

IMPACTO DO TAMANHO DE PARTÍCULA NOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO

Guilherme Firmino P. R. da Silva Natália Freire de Moura Vinicius Gomes Ribeiro

Projeto de Final de Curso

Orientador:

Prof. Márcio Nele de Souza, D.Sc.

Coorientador:

Alex Rodrigues de Andrade, M.Sc.

Agosto de 2014

IMPACTO DO TAMANHO DE PARTÍCULA NOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO

Guilherme Firmino P. R. da Silva Natália Freire de Moura Vinicius Gomes Ribeiro

Projeto de Final de Curso submetido ao Corpo Docente da Escola de Química, como parte dos requisitos necessários à obtenção de grau de graduação.

Aprovado por:	
	Tânia Suaiden Klein, Ph.D.
	Armando Lucas Cherem da Cunha, D.Sc.
Orientado por:	Pedro Igor Veillard Farias, B.Sc.
Orientado por	Márcio Nele de Souza, D.Sc.
	Alex Rodrigues de Andrade, M.Sc.

Rio de Janeiro, RJ - Brasil

Agosto de 2014

Moura, Natália Freire de. Ribeiro, Vinicius Gomes. Silva, Guilherme F. P. R. da.

Impacto do tamanho de partícula nos fluidos de perfuração / Guilherme Firmino P. R. da Silva; Natália Freire de Moura; Vinicius Gomes Ribeiro. Rio de Janeiro: UFRJ/EQ, 2014.

xiii, 95p.; il.

(Projeto Final) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de Química, 2014. Orientadores: Prof. Marcio Nele de Souza, D.Sc. e Alex Rodrigues de Andrade, M.Sc.

1. Fluido de Perfuração. 2. Carbonato de Cálcio Precipitado (PCC). 3. Reologia. 4. Projeto Final. (Graduação – UFRJ/EQ). 5. Prof. Marcio Nele de Souza, D.Sc. e Alex Rodrigues de Andrade, M.Sc. 6. Impacto do tamanho de partícula nos fluidos de perfuração.





AGRADECIMENTOS

Inicialmente, gostaríamos de agradecer aos nossos pais, pelo esforço e dedicação devotada a nós todos os dias e por sempre acreditarem no nosso potencial, inclusive nos momentos em que duvidávamos da nossa própria capacidade.

Aos estudantes e futuros colegas de profissão que cederam tempo para estudar, conversar e trocar experiências, tornando o ambiente acadêmico mais agradável e acolhedor.

Aos nossos amigos, por todo amor, carinho e compreensão, especialmente nos momentos em que tivemos que nos ausentar para estudar. Obrigado por nos motivar a seguir firme rumo aos nossos objetivos.

A Silvia Cristina Alves França, Tecnologista Sênior do Centro de Tecnologia Mineral – CETEM, pelo auxilio em etapas fundamentais do nosso projeto.

Ao Centro de Tecnologia Mineral – CETEM, por ceder espaço e equipamentos para o desenvolvimento das etapas experimentais do trabalho.

A indústria química que nos forneceu os carbonatos de cálcio precipitado utilizados nesse estudo, pelas amostras e pelo auxílio durante os experimentos.

A Carla Napoli Barbato, Rhanayara Silva, Nathalie Silva da Costa e Dirceu Pereira dos Santos, pelo tempo disposto a nos ajudar, seja no manuseio dos equipamentos ou no esclarecimento de dúvidas sobre os procedimentos experimentais.

Ao Prof. Márcio Nele de Souza, nosso orientador, pelo tempo que nos foi dedicado, pela orientação em etapas fundamentais deste trabalho e por disponibilizar a estrutura de seu laboratório para os testes realizados.

E a Alex Rodrigues de Andrade, nosso coorientador e amigo, pelo apoio fornecido e pelas discussões de valor acadêmico, essenciais para o enriquecimento deste trabalho.

Resumo do Projeto de Final de Curso apresentado à Escola de Química como parte dos

requisitos necessários para obtenção do grau de graduação.

IMPACTO DO TAMANHO DE PARTÍCULA NOS FLUIDOS DE

PERFURAÇÃO

Guilherme Firmino P. R. da Silva, Natália Freire de Moura, Vinicius Gomes Ribeiro

Agosto, 2014

Orientador:

Prof. Marcio Nele, D.Sc.

Coorientador: Alex Rodrigues de Andrade, M.Sc.

Durante o processo de perfuração de poços de petróleo, os fluidos de

perfuração possuem papel vital. Esses são essenciais ao processo de limpeza e

estabilidade do poço, pois permitem o resfriamento da broca, a retirada dos cascalhos

gerados na perfuração e a manutenção da estabilidade do poço através do controle das

pressões de subsuperfície. Além de exercer as suas diversas funções, espera-se que o

fluido as desempenhem sem comprometer a formação ou causar grandes perturbações

no espaço anular do poço.

O presente trabalho foi realizado com base em uma das propriedades do

fluido de perfuração: a filtração. Os fluidos tem a capacidade de formar uma espécie de

reboco na parede do poço, minimizando a invasão de fluidos para a formação rochosa, o

que garante a circulação e reduz a perda de fluido. A fim de otimizar essa propriedade e

reduzir as perdas, vem sendo estudado a aplicação de novas partículas que sejam

capazes de preencher espaços no reboco.

Neste trabalho, foram utilizadas partículas de carbonato de cálcio

precipitado, de elevada pureza e tamanho variando de 0,08 à 5,5µm, a fim de investigar

os impactos do tamanho de partícula e da concentração de sólido na reologia dos fluidos

de perfuração.

vi

ÍNDICE

CAPITULO I – INTRODUÇAO	1
I.1 BREVE HISTÓRICO	1
I.2 OBJETIVOS	2
CAPÍTULO II - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃ	io 3
II.1 DEFINIÇÃO DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO	3
II.2 PRINCIPAIS FUNÇÕES DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO	3
II.3 PROPRIEDADES DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO	4
II. 4 TIPOS DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO	6
II.4.1 FLUIDO DE PERFURAÇÃO À BASE GÁS	(
II.4.2 FLUIDO À BASE ÓLEO/SINTÉTICO	(
II.4.3 FLUIDOS À BASE ÁGUA	7
II.5 CONSTITUINTES DE UM FLUIDO DE PERFURAÇÃO BASE ÁGUA	8
CAPÍTULO III – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DO CARBONATO DE O	CÁLCIO
PRECIPITADO E MEIOS DA CARACTERIZAÇÃO DA PARTÍCULA	9
III.1 CARBONATO DE CÁLCIO PRECIPITADO (PCC)	Ģ
III.2 ANÁLISE QUÍMICA	10
III.3 ANÁLISE CRISTALOGRÁFICA	11
III.4 ANÁLISE MORFOLÓGICA	12
III.5 DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DAS PARTÍCULAS	14
CAPÍTULO IV – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DA QUÍMICA DE SUPERFÍCIA	E 16
IV.1 DUPLA CAMADA ELÉTRICA (DCE)	16
IV.1.1 DUPLA CAMADA DE STERN-GOUY-CHAPMAN (SGC)	17
IV.2 POTENCIAL ZETA (Z)	19
IV.2.1 ELETROFORESE	20
IV.2.2 ESTABILIDADE DA SUSPENSÃO E PONTO ISOELÉTRICO	22
CAPÍTULO V – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DE REOLOGIA	23
V.1 TAXA DE CISALHAMENTO	23
V.2 COMPORTAMENTO DOS FLUIDOS ATRAVÉS DA VISCOSIDADE	24
V.3 FLUIDOS NEWTONIANOS	26
V.4 FLUIDOS NÃO NEWTONIANOS	26
V.4.1 MODELO BINGHAM	27
V.4.1 MODELO POWER LAW OU OSTWALD DE WAALE	27

V.5 CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA	28
V.6 REOMETRIA	29
CAPÍTULO VI – PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	30
VI.1 HOMOGENEIZAÇÃO E QUARTEAMENTO	30
VI.2 ANÁLISE QUÍMICA	31
VI.3 ANÁLISE CRISTALOGRÁFICA	31
VI.4 ANÁLISE MORFOLÓGICA	32
VI.5 DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DAS PARTÍCULAS	32
VI.6 POTENCIAL ZETA	33
VI.7 TESTES REOLÓGICOS	34
CAPÍTULO VII – DISCUSSÃO DE RESULTADOS	38
VII.1 ANÁLISE QUÍMICA	38
VII.2 ANÁLISE CRISTALOGRÁFICA	39
VII.3 ANÁLISE MORFOLÓGICA	41
VII.4 DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DAS PARTÍCULAS	45
VII.5 POTENCIAL ZETA	46
VII.6 TESTES REOLÓGICOS	48
CAPÍTULO VIII – CONSIDERAÇÕES FINAIS	58
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	60
APÊNDICE A1 – RESULTADOS DO TESTE DE POTENCIAL ZETA	65
APÊNDICE A2 – RESULTADOS DO TESTE REOLÓGICO	66

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Fenômeno de espalhamento de raios-X
Figura 2 - Difratômetro de raios-X
Figura 3 – Equipamento Sputter Coater BAL-TEC SCD 005
Figura 4 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) - FEI Quanta 40014
Figura 5 – Ilustração da dupla camada elétrica18
Figura 6 - Ilustração do princípio da eletroforese, onde o campo elétrico é aplicado
causando a dispersão das espécies
Figura 7 – Posições do plano de Stern e do potencial Zeta na DCE21
Figura 8 – Ilustração da zona de instabilidade no gráfico do Potencial Zeta vs pH 22
Figura 9 - Escoamento de um fluido entre placas paralelas24
Figura 10 - Modelos reológicos
Figura 11 - Relação da viscosidade com taxa de cisalhamento
Figura 12 - Diagrama de caracterização reológica28
Figura 13 - Processo de homogeneização e quarteamento das amostras31
Figura 14 - Preparação do fluido de perfuração
Figura 15 - Procedimento de análise no reômetro
Figura 16 - Difratograma obtido experimentalmente para a amostra Carbo Fino40
Figura 17 - Difratograma obtido experimentalmente para a amostra Carbo Nano40
Figura 18 - Estrutura da calcita
Figura 19 - Estrutura da dolomita
Figura 20 - Imagem do MEV para o Carbo 50
Figura 21 - Imagem do MEV para o Carbo 30
Figura 22 - Imagem do MEV para o Carbo 15
Figura 23 - Imagem do MEV para o Carbo Fino
Figura 24 - Imagem do MEV para o Carbo Nano44
Figura 25 - Variação do potencial zeta (ζ) das amostras com o pH48
Figura 26 - Curvas de fluxo das amostras 15lbm/bbl
Figura 27 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) da
amostras 15lbm/bbl
Figura 28 - Curvas de fluxo das amostras 8lbm/bbl

Figura 29 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) das
amostras 8lbm/bbl
Figura 30 - Curvas de fluxo da amostra Carbo 50
Figura 31 - Curvas de fluxo da amostra Carbo 3053
Figura 32 - Curvas de fluxo da amostra Carbo 15
Figura 33 - Curvas de fluxo da amostra Carbo Fino
Figura 34 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) da amostra
Carbo 50
Figura 35 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) da amostra
Carbo 30
Figura 36 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) da amostra
Carbo 15
Figura 37 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) da amostra
Carbo Fino
Figura 38 - Curvas de fluxo dos fluidos Base e Completo
Figura 39 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) dos fluidos
Base e Completo

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades dos fluidos de perfuração	5
Tabela 2 – Propriedades dos fluidos à base gás.	6
Tabela 3 – Propriedades dos fluidos à base óleo	7
Tabela 4 – Composição dos Fluidos Base e Completo	35
Tabela 5 – Composição das suspensões de teste	36
Tabela 6 – Resultados analíticos da análise química por AAS	38
Tabela 7 – Comparação entre as composições químicas das amostras	39
Tabela 8 – Dados fornecidos pela Indústria.	45
Tabela 9 – Resultados da distribuição granulométrica no Mastersizer 2000	45
Tabela 10 – Desvio padrão e erro padrão dos resultados	47

NOMENCLATURA

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Descrição	Dimensão
μ_a	Viscosidade aparente	$ML^{-1}T^{-1}$
μ_E	Mobilidade eletroforética	$M^{-1}L^{-1}T^2 I$
μ_p	Viscosidade plástica	$ML^{-1}T^{-1}$
Δv	Diferença de velocidade entre as camadas de fluido	LT ⁻¹
Δy	Distância entre as camadas de fluido	L
μ	Viscosidade	$ML^{-1}T^{-1}$
F	Constante de Faraday	TIN ⁻¹
K	Índice de consistência	$ML^{-1}T^{n-2}$
n	Grandeza referente ao comportamento do fluido	Adimensional
R	Constante universal dos gases	$ML^2T^{-2}\Theta^{-1}N^{-1}$
\mathbb{R}^2	Fator de determinação	Adimensional
T	Temperatura	Θ
X	Distância	L
Z	Carga do íon	Adimensional
Z	Potencial Zeta	$ML^2T^{-3}I^{-1}$
Υ	Taxa de cisalhamento	T^{-1}
K	Parâmetro de Debye Hückel	L^{-1}
F	Força aplicada na direção do escoamento	MLT ⁻²
S	Área da superfície exposta	L^2
3	Constante dielétrica	Adimensional
η	Coeficiente de viscosidade dinâmica do fluido	$ML^{-1}T^{-1}$
σ	Condutância	$M^{-1}L^{-3}T^3I^2$
τ	Tensão de cisalhamento	$ML^{-1}T^{-2}$
ψ	Potencial da DCE	$ML^2T^{-3}I^{-1}$

SUBSCRITO

Símbolo	Descrição	
S	Relativo à superfície da DCE	
I	Relativo à condição limite	

NOMENCLATURA

LISTAS DE ABREVIAÇÕES

Abreviação Descrição

A.C. Antes de Cristo

AAS Espectrometria de Absorção Atômica

(Atomic Absorption Spectrometry)

API Instituto Americano de Petróleo

(American Petroleum Institute)

C15 Carbo 15 (CaCO₃)

C30 Carbo 30 (CaCO₃)

C50 Carbo 50 (CaCO₃)

C-Fino Carbo Fino (CaCO₃)

C-Nano Carbo Nanoparticulado (CaCO₃)

DCE Dupla Camada Elétrica

DRX Difração de Raios-X

GCC Carbonato de Cálcio Natural

(Ground Calcium Carbonate)

IBAMA Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais

Renováveis

MEV Microscópio Eletrônico de Varredura

PCC Carbonato de Cálcio Precipitado

(Precipitated Calcium Carbonate)

ROP Taxa de Penetração

(Rate of Penetration)

SGC Dupla Camada de Stern-Gouy-Chapman

CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO

I.1 Breve Histórico

Os primeiros relatos de utilização de um fluido de perfuração datam de 600 A.C., na China. Segundo narrativas, os chineses injetavam água a fim de amolecer a rocha e remover os cascalhos em busca de salmoura, gás e água (Amorim, 2003).

Com a grande necessidade de produtos derivados de petróleo no século XIX, Robert Beart propôs um método de perfuração baseado em um sistema de hastes giratórias, assim como a circulação de água para facilitar o transporte dos cascalhos gerados durante a perfuração (Amorim, 2003).

Ao longo do tempo foram realizadas inúmeras melhorias para se obter um melhor desempenho, como a adição de material argiloso para formar um reboco, evitando a perda de fluido para a formação (Terpstra, Pex e Vries, 1995).

Além disso, necessitou-se controlar as pressões dos poços a fim de evitar influxos para dentro do poço, o que poderia gerar acidentes catastróficos como o *blowout*. Para isso, começou-se a adicionar adensantes ao fluido, como a Barita, que são utilizadas até hoje. Porém, a utilização desses agentes iria ocasionar o problema de sedimentação, fazendo com que houvesse a necessidade de adicionar agentes diluentes, como gomas e amidos, aos fluidos.

Em paralelo a isso, chegou-se a conclusão que tanto fluidos à base de óleo cru quanto de óleo refinado aumentavam a taxa de penetração e a vida útil da broca. Porém, a utilização de fluidos à base óleo tornou-se bastante restrita devido às políticas ambientais (Sorgard, Alteras, *et al.*, 2001).

Atualmente, o fluido à base óleo mais utilizado é à base de parafina. No entanto, a nova resolução do IBAMA¹ definiu, indiretamente, segundo testes de toxicidade e biodegradabilidade, que esse não poderá mais ser utilizado, restando às empresas utilizarem olefinas.

Segundo Burke e Veil (1995), os fluidos sintéticos possuem um desempenho similar aos fluidos à base óleo, sendo aplicados em locais com elevadas

1

¹ Instrução normativa de fluidos de perfuração 2014 (http://www.ibama.gov.br/).

temperaturas, presença de folhelhos ou sais enquanto os fluidos à base de água tem seu desempenho limitado.

Por esta razão, a formulação de novos fluidos sintéticos ou a introdução de novos aditivos deve melhorar o desempenho dos fluidos e, talvez, possibilitar o emprego em ambientes que utilizam apenas fluidos à base óleo.

I.2 Objetivos

Pretende-se investigar os impactos de diferentes tamanhos e concentração de carbonato de cálcio precipitado nos fluidos de perfuração. Além disso, irá ser analisado, em segundo plano, as alterações de concentração de viscosificante e os modelos reológicos dos fluidos.

CAPÍTULO II - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO

II.1 Definição de Fluidos de Perfuração

Os fluidos de perfuração podem ser definidos de diversas formas. O Instituto Americano de Petróleo (*American Petroleum Institute* – API) define como fluido de perfuração qualquer fluido circulante capaz de viabilizar a operação de perfuração. Já o IBAMA é um pouco mais específico e entende os fluidos de perfuração como formulações contendo sólidos, líquidos, aditivos químicos e/ou gases que podem assumir o aspecto de suspensões, emulsões ou dispersões coloidais que são utilizadas na perfuração de poços com a finalidade de auxiliar na remoção do cascalho gerado, controlar e equilibrar as pressões de subsuperfície e resfriar/lubrificar a broca e a coluna.

II.2 Principais funções dos fluidos de perfuração

É impossível a perfuração rotativa sem um fluido de circulação. Assim, os fluidos de perfuração são um dos elementos mais importantes na exploração de petróleo (Lummus e Azar, 1986). Este destaque se deve a todas as funções que esse desempenha durante a perfuração de poços de petróleo. Abaixo segue um breve resumo das suas principais funções, baseado nos trabalhos de (Bourgoyne Jr, Millheim, *et al.*, 1991; Caenn e Chillingar, 1995; Schaffel, 2002).

Remoção de cascalhos

O fluido de perfuração auxilia na "limpeza do poço" carreando o cascalho gerado durante a perfuração pelo espaço anular entre a coluna de perfuração e as paredes do poço. Tal função é importante já que evita problemas de "prisão de coluna", quando o cascalho decanta no poço e precisa ser triturado novamente, reduzindo a taxa de penetração nas formações.

Resfriar/lubrificar a broca e a coluna

O movimento da broca, durante a perfuração, gera atrito com as paredes do poço e com o cascalho, além de aumentar a temperatura da mesma. O fluido auxilia no resfriamento e lubrificação, minimizando os efeitos negativos para o poço.

Equilibrar pressões de formação

Os fluidos contidos nos poros das formações rochosas normalmente estão submetidos a altas pressões. Durante a perfuração, essa pressão precisa ser controlada para que esses fluidos não invadam o poço. O descontrole das pressões de subsuperficie pode acarretar prejuízos mais simples, como a contaminação dos fluidos de perfuração, ou até acidentes mais graves, como erupções de *blowout*².

Um dos piores acidentes do setor petrolífero brasileiro ocorreu devido a um *blowout*¹ em um dos poços conectados à plataforma Enchova PCE-1, na Bacia de Campos, em 1984. A explosão, seguida de incêndio, registrou 42 mortes (Sindipetronf, 2011).

Para evitar esse tipo de acidente, a pressão de subsuperfície é contrabalançada pela pressão hidrostática do fluido de perfuração no poço, que pode ser maior ("overbalanced"), menor ("underbalanced"), ou igual ("balanced") a pressão das formações perfuradas. A principal propriedade do fluido para esse controle é a densidade. Essa, por sua vez, pode ser controlada pela adição de materiais inertes como a barita, hematita e carbonato de cálcio.

Estabilidade mecânica/química

O colapso das paredes e a estabilidade do poço também são controlados pela pressão hidrostática fornecida pelos fluidos de perfuração. Como foi visto anteriormente, quando a pressão hidrostática é menor do que a das formações, na presença de permeabilidade suficiente e falha no controle, há risco de *blowout*². Por outro lado, quando o fluido exerce pressão sobre as paredes do poço, uma parcela penetra nos poros da formação (filtrado), criando uma espécie de reboco ("*mud cake*"), que sela as formações permeáveis e, além de estabilizar e proteger a parede do poço, evita a perda de fluidos para essas.

² "Blowout é o fluxo descontrolado de fluidos da formação para a superfície devido ao desbalanceamento entre a pressão hidrostática da lama de perfuração ou fluido de completação e a pressão da formação" (Definição da Wikipédia. Disponível em: http://pt.wikipedia.org/wiki/Blowout).

Além das funções já citadas, os fluidos de perfuração devem suportar o peso do revestimento e da *drillstring*³, fornecer energia hidráulica à broca, prevenir a corrosão dos componentes de perfuração, trazer os cascalhos até a superfície para avaliação, facilitando a interpretação geológica do material, suportar partículas e cascalhos quando não há bombeio, ter baixo custo e ser ambientalmente correto (Thomas, Triggia, *et al.*, 2001).

Cabe ressaltar que os sistemas de fluidos devem ser o menos reativo possível com as formações, apesar de todos os poços terem folhelhos sensíveis à água assim como às argilas.

II.3 Propriedades dos fluidos de perfuração

Peso, viscosidade e reatividade são as principais propriedades para classificar um fluido de perfuração (Caenn e Chillingar, 1995). Dentro de cada uma dessas propriedades existem subitens de elevada importância por apresentarem características mais específicas, tais como descrito na Tabela 1.

Tabela 1 - Propriedades dos fluidos de perfuração.

Item	Subitem	Função
Peso	Densidade	Controle das pressões de subsuperfície, evitando o influxo para o poço.
Reologia	Parâmetros reológicos Força gel Viscosidade	Auxílio no cálculo de perdas de carga na tubulação; determinação da velocidade de transporte dos cascalhos; indicar o grau de "gelificação" de um fluido de perfuração.
Reatividade	Teor de sólidos pH Sólidos ativos Lubricidade Salinidade	Fornecer, através do pH, informações sobre a capacidade de corrosão do fluido nos equipamentos; estimar, através do teor de sólidos, a influência que esta tem em propriedades como a densidade, as forças géis e a viscosidade; A salinidade ajuda a diminuir a atividade do fluido fazendo com que haja menor interação entre a formação e água.

Nota: Adaptato de Silva, 2003.

 $^{\rm 3}$ Ferramenta utilizada no processo de perfuração.

5

II. 4 Tipos de Fluidos de Perfuração

II.4.1 Fluido de Perfuração à Base Gás

Segundo Thomas, Triggia, *et al.* (2001), perfuração a ar ou gás é um termo genérico aplicado quando o ar ou o gás, como todo ou parte, é usado como fluido circulante na perfuração rotativa.

Quando se realiza uma perfuração à base gasosa, o tipo de fluido base mais comum é o ar, apesar do gás natural e gases de combustão serem utilizados algumas vezes (Apaleke, Al-Majed e Hossain, 2012). Estes tipos de fluidos são raramente empregados recomendando-se seu uso para situações de zonas com grandes perdas de circulação e formações produtoras com pressão muito baixa ou com grande susceptibilidade a danos (Caenn e Chillingar, 1995).

Tabela 2 – Propriedades dos fluidos à base gás.

Limitações	Vantagens
 Não pode ser utilizado em zonas aquíferas por não conseguir realizar a limpeza do poço Gás pode ser corrosivo Grande risco de explosão 	 Redução do gradiente de pressão comparado à água Menor risco de danos à formação Grande taxa de penetração (ROP) em áreas com rochas duras Abundante e barato Minimização nas perdas de circulação Melhoria no desempenho da broca Detecção rápida de hidrocarbonetos

Nota: Adaptado de Machado, 2002 e Silva, 2003.

II.4.2 Fluido à Base Óleo/Sintético

Fluidos à base óleo são fluidos que contém, em sua fase contínua, óleos como: diesel, óleo mineral, óleos crus e alguns derivados desse.

A base mais utilizada no Brasil é a base parafínica, contudo a tendência é que essa seja substituída por olefinas devido à maior biodegradabilidade, segundo a norma técnica do IBAMA⁴.

Pelo alto custo das bases orgânicas, a utilização deste tipo de fluido justifica-se quando a utilização do fluido à base água não é a mais propícia.

Tabela 3 – Propriedades dos fluidos à base óleo.

Limitações	Vantagens
Muito caro	Supre as limitações do fluido base água
O gerenciamento de resíduos gerados gera um	Fornece uma melhor lubrificação
custo elevado	Ponto de ebulição mais elevado
■ Grande risco de explosão	Ponto de congelamento mais baixo
Pode causar impacto ambiental	
Pode causar alteração na molhabilidade	
Não aplicável para reservatório de gases	

Nota: Adaptato de Silva, 2003.

II.4.3 Fluidos à Base Água

Fluidos a base de água tem por definição a água sendo a fase contínua, e o principal componente, capazes de realizar a limpeza e manter a estabilidade do poço.

A definição de um fluido à base água considera principalmente a natureza da água e os aditivos químicos empregados no preparo do fluido. A proporção entre os componentes básicos e as interações entre eles provocam sensíveis modificações nas propriedades físicas e químicas do fluido. Consequentemente, a composição é o principal fator a se considerar no controle das suas propriedades (Thomas, Triggia, *et al.*, 2001).

7

⁴ Instrução normativa de fluidos de perfuração 2014 (http://www.ibama.gov.br/).

II.5 Constituintes de um Fluido de Perfuração Base Água

Pelo fato dos fluidos de perfuração serem muito dinâmicos e repletos de aditivos, serão descritos nesse item apenas os aditivos utilizados no trabalho experimental.

Base do Fluido com Sais de NaCl e KCl

A base do fluido será dada com água juntamente com dois sais que terão duas funções primordiais: (i) Adensar o fluido e (ii) Diminuir a atividade da água, de forma que seja menos reativa ao entrar em contato com formações reativas.

Ambos os íons, sódio e potássio, inibem a hidratação das argilas, pois se adsorvem nas superfícies cristalinas da argila, minimizando o efeito de hidratação.

<u>Viscosificante – Goma Xantana</u>

A goma xantana é responsável pelo controle reológico, aumentando a viscosidade do fluido de perfuração. Como função primordial, pode-se afirmar que ela fornecerá o efeito viscoelástico.

Redutor de Filtrado - Hidroxi Propil Amido

O Hidroxi Propil Amido auxilia nas propriedades reológicas como na força gel por evitar a sedimentação de partículas juntamente a goma xantana. Ele também auxiliará na formação do reboco para diminuir as perdas de infiltração para a formação.

Adensante – CaCO₃

O carbonato de cálcio irá auxiliar na densidade do fluido para controle de pressão do poço. Além disso, será estudado como os diferentes tamanhos de carbonato de cálcio influenciam na reologia do fluido, pois o CaCO₃ atua como agente selante. Por esta razão, é interessante que seja analisado como partículas de diferentes tamanhos se comportam, pois podem significar menor perda de fluidos para formação, maior estabilidade para o poço e outras características que serão descritas mais a frente.

CAPÍTULO III – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DO CARBONATO DE CÁLCIO PRECIPITADO E MEIOS DA CARACTERIZAÇÃO DA PARTÍCULA

III.1 Carbonato de Cálcio Precipitado (PCC)

Foram utilizadas amostras de carbonato de cálcio precipitado, principal material de estudo deste trabalho, cedidas por uma indústria química cuja divulgação do nome não foi autorizada. Esse tipo de carbonato, também conhecido como carbonato sintético, possui elevado grau de pureza quando comparado aos carbonatos obtidos pelo método natural (GCC), através de processos de beneficiamento de rochas calcárias e mármores. Segundo o fornecedor, o grau de pureza destas partículas é de no mínimo 98%, tendo como principal contaminante o ferro (cerca de 200 ppm).

Além do constituinte já citado, existe também uma pequena quantidade de carbonato de magnésio (inferior a 1% da amostra) e água, representada pela umidade.

Processo de Obtenção de Carbonato de Cálcio Precipitado

O processo de obtenção do carbonato de cálcio precipitado foi descrito pelo livro Rochas e Minerais Industriais do Estado do Ceará – CETEM / UECE / DNPM / FUNCAP / SENA (Vidal, Sales, *et al.*, 2005).

O método mais comum de obtenção do PCC é através da reação endotérmica de calcinação do calcário para obtenção de cal (CaO). A cal, por sua vez, reage com água formando cal hidratada (Ca(OH)₂), também conhecida como leite de cal. Por fim, a solução hidratada de cal sofre uma carbonatação por dióxido de carbono, liberando água e precipitando carbonato de cálcio.

As etapas de obtenção do PCC descritas no parágrafo anterior estão representadas a seguir pelas reações R1, R2 e R3, respectivamente.

$$CaCO_3 + calor \leftrightarrow CaO + CO_2^{\uparrow}$$
 (R1)

$$CaO + H_2O \leftrightarrow Ca(OH)_2$$
 (R2)

$$Ca(OH)_2 + CO_2 \leftrightarrow CaCO_3 + H_2O$$
 (R3)

Além da ausência de impurezas como quartzo, entre outras, o carbonato precipitado possui elevado índice de alvura, que representa o nível de brancura da amostra.

III.2 Análise Química

Diz-se por análise química o conjunto de técnicas laboratoriais que visam identificar quais espécies químicas estão presentes na amostra analisada. Atualmente, existem diversos tipos de análises quantitativas, qualitativas ou imediatas, mas nesse trabalho será abordada apenas a análise química por espectrometria de absorção atômica (AAS), técnica que será utilizada durante a prática experimental.

A análise por AAS pode determinar cerca de 65 elementos, abrangendo a maioria dos metais e metaloides. Cada elemento tem um número específico de elétrons associados com seu núcleo. A configuração mais estável de um átomo é denominada "estado fundamental". Se uma determinada quantidade de energia é aplicada sobre o átomo e esta é absorvida, um dos elétrons mais externos será promovido a um nível energético superior, levando o átomo a uma configuração energética menos estável denominada "estado excitado". Uma vez que esta configuração é instável, o átomo retorna imediatamente para o "estado fundamental", liberando a energia absorvida sob a forma de luz (Junior, Bidart e Casella, 2014).

Átomos no "estado fundamental" são capazes de absorver energia luminosa de um comprimento de onda específico, alcançando o "estado excitado". Aumentandose o número de átomos presentes no caminho ótico pode-se aumentar a quantidade de radiação absorvida. Medindo-se a variação da quantidade de energia transmitida, que pode ser da chama de um gás e um comburente, pode-se realizar uma determinação quantitativa do analito presente. Na técnica de absorção atômica, fontes especiais de energia conjugadas com sistemas eficientes de seleção de comprimentos de onda permitem a determinação específica de elementos. Assim, a quantidade de radiação absorvida está relacionada com a concentração e as propriedades do elemento de interesse na amostra, definida pela Lei de Lambert-Beer (Junior, Bidart e Casella, 2014).

Um equipamento de absorção atômica é constituído por quatro partes principais: fonte de emissão (produção da radiação de ressonância); atomização (dispositivo de conversão em átomos neutros e livres); monocromador (eliminação de radiações indesejadas); sistema eletrônico (fotomultiplicador, amplificador e leitora).

III.3 Análise Cristalográfica

Segundo o VISIOLAB (2014), um dos mais avançados e eficientes procedimentos de análises químicas disponíveis atualmente no mercado, é a técnica de difração de raios-X, conhecida como DRX.

A partir do padrão de difração da radiação, único para cada estrutura cristalina, é possível realizar a identificação das substâncias químicas, criando-se uma espécie de impressão digital das amostras. Ao contrário das demais técnicas utilizadas pelos laboratórios, a difratometria de raios-X permite, através da medição dos ângulos de difração, diferenciar, caracterizar e quantificar substâncias que apresentam mesma fórmula química, porém, estruturas cristalinas diferentes (Cullity, 1956).

A técnica consiste no fenômeno de espalhamento da radiação eletromagnética , provocada pela interação entre o feixe de raios-X incidente e os elétrons dos átomos componentes do material. A detecção fica por conta dos fótons difratados, que constituem o feixe, como se pode ver na Figura 1 (Cullity, 1956).

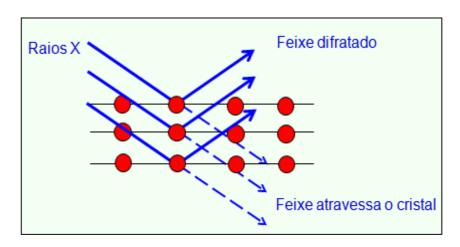


Figura 1 - Fenômeno de espalhamento de raios-X.

Fonte: Aranda, 2014.

O equipamento utilizado neste procedimento é o difratômetro de raios-X (Figura 2), que é um equipamento de análise não destrutiva e onde se obtém um registro gráfico dos sinais que as reflexões originam em detectores eletrônicos de radiação. Assim, pode-se realizar a análise qualitativa do material, bem como a determinação dos parâmetros de rede, medidas de tensões residuais e outras possíveis aplicações (Shimadzu, 2014).



Figura 2 - Difratômetro de raios-X.

Fonte: Aranda, 2014.

III.4 Análise Morfológica

De acordo com Maliska (2014), o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é um instrumento de bastante versatilidade e frequentemente utilizado para a análise microestrutural de materiais sólidos. Sua grande vantagem em relação ao microscópio ótico (MO) é a sua alta resolução, na ordem de 2 a 5 nm (20 – 50 A°), enquanto que no ótico é de 0,5 μm. Além disso, existem outras características que fazem do MEV uma das mais utilizadas ferramentas para este tipo de análise, como a sua elevada profundidade de foco (imagem com aparência tridimensional) e a possibilidade de se combinar a análise microestrutural com a microanálise química.

Este procedimento se baseia na formação de imagens (em níveis de cinza), utilizando um feixe de elétrons que varre a amostra, proporcionais a algum sinal gerado

pela interação entre esse feixe e a amostra (Luz, Sampaio e França, 2010). Essa formação de imagens no MEV se dá pela emissão de elétrons secundários ou elétrons retroespalhados. Os elétrons secundários são provenientes do espalhamento inelástico entre os elétrons do feixe e os elétrons da amostra, ou seja, o feixe de elétrons fornece energia suficiente aos elétrons da amostra para que sejam ejetados. Os elétrons retroespalhados são elétrons do feixe que foram espalhados elasticamente, ou seja, elétrons do feixe que interagem com a amostra e retornam com aproximadamente a mesma energia. Os elétrons secundários coletados são provenientes da região superficial devido à sua baixa energia, que é de cerca de 2 à 5eV (Reichelt, 2007).

Segundo Luz, Sampaio e França (2010), ao se trabalhar em alto vácuo, configuração comum no MEV, a superfície da amostra deve ser condutora para "escoar" os elétrons que incidem do feixe na amostra, evitando cargas elétricas na superfície e aquecimento excessivo. Assim, amostras que não são naturalmente condutoras necessitam sofrer o processo de metalização, que consiste no recobrimento das partículas por um material condutor, numa atmosfera turbulenta de argônio. Essa técnica é chamada de "Sputter Deposition" ou apenas "Sputtering".

Após a metalização das amostras, podem-se iniciar as análises no MEV. O metal condutor melhora a condutividade das amostras e com isso é possível obter imagens de melhor resolução. A Figura 3 e a Figura 4, apresentadas a seguir, mostram os equipamentos utilizados para a metalização das amostras e análises no MEV, respectivamente, durante a realização deste trabalho.



Figura 3 – Equipamento Sputter Coater BAL-TEC SCD 005.

Nota: Equipamento utilizado durante os experimentos no CETEM. 2014.



Figura 4 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) - FEI Quanta 400. Nota: Equipamento utilizado durante os experimentos no CETEM. 2014.

III.5 Distribuição de Tamanho das Partículas

A técnica para determinação de tamanho de partículas utilizada nesse trabalho foi a difração laser. Essa técnica é realizada em um equipamento que mede a intensidade da luz espalhada à medida que um feixe de laser interage com as partículas dispersas da amostra. Os dados obtidos são então analisados de forma que é possível calcular a distribuição de tamanho das partículas obtidas a partir do padrão de espalhamento gerado (Malvern Instruments, 2007).

Um sistema típico de difração a laser é constituído por três elementos principais: bancada ótica, unidades de dispersão de amostras e software do instrumento.

Na bancada ótica a amostra, devidamente dispersa, atravessa a área de medição, onde um feixe de laser incide sobre as partículas. Em seguida, uma série de

detectores mede com precisão a intensidade da luz espalhada pelas partículas na amostra em vários ângulos de espalhamento.

As unidades de dispersão são acessórios que controlam a dispersão da amostra em meio líquido ou a seco. Essas várias unidades asseguram que as partículas cheguem à área de medição da bancada ótica na concentração correta e em estado de dispersão adequado e uniforme.

O software do instrumento controla o sistema durante o processo de medição e analisa os dados de espalhamento para calcular a distribuição do tamanho de partículas.

CAPÍTULO IV – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DA QUÍMICA DE SUPERFÍCIE

Os íons presentes em solução podem ser atraídos para as vizinhanças da superfície através de forças eletrostáticas ou através de uma adsorção específica, quando o íon apresenta uma afinidade especial pela superfície. Nesse capítulo, irá se abordar a distribuição de íons na vizinhança de uma superfície carregada e seu efeito na estabilidade do sistema.

IV.1 Dupla Camada Elétrica (DCE)

Inicialmente, deve-se definir a dupla camada elétrica como o estudo da estrutura e dos aspectos termodinâmicos das interfaces eletrizadas e da adsorção de íons nestas interfaces. Quando em contato com um meio aquoso, a maioria das partículas adquire uma carga elétrica na superfície. A geração dessa carga pode se dar através de quatro mecanismos, segundo Schramm (2005) e Monte e Peres (2004):

Ionização da superfície

É um processo físico que ocorre quando há uma dessorção térmica ou evaporação de íons negativos ou positivos da superficie dos sólidos. Entende-se por dessorção a remoção de um produto quimico previamente adsorvido na superficie. Em soluções aquosas, o processo depende do pH, de forma que este, normalmente, é usado para controlar o grau e a natureza da ionização.

Dissolução de íons

Processo de dissolução de sólidos iônicos, tais como sais minerais, no solvente.

Adsorção de íons provenientes da solução

Quando a suspensão não pode ser ionizada, adiciona-se um surfactante iônico e os íons são adsorvidos numa superfície sólida.

Defeitos nas redes cristalinas de minerais

Processo de substituição isomórfica, ou seja, substituição de um átomo por outro de tamanho semelhante em uma rede cristalina. Essa substituição de íons gera uma carga e propicia a difusão de íons para formação da dupla camada elétrica.

IV.1.1 Dupla Camada De Stern-Gouy-Chapman (SGC)

A estrutura da DCE em sistemas coloidais pode ser descrito pelo modelo de Stern-Gouy-Chapman, que considera a influência dos eletrólitos na carga superficial das partículas (Monte e Peres, 2004). Segundo Van Hal (1996), os íons são atraídos eletrostaticamente para a superfície do sólido e essa atração é contrabalanceada pelo movimento de contra-íons necessários a equalização da concentração de cargas ao longo da interface.

O modelo SGC explica que o potencial gerado na superfície pode ser neutralizado através de duas camadas: uma camada interna compacta e estática formada por íons adsorvidos a superfície e uma camada exterior difusa, onde os contra-íons e co-íons estão espalhados na vizinhança de acordo com a influência de ambas as forças eletrostáticas e do movimento de agitação térmica (Zeta-meter, Inc., 1993).

Inicialmente Gouy e Chapman sugeriram um modelo para camada difusa em substituição ao modelo de camadas de carga elétrica fixa, de Helmholtz. No modelo proposto foi estudado o comportamento da interface entre um eletrodo e os íons de solução do eletrólito (Monte e Peres, 2004).

A teoria de Stern, por sua vez, ponderou que os íons poderiam ser adsorvidos na superfície por forças de caráter não eletrostático (adsorção específica). Assim, a camada interna formada pelos íons adsorvidos, seja por adsorção específica ou por forças eletrostáticas, é frequentemente chamada de camada de Stern (Monte e Peres, 2004).

De acordo com a teoria de Gouy-Chapman, a concentração de íons na camada difusa decresce exponencialmente conforme vai se afastando da camada de Stern (Monte e Peres, 2004). Além disso, a distribuição de íons é afetada por diversos fatores como a carga formal dos íons, o solvente utilizado, a concentração do eletrólito e o potencial na interface entre as camadas de Stern e difusa, que muitas vezes é

equiparado ao potencial zeta da suspensão (Schramm, 2005). Por exemplo, quando a concentração do eletrólito aumenta consideravelmente, a camada difusa é forçada a se contrair (Monte e Peres, 2004).

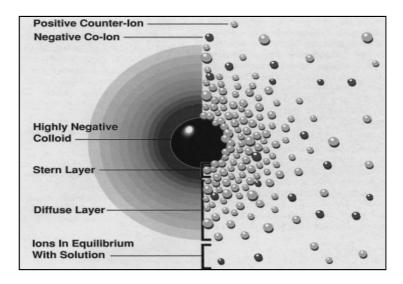


Figura 5 - Ilustração da dupla camada elétrica.

Fonte: Schramm, 2005.

No modelo proposto por Gouy-Chapman, a relação entre o potencial e a distância "x" da superfície do sólido, resulta na equação [Eq. 1] (Koopal, 1992):

$$\tanh\left(\frac{zF\psi(x)}{4RT}\right) = \tanh\left(\frac{zF\psi_s}{4RT}\right)\exp(-\kappa x)$$
 [Eq. 1]

Onde,

 \mathbf{x} – é a distância em relação a superfície;

z – é o número de carga dos íons (incluindo o sinal da carga);

 \mathbf{F} – é a constante de Faraday;

 $\psi(x)$ – É o potencial da DCE em função de x e ψ_s é o potencial da DCE na superfície;

 $\mathbf{R} - \acute{\mathbf{E}}$ a constante dos gases;

 $T - \acute{E}$ a temperatura;

 $K - \acute{E}$ o parâmetro introduzido por Debye Hückel ($K^{-1}\acute{e}$ denominado termo recíproco de Debye-Hückel, ou ainda a espessura da DCE).

A estabilidade da dispersão se da ao fato de que, quando duas partículas se aproximam, suas camadas difusas se sobrepõem e a força de repulsão resultante pode superar a força de atração de van der Waals (Schramm, 2005).

IV.2 Potencial Zeta (ζ)

O Potencial Zeta (ζ) é a diferença de tensão elétrica na interface entre as fases contínua e dispersa. Ele é extremamente importante, pois é o único potencial da DCE que pode ser medido experimentalmente (Monte e Peres, 2004). Ele fornece uma medida indireta do grau de dispersão do sistema e por isso é usado para verificar a estabilidade do colóide em estudo. Quanto maior o potencial zeta, maior a força de repulsão entre as partículas, ou seja, menor tendência das partículas se agregarem e por consequência maior estabilidade da dispersão (Zeta-meter, Inc., 1993).

Geralmente o potencial zeta é medido por métodos eletrocinéticos. A aplicação de um campo elétrico no colóide provoca um deslocamento diferencial da DCE, afastando a parte móvel da DCE da superfície carregada (camada interna). Esse descolamento gera um movimento eletrocinético que pode ser medido (Monte e Peres, 2004).

Segundo Hunter (1981), o potencial zeta pode ser medido no plano de cisalhamento entre fase dispersa e fase contínua, quando estas apresentam um movimento relativo, na presença de um campo elétrico. Ainda segundo Hunter, o movimento eletrocinético pode ser mensurado por meio de quatro fenômenos eletrocinéticos: eletroforese, eletro-osmose, potencial de escoamento e potencial de sedimentação.

Além dos quatro métodos citados anteriormente, temos ainda os métodos eletroacústicos que se baseiam na oscilação das ondas sonoras e são mais utilizados no estudo de suspensões concentradas e emulsões sem diluição. Dentre os métodos eletroacústicos temos o "Colloid Vibration Potential (CVP)" e o "Electrosonic Amplitude (ESA)" (Schramm, 2005).

IV.2.1 Eletroforese

A eletroforese é o método eletrocinético mais utilizado no estudo de sistemas coloidais, para fins industriais. Além da simplicidade, esse método permite trabalhar com dispersões muito diluídas e também partículas muito pequenas, de até aproximadamente 0,1 mm de diâmetro (Schramm, 2005).

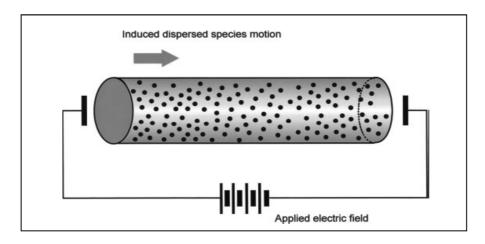


Figura 6 – Ilustração do princípio da eletroforese, onde o campo elétrico é aplicado causando a dispersão das espécies.

Fonte: Schramm, 2005.

A técnica baseia-se na medição da mobilidade eletroforética (μ_E) das partículas sob a ação de um campo elétrico. A velocidade com que as partículas carregadas migram para o eletrodo de carga oposta é inversamente proporcional à força do campo aplicado [Eq. 2], tornando-se possível calcular o potencial zeta da suspensão aquosa (Malvern Instruments, 2004).

$$\mu_E = (Velocidade \ eletrofor\'etica)/(Gradiente \ de \ campo \ el\'etrico)$$
 [Eq. 2]

Na prática, efetuam-se várias medidas da mobilidade eletroforética das partículas dispersas em solução aquosa. Geralmente, a localização exata do plano de corte não é conhecida. Assim, como é observado na Figura 7, o potencial zeta é considerado aproximadamente igual ao potencial no plano de Stern (Monte e Peres, 2004).

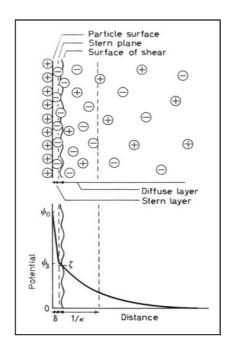


Figura 7 - Posições do plano de Stern e do potencial Zeta na DCE.

Fonte: Schramm, 2005.

Segundo Schramm (2005), o cálculo do potencial zeta (ζ) pode ser feito através da mobilidade eletroforética (μ_E), da constante dielétrica (ϵ) e da viscosidade dinâmica do fluido (η). Com base na teoria de Hückel [Eq.3], se as partículas forem de raio pequeno com DCE espessa (Ka < 1),

$$\mu_E = \zeta \varepsilon / (1.5 \, \eta)$$
 [Eq. 3]

pela teoria Smoluchowski [Eq. 4] se as partículas forem grandes com DCE fina (Ka > 100),

$$\mu_E = \zeta \varepsilon / \eta$$
 [Eq. 4]

ou pela teoria de Henry [Eq. 5] em casos intermediários,

$$\mu_E = \zeta \varepsilon f_1 / (1.5 \eta)$$
 [Eq. 5]

onde f₁é função de Ka e da forma das partículas e varia entre os valores de 1,00 e 1,50.

Na teoria de Huckel, como as partículas são muito pequenas, presume-se que a força elétrica se assemelha à força de atrito da partícula, aplicando-se então a lei de Stokes. Já na teoria de Smoluchowski considera-se o efeito de retardo eletroforético, efeito do campo elétrico aplicado sobre a DCE que leva a redução da velocidade das

partículas. A teoria de Henry assume a influência da força de atrito e do retardo eletroforético no cálculo do potencial zeta (Schramm, 2005).

IV.2.2 Estabilidade da Suspensão e Ponto Isoelétrico

Entre os fatores que afetam o potencial zeta, estão a concentração de sais em suspensão, a condutividade e o pH do meio. Quanto maior a força iônica do meio, maior é a "compressão" da dupla camada elétrica (Cosgrove, 2010).

Outra medida diretamente relacionada à estabilidade do sistema é o ponto isoelétrico ou ponto de carga zero. Nesse ponto o potencial zeta da dispersão é nulo, ou seja, a repulsão entre as partículas é desprezível. Em uma suspensão sempre vão existir algumas concentrações de sais e valores de pH onde isso ocorre (Schramm, 2005).

A Figura 8 ilustra uma curva típica da variação do potencial zeta com o pH da suspensão, indicando as áreas de estabilidade. Entende-se que o sistema é estável quando a força de repulsão exercida pela DCE supera a força de atração de van der walls, mantendo as partículas do coloide suspensas. Na zona de instabilidade do sistema ocorre o oposto e a força de atração de van der walls prevalece, favorecendo a aglomeração das partículas (Zeta-meter, Inc., 1993).

A suspensão é considerada estável quando o valor do potencial zeta medido não está contido em uma determinada faixa que envolve o ponto isoelétrico. Geralmente essa faixa de instabilidade varia entre +30mV e -30mV (Malvern Instruments, 2004).

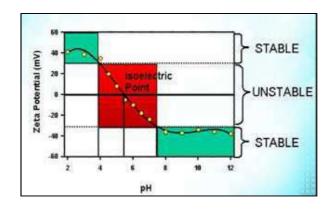


Figura 8 – Ilustração da zona de instabilidade no gráfico do Potencial Zeta vs pH.

Fonte: BRASEQ, 2014.

CAPÍTULO V – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DE REOLOGIA

Reologia é a ciência que estuda como a matéria se deforma ou escoa quando está submetida a forças externas. Considerando que a matéria pode ser classificada em sólido, líquido ou gasoso, existem diferentes leis que descrevem o comportamento da deformação destas matérias (Machado, 2002).

Inicialmente, a reologia era abordada apenas para corpos coesos, mas com passar do tempo a teoria foi estendida para o caso de fricção de sólidos e escoamento de substâncias particuladas e de sistemas coloidais (Machado, 2002).

No capítulo II, foi mencionado que os fluidos de perfuração possuem como principal função a estabilidade e limpeza do poço, com carreamento dos cascalhos. Por esta razão, os fluidos de perfuração devem conter os aditivos necessários para que possuam tais características.

A seguir serão abordados conceitos básicos, a fim de se chegar as características de interesse de um fluido de perfuração.

V.1 Taxa de Cisalhamento

Segundo Machado (2002), pode-se diferenciar um sólido de um fluido quando se considera a viscosidade juntamente com uma força aplicada sobre um corpo. No caso dos sólidos, ele pode ser caracterizado através de leis que descrevem sua alteração de volume, enquanto os fluidos podem ser descritos por leis que descrevem a variação continua da taxa de grau de deformação em função das forças ou tensões aplicadas.

Para exemplificar o comportamento de um fluido utiliza-se a ideia de um fluido contido entre duas placas planas. Inicialmente, há uma força "F" aplicada na placa superior de modo a movimentá-la, gerando uma força de cisalhamento contrária a essa. O aparecimento desta força de cisalhamento deve-se a forças de coesão do fluido entre a parede da placa e as diferentes camadas do fluido.

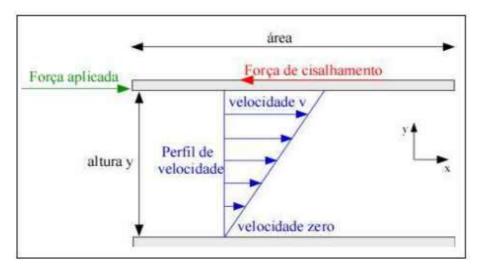


Figura 9 - Escoamento de um fluido entre placas paralelas

Fonte: Machado, 2002.

Portanto, pode-se definir a tensão de cisalhamento (τ) como sendo uma força aplicada sobre uma área cisalhante necessária para o escoamento do fluido.

$$\tau = \frac{F}{S}$$
 [Eq. 6]

Após a definição desta grandeza, pode-se introduzir o conceito de taxa de cisalhamento (Y) que é conhecida como grau de deformação ou gradiente de velocidade. Esta taxa considera o deslocamento das partículas ou plano do fluido (Δv) em relação à distância entre eles (Δy) .

$$\Upsilon = \frac{\Delta v}{\Delta y}$$
 [Eq. 7]

V.2 Comportamento dos Fluidos através da Viscosidade

A relação entre as duas grandezas introduzidas anteriormente (tensão e taxa de cisalhamento) define a curva de fluxo. Esta curva é um registro gráfico do modelo reológico que o fluido irá seguir.

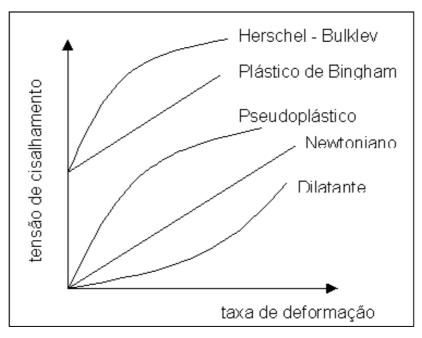


Figura 10 - Modelos reológicos.

Fonte: Machado, 2002.

Do mesmo modo, pode-se estabelecer relação entre as curvas de viscosidades definidas pela relação entre a viscosidade e a taxa de cisalhamento.

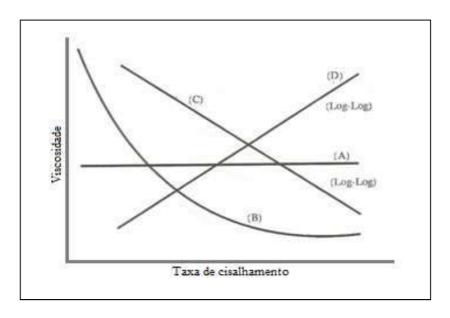


Figura 11 - Relação da viscosidade com taxa de cisalhamento.

Fonte: Machado, 2002.

Nota: (A) Newtoniano, (B) Plástico de Bingham, (C) Pseudoplástico, (D) Dilatante.

A primeira distinção dos fluidos pode ser feita através da viscosidade. Caso esta seja constante, o fluido é classificado como Newtoniano, enquanto os fluidos não Newtonianos possuem a viscosidade variando ao longo do tempo.

Na Figura 11, têm-se as curvas de viscosidade em relação as taxas de cisalhamento. A curva A representa a curva típica de um fluido Newtoniano, a curva B representa a curva de um fluido de Bingham ou plástico ideal, a curva C representa a curva de um fluido pseudoplástico, emquanto a curva D representa a curva de um fluido dilatante.

V.3 Fluidos Newtonianos

Esta categoria de fluidos possui como característica principal a viscosidade (μ) constante, sendo alterada somente quando há algum tipo de perturbação na temperatura ou pressão. A viscosidade é única e absoluta, pois a razão entre a tensão cisalhante (τ) e a taxa de cisalhamento (Υ) é constante.

Estes fluidos podem ser descritos através da fórmula apresentada na [Eq. 8]:

$$\tau = \mu * \Upsilon$$
 [Eq. 8]

V.4 Fluidos Não Newtonianos

Já esta categoria de fluidos possui um novo conceito, denominado de viscosidade aparente (μ_a), pelo fato da viscosidade não ser única e variar com a magnitude da taxa de cisalhamento. Portanto, haverá uma viscosidade aparente para cada tensão de cisalhamento.

A equação matemática que define este modelo será dada pela [Eq. 9]:

$$\tau = \mu_a * \Upsilon$$
 [Eq. 9]

Dentro dos fluidos não newtonianos há alguns modelos que podem descrever o comportamento dos fluidos. Segundo o trabalho realizado por Riveland (2013) os fluidos de perfuração podem ser descritos basicamente por dois modelos: Modelo de Bingham e o Modelo de Power Law (pseudoplástico).

V.4.1 Modelo Bingham

O fluido Binghamiano é também conhecido como plástico ideal pela razão de ter um comportamento de sólido quando a taxa cisalhante não é suficiente para promover o escoamento.

A esta tensão mínima dá-se o nome de limite de escoamento (τ_L). Além desta, há a introdução do conceito de viscosidade plástica pela razão da viscosidade aparente não ser constante com a taxa de cisalhamento.

Matematicamente, a viscosidade plástica (μ_p) será dada pela [Eq. 10]:

$$\mu_a = \mu_p + \tau_L / \Upsilon$$
 [Eq. 10]

Os fluidos serão descritos pela [Eq. 11] quando $\tau > \tau_L$ e pela [Eq. 12] quando $\tau \leq \tau_L$.

$$\tau = \mu_p \Upsilon + \tau_L$$
 [Eq. 11]

$$\Upsilon = 0$$
 [Eq. 12]

V.4.1 Modelo Power Law ou Ostwald de Waale

Este modelo é caracterizado pelo comportamento pseudoplástico, ou seja, apresenta diminuição na viscosidade de acordo com o aumento da taxa de cisalhamento.

Em muitos casos, este processo ocorre de maneira reversível, fazendo com que o fluido "recupere" sua viscosidade quando submetido a tensões cisalhantes menores.

Este modelo pode ser escrito como na [Eq. 13], onde o "K" é o índice de consistência e "n" é uma grandeza adimensional referente ao comportamento do fluido.

$$\tau = K * \Upsilon^n$$
 [Eq. 13]

Se:

n > 1 - Fluido Dilatante

n = 1 - Fluido Newtoniano

0 < n < 1 - Fluido Pseudoplástico

V.5 Caracterização Reológica

Como já foi dito anteriormente, os fluidos são sistemas que escoam de forma irreversível sob a ação de um sistema de forças. A relação entre a taxa de deformação e a tensão de cisalhamento mostra o tipo de fluido que será trabalhado.

A figura abaixo mostra um esquema que auxilia a realizar a caracterização de qual fluido se está trabalhando.

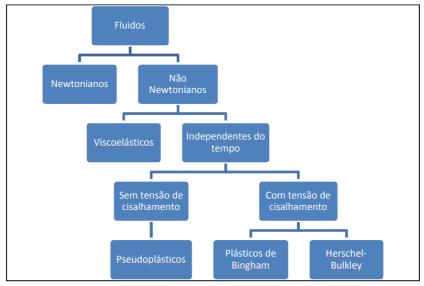


Figura 12 - Diagrama de caracterização reológica.

Nota: Diagrama baseado nas informações discutidas no capítulo.

V.6 Reometria

A partir da relação entre deformação e a tensão, juntamente com auxílio de modelos matemático, pode-se descrever o comportamento de um corpo obtendo-se os parâmetros de fluidos viscoelásticos.

O termo viscoelasticidade surge para descrever fluidos que possuem características duais, não sendo um sólido elástico ou um líquido puramente viscoso, o qual não se refere à viscosidade mas sim ao escoamento de um fluido (Amorim, 2003).

Outra propriedade desejável aos fluidos de perfuração que deve ser mencionada é a tixotropia, que é a diminuição da viscosidade quando submetida uma tensão de cisalhamento constante ao longo do tempo (Amorim, 2003).

Segundo Amorim, (2003), o efeito tixotrópico no fluido de perfuração é importante para evitar a sedimentação dos detritos gerados durante a operação de perfuração, bem como em situações nas quais é necessário interromper a circulação do fluido. Nesta situação, o fluido permanece em repouso no poço e deve manter os sólidos em suspensão.

Por outro lado, uma tixotropia excessiva irá gerar uma alta capacidade de carreamento de sólidos, podendo danificar o reboco formado e causar erosão da parede do poço.

CAPÍTULO VI – PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Foram doadas pelo fornecedor, cinco amostras de carbonato de cálcio precipitado (PCC), diferindo quanto aos tamanhos de partícula. As amostras foram definidas como:

- 1. Carbo 50 (C50), com D_{50}^{5} especificado em 5,500 µm.
- 2. Carbo 30 (C30), com D_{50}^{5} especificado em 3,000 µm.
- 3. Carbo 15 (C15), com D_{50}^{5} especificado em 1,600 µm.
- 4. Carbo Fino (C-Fino), com D_{50}^{5} especificado em 0,700 µm.
- 5. Carbo Nano (C-Nano), com D₅₀⁵ especificado em 0,080 μm.

Todas as amostras analisadas neste trabalho foram oferecidas pela pela mesma indústria. No entanto, enquanto as amostras Carbo 15, 30 e 50 são produzidas na própria indústria, as amostras C-Fino e C-Nano são produzidas em uma indústria parceira, cujo nome não foi informado.

VI.1 Homogeneização e Quarteamento

A fim de caracterizar as partículas e medir seu desempenho reológico foram realizados diversos testes. São eles: distribuição de tamanho, análise química, cristalográfica e morfológica; estabilidade da suspensão; testes reológicos.

Com o intuito de trabalhar com amostras confiáveis, foi realizado o processo de homogeneização e quarteamento. Inicialmente, as amostras foram dispostas em pilhas cônicas, seguidas de pilhas prismáticas, a fim de homogeneizar as amostras. Por fim, realizou-se o quarteamento para a retirada de alíquotas, de acordo com a Figura 13.

30

 $^{^{5}}$ O parâmetro D_{50} indica que 50% das partículas presentes na amostra são menores do que os valores informados. Representa o diâmetro médio de partícula ($D_{\rm m}$).



Figura 13 - Processo de homogeneização e quarteamento das amostras.

VI.2 Análise Química

A análise química foi realizada pela técnica de espectrometria de absorção atômica (AAS), no Centro de Tecnologia Mineral – CETEM-RJ. Seu objetivo foi verificar a pureza e a similaridade das amostras.

Foram analisadas somente as amostras C-Fino e C-Nano devido a sua origem ter sido proveniente de uma empresa parceira. Em relação às amostras restantes, adotaram-se as informações cedidas pelas especificações técnicas listadas no catálogo.

VI.3 Análise Cristalográfica

A análise cristalográfica foi realizada por meio da técnica de difração de raios-X, conhecida como DRX. Seu objetivo foi verificar a cristalografia das partículas presentes nas amostras para garantir confiabilidade no estudo reológico.

Assim como a análise química, o teste também foi realizado no Centro de Tecnologia Mineral – CETEM-RJ e somente as amostras C-Fino e C-Nano foram analisadas devido a sua origem ter sido proveniente de uma empresa parceira.

VI.4 Análise Morfológica

A análise morfológica das partículas também foi realizada no Centro de Tecnologia Mineral – CETEM-RJ e teve por objetivo verificar o real formato das partículas estudadas e compará-lo com as informações do fabricante e da literatura. Nesta análise, foram verificadas todas as cinco amostras de PCC recebidas.

As amostras foram analisadas usando o *Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) - FEI Quanta 400*. Como o carbonato de cálcio não é naturalmente condutor, fez-se necessário uma prévia metalização das amostras para obter imagens de melhor resolução. O processo de metalização com ouro foi feito através de uma fita de carbono dupla face, onde uma face fica colada em um suporte e a outra face contém a amostra. Os suportes com amostra são colocados em um equipamento a vácuo, no caso o *Sputter Coater BAL-TEC SCD 005*, que deposita o metal condutor sobre as amostras, realizando a metalização. Uma vez concluído o processo de metalização, as amostras estão prontas para serem analisadas no MEV.

As imagens por microscopia eletrônica de varredura realizadas neste trabalho se basearam em imagens obtidas a partir de elétrons secundários, uma vez que o interesse maior de análise das amostras é com relação à morfologia das estruturas.

VI.5 Distribuição de Tamanho das Partículas

A distribuição de tamanho das partículas foi realizada utilizando o equipamento *Mastersizer 2000*, da *Malvern Instruments*, no Laboratório de Engenharia de Polimerização (EngePol – COPPE UFRJ). O objetivo desta análise foi verificar o real diâmetro médio (D₅₀) das partículas presentes nas amostras e compará-lo com as informações da fabricante. O Mastersizer utiliza a técnica de difração laser para medir o tamanho das partículas e, além de um sonicador acoplado para favorecer o processo de dispersão na suspensão, ele também possui um turbidímetro que indica a faixa adequada de transparência para a realização dos testes, tornando desnecessária a definição de uma concentração específica nas análises.

Com o intuito de avaliar a dispersão das partículas na suspensão, procedeuse com a varredura em diferentes tempos (30, 60 e 120 segundos), visando analisar a variação do D_{50} das amostras. Após os primeiros testes, verificou-se, entre os resultados iniciais, a melhor condição para o prosseguimento das análises.

VI.6 Potencial Zeta

Visando avaliar a influência do pH no grau de dispersão do sistema estudado, foram preparadas quatro suspensões de cada amostra em água destilada, variando o pH de 8 a 11.

No experimento em questão, foi utilizado o *Zetasizer Nano Series ZS*, da *Malvern Instruments*, localizado no Laboratório de Engenharia de Polimerização (EngePol – COPPE UFRJ). Esse equipamento estima o potencial zeta do coloide utilizando a equação de Henry e a mobilidade eletroforética (μ_E), a qual é obtida através da combinação das técnicas de eletroforese e velocimetria a laser, baseada no efeito de Doppler. Essa combinação, muitas vezes chamada de "Laser Doppler Electroforese", mede a velocidade de escoamento das partículas em um líquido, quando na presença de um campo elétrico (Malvern Instruments, 2004).

A concentração dos coloides foi fixada em 0,01 M, de forma a trabalhar com uma suspensão diluída. A faixa de pH determinada deve-se, inicialmente, ao fato do carbonato de cálcio ser solúvel em ácido. Além disso, pesquisando sobre o assunto, foi possível correlacionar as condições experimentais com práticas de campo para determinar uma faixa operacional.

Embora a salinidade e a concentração também afetem o potencial zeta, tais testes não foram realizados devido às limitações técnicas do equipamento, que não apresenta resultados satisfatórios para sistemas de altas concentrações, além de ser muito sensível a salinidade do meio.

Procedimento Experimental

De forma a obter suspensões 0,01 M de CaCO₃, foram pesados e adicionados 100,09 mg de amostra em um balão de 100 ml, o qual foi completado com água destilada.

O pH dos coloides foi medido com o pHmetro PG 1800 da marca Gehaka e ajustado com soluções 0,1 M de HCl e NaOH até atingir o pH desejado em cada teste.

As suspensões preparadas foram inseridas e analisadas uma a uma, em uma temperatura fixa de 25°C, no Zetasizer Nano-ZS da Malvern Instruments. De forma a aumentar a confiança do resultado, o teste foi realizado em duplicata, totalizando 32 análises.

Foram utilizadas para este teste as amostras C-Fino, C15, C30 e C50. A amostra C-Nano não foi analisada pois suas partículas são revestidas e não dispersam em água.

VI.7 Testes Reológicos

O desempenho reológico do sistema foi testado no Laboratório de Engenharia Química da UFRJ (LADEQ) a fim de analisar o impacto do tamanho de partícula e da variação da concentração de sólidos em um fluido de perfuração. Além disso, foram realizados dois testes para avaliar o desvio de comportamento do sistema de fluido em relação à presença de amido.

Inicialmente, com o auxílio do *Hamilton Beach Commercial Drink Mixer*, foram preparados dois tipos de fluidos chamados fluido base e fluido completo, cujas composições diferem apenas quanto à introdução de amido. Uma vez que os fluidos ficaram prontos, estes foram ajustados ao pH 11 com o auxilio do *pHmetro DM-22*, da *Digimed*. O pH de trabalho foi escolhido a partir do resultado dos testes de potencial zeta, que indicaram maior grau de dispersão da suspensão nesse valor.

As analises do comportamento e obtenção dos parâmetros viscoelásticos das amostras nas condições de ensaio foram realizados no *reômetro AR G2*, da *TA Instruments*.

Ao total foram realizados dez ensaios, dois com carbonato de cálcio natural (GCC) acrescido ao fluído base e ao fluido completo (com amido) ambos com concentração 15lbm/bbl⁶ e oito com as amostras de PCC adicionadas ao fluido base em duas concentrações: 8lbm/bbl⁶ e 15lbm/bbl⁷.

 $^{^{6}}$ 8lbm/bbl = 0,0229g/ml

Procedimento Experimental

Preparo dos Fluidos Base e Completo

As concentrações utilizadas em campo para a formulação dos fluidos, assim como a metodologia de preparo foram fornecidos por uma grande empresa do setor de petróleo cujo nome, a pedido da própria, não será divulgado a fim de preservar as informações. Nesse trabalho foram preparados dois fluidos de perfuração chamados de fluido completo e fluido base ou simples. As composições e concentrações dos componentes utilizados nos fluidos são apresentados na Tabela 4. Como 1 lbm/bbl equivale a 1 g em 350 ml ou 2,86E-03g/ml, trabalhou-se num universo de 350 ml solução.

Para o preparo do fluido base foram pesados em uma balança de alta precisão 20 g de NaCl, 14 g de KCl II e 0,5 g de goma xantana. Os sais (NaCl e KCl) e 350 ml de água foram misturados no *Hamilton Beach* e a goma xantana, viscosificante, foi adicionada aos poucos. A agitação foi mantida por 10 min e então, com o auxilio do pHmetro DM-22 da Digimed, o fluido foi ajustado com solução de 1% m/v de NaOH até atingir pH 11.

O procedimento de preparo do fluido completo é bastante similar ao do fluido base. Novamente foram pesados 20 g de NaCl, 14 g de KCl II e 0,5 g de goma xantana e analogamente ao caso anterior, os sais foram misturados à 350 ml de água destilada e a goma xantana foi adicionada aos poucos durante agitação no *Hamilton Beach*. Após 10 minutos adicionou-se 5 g de amido e então o sistema foi deixado sob agitação por mais 20 minutos. Após o termino do procedimento, assim como foi feito com o fluido base, o pH do fluido foi ajustado com solução de 1% m/v de NaOH até atingir pH 11.

Tabela 4 - Composição dos Fluidos Base e Completo.

Produto	Função	Concentração (lbm/bbl)	
Fluido Base			
NaCl	Base do fluido	20,0	
KCl	Inibidor de argila	14,0	
Goma Xantana	Viscosificante	0,5	
Fluido Completo			
NaCl	Base do fluido	20,0	
KCl	Inibidor de argila	14,0	
Goma Xantana	Viscosificante	0,5	
Amido	Regulador de filtrado	5,0	

 $^{^{7}}$ 15lbm/bbl = 0.0429g/ml

7

Adição de PCC e GCC nos fluidos

Com os fluidos preparados, adicionou-se as quantidades estipuladas de CaCO₃ (PCC e GCC) segundo a Tabela 5, para realização dos ensaios.

As amostras de CaCO₃ foram pesadas de forma a manter a concentração indicada em cada teste e adicionadas ao fluido de trabalho. Para garantir uma amostra homogênea, o sistema foi submetido a 3 minutos de agitação no *agitador mecânico eletrônico mini Q235* da *Quimis* e imediatamente depois seguiu para análise no Reômetro AR G2 da TA Instruments.

Para cada ensaio foi preparada uma suspensão de 20 ml de fluido+CaCO₃. Como 1 lbm/bbl equivale a 1 g em 350 ml, foram adicionados ao fluido 0,46 g ou 0,86 g de sólido quando a concentração indicada no teste era de 8 lbm/bbl ou 15 lbm/bbl, respectivamente.

Tabela 5 – Composição das suspensões de teste

Teste	Amostra CaCO ₃	Concentração de amostra (lbm/bbl)	Fluido
Teste 1	C50	8	Base
Teste 2	C50	15	Base
Teste 3	C30	8	Base
Teste 4	C30	15	Base
Teste 5	C15	8	Base
Teste 6	C15	15	Base
Teste 7	C-Fino	8	Base
Teste 8	C-Fino	15	Base
Teste 9	GCC	15	Base
Teste 10	GCC	15	Completo

Nota: 11bm/bbl é igual a 2,86E-03g/ml.

Condições de Análise no Reômetro

Segundo recomendações da empresa do setor de petróleo que nos auxiliou em parceria com a Indústria que forneceu as amostras, todas as análises ocorreram em temperatura ambiente, geometria cone-placa e tensões de cisalhamento de: 1022, 511, 341, 170, 10 e 5 s⁻¹.

Este teste foi realizado com carbonato de cálcio natural (GCC) e precipitado (PCC). A amostra de GCC utilizada tem tamanho de partícula variando entre 2-44 µm.

Em relação ao PCC, trabalhou-se apenas com as amostras UF, C15, C30 e C50. Assim como no teste de potencial zeta o C-Nano não foi analisado por possui suas partículas revestidas e não dispersarem em água.

As fotografias dos equipamentos e das amostras tiradas durante o procedimento experimental se encontram na Figura 14 e Figura 15.



Figura 14 - Preparação do fluido de perfuração

Nota: À esquerda, componentes do fluido de perfuração base; no meio, agitação no misturador Hamilton Beach Commercial Drink Mixer; à direita, fluido base pronto.



Figura 15 - Procedimento de análise no reômetro.

Nota: À esquerda, agitador mecânico Quimis; no meio, suspensão fluido base + CaCO₃ após 3 minutos de agitação; à direita, reômetro AR G2, TA Instruments.

CAPÍTULO VII - DISCUSSÃO DE RESULTADOS

VII.1 Análise Química

Os resultados dos testes de análise química das amostras C-Nano e C-Fino, por espectrometria de absorção atômica (AAS), estão expostos na Tabela 6.

Tabela 6 - Resultados analíticos da análise química por AAS.

Elemento Químico	C-Nano	C-Fino
Ca	37.70%	37.80%
Mg	0.28%	0.13%
Fe	269 mg/kg	232 mg/kg

Os resultados da Tabela 6 indicam grande presença de cálcio e baixíssimas quantidades de magnésio e ferro, como era esperado. Por esta razão, não foi necessário solicitar outros testes ao CETEM e os dados das demais amostras foram, então, retirados dos catálogos com as especificações técnicas das amostras.

Através das especificações fornecidas, entende-se que o cálcio presente na amostra está na forma de carbonato de cálcio (CaCO₃) e o magnésio na forma de carbonato de magnésio (MgCO₃); não de dolomita (CaMg(CO₃)₂), um mineral comumente associado ao carbonato de cálcio. Tal afirmação provou-se não inteiramente verdadeira para a amostra C-Nano, uma vez que, durante a análise cristalográfica (Figura 17, p. 40), foi detectada a presença de dolomita. Contudo, a incidência de dolomita foi tão pequena que esta foi desconsiderada e, a partir da massa molar do Ca (40,01 g/mol), Mg (24,31 g/mol), CaCO₃ (100,09 g/mol) e MgCO₃ (82,32 g/mol), estimou-se as porcentagens de CaCO₃ e MgCO₃ nas amostras. É importante observar que 1 mg/kg é equivalente a 1 ppm, ou seja, 10⁻⁴%.

Ainda segundo o catálogo, a composição química das amostras Carbo 15, 30 e 50 é distribuída da seguinte forma: no mínimo, 98% de carbonato de cálcio como CaCO₃ e, no máximo, 1% de carbonato de magnésio como MgCO₃. A concentração máxima de ferro na análise é de 200 ppm.

A Tabela 7 foi formulada a fim de facilitar o entendimento e comparação dos resultados. A partir dela, pode-se observar que a pureza das amostras CNP e CF é menor quando comparada às amostras Carbo 15, 30 e 50. De certa forma, o resultado era esperado, já que o estudo foi feito com partículas de tamanhos muito pequenos e que, por isso, absorvem muita umidade. A absorção da água presente no ar, durante o transporte e manipulação das amostras, pode ter aumentado a porcentagem de impurezas presentes no sistema.

Tabela 7 - Comparação entre as composições químicas das amostras.

Composto Químico	Carbo Nano	Carbo Fino	Carbo 15, 30 e 50
CaCO ₃	94,15%	94,40%	98,00%
MgCO ₃	0,97%	0,45%	1,00%
Fe	0,027%	0,023%	0,020%

VII.2 Análise Cristalográfica

Os resultados da difração de raios-X (DRX) das amostras C-Fino e C-Nano estão apresentados na Figura 16 e Figura 17, respectivamente.

Analisando os resultados das análises, vê-se que para a amostra C-Fino (Figura 16) a calcita, CaCO₃, é a única fase presente. Já para a amostra C-Nano (Figura 17) nota-se a incidência de dolomita, CaMg(CO₃)₂. No entanto, analisando os picos da Figura 17, percebe-se que a calcita é a fase amplamente dominante.

A calcita possui uma estrutura trigonal de classe hexagonal escalenoédrica, como mostrado na Figura 18, enquanto que a dolomita possui uma estrutura trigonal de classe romboédrica (Figura 19). Além disso, sabe-se também que a calcita pode se cristalizar de diferentes formas, como será explicado a seguir, no teste do MEV.

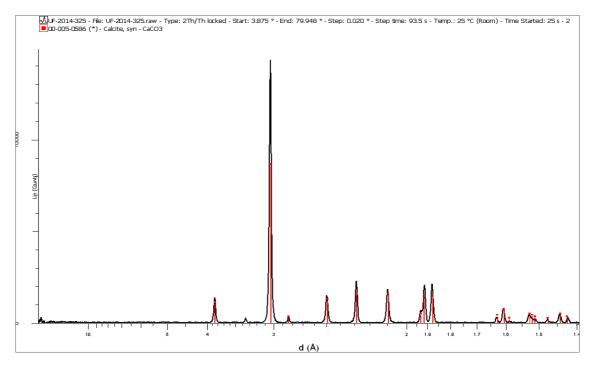


Figura 16 - Difratograma obtido experimentalmente para a amostra Carbo Fino.

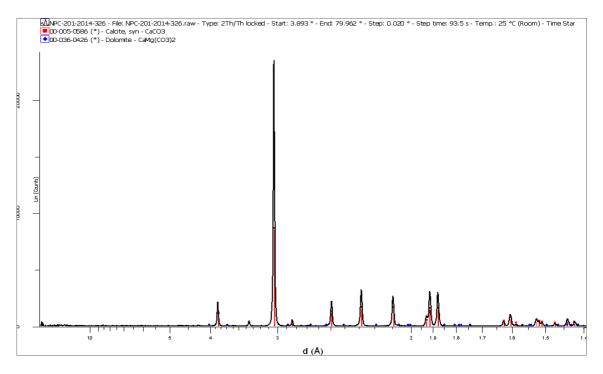


Figura 17 - Difratograma obtido experimentalmente para a amostra Carbo Nano.

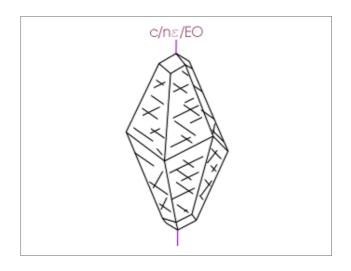


Figura 18 - Estrutura da calcita.

Fonte: MACHADO, 2014.

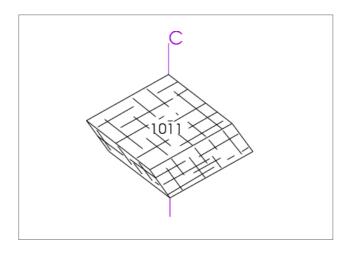


Figura 19 - Estrutura da dolomita.

Fonte: MACHADO, 2014.

VII.3 Análise Morfológica

A partir das imagens obtidas no MEV para cada amostra (Figura 20 à Figura 24), pode-se verificar a morfologia das partículas conforme explicado no capítulo de revisão bibliográfica. Ao analisar as imagens, pode-se dizer que, em grande parte delas, verifica-se uma morfologia de cristais aciculares. Sabe-se que o CaCO₃ cristaliza-se no sistema trigonal ou ortorrômbico conforme diferenças de temperatura e pressão no

ambiente de formação (Liccardo, 2014). Portanto, a forma acicular encontrada e deve-se ao processo de fabricação realizado pela indústria produtora.

A limitação técnica do aparelho utilizado nesta análise é de 0,01 μm e, por esta razão, esperava-se dificuldade na análise das partículas com granulometrias muito baixas, como as amostras C-Fino e C-Nano, conforme mostrado na Figura 23 e Figura 24 respectivamente.

Analisando as partículas das amostras C-Fino e C-Nano, pode-se perceber que elas estavam muito aglomeradas. Sabe-se que partículas muito pequenas possuem uma alta área superficial e, portanto, possuem uma maior tendência a aglomeração. Além disso, nota-se a presença de possíveis partículas maciças (com tamanhos de até 9,6 µm) o que, a princípio, poderia representar estas aglomerações. Por estas razões, o uso de dispersante, conforme indicado pela engenheira da indústria química que forneceu as amostras, poderia melhorar o processo de dispersão e garantir uma distribuição mais confiável de partículas. No entanto, não foi utilizado dispersante em nenhuma amostra, pois além de apresentar um custo extra, este não é utilizado como aditivo nos fluidos de perfuração da atualidade.

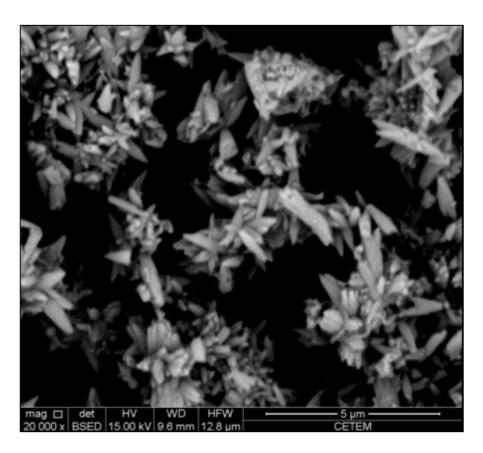


Figura 20 - Imagem do MEV para o Carbo 50.

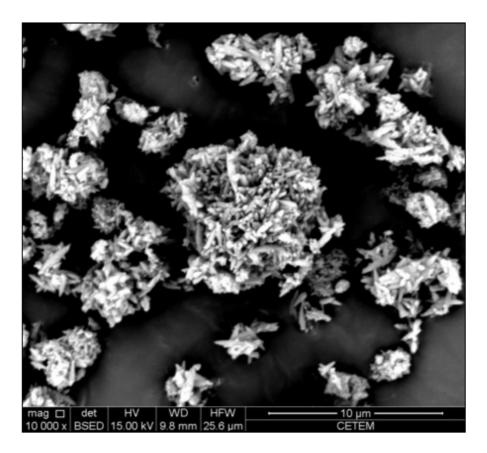


Figura 21 - Imagem do MEV para o Carbo 30.

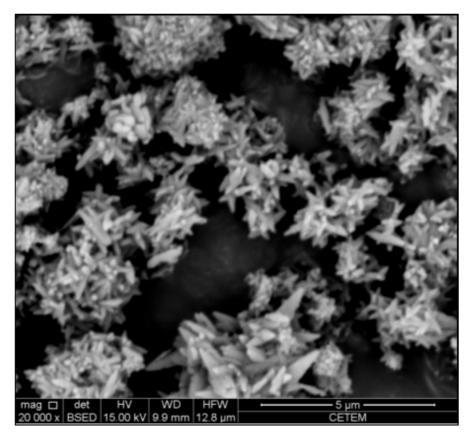


Figura 22 - Imagem do MEV para o Carbo 15.

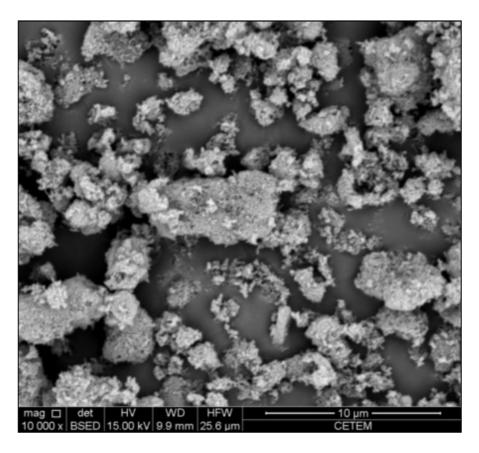


Figura 23 - Imagem do MEV para o Carbo Fino.

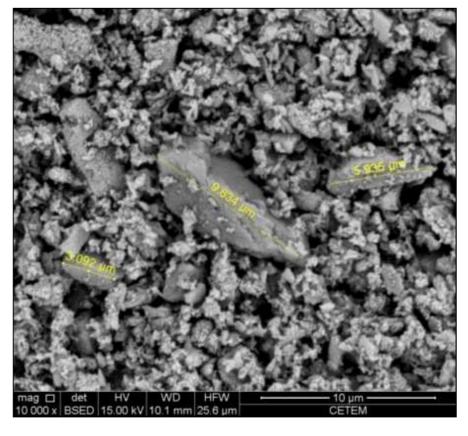


Figura 24 - Imagem do MEV para o Carbo Nano.

VII.4 Distribuição de Tamanho das Partículas

A partir das curvas de distribuição granulométrica foram obtidos os parâmetros D_{10} , D_{50} e D_{90} . Ambos os parâmetros são estatísticos, porém apresentam um significado físico.

O parâmetro D_{10} indica que 10% das partículas são menores do que os valores obtidos no experimento. Enquanto o D_{50} e D_{90} indicam, respectivamente, que o tamanho de 50% e 90% das partículas está abaixo dos valores encontrados.

Os parâmetros D_{10} e D_{90} estão relacionados aos diâmetros de corte da curva de distribuição acumulada em 10% e 90%, respectivamente, enquanto que, o parâmetro D_{50} está relacionado à mediana da distribuição e corresponde ao diâmetro médio de partícula (D_m) .

Abaixo segue a Tabela 8 e Tabela 9, referentes aos dados fornecidos pela Indústria que forneceu as amostras e os resultados obtidos no experimento.

Tabela 8 – Dados fornecidos pela Indústria.

AMOSTRA	D ₅₀ (μm)
Carbo 15	1,600
Carbo 30	3,000
Carbo 50	5,500
Carbo Fino	0,700
Carbo Nano	0,080

Tabela 9 – Resultados da distribuição granulométrica no Mastersizer 2000.

	ANÁLISE 1			ANÁLISE 2		
AMOSTRA	\mathbf{D}_{10}	\mathbf{D}_{50}	\mathbf{D}_{90}	\mathbf{D}_{10}	\mathbf{D}_{50}	\mathbf{D}_{90}
	(µm)	(μm)	(µm)	(µm)	(µm)	(µm)
Carbo 15	1,227	2,696	6,140	1,244	2,718	6,343
Carbo 30	1,240	5,108	12,244	1,256	5,248	13,222
Carbo 50	1,539	8,626	16,582	1,575	8,798	17,070
Carbo Fino	1,633	4,315	9,942	1,650	4,416	12,905
Carbo Nano	1,574	8,936	45,950	1,606	9,547	51,893

Devido ao método utilizado pelo aparelho Masterziser 2000, a leitura, interpretação e comparação dos resultados devem ser feitas em relação à ordem de grandeza. Assim, confrontando os resultados com os dados fornecidos, nota-se que os valores obtidos para as amostras Carbo 15, 30 e 50 não apresentam um grande desvio em relação ao valor de referência fornecido, dessa forma, estão dentro da faixa esperada.

Já os resultados das amostras C-Fino e C-Nano estão completamente fora do esperado. Após as análises química e morfológica, essa discrepância entre os resultados experimentais e os valores do catálogo já eram esperados. Devido às baixas granulometrias dessas amostras, sabe-se que as partículas absorvem muita umidade, havendo maior tendência à aglomeração, o que pode ter gerado erro experimental na leitura do instrumento. Portanto, não foi possível concluir se o tamanho de partícula das amostras C-Fino e C-Nano possuíam os valores mencionados no catálogo.

VII.5 Potencial Zeta

O experimento para obtenção do potencial zeta foi realizado a fim de encontrar o pH no qual as amostram apresentam maior grau de dispersão. Para isso, o valor de ζ (potencial zeta) é analisado e, quanto maior o valor absoluto obtido, maior a força de repulsão exercida pela DCE e maior a estabilidade do colóide.

Os resultados dos testes, realizados no Zetasizer Nano – ZS da Malvern são apresentados no Apêndice A1 (p. 65). Os valores referentes à primeira análise das amostras C15 (pH 9 e 11) e C50 (pH 9) não aparecem na tabela pois o equipamento indicou não ter realizado uma análise satisfatória. As demais amostras apresentaram análises de qualidade e uma vez que foram obtidos valores próximos nas duas análises, utilizou-se uma média dos resultados para plotar os gráficos da Figura 25 (p. 48).

Analisando os resultados obtidos a partir do experimento, primeiramente nota-se que os potenciais zeta são visivelmente pequenos, variando numa faixa entre + 5 e –12mV. Ao relacionar os resultados expressos graficamente na Figura 25 (p. 48) com a Figura 8 (p. 22), os valores de potencial encontrados estão dentro da zona de instabilidade.

Embora a Figura 8 seja genérica e não represente o comportamento do carbonato de cálcio em estudo, sabe-se que valores de potencial próximos ao ponto isoelétrico ($\zeta=0$), em uma faixa entre $\pm 30 \text{mV}$, favorecem a coagulação e desestabilizam o colóide. Portanto, a suspensão de PCC em água destilada não é estável. Apesar disso, dentro da faixa de pH analisada, as suspensões apresentaram maior grau de dispersão no pH 11.

Outro ponto a se destacar é que o potencial zeta das amostras se comportam de forma semelhante em relação à variação de pH. Isso acontece, pois, além da temperatura e a concentração serem fixas em todos os testes, as amostras de PCC utilizadas possuem a mesma morfologia e elevado grau de pureza, diferindo somente quanto ao tamanho de partícula.

Em todos os casos analisados o ponto isoelétrico está entre os pH's 9 e 10 e o valor do potencial decresce à medida que aumentamos o pH. Esse comportamento nos leva a questionar se o valor absoluto do potencial zeta da suspensão seria maior em um meio mais básico. No entanto, se por um lado pH's elevados favorecem a força de repulsão entre as partículas, por outro pode favorecer a coagulação por pontes de hidrogênio.

Embora as curvas experimentais apresentem comportamento similar para todas as amostras, o ponto relativo ao pH 8,0 da amostra C50 foge ligeiramente ao esperado. No entanto, não houve preocupação quanto a isso, uma vez que esse ponto se encontra distante do nosso pH de maior dispersão (pH 11,0). Além disso, os valores de potencial zeta obtidos são tão pequenos que se considerarmos a barra de erro do gráfico é como se estivéssemos trabalhando apenas com erros experimentais.

Tabela 10 – Desvio padrão e erro padrão dos resultados.

	C-Fino	C15	C30	C50
Desvio Padrão	6.522	6.797	8.763	5.565
Erro Padrão	3.261	3.399	4.381	2.782

Nota: O erro padrão é igual ao desvio padrão dividido pela raiz quadrada do espaço amostral.

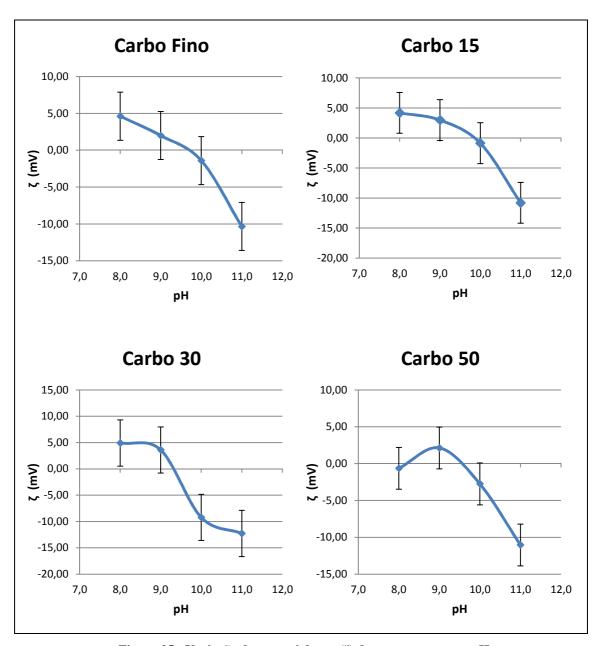


Figura 25 - Variação do potencial zeta (ζ) das amostras com o pH.

VII.6 Testes Reológicos

Conforme explicado no planejamento experimental, as amostras foram preparadas visando avaliar o impacto do tamanho de partícula do PCC e a concentração de sólido na reologia do sistema. Além disso, foram realizados testes para estimar o desvio entre o comportamento dos fluidos, comparando os fluidos base e completo, que diferem quanto a presença de amido em suas composições.

Durante o preparo dos fluidos, foi possível notar que o fluido que teve adição de amido aparentou ser ligeiramente mais viscoso se comparado ao fluido base. Ainda em relação a viscosidade do sistema, a baixa concentração de goma xantana utilizada (0,5g para 350ml) conferiu ao fluido um aspecto pouco viscoso. Embora a concentração de viscosificante utilizado em campo seja muito superior a concentração utilizada no experimento, optou-se por trabalhar com um sistema de baixa viscosidade para garantir que os efeitos das partículas analisadas não passassem despercebidos.

Os resultados dos testes no reômetro e os gráficos plotados a partir desses valores se encontram no Apêndice A1 (p.65-95). Para cada teste foi elaborado um gráfico com a curva de fluxo (taxa de cisalhamento x tensão de cisalhamento) e um gráfico indicando a relação da viscosidade com o tempo em minutos.

A fim de determinar qual modelo reológico é mais adequado para descrever o nosso fluido, os gráficos com os resultados experimentais foram comparados a Figura 10 e a Figura 11 (p. 25) e foram testados os dois modelos que mais se aproximam das figuras obtidas: Modelo de Bingham e Modelo Power Law (Pseudoplástico).

Como pode ser visto no capítulo de revisão bibliográfica da reologia, o modelo de Bingham relaciona a tensão e a taxa de cisalhamento numa equação linear enquanto o modelo de Power Law relaciona os dois em uma equação de potência. Assim, foram usadas as linhas de tendência linear e de potência para calcular as equações da curva obtida, bem como seu coeficiente de determinação (R²).

O coeficiente de determinação é uma medida de ajustamento estatístico que indica o quanto o modelo escolhido para tendência consegue explicar os valores experimentais. O \mathbb{R}^2 varia de 0 a 1 e quanto mais próximo de 1, mais adequado é o modelo.

Modelo reológico do fluido experimental

Nos gráficos de tensão de cisalhamento por taxa de cisalhamento (Apêndice A2), nota-se que os coeficientes de determinação calculados para as curvas se alinham tanto ao modelo linear quanto ao modelo de potência. No entanto, ao analisar o gráfico de viscosidade por taxa de cisalhamento, em escala log-log, verifica-se que o modelo de potência se ajusta muito melhor do que o modelo linear. Além disso, a grandeza referente ao comportamento do fluido, a qual a taxa de cisalhamento é elevada, é menor que um (n<1) para todas as amostras, indicando que o modelo pseudoplástico é o mais adequado para descrever o comportamento do fluido estudado.

Análise do impacto do tamanho de partícula e concentração de sólido no fluido base

A fim de avaliar o impacto do tamanho de partícula, foram comparados os comportamentos das amostras em uma mesma concentração. Analisando as Figura 26 à Figura 29, percebemos que o tamanho de partícula afeta, mesmo que de forma sutil, a reologia do sistema. Tanto no sistema de concentração 15lbm/bbl como no de 8lbm/bbl, quanto menor o tamanho de partícula, maior a tensão de cisalhamento. Além disso, nota-se que o afastamento entre as curvas se torna mais perceptível a medida que a taxa de cisalhamento aumenta. Já a viscosidade do sistema, apesar de variar muito pouco, mostra que o sistema com menor tamanho de partícula é levemente mais viscoso.

Quando fixamos o tamanho de partícula e variamos apenas a concentração das amostras (Figura 30 à Figura 37), percebemos que o sistema a 15lbm/bbl apresenta valores de tensão de cisalhamento maiores se comparado ao sistema a 8lbm/bbl. Como no caso anterior, o afastamento das curvas se torna mais expressivo a medida que a taxa de cisalhamento cresce. Em relação a viscosidade não foi possível perceber nenhuma variação significativa.

Apesar de indicar alterações no comportamento reológico do sistema, os resultados apresentaram desvios de comportamento muito pequenos, com variação dentro da barra de erro da curva experimental. Uma explicação viável seria o sistema estar muito diluído. Lembrando que 1lbm/bbl é equivalente a 2,86g/L, acredita-se que a concentração de sólidos sugerida não tenha sido suficiente para causar alterações significativas na reologia. Tal fato explicaria, por exemplo, porque não houve alteração na viscosidade mesmo quando a concentração do sistema praticamente dobrou.

Análise do desvio do fluido completo em relação ao fluido base

O impacto da introdução de amido na reologia do fluido foi analisado nas Figura 38 eFigura 39. A partir dos gráficos percebe-se que fluido completo apresentou valores de tensão de cisalhamento maiores em relação ao fluido sem amido em sua composição. Assim como foi observado durante o preparo do fluido, a viscosidade do sistema também aumenta. Novamente, como nos casos de variação da concentração e tamanho dos sólidos, o desvio entre os fluidos parece aumentar à medida que a taxa de cisalhamento cresce.

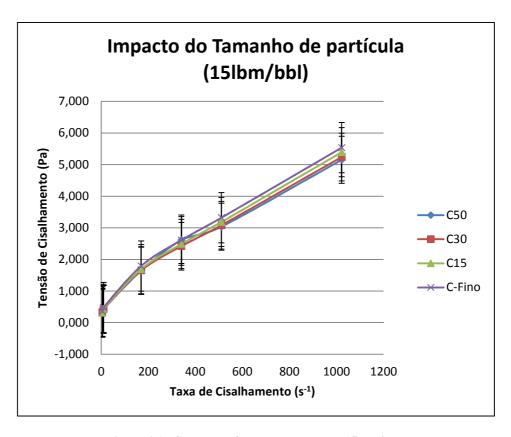


Figura 26 - Curvas de fluxo das amostras 15lbm/bbl.

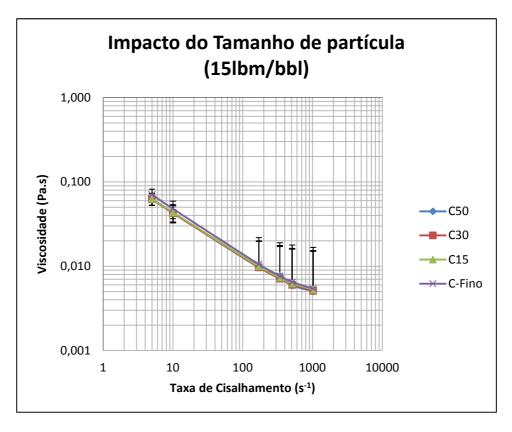


Figura 27 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) das amostras 15lbm/bbl.

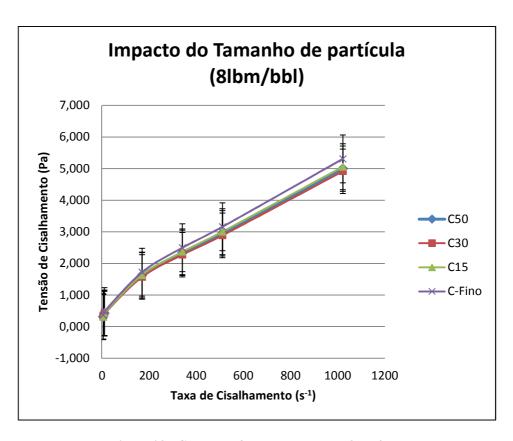


Figura 28 - Curvas de fluxo das amostras 8lbm/bbl.

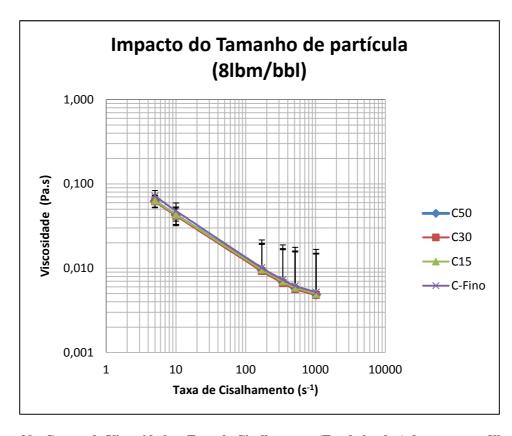


Figura 29 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) das amostras 8lbm/bbl.

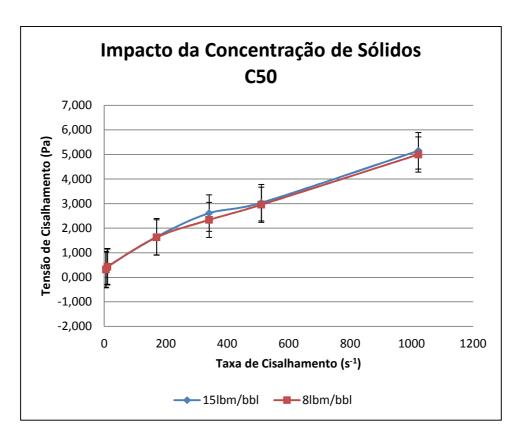


Figura 30 - Curvas de fluxo da amostra Carbo 50.

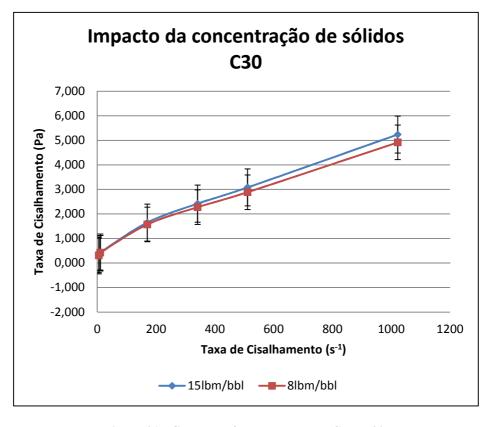


Figura 31 - Curvas de fluxo da amostra Carbo 30.

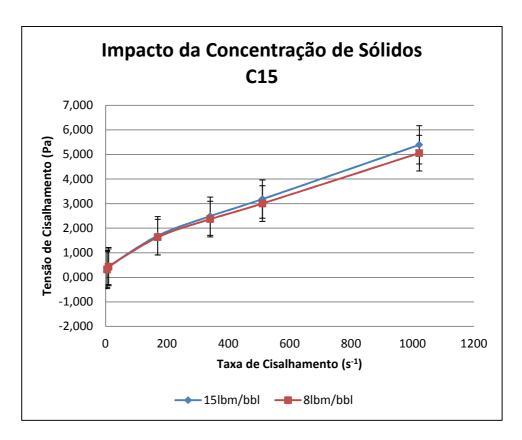


Figura 32 - Curvas de fluxo da amostra Carbo 15.

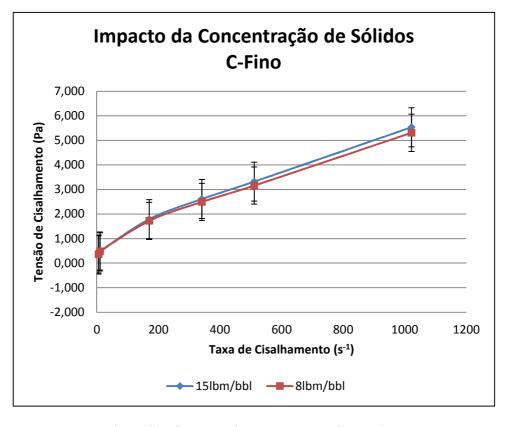


Figura 33 - Curvas de fluxo da amostra Carbo Fino.

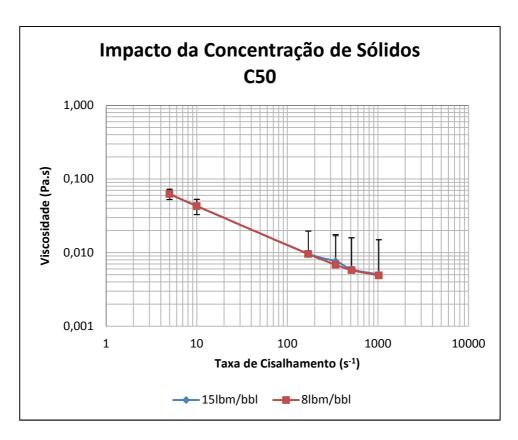


Figura 34 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) da amostra Carbo 50.

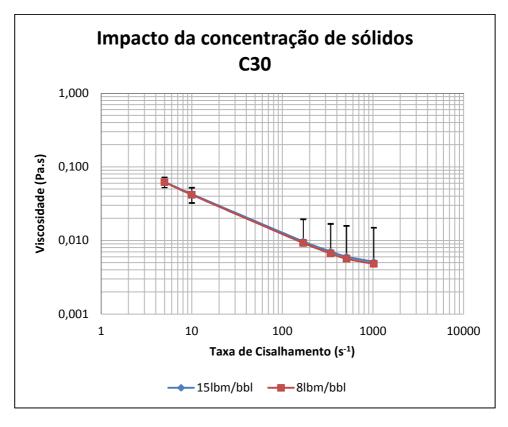


Figura 35 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) da amostra Carbo 30.

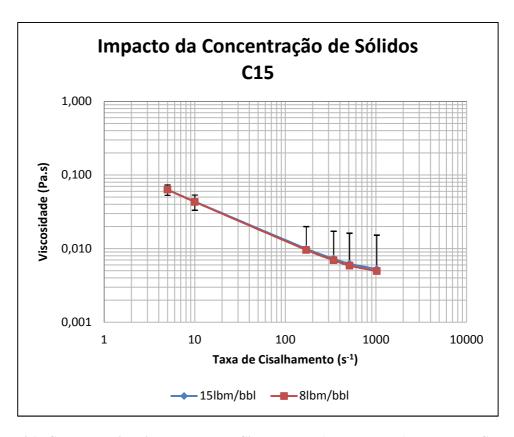


Figura 36 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) da amostra Carbo 15.

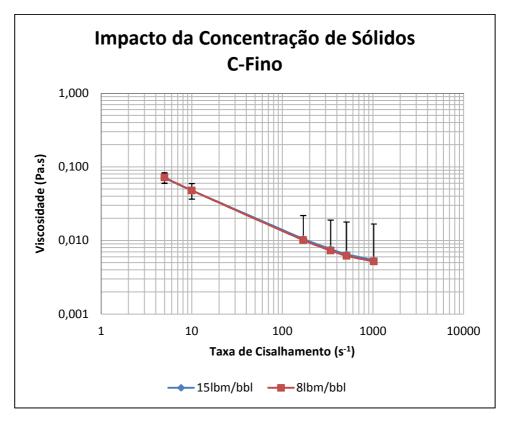


Figura 37 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) da amostra Carbo Fino.

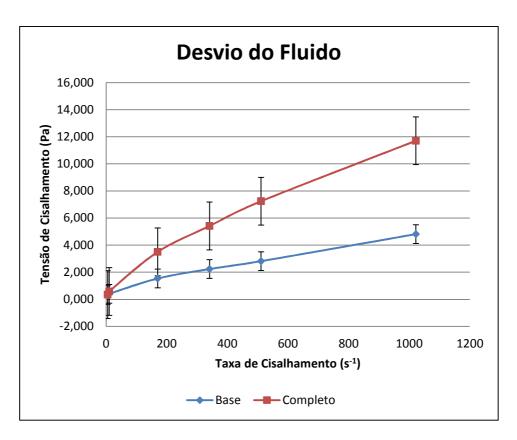


Figura 38 - Curvas de fluxo dos fluidos Base e Completo.

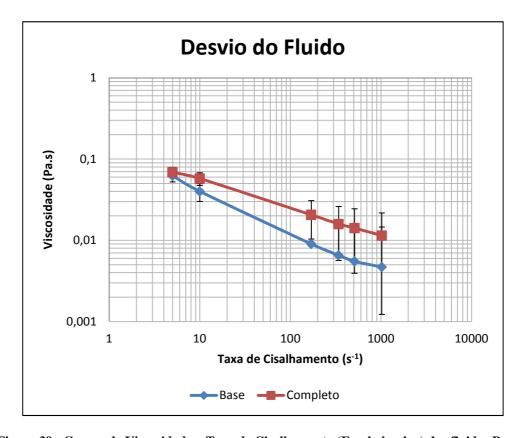


Figura 39 - Curvas de Viscosidade x Taxa de Cisalhamento (Escala log-log) dos fluidos Base e Completo.

CAPÍTULO VIII – CONSIDERAÇÕES FINAIS

Apesar deste projeto não avaliar a performance do fluido durante uma operação de perfuração real, discuti-se a aplicação de micropartículas nos fluidos de perfuração. A partir de estudos sobre as características e comportamento das partículas foi possível aprender aspectos importantes e explorar melhores condições para futuros trabalhos sobre o tema, visando melhorar o processo de perfuração conforme mencionado na revisão bibliográfica.

A partir da análise química das amostras foi constatado o elevado grau de pureza do PCC. Esse aspecto, em especial, torna o carbonato sintético atrativo para a perfuração de reservatórios. As análises cristalográfica e morfológica das partículas foram realizadas de forma a garantir um padrão para comparação dos resultados, garantindo a qualidade da discussão. Todas as amostras apresentaram calcita como fase dominante e formato de partícula acicular.

A dificuldade em trabalhar partículas muito pequenas foi constatada na análise de distribuição de tamanho de partículas. As amostras que, segundo o fornecedor, possuíam menor tamanho de partícula apresentaram valores não condizentes com o informado. Acredita-se que essa discrepância nos resultados se deve a elevada capacidade de absorção de umidade pelas partículas, que agregam e podem até solidificar. Esses conglomerados de partícula puderam ser observados nas imagens obtidas na análise morfológica.

O potencial zeta, foi utilizado para medir o grau de dispersão da amostra e definir as condições de trabalho para o ensaio reológico. Neste teste foi constatado que o PCC não dispersa bem em água destilada, ou seja, a suspensão não é estável. Assim, os fluidos utilizados no teste reológico foram ajustados para o pH 11, que apresentou maior grau de dispersão dentre os analisados no teste de estabilidade e para garantir um meio bem disperso ficou estabelecido que o sistema deveria ser submetido a agitação mecânica imediatamente antes da análise no reômetro.

Os ensaios reológicos comprovaram que, assim como foi sugerido no título do trabalho, o tamanho de partícula, bem como a concentração, impacta a reologia do fluido de perfuração. A título de curiosidade foi avaliado que o amido também influencia a reologia, aumentando a tensão de cisalhamento e viscosidade.

De acordo com os resultados o modelo que melhor descreve o comportamento do fluido preparado e utilizado nos testes é o modelo de potência chamado Power Law ou pseudoplástico. A tensão de cisalhamento e a viscosidade do sistema aumentaram com a diminuição do tamanho de partícula. Em relação ao impacto da concentração de sólidos no sistema, observou-se que o aumento da concentração ocasionou um leve aumento na tensão de cisalhamento, embora nenhuma alteração na viscosidade tenha sido percebida. Acredita-se que as concentrações escolhidas para esse estudo não tenham sido suficientes para evidenciar o impacto do tamanho e concentração de sólidos no fluido de perfuração.

Para futuras análises, indica-se estudar o desempenho do sistema fluido em diferentes temperaturas, uma vez que esta influencia a viscosidade. Além disso, seria interessante refazer os ensaios reológicos com sistemas mais concentrados, testando a concentração máxima utilizada durante as práticas de campo, a fim de analisar o real impacto do tamanho de partícula na reologia do sistema. Outra sugestão seria trabalhar com partículas nano, uma vez que neste trabalho não foi possível realizar os ensaios de estabilidade e reologia com a amostra C-Nano.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMORIM, L. V. Melhoria, Proteção e Recuperação da Reologia de Fluidos Hidroargilosos para Uso na Perfuração de Poços de Petróleo. Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). Campina Grande, PB. 2003.

APALEKE, A. S.; AL-MAJED, A.; HOSSAIN, M. E. Drilling Fluid: State of The Art and Future Trend. **Society of Petroleum Engineers (SPE)**, 2012.

ARANDA, D. GreenTec - Laboratório de Tecnologias Verdes. **Site da GreenTec, UFRJ - Escola de Química**. Disponivel em: http://www.eq.ufrj.br/docentes/donato_web/arquivos/drx.ppt. Acesso em: 28 Junho 2014.

ASTON, M. S. et al. **Drilling Fluids for Wellbore Strengthening**. IADC/SPE Drilling Conference. Dallas: IADC/SPE. 2004.

BOURGOYNE JR, A. T. et al. **Applied Drilling Engineering**. 2. ed. Richardson: Society of Petroleum Engineers, 1991.

BRASEQ. BrasEq: Informação na medida certa. **Blog da BrasEq**, 21 Junho 2011. Disponivel em: http://braseq.blogspot.com.br/2011/06/potencial-zeta-tudo-o-que-voce-queria.html>. Acesso em: 18 Março 2014.

BURKE, C. J.; VEIL, J. A. Synthetic-Based Drilling Fluids Have Many Environmental Pluses. **Oil & Gas Journal**, Washington, D.C., 27 November 1995. 59-64.

CAENN, R.; CHILLINGAR, G. V. Drilling fluids: State of the art. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, USA, 14, 1995. 221-230.

CARDOSO, S. P. AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL E TEÓRICA DE POTENCIAIS INIBIDORES DE CORROSÃO PARA AÇOS EM ÁCIDO CLORÍDRICO. Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). Rio de Janeiro, p. 149, 2005.

CHIBOWSKI, E.; HOTYSZ, L.; SZCZES, A. Time dependent changes in zeta potential of freshly precipitated calcium carbonate. **Colloids and Surfaces, ELSEVIER**, 2003. 41-54.

CHIBOWSKI, E.; HOTYSZ, L.; WÓJCIK, W. Changes in zeta potential and surface free energy of calcium carbonate due to exposure to radiofrequency electric field. **Colloids and Surfaces, ELSEVIER**, 1994. 79-85.

COSGROVE, T. (Ed.). **Colloid Science:** Principles, methods and applications. 2nd. ed. Bristol: John Wiley & Sons Ltd, 2010. School of Chemistry, University of Bristol.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray diffraction**. Addison: Wesley Pub. Co., 1956.

DARLEY, H. C. H.; GRAY, G. R. Composition and Properties od Drilling and Completion Fluids. **Gulf Publishing Company**, 1988. 2.

DUARTE, R. G. **Avaliação da Interação Folhelho-Fluido de Perfuração para Estudos de Estabilidade de Poços**. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC). Rio de Janeiro, p. 123. 2004.

FARIAS, K. V.; AMORIM, L. V.; LIRA, H. L. Desenvolvimento de fluidos aquosos para aplicação em perfuração de poços de petróleo – Parte I. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.4.1**, Campina Grande, PB, 2009. 14-25.

GUIMARÃES, I. B.; ROSSI, L. F. D. S. **ESTUDO DOS CONSTITUINTES DOS FLUIDOS DE PERFURAÇÃO:** PROPOSTA DE UMA FORMULAÇÃO OTIMIZADA E AMBIENTALMENTE CORRETA. 40 PDPETRO. Campinas, SP: ABPG. 2007.

HUNTER, R. J. Applications of Zeta Potential. In: HUNTER, R. J. . Z. P. I. C. S. C. 6. N. Y. **Zeta Potential in Colloid Science**. Sydney: Academic Press, 1981. Cap. 6.

HUSEIN, M. Enhancing Drilling Fluid Performance Using Nanoparticles. University of Calgary. Calgary. 2012.

INSTRUTÉCNICA. Instrutécnica: Instrumentação para pesquisa e indústria. site da Instrutécnica, 2011. Disponivel em: http://www.instrutecnica.com/represen/bic/teoriazeta.html>. Acesso em: 18 Março 2014.

JUNIOR, A. I. D. S.; BIDART, A. M. F.; CASELLA, R. J. Instituto Federal de Edução, Ciência e Tecnologia (IFRJ). **Site do IFRJ**. Disponivel em: http://www.ifrj.edu.br/webfm_send/545>. Acesso em: 28 Junho 2014.

KOOPAL, L. K. Colloid Chemistry in Mineral Processing. [S.l.]: [s.n.], 1992.

LICCARDO, A. Mineralogia de carbonatos e sulfetos e sua aplicação na gemologia. UFOP. Ouro Preto. 2014.

LIMA, R. M. F.; LUZ, J. A. M. D. Mobilidade Eletroforética (Eletroforese). In: CETEM/MCT **Tratamento de Minérios:** Práticas Laboratoriais. Rio de Janeiro: Centro de Tecnologia Mineral, 2007. Cap. 29, p. 507-530. ISBN CT2007-078-00. Parte VIII – Medições em Laboratório.

LUMMUS, J. L.; AZAR, J. J. **Drilling fluids optimization:** A practical field approach. 1. ed. Tulsa: PennWell Pub. Co., 1986.

LUZ, A. B. D.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. (Eds.). **Tratamento de Minérios**. 5. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MTC, 2010.

MACHADO, F. B. MUSEU DE MINERAIS E ROCHAS "HEINZ EBERT". **Site do museu "HEINZ EBERT"**. Disponivel em: http://www.rc.unesp.br/museudpm/banco/carbonatos/calcita.html>. Acesso em: 22 Julho 2014.

MACHADO, F. B. MUSEU DE MINERAIS E ROCHAS "HEINZ EBERT". **Site do museu "HEINZ EBERT"**. Disponivel em: http://www.rc.unesp.br/museudpm/banco/carbonatos/dolomita.html>. Acesso em: 22 Julho 2014.

MACHADO, J. C. V. Reologia e Escoamento de Fluidos – Ênfase na indústria do petróleo. Rio de Janeiro: Interciência, 2002.

MAIRS, H. et al. Efeitos Ambientais dos Cascalhos Associados a Fluidos Não Aquosos: Fundamentos Técnicos. [S.1.]. 2000.

MALISKA, A. M. **Fundamentos da Microscopia Eletrônica de Varredura, apostila**. Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Santa Catarina.

MALISKA, A. M. **MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA**. UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA (UFSC). [S.1.].

MALVERN INSTRUMENTS. **Zetasizer Nano Series User Manual**. Worcestershire: Malvern Instruments Ltd., 2004.

MALVERN INSTRUMENTS. **Mastersizer 2000 User Manual**. Worcestershire: Malvern Instruments Ltd., 2007.

MALVERN INSTRUMENTS. **Zetasizer Nano Series Material Relationships**. Worcestershire: Malvern Instruments Ltd..

MONTE, M. B. D. M.; PERES, A. E. C. QUÍMICA DE SUPERFÍCIE NA FLOTAÇÃO. In: CETEM **Tratramento de Minérios**. 4^a. ed. Rio de Janeiro: [s.n.], 2004. p. 339 - 407. ISBN CT2004-187-00.

MOULIN, P.; ROQUES, H. Zeta potential measurement of calcium carbonate. **Journal of Colloid and Interface Science**, 261, 09 January 2003. 115–126.

MOULIN, P.; ROQUES, H. Zeta potential measurement of calcium carbonate.

MQLLER, F. et al. Dispersing nanoparticles in liquids. **Mineral Processing, ELSEVIER**, Germany, 2004. S31-S41.

MYERS, D. **Surfactant Science and Technology**. 3th. ed. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2006.

NASCIMENTO, R. S. V. **Desenvolvimento de Aditivos para Fluidos de Perfuração a Partir do Glicerol**. Universidade Federal do Rio de janeiro (UFRJ). Rio de Janeiro.

OLIVEIRA, F. V. **Processamento de Carbonato de Cálcio para Aplicação nas Indústrias de Papel e de Plástico**. Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Belo Horizonte, p. 53. 2005.

PORTIER, S.; ANDRÉ, L.; VUATAZ, F.-D. Review on chemical stimulation techniques in oil industry and applications to geothermal systems. CREGE – Centre for Geothermal Research. Neuchâtel, Switzerland. 2007.

REICHELT, R. Scanning Electron Microscopy. In: P. W. HAWKES, J. C. H. S. **Science of Microscopy**. New York: Springer Science+Business Media, LLC, v. 1, 2007. Cap. 3, p. 133–272.

RIVELAND, F. A. Investigation of Nanoparticles for Enhanced Filtration Properties of Drilling Fluid. Norwegian University of Science and Technology. Trondheim, Noruega. 2013.

SCHAFFEL, S. B. A Questão Ambiental na Etapa da Perfuração de Poços Marítimos de Óleo e Gás no Brasil. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE. Rio de Janeiro, p. 130. 2002.

SCHRAMM, L. L. **Emulsions, Foams, and Suspensions:** Fundamentals and Applications. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005.

SHIMADZU. SHIMADZU - Analytical and Measuring Instruments. **Site da SHIMADZU**. Disponivel em:

http://www.shimadzu.com.br/analitica/produtos/difratometros/>. Acesso em: 28 Junho 2014.

SHIROMA, P. H. Estudo do comportamento reológico de suspensões aquosas de bentonita e CMC: Influência da concentração de NaCl. Universidade de São Paulo. São Paulo, p. 130. 2012.

SILVA, A. G. P. D. Estrutura e Propriedades de Materiais Cerâmicos. **Site e-agps.info**. Disponivel em: http://www.e-agps.info/angelus/cap19/calcita.htm. Acesso em: 22 Julho 2014.

SILVA, C. T. D. Desenvolvimento de fluidos de perfuração a base de óleos vegetais. UFRN / ANP. Natal, p. 42. 2003.

SINDIPETRONF. PetróleoETC. **Site PetróleoETC**, 26 Novembro 2011. Disponivel em: http://www.petroleoetc.com.br/fique-sabendo/acidentes-no-brasil-casos-registrados-de-1967-a-2001/>. Acesso em: 02 Julho 2014.

SORGARD, E. et al. **Design of Water Based Drilling Fluid Systems for Deepwater Norway**. SPE/IADC Drilling Conference. Amsterdam: Society of Petroleum Engineers. 2001.

TERPSTRA, R. A.; PEX, P. P. A. C.; VRIES, A. H. (Eds.). **Ceramic Processing**. London: Chapman & Hall, 1995.

THOMAS, J. E. et al. **Fundamentos de engenharia de petróleo**. Rio de Janeiro: Interciência Ltda., 2001. ISBN PETROBRAS.

VAN HAL, R. G. . E. J. C. T. . B. P. A General Model to Describe the Electrostatic Potential at Electrolyte Oxide Interfaces. In: _____ Advances in Colloid and Interface Science. [S.l.]: [s.n.], v. v.68, 1996. p. 31-62.

VIDAL, F. W. H. et al. Rochas e Minerais Industriais do Estado do Ceará. Fortaleza: CETEM/ UECE/ DNPM/ FUNCAP/ SENA, 2005.

VIEIRA, J. A. G.; CARTAPATTI-STUCHI, G. A. S. Efeito do tamanho das partículas e da tensão aplicada sobre a condutividade elétrica e o tempo de descongelamento do suco de manga, Feira de Santana, n. 35, jul./dez. 2006. p. 99-109.

VISIOLAB. VISIOLAB Análises Químicas. **Site da VISIOLAB**. Disponivel em: http://www.visiolab.com.br/difratometria-de-raios-x/. Acesso em: 28 Junho 2014.

YERGIN, D. **The Prize:** The Epic Quest for Oil, Money and Power. New York: Simon and Schuster, 1991.

ZETA-METER, INC. Everything you want to know about Coagulation & Flocculation. 4. ed. Staunton, Virginia: Zeta-Meter, Inc., 1993.

APÊNDICE A1 – RESULTADOS DO TESTE DE POTENCIAL ZETA

Tabela A1.1 – Resultados do teste de potencial Zeta.

	An	álise 1	An	álise 2	М	édias das análise	es
pН	pH real	ζ (mV) - 1	pH real	$\zeta(mV)-2$	ζ (mV)	$\mu_E \text{ (}\mu\text{mcm/Vs)}$	σ (mS/cm)
				Carbo Find			
8.0	8.09	4.658	8.05	4.582	4.620	0.362	0.720
9.0	9.04	1.906	9.01	2.081	1.993	0.156	0.358
10.0	10.01	-1.391	10.03	-1.416	-1.404	-0.110	0.067
11.0	11.05	-10.023	11.11	-10.657	-10.340	-0.827	0.542
				Carbo 15			
8.0	8.10	3.990	8.08	4.370	4.180	0.328	0.842
9.0	9.04	ı	9.07	2.973	2.973	0.225	0.307
10.0	10.02	-0.957	10.05	-0.779	-0.868	-0.068	0.509
11.0	10.98	1	11.01	-10.800	-10.800	-0.848	0.474
				Carbo 30			
8.0	8.19	5.027	8.09	4.800	4.913	0.385	0.461
9.0	9.21	3.571	9.10	3.616	3.593	0.282	0.341
10.0	10.19	-9.392	10.08	-9.038	-9.215	-0.722	0.122
11.0	11.16	-12.103	11.12	-12.430	-12.267	-0.962	0.469
				Carbo 50			
8.0	8.03	-2.120	8.02	-0.840	-1.480	-0.021	1.770
9.0	9.09	-	9.07	2.130	2.130	0.280	0.382
10.0	10.12	-2.470	10.15	-3.040	-2.755	-0.216	0.068
11.0	11.02	-10.702	11.01	-11.365	-11.033	-0.866	0.751

Tabela A2.1 – Resultados do teste reológico da amostra C50 (15lbm/bbl)

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
5.261	1022	5.15E-03	25	57	-0.02244	0.2
5.195	1022	5.08E-03	25	57	-0.03609	0.3
5.168	1022	5.06E-03	25	57	-0.03101	0.5
5.151	1022	5.04E-03	25	57	-0.03059	0.7
5.141	1022	5.03E-03	25	57	-0.03946	0.8
5.131	1022	5.02E-03	25	57	-0.03947	1
5.123	1022	5.01E-03	25	57	-0.0432	1.2
5.144	1022	5.03E-03	25	57	-0.04298	1.3
5.126	1022	5.02E-03	25	57	-0.04584	1.5
5.126	1022	5.02E-03	25	57	-0.04562	1.7
5.114	1022	5.00E-03	25	57	-0.0425	1.8
5.13	1022	5.02E-03	25	57	-0.03799	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
3.028	511	5.93E-03	25	57	0.158	0.2
3.032	511	5.93E-03	25	57	0.1487	0.3
3.036	511	5.94E-03	25	57	0.1577	0.5
3.034	511	5.94E-03	25	57	0.1567	0.7
3.034	511	5.94E-03	25	57	0.1463	0.8
3.035	511	5.94E-03	25	57	0.1504	1
3.036	511	5.94E-03	25	57	0.1547	1.2
3.034	511	5.94E-03	25	57	0.1476	1.3
3.04	511	5.95E-03	25	57	0.1449	1.5
3.037	511	5.94E-03	25	57	0.1531	1.7
3.037	511	5.94E-03	25	57	0.1506	1.8
3.038	511	5.95E-03	25	57	0.1459	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
2.606	341	7.64E-03	25	57	-0.1129	0.2
2.607	341	7.65E-03	25	57	-0.1084	0.3
2.61	341	7.65E-03	25	57	-0.1167	0.5
2.614	341	7.67E-03	25	57	-0.111	0.7
2.613	341	7.66E-03	25	57	-0.1144	0.8
2.614	341	7.67E-03	25	57	-0.1121	1
2.615	341	7.67E-03	25	57	-0.1197	1.2
2.615	341	7.67E-03	25	57	-0.1139	1.3
2.616	341	7.67E-03	25	57	-0.1167	1.5

2.612 341 7.66E-03 25 57 -0.1204 2.618 341 7.68E-03 25 57 -0.1212 2.618 341 7.68E-03 25 57 -0.1198 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for Pa 1/s Pa.s °C micro m N	1.7
2.618 341 7.68E-03 25 57 -0.1198 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for	1.,
shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for	1.8
v i i i i i i i i i i i i i i i i i i i	2
Pa 1/s Pas °C micro m N	rce time
	min
1.69 170 9.94E-03 25 57 0.1874	0.2
1.631 170 9.60E-03 25 57 0.1906	0.3
1.65 170 9.71E-03 25 57 0.1931	0.5
1.633 170 9.61E-03 25 57 0.1873	0.7
1.65 170 9.71E-03 25 57 0.192	0.8
1.635 170 9.62E-03 25 57 0.187	1
1.651 170 9.71E-03 25 57 0.1854	1.2
1.633 170 9.61E-03 25 57 0.1873	1.3
1.651 170 9.71E-03 25 57 0.1811	1.5
1.641 170 9.65E-03 25 57 0.1875	1.7
1.634 170 9.61E-03 25 57 0.1883	1.8
1.65 170 9.71E-03 25 57 0.1859	2
shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for	rce time
Pa 1/s Pa.s °C micro m N	min
0.4062	0.2
0.4178 10 0.04178 25 57 0.1813	0.3
0.421 9.999 0.0421 25 57 0.1838	0.5
0.4265 10 0.04265 25 57 0.1873	0.7
0.4298 10 0.04297 25 57 0.1907	0.8
0.4351 10 0.04351 25 57 0.1891	1
0.4323 9.998 0.04324 25 57 0.1835	1.2
0.4321 9.998 0.04322 25 57 0.1825	1.3
0.1321 7.770 0.04322 23 37 0.1023	
0.4321 9.998 0.04322 25 37 0.1823 0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784	1.5
	1.5 1.7
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784	
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819	1.7
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758	1.7 1.8 2
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738	1.7 1.8 2
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for	1.7 1.8 2
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for Pa 1/s Pa.s °C micro m N	1.7 1.8 2 rce time min
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for Pa 1/s Pa.s °C micro m N 0.3062 5 0.06124 25 57 0.1758	1.7 1.8 2 rce time min 0.2
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for Pa 1/s Pa.s °C micro m N 0.3062 5 0.06124 25 57 0.1758 0.3106 5 0.06212 25 57 0.1741	1.7 1.8 2 rce time min 0.2 0.3
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for Pa 1/s Pa.s °C micro m N 0.3062 5 0.06124 25 57 0.1758 0.3106 5 0.06212 25 57 0.1741 0.3116 5 0.06232 25 57 0.1784	1.7 1.8 2 rce time min 0.2 0.3 0.5
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for Pa 1/s Pa.s °C micro m N 0.3062 5 0.06124 25 57 0.1758 0.3106 5 0.06212 25 57 0.1741 0.3116 5 0.06232 25 57 0.1784 0.3109 4.999 0.06218 25 57 0.1731	1.7 1.8 2 rce time min 0.2 0.3 0.5 0.7
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for Pa 1/s Pa.s °C micro m N 0.3062 5 0.06124 25 57 0.1758 0.3106 5 0.06212 25 57 0.1741 0.3116 5 0.06232 25 57 0.1784 0.3109 4.999 0.06218 25 57 0.1731 0.3138 5.001 0.06274 25 57 0.1716	1.7 1.8 2 rce time min 0.2 0.3 0.5 0.7 0.8
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for Pa 1/s Pa.s °C micro m N 0.3062 5 0.06124 25 57 0.1758 0.3106 5 0.06212 25 57 0.1741 0.3116 5 0.06232 25 57 0.1784 0.3109 4.999 0.06218 25 57 0.1731 0.3138 5.001 0.06274 25 57 0.1716 0.3134 4.998 0.06271 25 57 0.1758	1.7 1.8 2 rce time min 0.2 0.3 0.5 0.7 0.8
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal formicrom N 0.3062 5 0.06124 25 57 0.1758 0.3106 5 0.06212 25 57 0.1741 0.3116 5 0.06232 25 57 0.1784 0.3109 4.999 0.06218 25 57 0.1731 0.3138 5.001 0.06274 25 57 0.1716 0.3134 4.998 0.06287 25 57 0.1765 0.3144 5 0.06287 25 57 0.1765	1.7 1.8 2 rce time min 0.2 0.3 0.5 0.7 0.8 1 1.2
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for Pa 1/s Pa.s °C micro m N 0.3062 5 0.06124 25 57 0.1758 0.3106 5 0.06212 25 57 0.1741 0.3116 5 0.06232 25 57 0.1784 0.3109 4.999 0.06218 25 57 0.1731 0.3138 5.001 0.06274 25 57 0.1716 0.3134 4.998 0.06271 25 57 0.1765 0.312 5 0.06239 25 57 0.1713	1.7 1.8 2 time min 0.2 0.3 0.5 0.7 0.8 1 1.2 1.3
0.4391 10 0.04391 25 57 0.1784 0.435 10 0.0435 25 57 0.1819 0.436 10 0.0436 25 57 0.1758 0.4375 9.999 0.04376 25 57 0.1738 shear stress shear rate viscosity temperature gap normal for Pa 1/s Pa.s °C micro m N 0.3062 5 0.06124 25 57 0.1758 0.3106 5 0.06212 25 57 0.1741 0.3116 5 0.06232 25 57 0.1784 0.3109 4.999 0.06218 25 57 0.1731 0.3138 5.001 0.06274 25 57 0.1716 0.3134 4.998 0.06271 25 57 0.1765 0.3144 5 0.06287 25 57 0.1713 0.3145<	1.7 1.8 2 rce time min 0.2 0.3 0.5 0.7 0.8 1 1.2 1.3 1.5

Tabela A2.2 – Resultados do teste reológico da amostra C50 (8lbm/bbl)

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
5.084	1022	4.98E-03	25	57	-0.3317	0.2
5.037	1022	4.93E-03	25	57	-0.3323	0.3
5.016	1022	4.91E-03	25	57	-0.3295	0.5
5.004	1022	4.90E-03	25	57	-0.329	0.7
4.999	1022	4.89E-03	25	57	-0.3347	0.8
4.991	1022	4.88E-03	25	57	-0.3284	1
4.984	1022	4.88E-03	25	57	-0.3264	1.2
4.98	1022	4.87E-03	25	57	-0.3303	1.3
4.977	1022	4.87E-03	25	57	-0.3375	1.5
4.973	1022	4.87E-03	25	57	-0.3393	1.7
4.969	1022	4.86E-03	25	57	-0.3367	1.8
4.965	1022	4.86E-03	25	57	-0.3349	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
2.949	511	5.77E-03	25	57	-0.1408	0.2
2.953	511	5.78E-03	25	57	-0.1423	0.3
2.954	511	5.78E-03	25	57	-0.1429	0.5
2.954	511	5.78E-03	25	57	-0.1445	0.7
2.954	511	5.78E-03	25	57	-0.1428	0.8
2.955	511	5.78E-03	25	57	-0.1466	1
2.955	511	5.78E-03	25	57	-0.1454	1.2
2.956	511	5.79E-03	25	57	-0.1522	1.3
2.956	511	5.78E-03	25	57	-0.1456	1.5
2.959	511	5.79E-03	25	57	-0.151	1.7
2.955	511	5.78E-03	25	57	-0.1521	1.8
2.955	511	5.78E-03	25	57	-0.1522	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
2.33	341	6.83E-03	25	57	-0.1209	0.2
2.334	341	6.85E-03	25	57	-0.1224	0.3
2.336	341	6.85E-03	25	57	-0.1222	0.5
2.337	341	6.85E-03	25	57	-0.1187	0.7
2.336	341	6.85E-03	25	57	-0.1227	0.8
2.335	341	6.85E-03	25	57	-0.1211	1
2.338	341	6.86E-03	25	57	-0.1142	1.2
2.337	341	6.85E-03	25	57	-0.1229	1.3
2.338	341	6.86E-03	25	57	-0.1185	1.5
2.339	341	6.86E-03	25	57	-0.1215	1.7
2.338	341	6.86E-03	25	57	-0.125	1.8
2.337	341	6.85E-03	25	57	-0.1227	2

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
1.615	170	9.50E-03	25	57	-0.1066	0.2
1.618	170	9.52E-03	25	57	-0.09856	0.3
1.684	170	9.90E-03	25	57	-0.09937	0.5
1.622	170	9.54E-03	25	57	-0.1042	0.7
1.619	170	9.52E-03	25	57	-0.1063	0.8
1.623	170	9.54E-03	25	57	-0.1047	1
1.62	170	9.53E-03	25	57	-0.1101	1.2
1.623	170	9.55E-03	25	57	-0.1098	1.3
1.62	170	9.53E-03	25	57	-0.1088	1.5
1.623	170	9.55E-03	25	57	-0.1116	1.7
1.62	170	9.53E-03	25	57	-0.1097	1.8
1.623	170	9.54E-03	25	57	-0.1102	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.4077	9.999	0.04077	25	57	-0.1085	0.2
0.4179	10	0.0418	25	57	-0.1077	0.3
0.4212	10	0.04212	25	57	-0.1092	0.5
0.4269	10	0.04269	25	57	-0.112	0.7
0.4285	10	0.04284	25	57	-0.1081	0.8
0.4304	10	0.04304	25	57	-0.103	1
0.4309	9.999	0.04309	25	57	-0.111	1.2
0.4341	9.999	0.04341	25	57	-0.108	1.3
0.4358	9.999	0.04359	25	57	-0.1148	1.5
0.4337	10	0.04337	25	57	-0.1086	1.7
0.4371	10	0.04371	25	57	-0.1145	1.8
0.4358	10	0.04358	25	57	-0.1114	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
0.3072	4.999	0.06146	25	57	-0.1147	0.2
0.3127	4.999	0.06257	25	57	-0.1153	0.3
0.3108	5	0.06215	25	57	-0.117	0.5
0.3112	5	0.06223	25	57	-0.1109	0.7
0.3125	4.999	0.0625	25	57	-0.1183	0.8
0.3137	4.998	0.06276	25	57	-0.1196	1
0.3152	4.998	0.06307	25	57	-0.1161	1.2
0.3127	4.999	0.06255	25	57	-0.1136	1.3
0.3136	5	0.06271	25	57	-0.1127	1.5
0.3156	5	0.06313	25	57	-0.1224	1.7
0.3162	4.999	0.06325	25	57	-0.119	1.8
0.3162	5.001	0.06324	25	57	-0.1229	2

Tabela A2.3 – Resultados do teste reológico da amostra C30 (15lbm/bbl)

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
5.343	1022	5.23E-03	25	57	-0.3163	0.2
5.287	1022	5.17E-03	25	57	-0.3122	0.3
5.265	1022	5.15E-03	25	57	-0.3231	0.5
5.245	1022	5.13E-03	25	57	-0.3159	0.7
5.236	1022	5.12E-03	25	57	-0.3138	0.8
5.226	1022	5.11E-03	25	57	-0.322	1
5.219	1022	5.11E-03	25	57	-0.3163	1.2
5.205	1022	5.09E-03	25	57	-0.3216	1.3
5.212	1022	5.10E-03	25	57	-0.3247	1.5
5.21	1022	5.10E-03	25	57	-0.3301	1.7
5.205	1022	5.09E-03	25	57	-0.3194	1.8
5.201	1022	5.09E-03	25	57	-0.3164	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
3.076	511	6.02E-03	25	57	-0.1306	0.2
3.078	511	6.02E-03	25	57	-0.1179	0.3
3.08	511	6.03E-03	25	57	-0.1265	0.5
3.079	511	6.03E-03	25	57	-0.1298	0.7
3.08	511	6.03E-03	25	57	-0.1313	0.8
3.083	511	6.03E-03	25	57	-0.1286	1
3.08	511	6.03E-03	25	57	-0.1316	1.2
3.082	511	6.03E-03	25	57	-0.1347	1.3
3.084	511	6.04E-03	25	57	-0.1235	1.5
3.082	511	6.03E-03	25	57	-0.1273	1.7
3.081	511	6.03E-03	25	57	-0.1245	1.8
3.082	511	6.03E-03	25	57	-0.1247	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
2.414	341	7.08E-03	25	57	-0.09102	0.2
2.413	341	7.08E-03	25	57	-0.09602	0.3
2.415	341	7.08E-03	25	57	-0.0941	0.5
2.418	341	7.09E-03	25	57	-0.09355	0.7
2.459	341	7.21E-03	25	57	-0.09426	0.8
2.417	341	7.09E-03	25	57	-0.09232	1
2.42	341	7.10E-03	25	57	-0.1012	1.2
2.42	341	7.10E-03	25	57	-0.09739	1.3
2.415	341	7.08E-03	25	57	-0.09548	1.5
2.419	341	7.09E-03	25	57	-0.09167	1.7
2.418	341	7.09E-03	25	57	-0.09761	1.8
2.416	341	7.08E-03	25	57	-0.1185	2

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
1.637	170	9.63E-03	25	57	-0.09061	0.2
1.657	170	9.75E-03	25	57	-0.09073	0.3
1.656	170	9.74E-03	25	57	-0.09211	0.5
1.644	170	9.67E-03	25	57	-0.09418	0.7
1.66	170	9.76E-03	25	57	-0.09771	0.8
1.645	170	9.68E-03	25	57	-0.09352	1
1.661	170	9.77E-03	25	57	-0.0913	1.2
1.644	170	9.67E-03	25	57	-0.09503	1.3
1.662	170	9.77E-03	25	57	-0.09581	1.5
1.637	170	9.63E-03	25	57	-0.09487	1.7
1.654	170	9.73E-03	25	57	-0.09268	1.8
1.638	170	9.64E-03	25	57	-0.0906	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.4048	10	0.04048	25	57	-0.09925	0.2
0.4142	10	0.04142	25	57	-0.09694	0.3
0.4201	10	0.04201	25	57	-0.09609	0.5
0.4322	10	0.04322	25	57	-0.09269	0.7
0.4257	10	0.04257	25	57	-0.09222	0.8
0.4279	9.999	0.04279	25	57	-0.08614	1
0.4281	10	0.04281	25	57	-0.09271	1.2
0.4311	9.998	0.04312	25	57	-0.08766	1.3
0.4316	9.997	0.04317	25	57	-0.09506	1.5
0.4332	10	0.04331	25	57	-0.09058	1.7
0.4338	9.999	0.04339	25	57	-0.09339	1.8
0.4336	9.999	0.04336	25	57	-0.08874	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.3074	4.997	0.06152	25	57	-0.09175	0.2
0.3099	5	0.06197	25	57	-0.0924	0.3
0.3099	5.001	0.06196	25	57	-0.0916	0.5
0.3117	4.998	0.06236	25	57	-0.1006	0.7
0.3122	4.997	0.06247	25	57	-0.09502	0.8
0.3126	5	0.06252	25	57	-0.09527	1
0.3126	4.998	0.06254	25	57	-0.09124	1.2
0.3144	5.001	0.06287	25	57	-0.09585	1.3
0.3136	4.999	0.06272	25	57	-0.09488	1.5
0.3117	5.001	0.06233	25	57	-0.1011	1.7
0.3153	5	0.06306	25	57	-0.09947	1.8
0.3163	5	0.06326	25	57	-0.07825	2

Tabela A2.4 – Resultados do teste reológico da amostra C30 (8lbm/bbl)

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
5,002	1022	4,90E-03	25	57	-0,2638	0,2
4,955	1022	4,85E-03	25	57	-0,2595	0,3
4,93	1022	4,82E-03	25	57	-0,2606	0,5
4,918	1022	4,81E-03	25	57	-0,2651	0,7
4,917	1022	4,81E-03	25	57	-0,2641	0,8
4,906	1022	4,80E-03	25	57	-0,2442	1
4,901	1022	4,80E-03	25	57	-0,2382	1,2
4,902	1022	4,80E-03	25	57	-0,2657	1,3
4,893	1022	4,79E-03	25	57	-0,2697	1,5
4,893	1022	4,79E-03	25	57	-0,2678	1,7
4,891	1022	4,79E-03	25	57	-0,2645	1,8
4,886	1022	4,78E-03	25	57	-0,2642	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	\mathbf{N}	min
2,879	511	5,63E-03	25	57	-0,08414	0,2
2,884	511	5,65E-03	25	57	-0,08256	0,3
2,886	511	5,65E-03	25	57	-0,08358	0,5
2,884	511	5,65E-03	25	57	-0,07727	0,7
2,886	511	5,65E-03	25	57	-0,07788	0,8
2,889	511	5,65E-03	25	57	-0,08547	1
2,888	511	5,65E-03	25	57	-0,07879	1,2
2,888	511	5,65E-03	25	57	-0,08308	1,3
2,889	511	5,65E-03	25	57	-0,08674	1,5
2,889	511	5,65E-03	25	57	-0,0827	1,7
2,889	511	5,65E-03	25	57	-0,08887	1,8
2,889	511	5,65E-03	25	57	-0,08299	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
2,268	341	6,65E-03	25	57	-0,04825	0,2
2,272	341	6,66E-03	25	57	-0,05569	0,3
2,273	341	6,66E-03	25	57	-0,04878	0,5
2,272	341	6,66E-03	25	57	-0,05907	0,7
2,276	341	6,68E-03	25	57	-0,05002	0,8
2,276	341	6,67E-03	25	57	-0,05611	1
2,277	341	6,68E-03	25	57	-0,05389	1,2
2,277	341	6,68E-03	25	57	-0,0564	1,3
2,279	341	6,68E-03	25	57	-0,05534	1,5
2,277	341	6,68E-03	25	57	-0,05638	1,7
2,276	341	6,68E-03	25	57	-0,06415	1,8
2,28	341	6,69E-03	25	57	-0,05846	2

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathrm{C}$	micro m	N	min
1,588	170	9,34E-03	25	57	-0,02625	0,2
1,574	170	9,26E-03	25	57	-0,04362	0,3
1,557	170	9,16E-03	25	57	-0,03908	0,5
1,579	170	9,29E-03	25	57	-0,04328	0,7
1,558	170	9,16E-03	25	57	-0,04224	0,8
1,579	170	9,29E-03	25	57	-0,04197	1
1,584	170	9,32E-03	25	57	-0,0439	1,2
1,561	170	9,18E-03	25	57	-0,04797	1,3
1,58	170	9,30E-03	25	57	-0,0484	1,5
1,562	170	9,19E-03	25	57	-0,04636	1,7
1,579	170	9,29E-03	25	57	-0,03948	1,8
1,564	170	9,20E-03	25	57	-0,04598	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
0,3921	10	0,0392	25	57	-0,04128	0,2
0,4053	10	0,04053	25	57	-0,04464	0,3
0,4242	10	0,04241	25	57	-0,04178	0,5
0,4108	10	0,04108	25	57	-0,04926	0,7
0,4131	10	0,04131	25	57	-0,04996	0,8
0,4165	10	0,04165	25	57	-0,05303	1
0,4217	9,999	0,04217	25	57	-0,04891	1,2
0,4223	10	0,04223	25	57	-0,04382	1,3
0,4224	9,999	0,04224	25	57	-0,04805	1,5
0,4276	10	0,04275	25	57	-0,05083	1,7
0,4322	9,999	0,04323	25	57	-0,05251	1,8
0,4262	9,997	0,04263	25	57	-0,04518	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
0,3016	4,998	0,06034	25	57	-0,05369	0,2
0,3009	5	0,06019	25	57	-0,05669	0,3
0,3064	4,999	0,06129	25	57	-0,0551	0,5
0,3061	4,999	0,06122	25	57	-0,05593	0,7
0,3081	5	0,06161	25	57	-0,05618	0,8
0,3083	5	0,06165	25	57	-0,0569	1
0,3074	4,999	0,0615	25	57	-0,05654	1,2
0,31	5,001	0,062	25	57	-0,05384	1,3
0,3101	4,998	0,06205	25	57	-0,06008	1,5
0,3137	5	0,06273	25	57	-0,06013	1,7
0,3279	5,002	0,06556	25	57	-0,05466	1,8
0,3225	5	0,0645	25	57	-0,05585	2

Tabela A2.5 – Resultados do teste reológico da amostra C15 (15lbm/bbl)

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
5.511	1022	5.39E-03	25	57	-0.2946	0.2
5.452	1022	5.34E-03	25	57	-0.3027	0.3
5.424	1022	5.31E-03	25	57	-0.2977	0.5
5.405	1022	5.29E-03	25	57	-0.3001	0.7
5.39	1022	5.27E-03	25	57	-0.297	0.8
5.379	1022	5.26E-03	25	57	-0.2977	1
5.375	1022	5.26E-03	25	57	-0.2975	1.2
5.362	1022	5.25E-03	25	57	-0.3003	1.3
5.358	1022	5.24E-03	25	57	-0.3034	1.5
5.351	1022	5.24E-03	25	57	-0.3024	1.7
5.35	1022	5.24E-03	25	57	-0.3057	1.8
5.347	1022	5.23E-03	25	57	-0.3061	2
	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
3.175	511	6.21E-03	25	57	-0.1138	0.2
3.179	511	6.22E-03	25	57	-0.1178	0.3
3.183	511	6.23E-03	25	57	-0.1181	0.5
3.185	511	6.23E-03	25	57	-0.1199	0.7
3.184	511	6.23E-03	25	57	-0.1185	0.8
3.186	511	6.23E-03	25	57	-0.1198	1
3.185	511	6.23E-03	25	57	-0.12	1.2
3.187	511	6.24E-03	25	57	-0.1194	1.3
3.187	511	6.24E-03	25	57	-0.1192	1.5
3.185	511	6.23E-03	25	57	-0.1195	1.7
3.185	511	6.23E-03	25	57	-0.1215	1.8
3.186	511	6.23E-03	25	57	-0.1223	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
2.484	341	7.28E-03	25	57	-0.09041	0.2
2.485	341	7.29E-03	25	57	-0.09371	0.3
2.488	341	7.30E-03	25	57	-0.09497	0.5
2.488	341	7.30E-03	25	57	-0.09157	0.7
2.489	341	7.30E-03	25	57	-0.08442	0.8
2.489	341	7.30E-03	25	57	-0.09194	1
2.491	341	7.31E-03	25	57	-0.09407	1.2
2.493	341	7.31E-03	25	57	-0.08669	1.3
2.492	341	7.31E-03	25	57	-0.09431	1.5
2.492	341	7.31E-03	25	57	-0.09265	1.7
2.493	341	7.31E-03	25	57	-0.09029	1.8
2.491	341	7.30E-03	25	57	-0.09389	2

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
1.692	170	9.95E-03	25	57	-0.07367	0.2
1.682	170	9.90E-03	25	57	-0.07968	0.3
1.684	170	9.91E-03	25	57	-0.07778	0.5
1.696	170	9.98E-03	25	57	-0.07588	0.7
1.682	170	9.90E-03	25	57	-0.08113	0.8
1.696	170	9.98E-03	25	57	-0.07938	1
1.684	170	9.90E-03	25	57	-0.07745	1.2
1.698	170	9.99E-03	25	57	-0.0794	1.3
1.688	170	9.93E-03	25	57	-0.08129	1.5
1.702	170	0.01001	25	57	-0.08195	1.7
1.689	170	9.94E-03	25	57	-0.08266	1.8
1.705	170	0.01003	25	57	-0.08509	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.4028	10	0.04027	25	57	-0.0798	0.2
0.419	9.998	0.04191	25	57	-0.0787	0.3
0.4245	9.999	0.04245	25	57	-0.07832	0.5
0.4279	10	0.04279	25	57	-0.08365	0.7
0.4324	10	0.04325	25	57	-0.07418	0.8
0.436	9.999	0.0436	25	57	-0.08679	1
0.4641	10	0.04641	25	57	-0.076	1.2
0.4421	9.998	0.04422	25	57	-0.08383	1.3
0.4414	10	0.04414	25	57	-0.08301	1.5
0.446	9.999	0.0446	25	57	-0.08599	1.7
0.4455	10	0.04455	25	57	-0.08762	1.8
0.4404	10	0.04404	25	57	-0.08059	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.3098	5	0.06196	25	57	-0.09066	0.2
0.3165	5.001	0.0633	25	57	-0.08514	0.3
0.3135	5.002	0.06267	25	57	-0.08438	0.5
0.3145	5	0.06291	25	57	-0.08681	0.7
0.3162	4.999	0.06326	25	57	-0.08638	0.8
0.3154	4.999	0.0631	25	57	-0.08589	1
0.3156	5.001	0.0631	25	57	-0.09033	1.2
0.3169	4.999	0.0634	25	57	-0.08776	1.3
0.3161	5	0.06323	25	57	-0.08985	1.5
0.3163	5	0.06326	25	57	-0.08877	1.7
0.3176	5.001	0.06352	25	57	-0.08736	1.8
0.3179	4.999	0.06359	25	57	-0.09224	2

Tabela A2.6 – Resultados do teste reológico da amostra C15 (8lbm/bbl)

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
5.147	1022	5.04E-03	25	57	-0.2995	0.2
5.098	1022	4.99E-03	25	57	-0.3049	0.3
5.078	1022	4.97E-03	25	57	-0.3003	0.5
5.062	1022	4.95E-03	25	57	-0.3024	0.7
5.06	1022	4.95E-03	25	57	-0.2975	0.8
5.046	1022	4.94E-03	25	57	-0.3013	1
5.055	1022	4.95E-03	25	57	-0.2956	1.2
5.043	1022	4.93E-03	25	57	-0.303	1.3
5.037	1022	4.93E-03	25	57	-0.3033	1.5
5.024	1022	4.92E-03	25	57	-0.3028	1.7
5.022	1022	4.91E-03	25	57	-0.3103	1.8
5.023	1022	4.92E-03	25	57	-0.3157	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
2.995	511	5.86E-03	25	57	-0.1163	0.2
2.998	511	5.87E-03	25	57	-0.121	0.3
3.001	511	5.87E-03	25	57	-0.1187	0.5
3.001	511	5.87E-03	25	57	-0.122	0.7
3.003	511	5.88E-03	25	57	-0.1154	0.8
3.002	511	5.88E-03	25	57	-0.1222	1
3.015	511	5.90E-03	25	57	-0.1167	1.2
3.004	511	5.88E-03	25	57	-0.1252	1.3
3.025	511	5.92E-03	25	57	-0.1201	1.5
3.005	511	5.88E-03	25	57	-0.1215	1.7
3.002	511	5.88E-03	25	57	-0.1257	1.8
3.001	511	5.87E-03	25	57	-0.1264	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	\mathbf{N}	min
2.364	341	6.93E-03	25	57	-0.08913	0.2
2.365	341	6.94E-03	25	57	-0.09556	0.3
2.365	341	6.94E-03	25	57	-0.09819	0.5
2.368	341	6.94E-03	25	57	-0.09724	0.7
2.367	341	6.94E-03	25	57	-0.09531	0.8
2.371	341	6.95E-03	25	57	-0.09426	1
2.369	341	6.95E-03	25	57	-0.09528	1.2
2.37	341	6.95E-03	25	57	-0.09469	1.3
2.369	341	6.95E-03	25	57	-0.09686	1.5
2.369	341	6.95E-03	25	57	-0.1005	1.7
2.37	341	6.95E-03	25	57	-0.09708	1.8
2.37	341	6.95E-03	25	57	-0.1017	2

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
1.636	170	9.63E-03	25	57	-0.08156	0.2
1.623	170	9.55E-03	25	57	-0.08067	0.3
1.623	170	9.55E-03	25	57	-0.07944	0.5
1.639	170	9.64E-03	25	57	-0.08475	0.7
1.623	170	9.55E-03	25	57	-0.08454	0.8
1.642	170	9.66E-03	25	57	-0.08328	1
1.623	170	9.55E-03	25	57	-0.08101	1.2
1.643	170	9.66E-03	25	57	-0.08176	1.3
1.625	170	9.56E-03	25	57	-0.08059	1.5
1.644	170	9.67E-03	25	57	-0.08275	1.7
1.626	170	9.57E-03	25	57	-0.08498	1.8
1.645	170	9.68E-03	25	57	-0.08602	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.408	10	0.0408	25	57	-0.08314	0.2
0.421	9.999	0.04211	25	57	-0.09024	0.3
0.4251	9.997	0.04252	25	57	-0.08735	0.5
0.4285	9.999	0.04285	25	57	-0.08786	0.7
0.4311	10	0.04311	25	57	-0.09061	0.8
0.4334	10	0.04334	25	57	-0.08405	1
0.4349	10	0.04348	25	57	-0.08792	1.2
0.4367	10	0.04366	25	57	-0.08942	1.3
0.4387	10	0.04387	25	57	-0.09348	1.5
0.437	10	0.0437	25	57	-0.08703	1.7
0.439	10	0.0439	25	57	-0.08761	1.8
0.44	10	0.044	25	57	-0.09381	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.3092	5	0.06184	25	57	-0.09214	0.2
0.3113	4.998	0.06229	25	57	-0.09481	0.3
0.3131	5	0.06262	25	57	-0.09807	0.5
0.315	5	0.06301	25	57	-0.09338	0.7
0.314	5	0.0628	25	57	-0.09839	0.8
0.3174	4.998	0.0635	25	57	-0.0998	1
0.3185	5	0.0637	25	57	-0.09934	1.2
0.3175	5.001	0.06349	25	57	-0.1006	1.3
0.3183	4.999	0.06367	25	57	-0.1077	1.5
0.3188	5	0.06377	25	57	-0.1034	1.7
0.3185	4.999	0.06371	25	57	-0.1029	1.8
0.3193	5	0.06387	25	57	-0.1024	2

Tabela A2.7 – Resultados do teste reológico da amostra C-Fino (15lbm/bbl)

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	Gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathrm{C}$	micro m	N	min
5.653	1022	5.53E-03	25	57	-0.3233	0.2
5.588	1022	5.47E-03	25	57	-0.3239	0.3
5.559	1022	5.44E-03	25	57	-0.33	0.5
5.542	1022	5.42E-03	25	57	-0.3257	0.7
5.531	1022	5.41E-03	25	57	-0.3263	0.8
5.525	1022	5.41E-03	25	57	-0.3322	1
5.519	1022	5.40E-03	25	57	-0.3291	1.2
5.509	1022	5.39E-03	25	57	-0.33	1.3
5.506	1022	5.39E-03	25	57	-0.3333	1.5
5.499	1022	5.38E-03	25	57	-0.3328	1.7
5.499	1022	5.38E-03	25	57	-0.3369	1.8
5.497	1022	5.38E-03	25	57	-0.3356	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	Gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	\mathbf{N}	min
3.305	511	6.47E-03	25	57	-0.1386	0.2
3.315	511	6.49E-03	25	57	-0.1437	0.3
3.318	511	6.49E-03	25	57	-0.1389	0.5
3.316	511	6.49E-03	25	57	-0.1455	0.7
3.32	511	6.50E-03	25	57	-0.1473	0.8
3.322	511	6.50E-03	25	57	-0.1452	1
3.323	511	6.50E-03	25	57	-0.1424	1.2
3.323	511	6.50E-03	25	57	-0.1397	1.3
3.325	511	6.51E-03	25	57	-0.1464	1.5
3.327	511	6.51E-03	25	57	-0.1495	1.7
3.326	511	6.51E-03	25	57	-0.1436	1.8
3.327	511	6.51E-03	25	57	-0.1447	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	Gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
2.606	341	7.64E-03	25	57	-0.1129	0.2
2.607	341	7.65E-03	25	57	-0.1084	0.3
2.61	341	7.65E-03	25	57	-0.1167	0.5
2.614	341	7.67E-03	25	57	-0.111	0.7
2.613	341	7.66E-03	25	57	-0.1144	0.8
2.614	341	7.67E-03	25	57	-0.1121	1
2.615	341	7.67E-03	25	57	-0.1197	1.2
2.615	341	7.67E-03	25	57	-0.1139	1.3
2.616	341	7.67E-03	25	57	-0.1167	1.5
2.612	341	7.66E-03	25	57	-0.1204	1.7
2.618	341	7.68E-03	25	57	-0.1212	1.8
2.618	341	7.68E-03	25	57	-0.1198	2

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
1.788	170	0.01052	25	57	-0.09861	0.2
1.791	170	0.01054	25	57	-0.1078	0.3
1.784	170	0.0105	25	57	-0.1018	0.5
1.793	170	0.01055	25	57	-0.1081	0.7
1.783	170	0.01049	25	57	-0.1054	0.8
1.795	170	0.01056	25	57	-0.1039	1
1.785	170	0.0105	25	57	-0.1063	1.2
1.797	170	0.01057	25	57	-0.1063	1.3
1.785	170	0.0105	25	57	-0.1048	1.5
1.798	170	0.01057	25	57	-0.1072	1.7
1.8	170	0.01059	25	57	-0.1085	1.8
1.796	170	0.01056	25	57	-0.1096	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.4512	10	0.04512	25	57	-0.1082	0.2
0.4669	10	0.0467	25	57	-0.1072	0.3
0.4721	10	0.04721	25	57	-0.1162	0.5
0.4781	10	0.04781	25	57	-0.1115	0.7
0.4777	10	0.04777	25	57	-0.1121	0.8
0.483	10	0.04829	25	57	-0.1158	1
0.4852	9.998	0.04853	25	57	-0.117	1.2
0.4865	10	0.04865	25	57	-0.1161	1.3
0.4842	10	0.04842	25	57	-0.1182	1.5
0.4846	9.998	0.04847	25	57	-0.1131	1.7
0.486	9.999	0.0486	25	57	-0.1157	1.8
0.4888	10	0.04889	25	57	-0.1173	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathrm{C}$	micro m	N	min
0.3454	5	0.06908	25	57	-0.1181	0.2
0.3579	4.999	0.07159	25	57	-0.1211	0.3
0.3484	4.999	0.06969	25	57	-0.1167	0.5
0.3504	4.999	0.0701	25	57	-0.1219	0.7
0.3525	5.001	0.07049	25	57	-0.1214	0.8
0.3531	5	0.07063	25	57	-0.1255	1
0.3525	4.999	0.07052	25	57	-0.1279	1.2
0.3524	4.999	0.07048	25	57	-0.1255	1.3
0.3549	4.999	0.07099	25	57	-0.128	1.5
0.3586	5	0.07171	25	57	-0.132	1.7
0.358	5	0.07159	25	57	-0.1305	1.8
0.3593	5	0.07186	25	57	-0.1339	2

Tabela A2.8 – Resultados do teste reológico da amostra C-Fino (8lbm/bbl)

shear stress	shear rate	viscosity	Temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
5.41	1022	5.29E-03	25	57	-0.3183	0.2
5.346	1022	5.23E-03	25	57	-0.3064	0.3
5.324	1022	5.21E-03	25	57	-0.307	0.5
5.323	1022	5.21E-03	25	57	-0.3122	0.7
5.301	1022	5.19E-03	25	57	-0.3139	0.8
5.29	1022	5.18E-03	25	57	-0.3038	1
5.285	1022	5.17E-03	25	57	-0.3179	1.2
5.279	1022	5.17E-03	25	57	-0.3039	1.3
5.276	1022	5.16E-03	25	57	-0.3109	1.5
5.276	1022	5.16E-03	25	57	-0.3051	1.7
5.275	1022	5.16E-03	25	57	-0.3053	1.8
5.306	1022	5.19E-03	25	57	-0.2993	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
3.147	511	6.16E-03	25	57	-0.1209	0.2
3.154	511	6.17E-03	25	57	-0.1241	0.3
3.155	511	6.17E-03	25	57	-0.121	0.5
3.157	511	6.18E-03	25	57	-0.1265	0.7
3.16	511	6.19E-03	25	57	-0.1207	0.8
3.161	511	6.19E-03	25	57	-0.1201	1
3.162	511	6.19E-03	25	57	-0.1184	1.2
3.161	511	6.19E-03	25	57	-0.1206	1.3
3.167	511	6.20E-03	25	57	-0.1205	1.5
3.163	511	6.19E-03	25	57	-0.1236	1.7
3.162	511	6.19E-03	25	57	-0.1291	1.8
3.167	511	6.20E-03	25	57	-0.1251	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathrm{C}$	micro m	N	min
2.486	341	7.29E-03	25	57	-0.08864	0.2
2.494	341	7.31E-03	25	57	-0.09692	0.3
2.492	341	7.31E-03	25	57	-0.0909	0.5
2.496	341	7.32E-03	25	57	-0.09711	0.7
2.5	341	7.33E-03	25	57	-0.09281	0.8
2.495	341	7.32E-03	25	57	-0.09134	1
2.496	341	7.32E-03	25	57	-0.09289	1.2
2.497	341	7.32E-03	25	57	-0.09352	1.3
2.497	341	7.32E-03	25	57	-0.09467	1.5
2.498	341	7.33E-03	25	57	-0.09317	1.7
2.498	341	7.32E-03	25	57	-0.09587	1.8
2.506	341	7.35E-03	25	57	-0.09683	2

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
1.714	170	0.01008	25	57	-0.07263	0.2
1.718	170	0.0101	25	57	-0.07733	0.3
1.717	170	0.0101	25	57	-0.07656	0.5
1.721	170	0.01012	25	57	-0.08133	0.7
1.718	170	0.0101	25	57	-0.07963	0.8
1.724	170	0.01014	25	57	-0.07756	1
1.722	170	0.01013	25	57	-0.08265	1.2
1.725	170	0.01015	25	57	-0.08094	1.3
1.723	170	0.01014	25	57	-0.07841	1.5
1.722	170	0.01013	25	57	-0.07624	1.7
1.727	170	0.01016	25	57	-0.07416	1.8
1.724	170	0.01014	25	57	-0.08432	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.5285	10	0.05284	25	57	-0.0799	0.2
0.4469	9.999	0.04469	25	57	-0.07739	0.3
0.4576	10	0.04576	25	57	-0.07717	0.5
0.4704	9.993	0.04707	25	57	-0.07931	0.7
0.4703	9.997	0.04705	25	57	-0.08027	0.8
0.4692	10	0.04692	25	57	-0.07869	1
0.4751	10	0.04751	25	57	-0.07788	1.2
0.4817	10	0.04816	25	57	-0.0766	1.3
0.4811	10	0.04812	25	57	-0.0831	1.5
0.4824	9.999	0.04824	25	57	-0.08006	1.7
0.4842	10	0.04842	25	57	-0.08344	1.8
0.4905	9.998	0.04906	25	57	-0.08273	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.3514	5	0.07028	25	57	-0.08254	0.2
0.3603	5.001	0.07204	25	57	-0.07754	0.3
0.3651	4.999	0.07304	25	57	-0.08315	0.5
0.3642	5	0.07284	25	57	-0.08258	0.7
0.3622	5	0.07245	25	57	-0.08935	0.8
0.3592	4.998	0.07187	25	57	-0.08769	1
0.3639	4.999	0.07279	25	57	-0.08314	1.2
0.3644	5	0.07287	25	57	-0.08444	1.3
0.3544	4.999	0.07089	25	57	-0.09155	1.5
0.351	5	0.0702	25	57	-0.08967	1.7
0.3549	5.002	0.07095	25	57	-0.0898	1.8
0.3614	4.999	0.07229	25	57	-0.08777	2

Tabela A2.9 – Resultados do teste reológico da amostra de fluido base (15lbm/bbl)

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gon	normal force	time
Pa	shear rate 1/s	Pa.s	°C	gap micro m	normai force N	min
4.852	1022	4.75E-03	25	57	-0.2986	0.2
			25			
4.822	1022	4.72E-03		57	-0.305	0.3
4.825	1022	4.72E-03	25	57	-0.2985	0.5
4.815	1022	4.71E-03	25	57	-0.3005	0.7
4.805	1022	4.70E-03	25	57	-0.3086	0.8
4.802	1022	4.70E-03	25	57	-0.3074	1
4.812	1022	4.71E-03	25	57	-0.2939	1.2
4.81	1022	4.71E-03	25	57	-0.3011	1.3
4.809	1022	4.71E-03	25	57	-0.2967	1.5
4.791	1022	4.69E-03	25	57	-0.3095	1.7
4.786	1022	4.68E-03	25	57	-0.3085	1.8
4.782	1022	4.68E-03	25	57	-0.3026	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
2.793	511	5.47E-03	25	57	-0.1181	0.2
2.805	511	5.49E-03	25	57	-0.1111	0.3
2.796	511	5.47E-03	25	57	-0.1165	0.5
2.811	511	5.50E-03	25	57	-0.1166	0.7
2.804	511	5.49E-03	25	57	-0.111	0.8
2.808	511	5.50E-03	25	57	-0.1131	1
2.818	511	5.52E-03	25	57	-0.1117	1.2
2.837	511	5.55E-03	25	57	-0.1104	1.3
2.828	511	5.53E-03	25	57	-0.1108	1.5
2.84	511	5.56E-03	25	57	-0.119	1.7
2.818	511	5.52E-03	25	57	-0.1116	1.8
2.83	511	5.54E-03	25	57	-0.109	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
2.234	341	6.55E-03	25	57	-0.07971	0.2
2.204	341	6.46E-03	25	57	-0.08773	0.3
2.235	341	6.56E-03	25	57	-0.08404	0.5
2.219	341	6.51E-03	25	57	-0.08183	0.7
2.228	341	6.54E-03	25	57	-0.08962	0.8
2.235	341	6.56E-03	25	57	-0.08648	1
2.236	341	6.56E-03	25	57	-0.07792	1.2
2.267	341	6.65E-03	25	57	-0.07509	1.3
2.255	341	6.61E-03	25	57	-0.07905	1.5
2.227	341	6.53E-03	25	57	-0.08296	1.7
2.228	341	6.53E-03	25	57	-0.08826	1.8
2.222	341	6.52E-03	25	57	-0.08665	2

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
1.555	170	9.14E-03	25	57	-0.06067	0.2
1.515	170	8.91E-03	25	57	-0.06929	0.3
1.574	170	9.26E-03	25	57	-0.06399	0.5
1.511	170	8.89E-03	25	57	-0.06793	0.7
1.527	170	8.98E-03	25	57	-0.07227	0.8
1.505	170	8.85E-03	25	57	-0.06585	1
1.524	170	8.96E-03	25	57	-0.06979	1.2
1.515	170	8.91E-03	25	57	-0.06911	1.3
1.544	170	9.08E-03	25	57	-0.06916	1.5
1.553	170	9.13E-03	25	57	-0.06806	1.7
1.543	170	9.08E-03	25	57	-0.06225	1.8
1.543	170	9.08E-03	25	57	-0.07214	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.3936	10.01	0.03934	25	57	-0.07213	0.2
0.389	10	0.0389	25	57	-0.06982	0.3
0.3769	9.999	0.0377	25	57	-0.07063	0.5
0.4001	9.992	0.04004	25	57	-0.07546	0.7
0.4824	9.983	0.04833	25	57	-0.04918	0.8
0.3808	10	0.03808	25	57	-0.07686	1
0.4074	10	0.04074	25	57	-0.0678	1.2
0.3973	10	0.03972	25	57	-0.07342	1.3
0.3971	10	0.03971	25	57	-0.07624	1.5
0.3893	9.995	0.03895	25	57	-0.07488	1.7
0.3844	10	0.03843	25	57	-0.0765	1.8
0.401	9.998	0.04011	25	57	-0.07846	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
0.2651	4.998	0.05305	25	57	-0.07741	0.2
0.2698	5	0.05397	25	57	-0.07558	0.3
0.2691	5.002	0.0538	25	57	-0.0742	0.5
0.276	5	0.0552	25	57	-0.07195	0.7
0.2686	4.999	0.05374	25	57	-0.07774	0.8
0.2818	5	0.05637	25	57	-0.079	1
0.4054	5.054	0.08022	25	57	-0.06161	1.2
0.2815	5.004	0.05624	25	57	-0.08084	1.3
0.403	5.024	0.08021	25	57	-0.06846	1.5
0.447	4.994	0.0895	25	57	-0.01939	1.7
0.271	4.997	0.05422	25	57	-0.0834	1.8
0.3066	5.001	0.06132	25	57	-0.08231	2

Tabela A2.10 – Resultados do teste reológico da amostra de fluido completo (15lbm/bbl)

shear stress	shear rate	viscosity	tompovotuvo	gan	normal force	time
Pa	shear rate 1/s	Pa.s	temperature °C	gap micro m	normai force N	min
11.92	1022	0.01166	25	57	-0.2923	0.2
11.83	1022	0.01157	25	57	-0.2923	0.2
11.75	1022	0.0115	25	57	-0.2979	0.5
11.72	1022	0.0113	25	57	-0.3027	0.7
11.72	1022	0.01146	25	57	-0.3002	0.8
11.68	1022	0.01143	25	57	-0.3004	1
11.67	1022	0.01143	25	57	-0.2963	1.2
11.64	1022	0.01111	25	57	-0.2996	1.3
11.64	1022	0.01139	25	57	-0.2963	1.5
11.64	1022	0.01139	25	57	-0.2974	1.7
11.63	1022	0.01138	25	57	-0.299	1.8
11.64	1022	0.01139	25	57	-0.2922	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	°C	micro m	N	min
7.347	511	0.01438	25	57	-0.12	0.2
7.309	511	0.0143	25	57	-0.119	0.3
7.296	511	0.01428	25	57	-0.1201	0.5
7.289	511	0.01426	25	57	-0.1245	0.7
7.267	511	0.01422	25	57	-0.1176	0.8
7.252	511	0.01419	25	57	-0.1225	1
7.241	511	0.01417	25	57	-0.1234	1.2
7.227	511	0.01414	25	57	-0.1476	1.3
7.217	511	0.01412	25	57	-0.1334	1.5
7.187	511	0.01406	25	57	-0.1406	1.7
7.151	511	0.01399	25	57	-0.1406	1.8
7.106	511	0.01391	25	57	-0.1355	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
5.506	341	0.01615	25	57	-0.111	0.2
5.458	341	0.01601	25	57	-0.1115	0.3
5.439	341	0.01595	25	57	-0.1137	0.5
5.435	341	0.01594	25	57	-0.113	0.7
5.418	341	0.01589	25	57	-0.1083	0.8
5.463	341	0.01602	25	57	-0.09656	1
5.408	341	0.01586	25	57	-0.1164	1.2
5.398	341	0.01583	25	57	-0.1083	1.3
5.362	341	0.01572	25	57	-0.1141	1.5
5.364	341	0.01573	25	57	-0.1204	1.7
5.353	341	0.0157	25	57	-0.1228	1.8
5.352	341	0.0157	25	57	-0.1257	2

shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathrm{C}$	micro m	N	min
3.531	170	0.02077	25	57	-0.1021	0.2
3.532	170	0.02077	25	57	-0.0917	0.3
3.499	170	0.02059	25	57	-0.1029	0.5
3.52	170	0.02071	25	57	-0.1059	0.7
3.5	170	0.02059	25	57	-0.105	0.8
3.558	170	0.02093	25	57	-0.1058	1
3.49	170	0.02053	25	57	-0.1083	1.2
3.487	170	0.02051	25	57	-0.1137	1.3
3.471	170	0.02042	25	57	-0.1021	1.5
3.47	170	0.02041	25	57	-0.1127	1.7
3.475	170	0.02044	25	57	-0.1042	1.8
3.465	170	0.02038	25	57	-0.1159	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.6202	9.999	0.06202	25	57	-0.096	0.2
0.5639	10	0.05639	25	57	-0.115	0.3
0.5741	10.01	0.05738	25	57	-0.1032	0.5
0.5995	9.999	0.05996	25	57	-0.114	0.7
0.6111	9.996	0.06113	25	57	-0.1177	0.8
0.5679	9.999	0.05679	25	57	-0.12	1
0.6015	10	0.06015	25	57	-0.0873	1.2
0.62	9.999	0.062	25	57	-0.1038	1.3
0.5408	9.998	0.05409	25	57	-0.1299	1.5
0.5446	9.993	0.0545	25	57	-0.131	1.7
0.5258	9.999	0.05258	25	57	-0.1315	1.8
0.5423	10.04	0.05399	25	57	-0.1311	2
shear stress	shear rate	viscosity	temperature	gap	normal force	time
Pa	1/s	Pa.s	$^{\circ}\mathbf{C}$	micro m	N	min
0.3261	5	0.06521	25	57	-0.1301	0.2
0.354	5.002	0.07078	25	57	-0.131	0.3
0.3253	4.999	0.06508	25	57	-0.136	0.5
0.3626	4.997	0.07256	25	57	-0.1405	0.7
0.3217	5.004	0.06427	25	57	-0.1376	0.8
0.3209	5	0.06419	25	57	-0.1351	1
0.4143	5	0.08286	25	57	-0.1305	1.2
0.3552	4.996	0.07108	25	57	-0.1293	1.3
0.324	5	0.06481	25	57	-0.1408	1.5
.3265	4.999	0.06532	25	57	-0.1412	1.7
0.3175	5	0.0635	25	57	-0.1433	1.8
0.3799	4.983	0.07624	25	57	-0.142	2

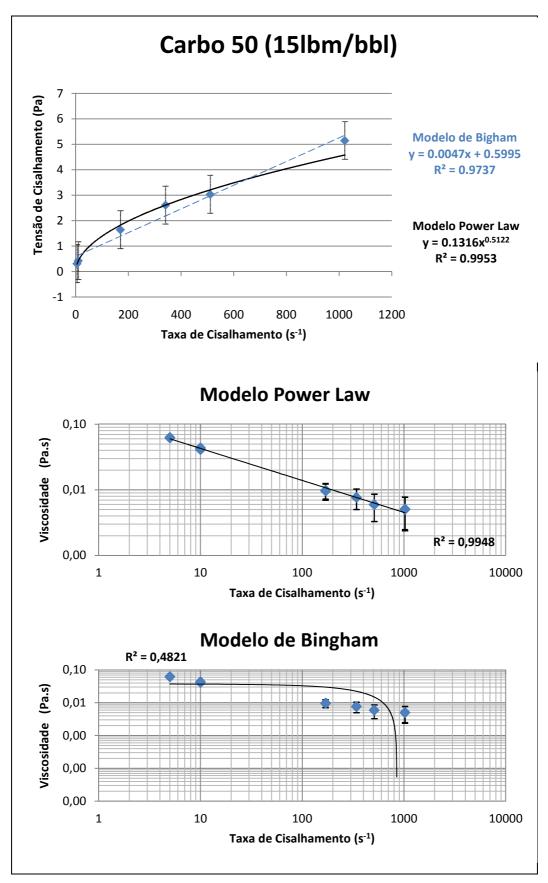


Figura A2. 1 - Comportamento reológico da amostra Carbo 50 - 15lbm/bbl.

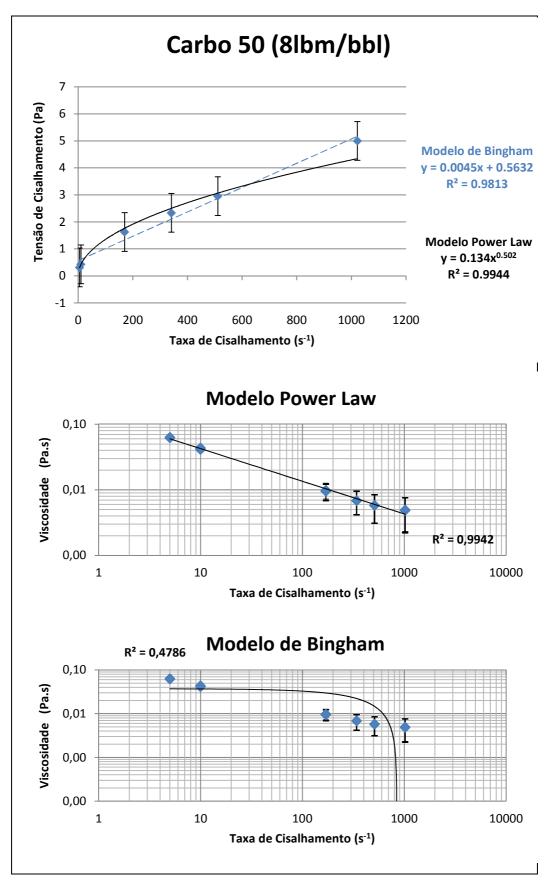


Figura A2. 2 - Comportamento reológico da amostra Carbo 50 - 8lbm/bbl.

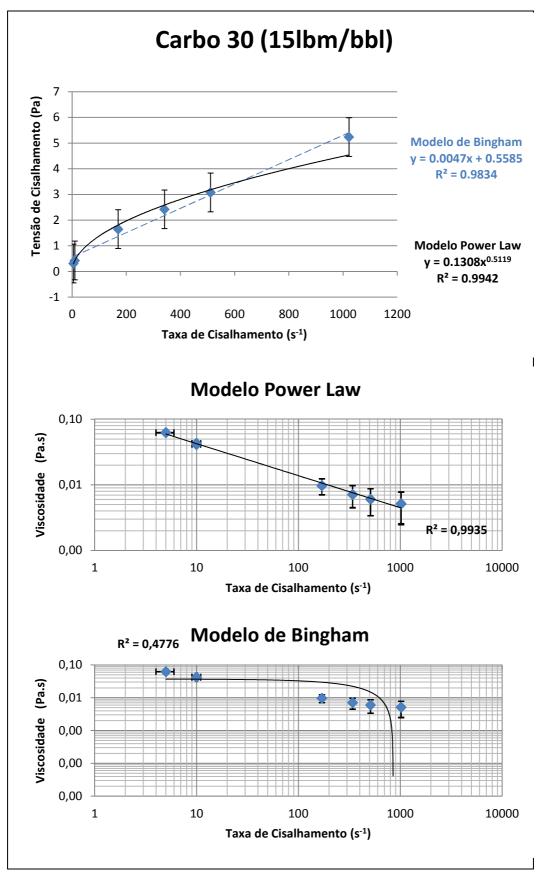


Figura A2.3 - Comportamento reológico da amostra Carbo 30 - 15lbm/bbl.

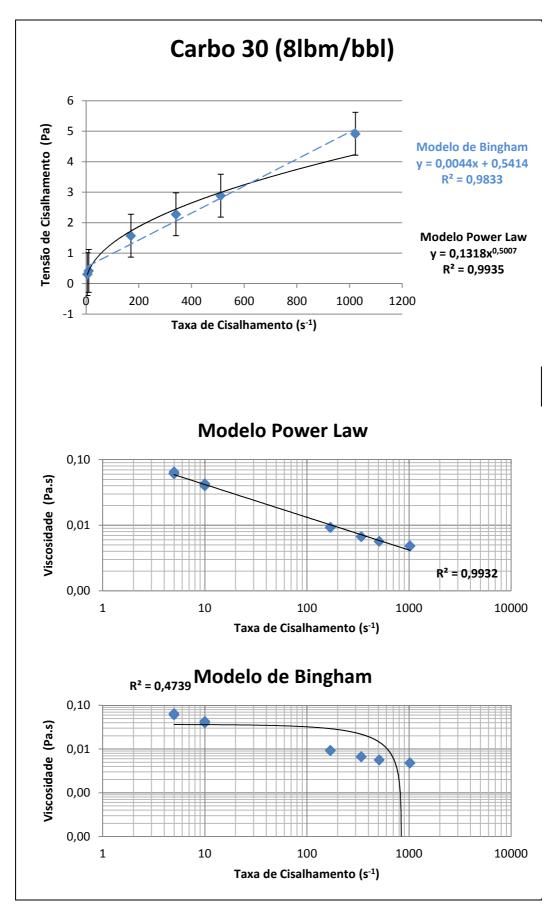


Figura A2. 4 - Comportamento reológico da amostra Carbo 30 - 8lbm/bbl.

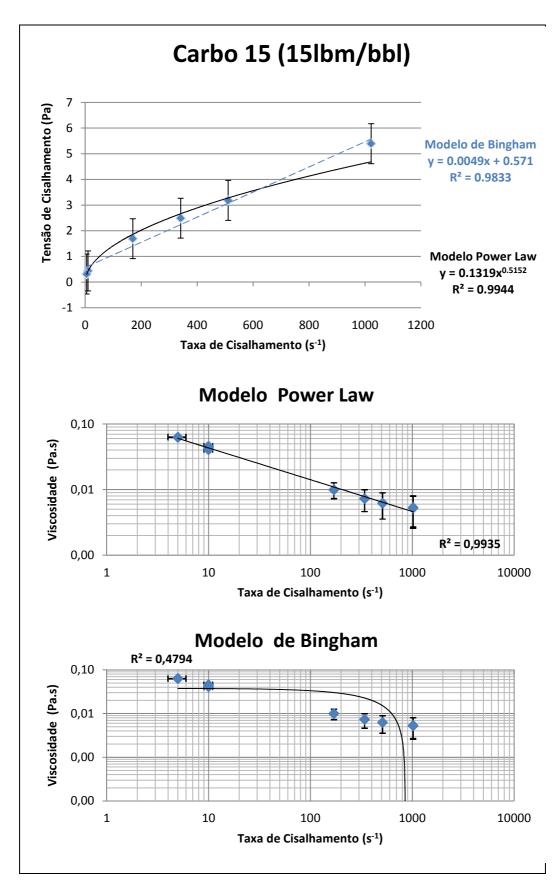


Figura A2. 5 - Comportamento reológico da amostra Carbo 15 - 15lbm/bbl.

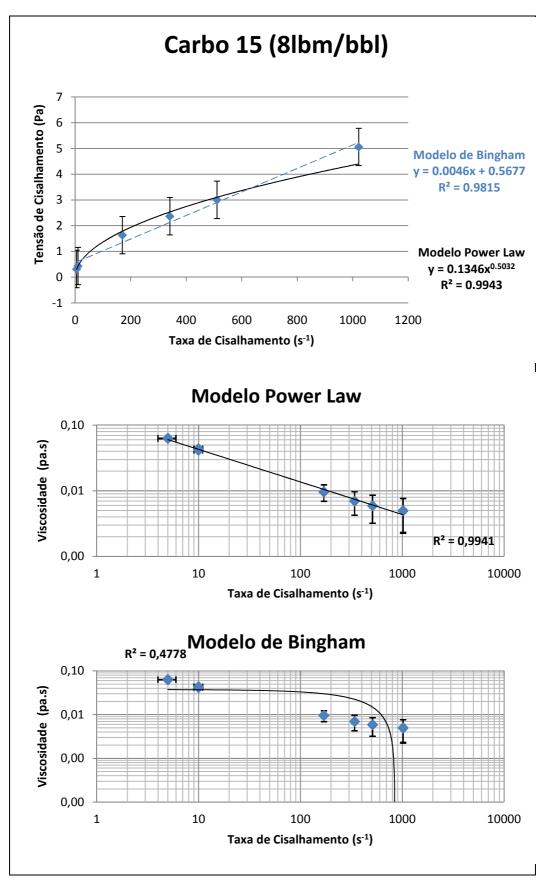


Figura A2. 6 - Comportamento reológico da amostra Carbo 15 - 8lbm/bbl.

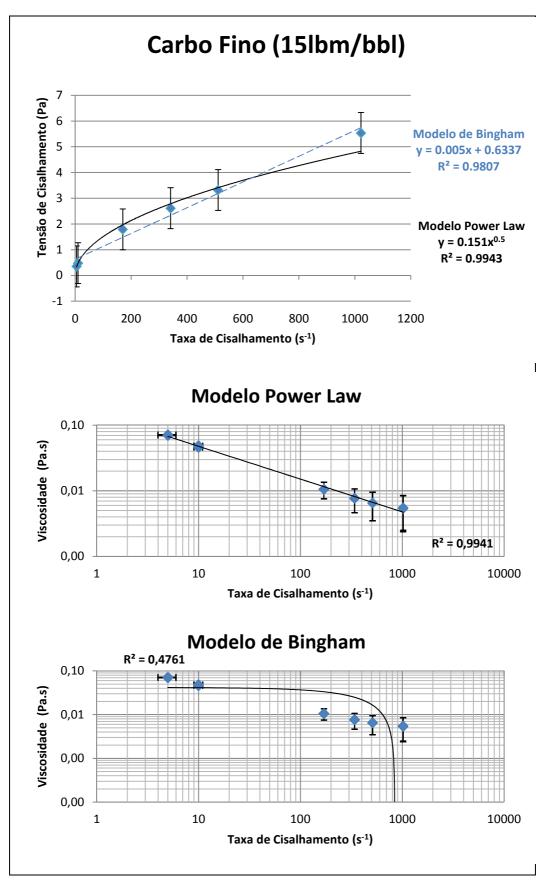


Figura A2. 7 - Comportamento reológico da amostra Carbo Fino - 15lbm/bbl.

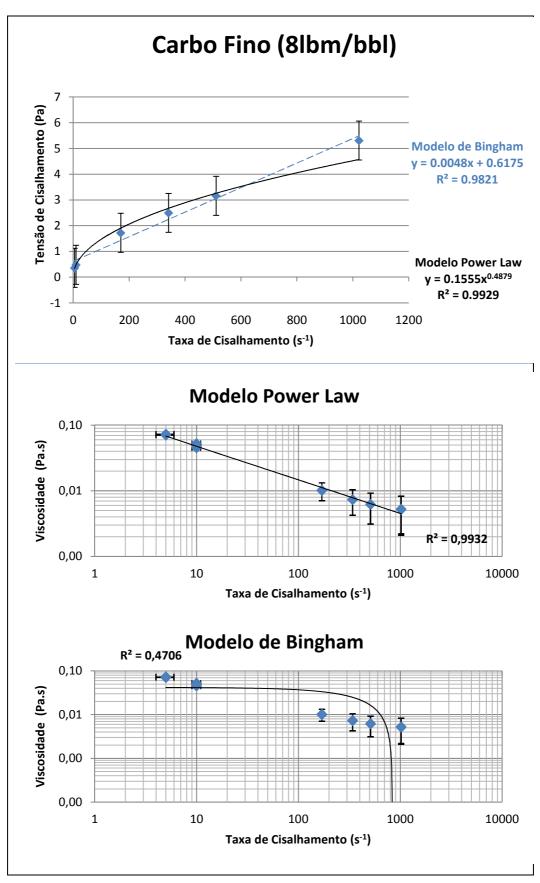


Figura A2. 8 - Comportamento reológico da amostra Carbo Fino - 8lbm/bbl.

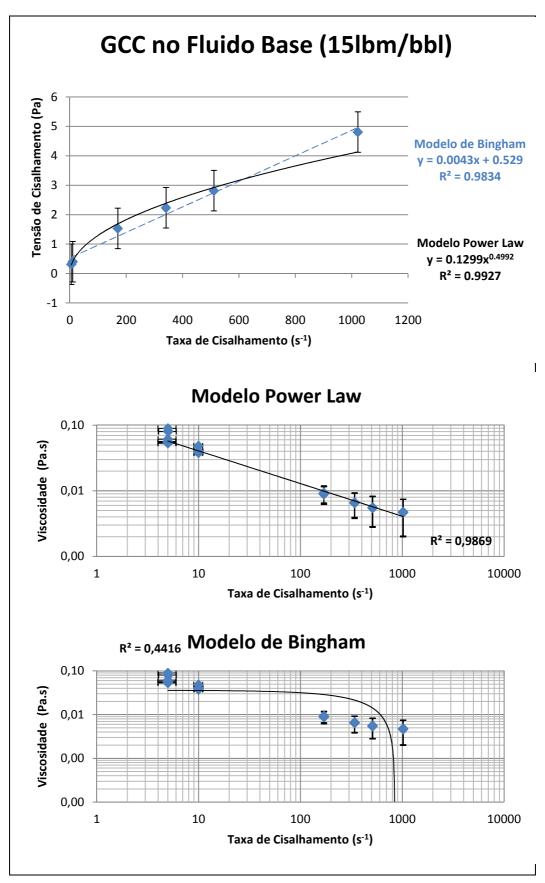


Figura A2. 9 - Comportamento reológico do fluido Base - 15lbm/bbl.

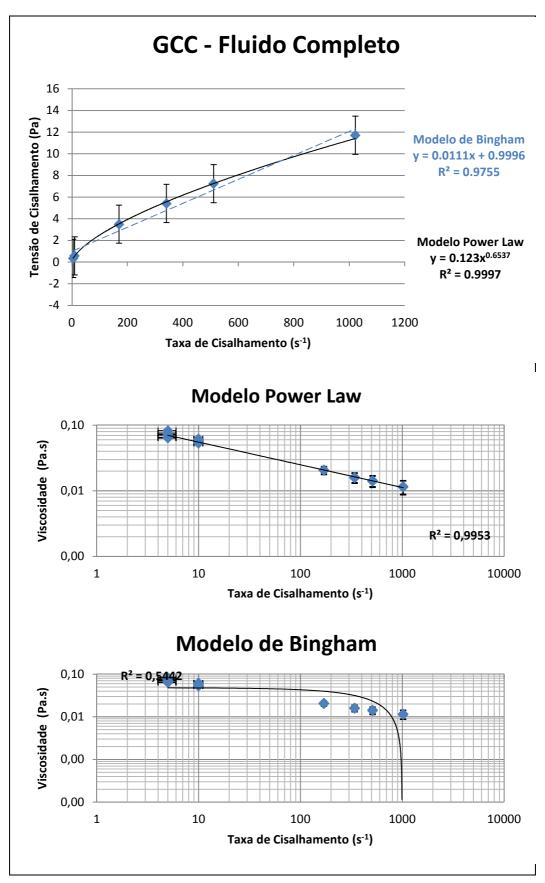


Figura A2. 10 - Comportamento reológico do fluido Completo - 15lbm/bbl.