0,1222 ($\pm 0,0567$) | 0,9769 |
| 7 | 91,6187 ($\pm 259,7900$) | 115,1431 ($\pm 258,93933$) | 0,0490 ($\pm 0,0982$) | 0,9619 |
| 8 | 62,4019 ($\pm 10,7562$) | 3,0098 ($\pm 5,26993$) | 0,5629 ($\pm 0,3251$) | 0,7567 |
| 9 | 11,6553 ($\pm 23,9399$) | 12,09814 ($\pm 23,4736$) | 0,1126 ($\pm 0,1681$) | 0,8928 |
| 10 | 5,7428 ($\pm 4,3789$) | 13,78503 ($\pm 3,88519$) | 0,2513 ($\pm 0,0404$) | 0,9736 |
| 11 | 3,2405 ($\pm 4,2639$) | 5,02239 ($\pm 3,57681$) | 0,2975 ($\pm 0,1102$) | 0,9250 |
| 12 | 260,8285 ($\pm 226,4768$) | 356,24535 ($\pm 225,27472$) | 0,0616 ($\pm 0,0337$) | 0,8887 |
| 13 | 0,4635 ($\pm 1,9411$) | 2,4891 ($\pm 1,61841$) | 0,3020 ($\pm 0,1012$) | 0,9020 |
| 14 | 6,2759 ($\pm 15,9228$) | 26,66847 ($\pm 14,48469$) | 0,2268 ($\pm 0,0739$) | 0,8785 |
| 15 | 0,1137 ($\pm 40,2414$) | 49,63224 ($\pm 38,2116$) | 0,1737 ($\pm 0,0898$) | 0,8678 |
| 16 | 64,2808 ($\pm 96,7350$) | 102,53266 ($\pm 96,41094$) | 0,0496 ($\pm 0,0415$) | 0,8931 |