



**REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL**  
MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO, INDÚSTRIA, COMÉRCIO E SERVIÇOS  
**INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL**

CARTA PATENTE Nº BR 102018074828-9

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

**(21) Número do Depósito:** BR 102018074828-9

**(22) Data do Depósito:** 30/11/2018

**(43) Data da Publicação Nacional:** 09/06/2020

**(51) Classificação Internacional:** E21B 21/06; B01D 17/02; B01D 17/04; C09K 8/32.

**(52) Classificação CPC:** E21B 21/068; B01D 17/0217; B01D 17/04; C09K 8/32.

**(54) Título:** PROCESSO PARA TRATAMENTO DE RESÍDUOS DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO DE PETRÓLEOS PARA REAPROVEITAMENTO DO ÓLEO

**(73) Titular:** UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO - UFES, Instituição de Ensino e Pesquisa. CGC/CPF: 32479123000143. Endereço: AVENIDA FERNANDO FERRARI, 514, GOIABEIRAS, CAMPUS I, VITÓRIA, ES, BRASIL(BR), 29075-910, Brasileira

**(72) Inventor:** LAINE BADARÓ PEREIRA; CRISTINA MARIA DOS SANTOS SAD; PAULO ROBERTO FILGUEIRAS; VALDEMAR LACERDA JUNIOR; EUSTÁQUIO VINÍCIUS RIBEIRO DE CASTRO.

**Prazo de Validade:** 20 (vinte) anos contados a partir de 30/11/2018, observadas as condições legais

**Expedida em:** 23/12/2025

Assinado digitalmente por:

**Alexandre Dantas Rodrigues**

Diretor de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

Relatório Descritivo

**“PROCESSO PARA TRATAMENTO DE RESÍDUOS DE FLUIDOS DE  
PERFURAÇÃO DE PETRÓLEOS PARA REAPROVEITAMENTO DO ÓLEO”**

CAMPO DA INVENÇÃO

[001] A presente invenção pertence ao campo de processos para tratamento de resíduos de fluidos de perfuração de petróleo para reaproveitamento do óleo. O processo proposto possibilita a separação do óleo em resíduos de fluidos de perfuração de base aquosa a partir da utilização de métodos físicos e químicos, tais como o uso de força centrífuga e hidrociclone associado ao uso de polímeros naturais e sintéticos. O óleo separado possui propriedades físico-químicas interessantes, podendo ser reaproveitado na etapa de processamento primário de petróleo, minimizando o impacto ambiental causado pelos resíduos oleosos.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

[002] Os fluidos de perfuração de petróleo são misturas homogêneas complexas, quimicamente estáveis, de compostos naturais ou sintéticos utilizados na etapa de Exploração e Produção de petróleo (E & P). São classificados de acordo com sua base que pode ser aquosa (geralmente água doce ou salgada), base oleosa (normalmente emulsões do tipo água em óleo), base sintética (compostos por ésteres, éteres poli-alfa-olefinas e acetatos) e os fluidos pneumáticos que podem ser à base de ar, gás ou espuma (**Mitchell R.F., Miska S.Z.**

**Fundamentals of Drilling Engineering. vol. 12. USA: Society of Petroleum Engineers, copyright; 2011).** Eles são responsáveis por carrear os fragmentos das rochas perfuradas até superfície e manter esses fragmentos em suspensão nas paradas de circulação de fluido no poço. Além disso, atuam no resfriamento e lubrificação das brocas, reduzindo a corrosão, sustentando hidraulicamente as paredes do poço e mantendo os níveis ideais de densidade evitando que o petróleo e gás cheguem à superfície de maneira desordenada, dentre outros (**Darley H.C.H., Gray G.R. Composition and properties of drilling and completion fluids. 5th ed. Houston: Gulf Publishing Company; 1988).**

[003] Os primeiros fluidos de perfuração desenvolvidos foram os de base aquosa. Segundo Darley & Gray (1988), durante a década de 1890, os fluidos eram compostos basicamente por água e argila e tinham o objetivo de estabilizar as paredes do poço. Contudo, foram surgindo dificuldades nas perfurações dos poços, por exemplo, as formações rochosas compostas por folhelhos, altas pressões e temperaturas acarretaram na diminuição da eficácia dos fluidos de base aquosa. Com isso, na década de 1930 começaram a serem utilizados os fluidos á base de óleo, que segundo Darley & Gray (1988), apresentaram melhor eficiência na perfuração (**DARLEY, H. C. H.; GRAY, G. R. Composition and properties of drilling and completion fluids. 5. ed. Houston:Gulf Publishing Company, 1988).** Entretanto, os fluidos a base de óleo são muito impactantes ao meio ambiente, além de possuírem alta toxicidade (**CORRÊA, C. C.; CRUZ, G. F.; VAZ JUNIOR, A. S. L.; ARAÚJO, B. S. A.; SILVA, A. A.; RODRIGUES, R. A.; LOMBA, R. F. T.; WALDMANN, A. T. A. Avaliação do potencial uso de bioglicerina como base para**

**formulação de fluidos de perfuração aquosos para poços de petróleo e gás. Química Nova, Vol. 40, No. 4, 378-387, 2017).**

[004] Como alternativa ao uso dos fluidos de perfuração à base de óleo, os fluidos sintéticos começaram a ser desenvolvidos em 1990, pelo fato de serem menos tóxicos e mais biodegradáveis quando comparado aos de base óleo. Porém, possuem alto custo de produção (**MITCHEL, R. F.; MISKA, S. C. Fundamentals of drilling engineering. USA. Society of Petroleum Engineers, copyright, 2011).**

[005] Atualmente os fluidos de perfuração de base aquosa são muito utilizados (aproximadamente em 80% das perfurações), por possuírem baixo custo e serem biodegradáveis (**Khanpour R., Sheikhi-Kouhsar M.R., Esmaeilzadeh F., Mowla D. Removal of contaminants from polluted drilling mud using supercritical carbon dioxide extraction. J Supercrit Fluids 2014;88:1-7. doi:10.1016/j.supflu.2014.01.004).** Nesses fluidos são incorporadas substâncias como polímeros (carboximetilcelulose), argilas (bentonitas) e sais, compondo um sistema sólido/líquido, com o intuito de melhorar as funções a serem exercidas por eles (**Mitchell R.F., Miska S.Z. Fundamentals of Drilling Engineering. vol. 12. USA: Society of Petroleum Engineers, copyright; 2011).**

[006] Os fluidos de perfuração são circulados do poço até a plataforma várias vezes durante a perfuração de um poço de petróleo. O resíduo possui vários compostos poluentes, destacando-se a contaminação com o óleo advindo do reservatório de petróleo (**Elnenay A.E.M.H., Nassef E., Malash G.F., Magid M.H.A. Treatment of drilling fluids wastewater by electrocoagulation. Egypt J Pet 2017;26:203-8. doi:10.1016/j.ejpe.2016.03.005).** Esse resíduo pode ser

reinjetado no próprio reservatório de petróleo ou disposto em aterros industriais para posterior tratamento, que são destinações de baixo custo (**Khanpour R., Sheikhi-Kouhsar M.R., Esmaeilzadeh F., Mowla D. Removal of contaminants from polluted drilling mud using supercritical carbon dioxide extraction. J Supercrit Fluids 2014;88:1-7. doi:10.1016/j.supflu.2014.01.004**). A Associação Brasileira de Normas Técnicas classifica-o como resíduo classe I (perigoso) pela NBR 10004 (2004) por possuir alta toxicidade, corrosividade e reatividade (**NBR 10004:2004. Resíduos sólidos: Classificação. Brazil: Associação Brasileira de Normas Técnicas: 20045**).

[007] Geralmente, as indústrias petrolíferas fazem o descarte de resíduo de lama de perfuração reinjetando-o no próprio poço ou colocando em aterros, pois são destinações finais de baixo custo. Porém, fatores como avaliar o risco de contaminação de águas subterrâneas, conhecer a composição química e a reatividade do resíduo devem ser considerados para determinar o risco ambiental (**Ball A.S., Stewart R.J., Schliephake K. A review of the current options for the treatment and safe disposal of drill cuttings. Waste Manag Res 2012;30:457-73. doi:10.1177/0734242X11419892**).

[008] Métodos físicos (uso de temperatura e força centrífuga) e químicos (agentes desmulsificante) têm sido amplamente utilizados para tratamento de resíduos de fluidos de perfuração, tanto de base oleosa, como de base aquosa.

[009] O documento americano US4482459A descreve um processo contínuo para a recuperação de resíduos de fluidos de perfuração. O processo compreende na separação sólido/líquido por métodos químicos e físicos utilizando

coagulação e floculação. Em seguida a água é tratada até atender os requisitos de descarga ambiental.

[0010] O documento CN103626344B apresenta um método e equipamento para a separação sólido/líquido de resíduos de fluidos de perfuração de base aquosa com a utilização de agente floculante e força centrífuga.

[0011] O documento CN106508163A fornece um composto e metodologia para tratamento do solo contaminado com resíduos de fluido de perfuração de base aquosa, tornando-o apto para cultivo e sem poluição secundária.

[0012] O documento americano US20100130387A1 fornece um método de reciclagem e descontaminação de resíduos de fluidos de perfuração à base de óleo. O método consiste na remoção dos sólidos grosseiros da lama, quebrando a emulsão e separando as fases óleo/água/sólidos. Em uma abordagem o óleo residual e a água presentes nos sólidos são completamente vaporizados, e em outra abordagem o óleo residual é vaporizado e recondensado para que seja usado para fornecer energia para o processo. O método produz um produto sólido isento da contaminação de óleo, apto para a reutilização.

[0013] O documento US20100126936A1 segue o mesmo procedimento que o documento US20100130387A1. No entanto, além da obtenção do sólido como produto, obtêm-se também o óleo para reutilização como fonte de energia, e a água que pode ser vaporizada para que os sais presentes na mesma sejam capturados como evaporitos e depois misturados ao produto sólido. Dessa forma, aproveitando o máximo de um resíduo que seria descartado prejudicando o meio ambiente.

[0014] O documento americano US20090093665A1 consiste em um método de solidificação de compostos tóxicos e perigosos presentes nos resíduos de fluidos de perfuração.

[0015] O documento CN102718341A divulga uma tecnologia de tratamento inofensivo de resíduos de fluidos de perfuração com a utilização de agentes flocculantes e desemulsificante, e também a força centrífuga para que ocorra a separação das fases água/óleo. O óleo é removido e a água é tratada para atender os padrões nacionais de descarga de esgoto.

[0016] O documento CN203159356 descreve um sistema para recuperação de óleo em fluidos de perfuração à base de óleo abandonado. O sistema compreende em um tanque de decantação, uma centrífuga de alta eficiência, um segundo tanque de decantação, um tanque de separação água/óleo cônico, um tanque para armazenamento da água e outro para armazenamento do óleo. Para que ocorra a separação são adicionados agentes desemulsificantes já no primeiro tanque de decantação. A taxa de recuperação da fase óleo pode chegar a 80%.

[0017] O documento CN105733640A apresenta um método de tratamento para resíduos de fluidos de perfuração de base óleo onde se adota um pré-tratamento termodinâmico e a extração do óleo com a utilização de dióxido de carbono supercrítico.

[0018] O documento US2476846A refere-se à recuperação de resíduos de fluidos de perfuração à base óleo, que possibilita a separação de fase e reaproveitamento das mesmas.

[0019] Na totalidade dos sistemas e metodologias encontradas, abordando tratamento de resíduo de fluidos de

perfuração, verificou-se que o uso da temperatura, agentes desmulsificantes, floculantes e força centrífuga são amplamente utilizados para que ocorra a separação de fases.

[0020] Observou-se também, que em alguns sistemas, principalmente para tratamento de fluidos de base aquosa, o objetivo principal é o tratamento da água para adequação aos parâmetros ambientais, tendo em vista a água é a fase predominante neste tipo de resíduo.

[0021] Quanto à recuperação e reaproveitamento da fase óleo, verificou-se metodologias e procedimentos apenas para os resíduos de fluidos de perfuração de base oleosa, que envolve principalmente a quebra de emulsão água/óleo.

[0022] Em nenhuma anterioridade verificou-se uma metodologia semelhante à desenvolvida, visando o reaproveitamento do óleo em resíduos de fluidos de perfuração de base aquosa.

[0023] Dessa forma, a presente invenção apresenta várias vantagens, pois apresenta uma metodologia de baixo custo para o tratamento de resíduos de fluidos de perfuração de base aquosa, que possibilita a separação das fases óleo/água/sedimentos de forma eficiente, onde a fase óleo pode ser reaproveitada no processamento primário de petróleos, minimizando os impactos ambientais causados por esses resíduos.

#### SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[0024] O presente documento apresenta um processo para tratamento de resíduos de fluidos de perfuração de base aquosa por meio da separação das fases óleo/água/sedimentos e caracterização das mesmas, visando principalmente a

reutilização do óleo, tendo em vista que ele é um dos principais contaminantes desse tipo de resíduo. Tal processo envolve a utilização de força centrífuga, temperatura, produtos poliméricos naturais e sintéticos.

#### BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS/DESENHOS

[0025] A modalidade da invenção, juntamente com as vantagens adicionais da mesma podem ser melhor explanadas e compreendidas mediante referência aos desenhos em anexo e a seguinte descrição:

[0026] A **Figura 1** anexa apresenta de forma simplificada, o processo proposto para a separação das fases óleo/água/sedimentos pelo método físico.

[0027] A **Figura 2** anexa apresenta de forma simplificada, o processo proposto para a separação das fases óleo/água/sedimentos pelo método químico.

#### DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[0028] O processo para tratamento de resíduos de fluidos de perfuração por meio da comparação entre métodos físico e químico para separação do óleo emulsionado aqui proposto foi desenvolvido para a aplicação em resíduos de fluidos de perfuração de base aquosa que possui óleo associado a eles.

[0029] Frente ao estado da técnica, tal processo apresenta diversas vantagens, citando-se a utilização de técnicas tradicionalmente utilizadas na etapa de upstream, que inclui o uso de temperatura e força centrífuga. A

utilização de polímeros sintéticos e naturais possibilita um aumento na eficiência da separação de fases devido a seu poder desemulsificante. O processo foi desenvolvido para que a separação de fases, principalmente da fase água/óleo, ocorra de forma eficiente, para que o óleo seja removido e reutilizado no processamento primário por possuir valor agregado.

[0030] O processo descrito no presente documento pode ser melhor detalhado e compreendido mediante referência às figuras presentes neste documento e a descrição seguinte.

[0031] Foi utilizada uma amostra de resíduos de fluidos de perfuração de petróleos de base aquosa (resíduos oleosos) designada como Lama 1, provenientes das atividades de E & P.

[0032] Foram testadas duas amostras de polímeros naturais designados como Polímero A (extrato vegetal sólido obtido da casca da acácia negra - *Acacia mearnsii* de Wild), Polímero B (produto à base do extrato obtido da acácia negra com 5% de óleo de limoneno extraído da casca de laranja), e uma amostra de polímero sintético Polímero C (produto comercial que contém tensoativos à base de copolímeros de óxido de polietileno e óxido de polipropileno (PEO-PPO) com diferentes proporções molares de EO/PO).

[0033] Para separar óleo, água e sedimentos da Lama 1 **(101)** pelo processo físico (**Figura 1**), foram realizados testes gravitacionais nas temperaturas de 20-100 °C em um banho. Para isso, uma quantidade de amostra foi colocada em um tubo cônico de vidro calibrado com graduação, sendo que a cada temperatura aguardou-se de 10-50 minutos para avaliar a separação gravitacional das fases óleo/água/sedimento. Após esse tempo, foi anotado o volume de

óleo/água/sedimentos. Esperou-se o resfriamento natural das amostras até atingir 25 °C e em seguida, estas foram centrifugadas em um hidrociclone **(102)** utilizando rotações variando de 1000-5000 rpm nas mesmas temperaturas acima. A fase óleo designada como Óleo 1 **(103)**, foi separada para caracterização físico-química quanto as propriedades: teor de água, densidade, densidade API, viscosidades cinemática e dinâmica, número de acidez total (NAT), teor de enxofre total, ponto de fluidez e teor de saturados, aromáticos e polares (SAP). Também foi realizada a caracterização da fase água (Água 1) **(104)** em termos de pH, condutividade, Cloretos totais, turbidez, sólidos totais, fixos e voláteis, e da fase sedimentos (Sedimentos 1) **(105)** em termos de sólidos totais, fixos e voláteis. Nos sólidos fixos obtidos das amostras de água e sedimentos realizou-se análises de difratometria (XRD) e fluorescência (XRF) de raios-X.

[0034] Para o processo químico o mesmo procedimento de separação de óleo, água e sedimentos foi realizado. No entanto, foi adicionado à amostra uma quantidade variando de 0,01-1,00% (v/v) dos Polímeros A, B e C **(201)**. Após o processo de separação para cada polímero utilizado, a fase óleo foi separada e designada como Óleo 2A **(202)** (Polímero A), Óleo 2B **(203)** (Polímero B) e Óleo 2C **(204)** (Polímero C), a fase água como Água 2A **(205)**, Água 2B **(206)** e Água 2C **(207)** e a fase sedimentos como Sedimentos 2A **(208)**, Sedimentos 2B **(209)** e Sedimentos 2C **(210)**.

[0035] Foram selecionados o óleo, a água e os sedimentos separados com os polímeros que apresentaram melhor eficiência na separação de fases para caracterização físico-química a fim de comparar as propriedades com os resultados obtidos pelo método físico.

[0036] A invenção pode ser descrita e adicionalmente explicada por meio dos seguintes exemplos:

#### EXEMPLOS

##### **EXEMPLO 1 - SEPARAÇÃO DAS FASES ÓLEO/ÁGUA/SEDIMENTOS DA LAMA 1 PELO PROCESSO FÍSICO**

[0037] Os testes físicos de separação gravitacional sem uso de temperatura mostraram que não houve separação das fases óleo/água/sedimentos no tempo requerido, e esse perfil permaneceu mesmo com o aumento da temperatura. Ao aplicar a força centrífuga, fatores como o aumento da rotação e temperatura favoreceu a separação de fases, com 20% (v/v) de óleo separado (**Figura 3**).

##### **EXEMPLO 2 - SAPARAÇÃO DAS FASES ÓLEO/ÁGUA/SEDIMENTOS DA LAMA 1 USANDO POLÍMEROS NATURAIS E SINTÉTICOS (PROCESSO QUÍMICO)**

[0038] Os testes de separação gravitacional com a adição dos Polímeros A, B e C com ou sem uso de temperatura mostraram que não houve separação das fases óleo/água/sedimentos no tempo requerido. Entretanto, esse comportamento mudou com o aumento da concentração dos polímeros sob o efeito da rotação e temperatura, onde ocorreu a separação de fases.

[0039] Os resultados apresentados na **Figura 4** mostra o efeito dos polímeros A, B e C e suas respectivas concentrações, da temperatura e rotação na separação do óleo. Em relação ao Polímero A, foi possível observar que o aumento

da rotação e da quantidade de A, favoreceu a separação do óleo em temperaturas menores. Ao comparar com os resultados obtidos pelo método físico sem a utilização de polímeros, observou-se que com uma pequena adição de A, foi possível reduzir a rotação e a temperatura. No entanto, o aumento da concentração de A, provocou a diminuição na quantidade de óleo separado para 16% (v/v). A quantidade de agente desemulsificante pode influenciar na eficiência da separação água/óleo.

[0040] Para o polímero B, uma pequena concentração foi eficiente para reduzir a temperatura e a rotação. Já o aumento da quantidade adicionada, não influenciou na redução da temperatura e rotação. E, a quantidade de óleo separado também diminuiu com a adição de maiores quantidades.

[0041] Da mesma forma que o Polímero B, uma pequena quantidade do Polímero C foi eficiente para reduzir a temperatura e rotação, quanto comparado com o processo físico. No entanto, não houve redução da quantidade de óleo separado, com a adição de maiores quantidades.

[0042] Em geral, pode se observar que a adição de uma pequena quantidade do Polímero C foi eficiente para separar a fase óleo da Mud 1 em condições de temperatura e rotação menores do que somente pelos métodos físicos.

[0043] A eficiência de separação do óleo sob o efeito dos Polímeros A e B, foi similar em baixas concentrações (**Figura 4**). Entretanto, o Polímero C destacou-se na eficiência de separação do óleo quando correlacionado com a quantidade adicionada, menor rotação, menor temperatura. Sendo assim, pode ser definido que o Polímero C apresentou condições ideais para a separação do óleo da Lama 1 com eficiência. Este é um resultado interessante, pois menores

rotações, temperatura e concentração de produto também reduzem o custo do processo (**Figura 4**).

[0044] Ao comparar os métodos físicos e químicos com e sem o uso de aquecimento, o gráfico de variância média (**Figura 5**) mostra que o método químico apresentou menor variância do que o método físico, sendo que o método químico com o uso de temperatura obteve a maior média de óleo separado e a menor variância associada. Este comportamento não foi observado no método físico, onde nota-se uma grande variância nos resultados.

### **EXEMPLO 3 - CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO SEPARADO DA LAMA 1**

[0045] Para avaliar o Óleo 1 (separado pelo método físico) e o Óleo 2C (separado pelo método químico), foi feita sua caracterização físico-química. As análises foram realizadas em conformidade com as normas técnicas citadas e estão apresentadas na **Tabela 1**.

[0046] Destaca-se para o Óleo 1, que o teor de água foi de 0,58% (v/v) ficando inferior a 1% (v/v), demonstrando que o processo de separação óleo/água/sedimentos da Lama 1 foi eficiente. É importante ressaltar que o teor de água acima de 1% (v/v) no óleo, pode interferir na determinação das propriedades físico-químicas do óleo.

[0047] O Óleo 1 apresentou densidade 0,7997 e densidade API 44,4 (**Tabela 1**). Um alto valor de densidade API, logo uma menor densidade no óleo é desejável por apresentar predominância de compostos saturados de menor de ebulição (64,11% m/m) tornando-o leve, sendo assim com maior valor agregado para comercialização devido a maior

quantidade de compostos leves que podem ser obtidos no processo de refino.

[0048] Assim como a densidade, o teor de enxofre também é uma propriedade que valoriza o óleo, pois ele é considerado um contaminante do petróleo, devido aos efeitos negativos durante o refino, como a emissão de compostos poluentes para o meio ambiente. Dessa forma, o teor de enxofre do Óleo 1 (0,0667% m/m) foi inferior a 1% m/m, sendo considerado um excelente resultado.

[0049] Quanto ao número de acidez total, o resultado apresentado (0,812 mg de KOH) ficou acima de 0,5 mg de KOH, que classifica o óleo como ácido. Essa acidez não era esperada pelo fato do óleo ter apresentado perfil de óleo leve com densidade API 44,4 e alto teor de compostos saturados (64,11% m/m), pois a acidez elevada geralmente está associada a petróleos pesados. Esse comportamento pode ser explicado devido ao elevado teor de cloretos apresentado na Lama 1, sendo confirmado na fase aquosa (**Tabela 2**) com 89,65% m/m de cloreto de sódio. Apesar do óleo ter apresentado teor de água emulsionada menor que 1% (0,58% v/v), esse valor pode ter influenciado no aumento da acidez.

[0050] Os resultados da caracterização físico-química do Óleo 2C, foram similares ao do Óleo 1 (**Tabela 1**), com isso pode-se afirmar que a utilização do Polímero C não afetou as propriedades físico-químicas do óleo.

[0051] Em geral, os resultados das propriedades físico-químicas dos óleos obtidos após o processo de tratamento físico e químico, sinalizam que estes podem ser incorporados ao processamento primário, na etapa de produção, vislumbrando o melhor aproveitamento do mesmo.

TABELA 1 - Caracterização físico-química do Óleo 1 (separado pelo método físico) e Óleo 2C (separado com 0,025% v/v do Polímero C) com o desvio padrão em parênteses.

Propriedades	Resultados		Standard Method ASTM
	Óleo 1	Óleo 2C	
Teor de água (% v/v)	0,58 (0,09)	0,99 (0,019)	D4377
Densidade à 20 °C (g·cm <sup>-3</sup> )	0,7997 (0,0002)	0,8007 (0,0002)	D5002
Densidade API (°API)	44,4 (0,1)	44,1 (0,1)	D1250
NAT (mg de KOH·g <sup>-1</sup> )	0,812 (0,011)	0,864 (0,003)	D664
Teor de enxofre total (%m/m)	0,0667 (0,0011)	0,0618 (0,0004)	D4294
Viscosidade cinemática à 20 °C (mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )	2,52 (0,43)	2,55 (0,04)	D445
Viscosidade dinâmica à 20 °C (Pa·s)	0,0020 (0,0004)	0,0020 (0,0004)	D445
Ponto de Fluidez (°C)	- 12,0 (3,0)	- 12,0 (3,0)	D5853
SAP (%m/m)			
Saturados	64,11 (1,17)	75,30 (9,27)	D2549
Aromaticos	5,19 (1,31)	1,30 (0,06)	D2549
Polares (resinas e asfaltenos)	30,70 (0,14)	23,40 (9,20)	D2549

#### EXEMPLO 4 - CARACTERIZAÇÃO DA ÁGUA SEPARADA DA LAMA 1

[0052] A caracterização das amostras das Águas 1 e 2C em termos de pH, condutividade, turbidez, sólidos totais, fixos e voláteis apresentadas na **Tabela 2** mostram que as amostras de água (1 e 2C) separada da Lama 1 apresentaram pH

alcalino (9,20 e 10,51, respectivamente) e elevada turbidez (464 e 450 NTU). Estes resultados não estão em conformidade com os parâmetros de qualidade e lançamento de efluentes em corpos d'água estabelecidos pelas resoluções nº 357/2005 e nº 430/2011 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA). Dentre as condições estabelecidas pelo CONAMA, tem-se que o pH deve estar entre 6 e 9 e a turbidez não pode ser superior à 100 NTU, para que o lançamento de efluente seja feito. Sendo assim, a água separada da Mud 1 necessita de tratamento antes de ser descartada.

[0053] A quantidade de sólidos totais presente nas águas 1 e 2 (**Tabela 2**) justifica a elevada turbidez em ambas. Observa-se também que a quantidade de sólidos voláteis foi baixa (8,73 e 9,42 %m/m), mostrando que o processo de separação óleo/água da Lama 1 mostrou-se eficiente.

[0054] As análises de XRD (**Figura 6**) apresentaram somente uma fase cristalina NaCl indexada com a ficha cristalográfica JCPDS - 50628. No entanto, observa-se que na análise de XRF (**Tabela 2**) foi possível identificar uma pequena quantidade de potássio (K) e Calcio (Ca), que não foi observada no XRD devido à alta cristalinidade do NaCl. Estes resultados conferem uma alta salinidade nas amostras de água, como também pode ser observado pelo teor de cloretos (89,65 %m/m e 90,15 %m/m) e pela condutividade (91,01 e 86,72).

Tabela 2 - Caracterização físico-química da Água 1 (separada pelo método físico) e Água 2C (separada com 0,025% v/v do Polímero C) com o desvio padrão em parênteses.

Propriedades	Água 1	Água 2C
pH (27,2 °C)	9,20	10,51
Condutividade (mS·cm <sup>-1</sup> à 25 °C)	91,01	86,72
Cloretos Totais (NaCl) (%m/m)	89,65 (0,17)	90,15 (0,65)
Turbidez (NTU)	464	450
Sólidos totais (%m/m)	11,07 (0,60)	11,84 (0,10)
Sólidos Fixos (%m/m)	91,27 (0,81)	90,58 (0,66)
Sólidos voláteis (%m/m)	8,73 (0,81)	9,42 (0,66)
Metais obtidos por XRF (%m/m)		
Na	35,00 (1,00)	34,30 (1,00)
K	2,00 (0,20)	2,30 (0,20)
Ca	3,30 (0,30)	3,70 (0,30)

#### **EXEMPLO 4 - CARACTERIZAÇÃO DOS SEDIMENTOS SEPARADOS DA LAMA 1**

[0055] Os resultados de sólidos totais, fixos e voláteis das amostras de sedimentos 1 e 2C apresentadas na (**Tabela 3**) mostram que os sólidos fixos representam a maior porcentagem dos sólidos totais presentes em ambas amostras (71,72 e 80,21 %m/m). Os sólidos fixos estão associados a todas as substâncias que permaneceram no cadinho após a calcinação a 550 °C. Enquanto os sólidos voláteis representam todas às substancias que volatilizaram a 550 °C.

[0056] Nas análises de XRD (**Figura 7**) foi possível observar duas fases cristalinas distintas, a primeira é o sulfato de bário ou barita ( $\text{BaSO}_4$ ) indexada com a ficha cristalográfica JCPDS 241035 e a segunda fase foi identificada como sulfato de cálcio ( $\text{CaSO}_4$ ) ficha cristalográfica JCPDS 370184. E nas análises de XRF (**Tabela 3**) identificou-se de forma majoritária os elementos bário (Ba) e cálcio (Ca), e em menores quantidades o ferro (Fe), silício (Si) e potássio (K). Todos esses compostos são comumente utilizados na formulação de fluidos de perfuração de base aquosa, sendo que o Fe e o Si geralmente estão na forma de óxidos, por exemplo,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{SiO}_2$ , e o K pode estar na forma de KOH e KCl. Assim, estes sedimentos podem ser reaproveitados na formulação de novos fluidos de perfuração.

Tabela 3 - Caracterização físico-química dos Sedimentos 1 (separado pelo método físico) e Sedimentos 2C (separados com 0,025% v/v do Polímero C) com o desvio padrão em parênteses.

Propriedades	Sedimentos 1	Sedimentos 2C
Sólidos totais (%m/m)	68,61 (0,35)	65,36
Sólidos Fixos (%m/m)	71,52 (0,65)	80,21
Sólidos voláteis (%m/m)	28,48 (0,65)	19,79
Metais obtidos por XRF (%m/m)		
K	1,20 (0,10)	1,00 (0,10)
Ca	30,50 (1,50)	30,20 (1,50)

Ba	31,20	(1,00)	32,60	(1,00)
Fe	9,20	(0,80)	9,50	(0,80)
Si	8,90	(0,60)	8,00	(0,60)

---

**Reivindicações**

1. **PROCESSO PARA TRATAMENTO DE RESÍDUOS DE FLUIDOS DE PERFURAÇÃO DE PETRÓLEOS PARA REAPROVEITAMENTO DO ÓLEO, caracterizado por compreender as etapas de:**
  - a) Submeter o resíduo de fluido de perfuração de base aquosa contendo óleo associado à ação da força centrífuga utilizando rotações entre 1000 e 5000 rpm por um período entre 10 e 50 minutos, sob temperaturas entre 20 e 100 °C para promover a separação das fases óleo, água e sedimentos, compreendendo o método físico;
  - b) Adicionar polímeros desemulsificantes nas concentrações entre 0,01 e 1,0 % (v/v) ao resíduo mencionado em a);
  - c) Submeter a mistura obtida em b) à ação da força centrífuga utilizando rotações entre 1000 e 5000 rpm por um período entre 10 e 50 minutos, sob temperaturas entre 20 e 100 °C para promover a separação das fases óleo, água e sedimentos, compreendendo o método químico;
  - d) Determinar a proporção de cada fase separada em a) e c) em termos de % volumétrica;
  - e) Realizar a caracterização físico-química de cada fase separada em a) e c);
2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a força centrífuga ser gerada por meio do equipamento hidrociclone;
3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o aquecimento ser convencional utilizando eletricidade;

4. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o polímero desemulsificante ser um extrato vegetal sólido obtido da casca da acácia negra - *Acacia mearnsii* de Wild;
5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o polímero desemulsificante ser à base do extrato obtido da acácia negra com 5% de óleo de limoneno extraído da casca de laranja;
6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o polímero desemulsificante ser um produto comercial que contém tensoativos à base de copolímeros de óxido de polietileno e óxido de polipropileno (PEO-PPO) com diferentes proporções molares de EO/PO.
7. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o óleo separado do resíduo ser incorporado na etapa de processamento primário de petróleos;
8. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a água ser destinada ao tratamento convencional antes de ser descartada;
9. Processo, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por os sedimentos serem reaproveitados na formulação de novos fluidos de perfuração.

FIGURA 1

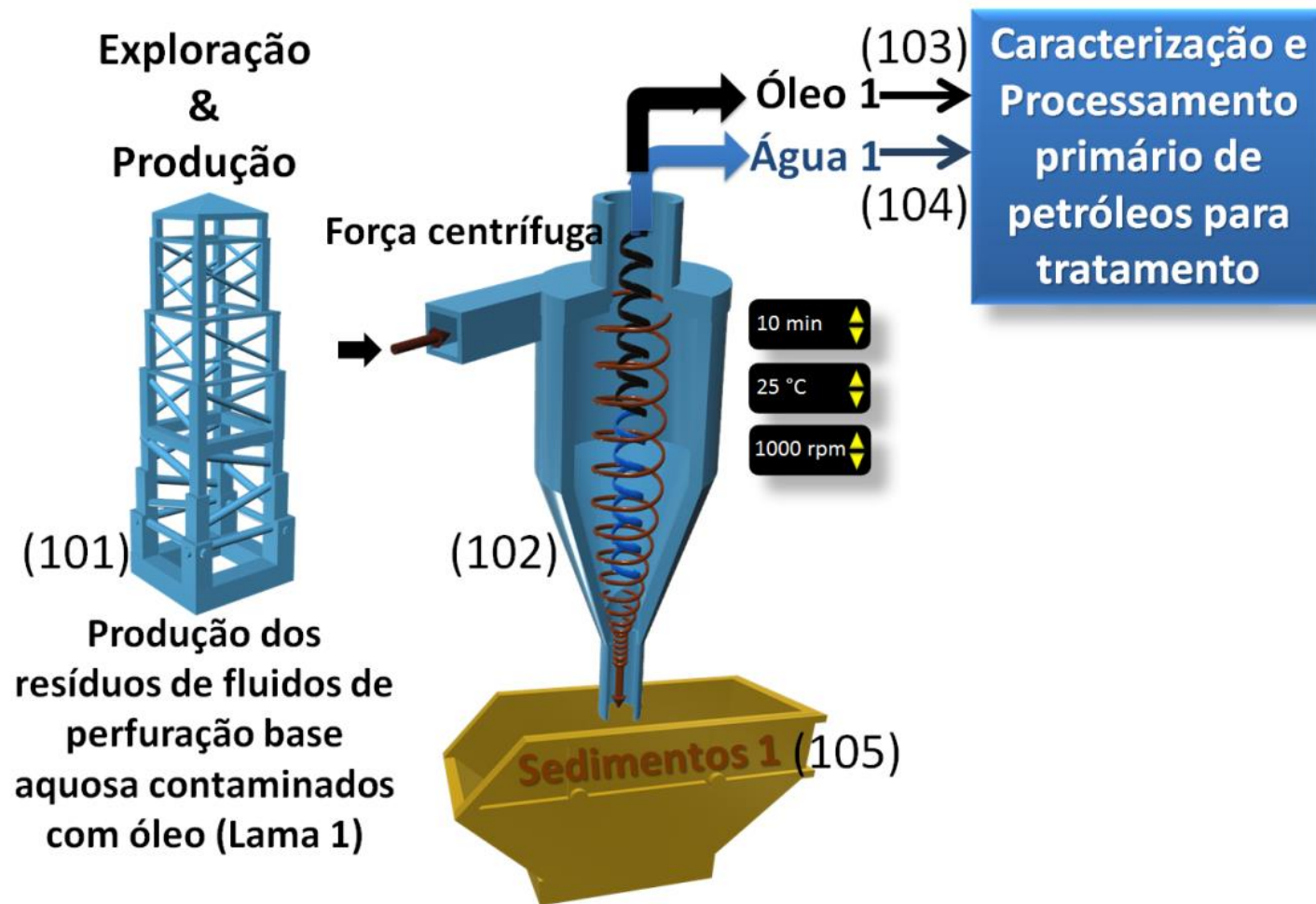


FIGURA 2

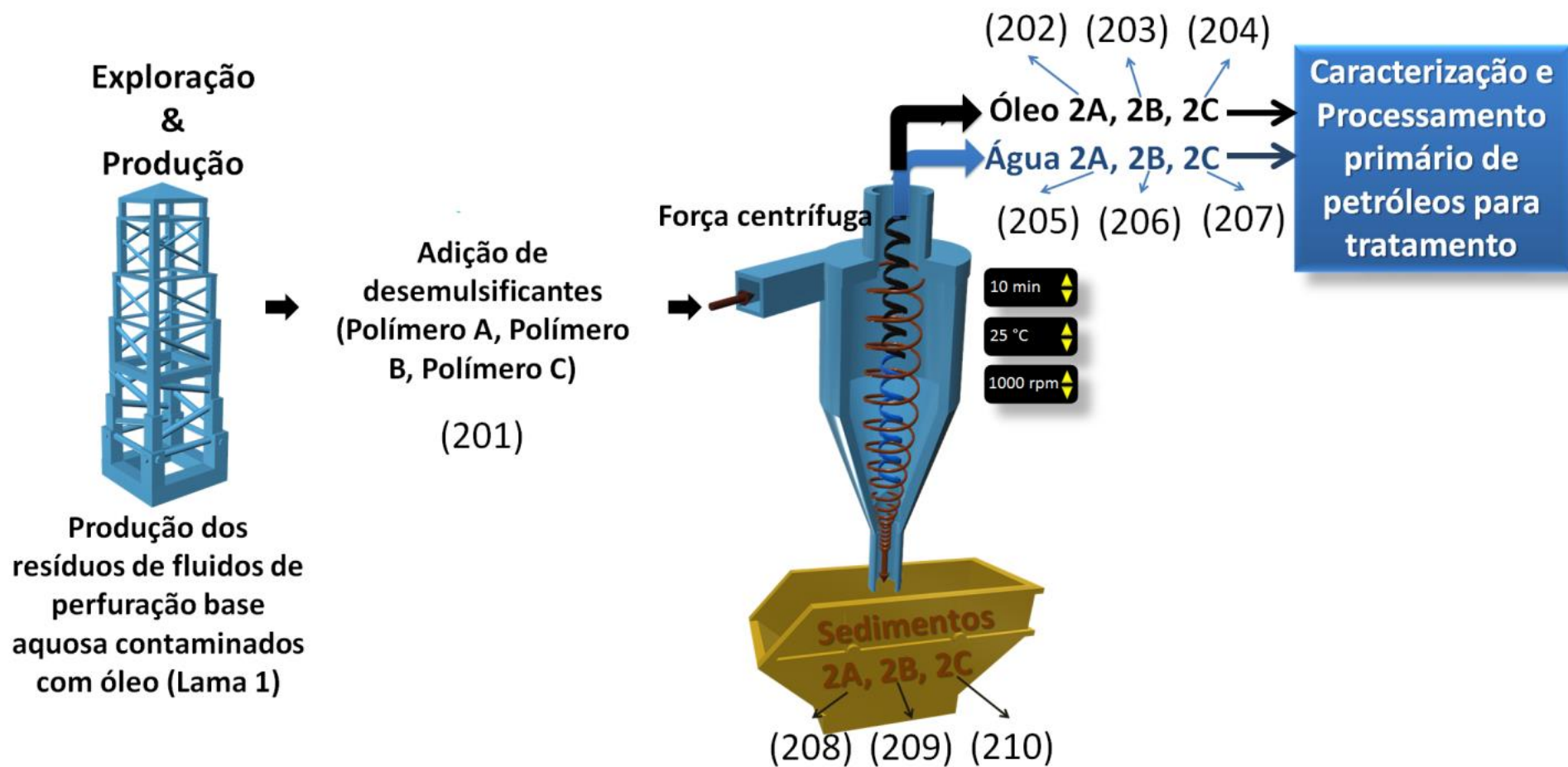


FIGURA 3

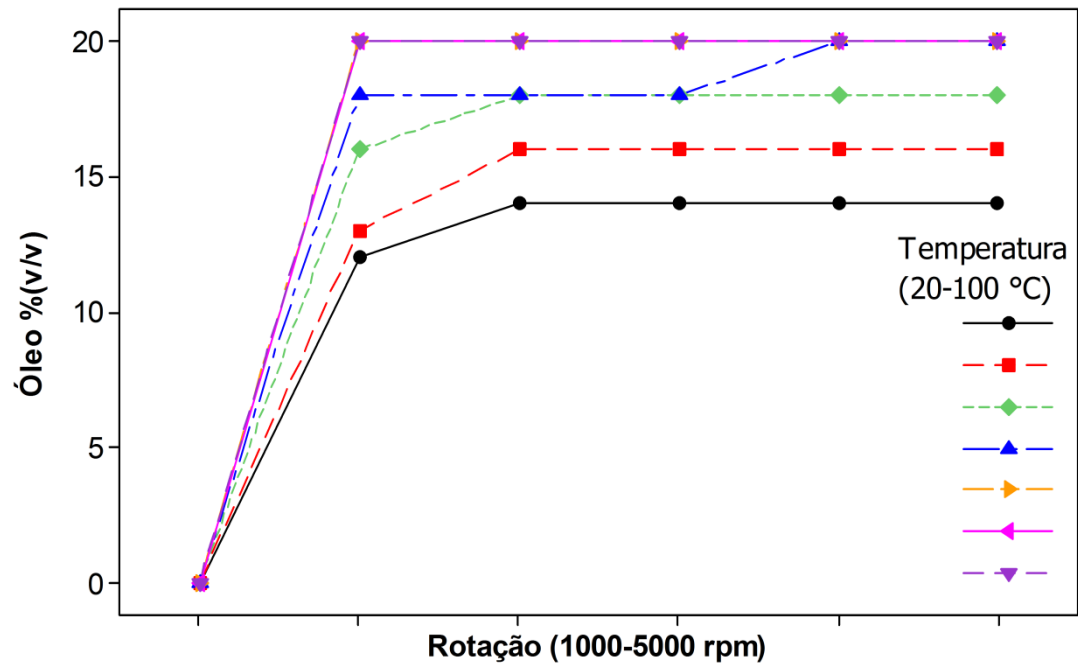


FIGURA 4

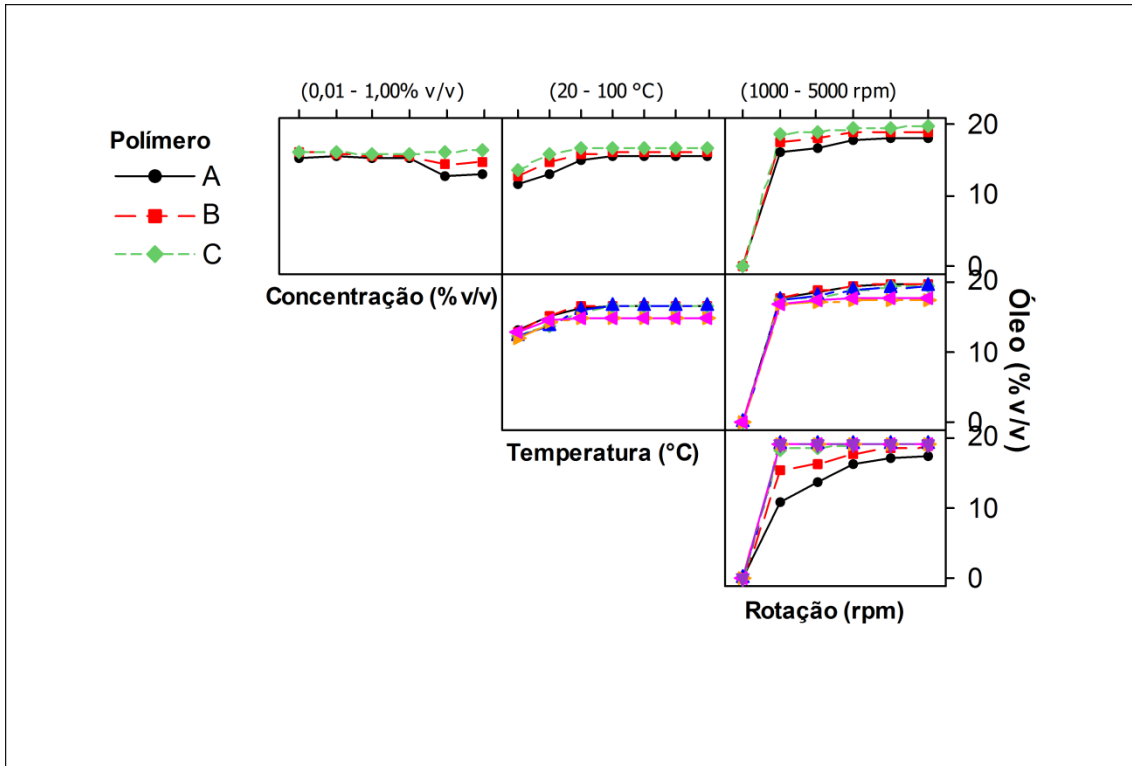


FIGURA 5

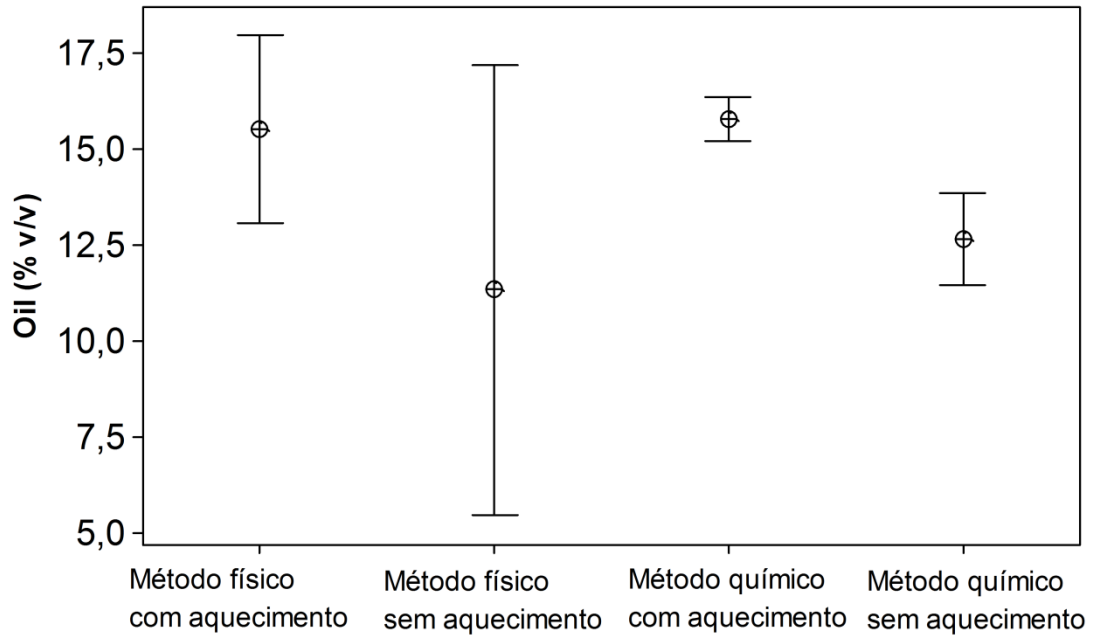


FIGURA 6

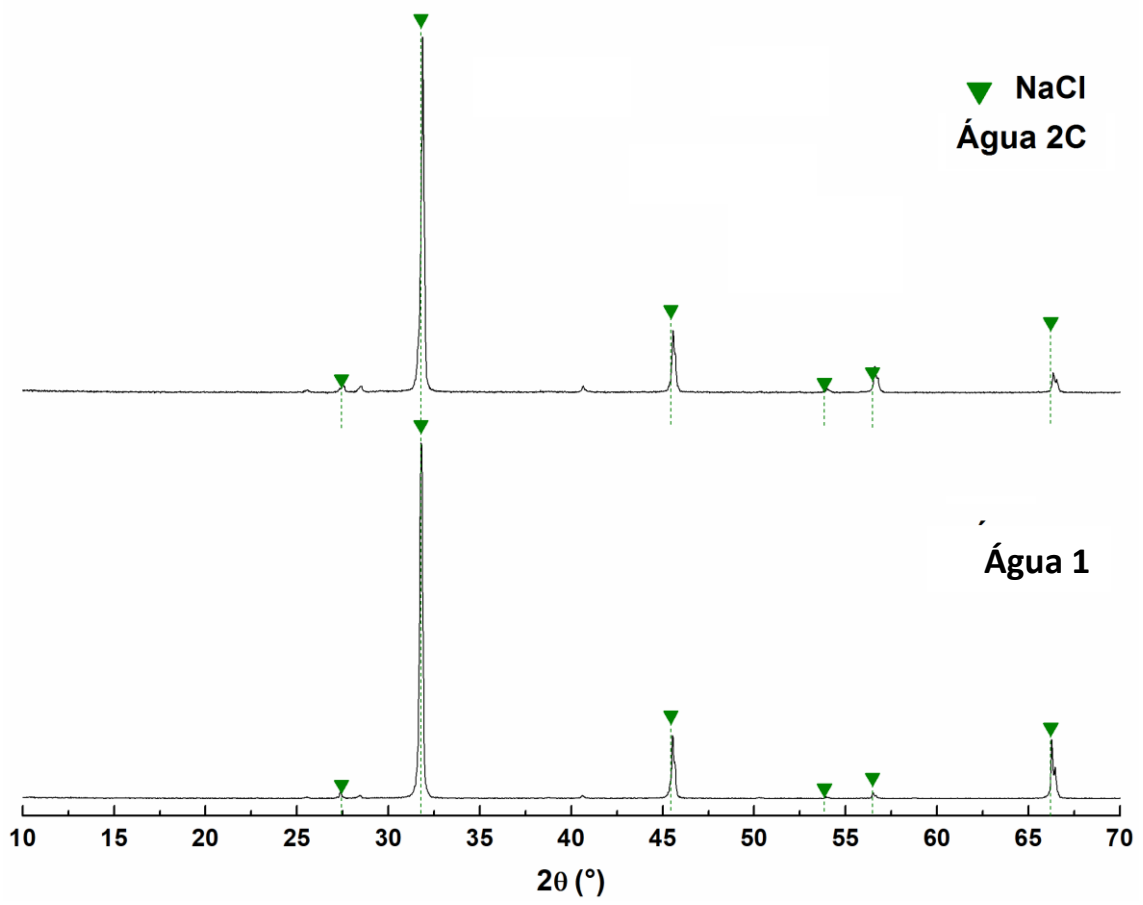


FIGURA 7

