

# 10º CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS



## TÍTULO DO TRABALHO:

Avaliação de sais de potássio (citrato e cloreto) como inibidores de inchamento de formações reativas em fluidos microemulsionados

## AUTORES:

Raphael Ribeiro da Silva<sup>1</sup>, Luara Ribeiro Viana<sup>1</sup>, Fabíola da Silva Dias Curbelo<sup>1</sup>, Alfredo Ismael Curbelo Garnica<sup>1</sup>, Giovanna Laís Rodrigues Leal <sup>1</sup>, João Adauto de Souza Neto<sup>2</sup>, Thales Lucio Santos da Silva<sup>2</sup>

## INSTITUIÇÃO:

<sup>1</sup>Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal da Paraíba,

<sup>2</sup>Departamento de Geologia, Universidade Federal de Pernambuco

## **AVALIAÇÃO DE SAIS DE POTÁSSIO (CITRATO E CLORETO) COMO INIBIDORES DE INCHAMENTO DE FORMAÇÕES REATIVAS EM FLUIDOS MICROEMULSIONADOS**

### **Abstract**

Drilling fluid plays a significant role in oil and gas research. Not only does it provide an advantageous environment for performing efficient drilling operations, but also improves or refines and performs wells. Drilling fluids are suspended, such as clays, baritin and small cuts, in liquids (water, oil or emulsions) with chemical additives as needed to modify their properties. Synthetic fluids stand out for performing the same functions as water and oil based fluids, and can also be used where they are used where they suffer limitations, such as water-sensitive formations (shales), due to the high interaction in their interlayers, which may cause drill string stuck. This type of fluid can be prepared from a microemulsion system, which consists of an aqueous phase and an oil phase in the presence of a surfactant. Thus, the present work aimed to evaluate the use of inhibitors in shale swelling when they are exposed to microemulsified drilling fluids. The fluids were formulated using pine oil as the oil phase, Tween 20 as a nonionic surfactant and a 2% NaCl (g) solution as the aqueous phase. Potassium chloride and potassium citrate were used as inhibitors. The bituminous shale sample used in this work was collected at the MP Gesso Mine, in the city of Ipubi (PE), belonging to the Araripe Sedimentary Basin formation. Swelling tests were performed using 2 g shale and 100 mL of microemulsified fluid in graduated beakers and compared with shale swelling in water-based fluid, both with and without inhibitor. Dispersibility was performed in a roll over oven for 16 h at 150°F and 60-rpm rotation. From the results obtained, it was observed that in the microemulsified fluid the swelling behavior was optimized, obtaining 28% inhibition when compared to water based fluid (25% inhibition). The dispersibility of the microemulsion fluid was better in the presence of the inhibitor, showing 0.76% dispersion, showing a greater homogeneity of the fluid-shale mixture, when compared to the dispersibility of the microemulsified fluid without inhibitor (1.90% dispersion). Thus, it can be concluded that the microemulsified fluid interacts better in the presence of the inhibitor than the water-based fluid.

### **Introdução**

Na perfuração rotativa, há uma variedade de funções e características que são esperadas para os fluidos de perfuração. Tais propriedades são devidas as características físico-químicas apresentadas pelos fluidos com base em suas formulações. No entanto, algumas formações podem interagir fisicamente com os fluidos, principalmente aqueles com água em sua fase contínua. Esta reação, conhecido como inchamento, segundo Duarte (2004), é uma das maiores causas de instabilidade dos poços de petróleo e é encontrada principalmente em formações de folhelhos, devido a estas conterem alta fração argilosa em suas composições, principalmente as do tipo montmorilonita pertencente ao grupo das esmectitas.

De acordo com Caenn et al. (2011), o inchamento de argilominerais pode seguir dois mecanismos: inchamento cristalino e osmótico. O inchamento cristalino é comum a todos os tipos de minerais argilosos e está relacionado a um aumento do espaçamento interlamelar devido à hidratação, tipicamente na faixa de 9 a 20 Å. O inchamento osmótico ocorre apenas em minerais específicos da argila e causa um aumento significativo do espaçamento entre camadas, geralmente na faixa de 20 a 130 Å.

Os fluidos de perfuração podem ser classificados de acordo com sua fase contínua. Segundo Fink (2012), estes são classificados em fluidos base água (water-based mud- WBM), fluidos base óleo (oil-based mud- OBM), ou ainda aqueles base gás. O tipo da base do fluido que é utilizado depende do tipo de perfuração e das formações a serem perfuradas. Nos últimos anos, uma outra formulação para fluidos de perfuração vem ganhando destaque no cenário mundial, devido sua boa performance em perfuração de formações reativas, além de sua biodegradabilidade, os fluidos sintéticos (CAENN et al., 2011).

Fluido de perfuração sintético (synthetic-based mud-SBM) foram desenvolvidos como uma alternativa ambientalmente correta ao fluido base óleo, o qual é feito a partir de derivados do petróleo. Segundo Growcock et al. (1994), a base para estes fluidos são compostos orgânicos sintetizados que atuam similarmente ao OBM, no entanto apresentam a vantagem de biodegradar rapidamente. Uma alternativa para formulação desses fluidos são as microemulsões. Estas são soluções termodinamicamente estáveis, transparentes, compostos por uma mistura isotrópica transparente de pelo menos três componentes (hidrófilo, hidrófobo e anfifílico). Conforme mostrado por Brege et al. (2012), fluidos microemulsionados têm sido desenvolvidos com sucesso para resolver efetivamente os problemas causados no poço.

Baseado nisto, o presente trabalho visa mostrar um estudo comparativo de sais de potássio como inibidores de inchamento de formações reativas em fluidos de perfuração microemulsionados.

### Metodologia

#### DIAGRAMA DE FASES

Para obtenção da microemulsão, foi utilizado uma solução aquosa com 2% de NaCl em peso, como fase aquosa, óleo de pinho comercial como fase oleosa e Tween® 20 como tensoativo não-iônico. O diagrama de fases ternário foi obtido usando a metodologia de titulação da fração mássica, utilizando uma centrífuga para separação das fases, uma balança analítica e agitadores magnéticos para mistura dos componentes à 25 °C. Após a construção do diagrama de fases, foi possível obter os pontos de melhor performance para a formulação do fluido de perfuração.

A titulação mássica se baseia em fixar a proporção de 2 componentes do diagrama (lado binário do triângulo) e titular com o terceiro componente. A titulação ocorre até que seja possível verificar a solubilidade da mistura ternária em toda a região do diagrama, observando a formação ou desaparecimento da região de microemulsão ou das outras fases do sistema. A observação visual das propriedades macroscópicas, como número de fases e estado físico, das amostras possibilita a determinação dos limites entre microemulsão (homogênea), região de duas e três fases e, posteriormente, do diagrama de fases.

#### PREPARAÇÃO DO FLUIDO DE PERFURAÇÃO

Após a identificação dos melhores pontos no diagrama ternário, os fluidos de perfuração foram preparados, baseando-se na adição dos aditivos mostrados na Tabela 1, utilizando agitador mecânico de hélice RW 20 digital Ika. Os aditivos foram adicionados seguindo prática de campo, a qual consiste em adiciona-los um a um, com cerca de 10 minutos de agitação entre uma adição e outra.

Tabela 1- Aditivos utilizados na preparação dos fluidos de perfuração microemulsionados

| NOMENCLATURA<br>ADITIVO      | CONCENTRAÇÃO<br>(g/350 mL<br>MICROEMULSÃO) | FUNÇÃO                |
|------------------------------|--------------------------------------------|-----------------------|
| Goma xantana                 | 1,16 g                                     | Agente viscosificante |
| Argila bentonítica           | 4,66 g                                     |                       |
| Sais de potássio             | 20,0 g                                     | Inibidor de expansão  |
| HP-amido                     | 1,16 g                                     | Redutor de filtrado   |
| Baritina                     | 93,33 g                                    | Adensante/ Selante    |
| Calcita (CaCO <sub>3</sub> ) | 11,66 g                                    |                       |

Dois tipos principais de fluidos foram preparados, sendo a diferença entre eles apenas por argila utilizada que foram a argila Brasgel PA e a argila Cloisite 20A. Além disso, os sais de potássio também foram adicionados à composição do fluido, totalizando assim um total de 4 fluidos de perfuração sintéticos microemulsionados aditivados com inibidores de inchamento, e 2 fluidos de perfuração sintéticos microemulsionados sem adição de inibidores, a título de comparação. A classificação dos fluidos é mostrada na Tabela 2.

Tabela 2- Classificação dos fluidos de perfuração microemulsionados formulados

|              | SEM INIBIDOR    | CLORETO DE<br>POTÁSSIO | CITRATO DE<br>POTÁSSIO |
|--------------|-----------------|------------------------|------------------------|
| BRASGEL PA   | FP <sub>1</sub> | FP <sub>2</sub>        | FP <sub>3</sub>        |
| CLOISITE 20A | FP <sub>4</sub> | FP <sub>5</sub>        | FP <sub>6</sub>        |

## TESTE DE INCHAMENTO

O teste de inchamento foi realizado com o objetivo de avaliar o grau de inibição de argilas expansivas dos inibidores químicos, além de avaliar comportamento de expansão de amostras de argilas bentoníticas (Brasgel PA e Cloisite 20 A) e de folhelho frente ao meio contínuo de água e microemulsão. Para tal, a norma ASTM D 5890 (2011) foi utilizada. As amostras de argilas e folhelho foram previamente preparadas, sendo moídas em moinho de bola com câmara fechada modelo SP-38 da marca Splabor, e em seguida passada em peneira nº 200 (ABNT).

O teste foi dividido em duas etapas. Na primeira, em uma proveta com capacidade de 100 mL contendo 90 mL de soluções de água com inibidores (cloreto de potássio e citrato de potássio) com concentração de 20 g/350 mL de água foram adicionados cuidadosamente 1 g de argila bentonítica e folhelho. A cada 10 minutos, 0,1 g de amostra sólida foi adicionada em cada proveta, até que completou-se 2 g de massa total do sistema. Na segunda parte, os mesmos procedimentos descritos acima foram repetidos, mas em presença da microemulsão e em solução de microemulsão e inibidor de expansão, a fim de ser identificar o comportamento hidrofílico ou hidrofóbico das amostras.

Estas foram deixadas em repouso durante 16 horas, e lido o potencial de inchamento de cada amostra após o tempo determinado. O inchamento das amostras foi considerado nulo, com o resultado igual ou inferior a 2 mL/g, baixo, com o resultado entre 2 e 5 mL/g, médio, entre 5 e 8 mL/g, e alto, acima de 8 mL/g.

### ENSAIO DE DISPERSIBILIDADE

O teste de dispersibilidade (hot-rolling) é um procedimento comumente utilizado para medir a interação entre fluidos de perfuração e amostras de folhelhos. A dispersibilidade do folhelho no fluido de perfuração é uma função do tamanho da partícula da amostra, isto é, da área superficial exposta por unidade de peso da amostra, da viscosidade do fluido de perfuração, da compactação do folhelho, do tempo, da velocidade de rolagem e da temperatura de teste.

Para a realização do ensaio, as amostras de folhelho foram trituradas e passadas entre as peneiras n° 4 e n° 8 (ABNT). Utilizando balança analítica, 20 g de cada amostra foi pesada, sendo incorporadas, então, ao fluido de perfuração microemulsionado nas células inoxidáveis e postas na estufa Roller oven modelo 705 ES da marca Fann à temperatura de 150 °F e rotação de 60 rpm.

Após 16 horas de aquecimento e rotação, as células foram resfriadas à temperatura ambiente, e em seguida as amostras foram lavadas utilizando peneira n° 100 (ABNT) com vazão de água doce de 2 L/min. O material retido na peneira foi colocado em estufa à 60°C, até obter massa constante, sendo esta medida em balança analítica. Utilizou-se a equação 1 para a obtenção do valor de dispersibilidade da amostra.

$$D = \left[ \frac{(P_i - P_r)}{P_i} \right] \times 100 \text{ (Equação 1)}$$

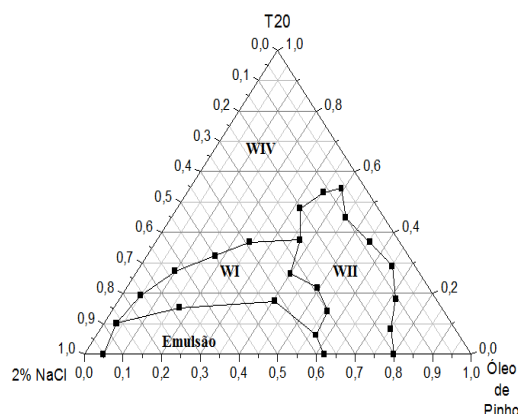
Em que D representa a dispersibilidade da amostra (%), Pr, massa do folhelho retido (g) e Pi, massa inicial da amostra do folhelho (g).

## Resultados e Discussão

### DIAGRAMA DE FASES

O diagrama de fases ternário utilizado para formulação do sistema microemulsionado e, posteriormente, para formulação do fluido de perfuração está mostrado na Figura 1 (ARAÚJO et al., 2018), a partir do sistema composto por uma solução aquosa de 2% de NaCl, óleo de pinho e Tween 20.

Figura 1: Diagrama de fases



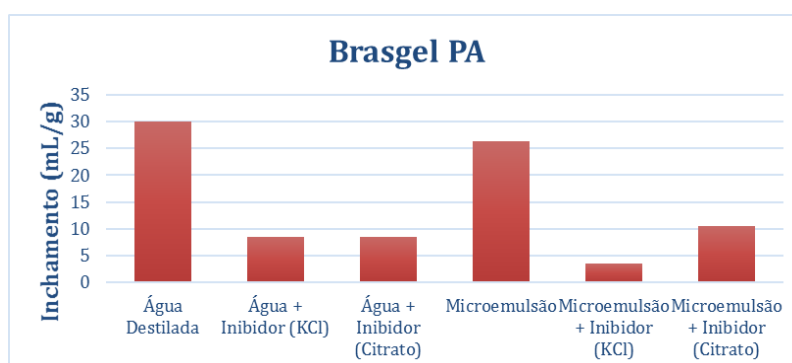
Fonte: Araújo et al., 2018.

O ponto escolhido para a formulação do fluido de perfuração foi o de 5% de óleo de pinho, 65% de fase aquosa e 30% de tensoativo Tween 20.

## TESTE DE INCHAMENTO

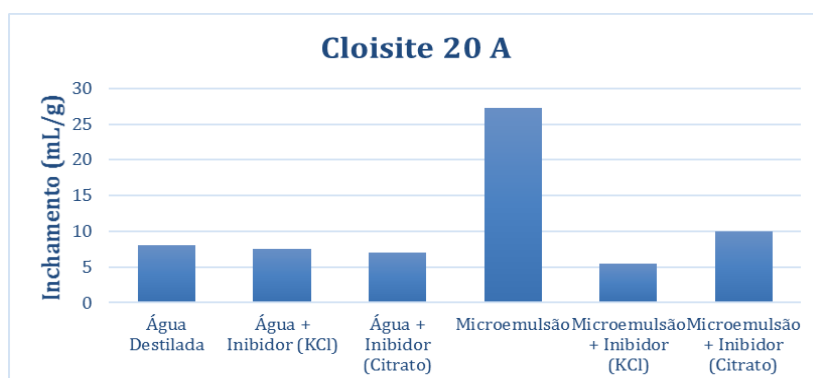
Após o tempo de teste de 16 horas, foi realizada a leitura, por meio de inspeção visual, da interação das amostras sólidas com o meio contínuo. Os resultados são mostrados com relação ao inchamento nas Figuras 2, 3 e 4.

Figura 2: Inchamento da argila bentonítica Brasgel PA em diferentes meios



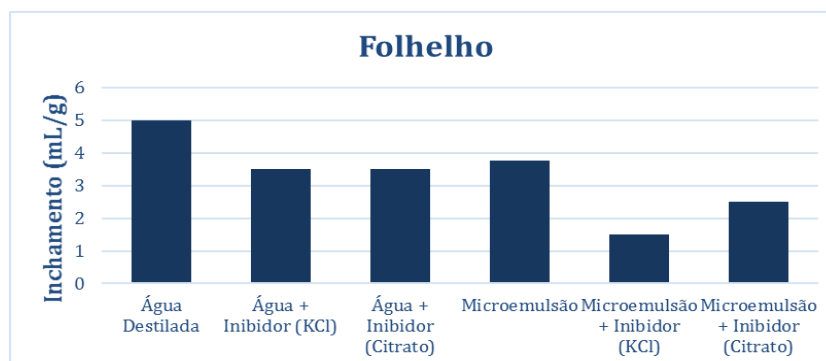
Fonte: Autor

Figura 3: Inchamento da argila bentonítica Cloisite em diferentes meios



Fonte: Autor

Figura 4: Inchamento do folhelho em diferentes meios



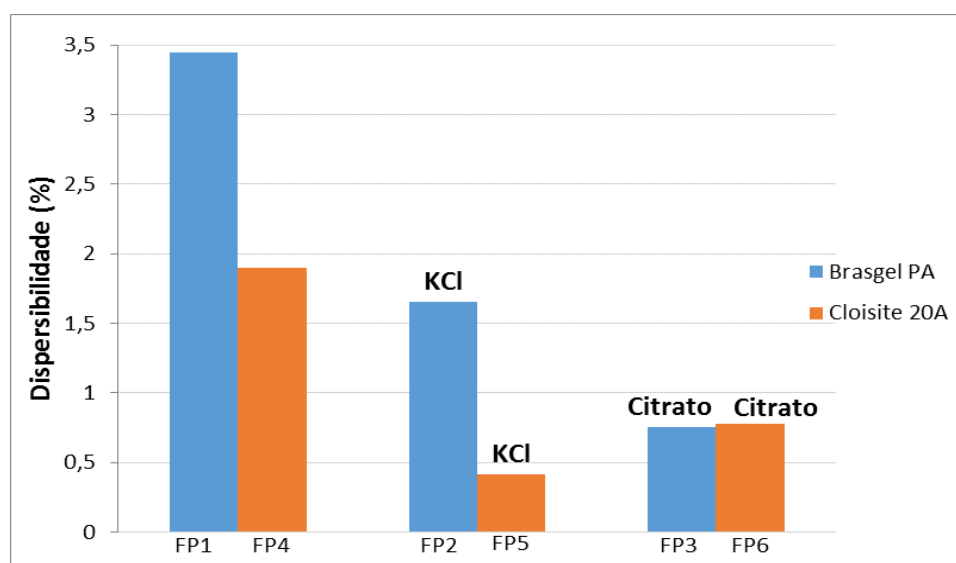
Fonte: Autor

Observou-se uma diferença de comportamento entre as argilas utilizadas, com alto inchamento em diferentes meios. Ao passo que a argila Brasgel PA apresentou maior expansão em água destilada sem inibidor, com inchamento alto (30 mL/g), a argila Cloisite 20A teve sua maior reação em presença de microemulsão sem inibidor, sendo esta de 27,25 mL/g. Tal diferença deve-se ao caráter de cada argila, sendo a Brasgel PA hidrofílica e a Cloisite 20A hidrofóbica, ou seja, maior propensão de reagir com a fase oleosa. No entanto, ambas foram inibidas na presença dos inibidores, apresentando uma redução de volume de 28,3% para a Brasgel PA e 20,18% para a Cloisite 20A, ambas com inibidor cloreto de potássio (KCl). O cloreto de potássio também mostrou-se mais eficiente na inibição do inchamento de folhelho, apresentando uma redução de 40% do volume total, sendo este considerado baixo, 1,5 mL/g.

#### ENSAIO DE DISPERSIBILIDADE

As amostras de folhelho foram submetidas ao ensaio de dispersibilidade com os fluidos microemulsionados. A Figura 5 mostra os resultados obtidos no ensaio.

Figura 5: Ensaio de dispersibilidade



Fonte: Autor

Visto que a dispersibilidade do folhelho é diretamente proporcional à interação deste com o fluido de perfuração, observou-se que o fluido FP<sub>5</sub> apresentou o menor valor de dispersibilidade (0,41%) comparado com os outros fluidos com inibidores (FP<sub>2</sub>, FP<sub>3</sub> e FP<sub>6</sub>). O fluido FP<sub>1</sub> apresentou o maior valor de dispersibilidade (3,45%).

A atividade de folhelhos e fluidos é de extrema importância para determinar o fluxo de água. A partir dessas informações pode-se verificar que, a presença do inibidor acarreta em um aumento na concentração de sal no fluido, o que faz com que ele apresente uma atividade de água menor do que a observada na formação, promovendo assim, o fluxo da formação para o fluido, o que resulta numa diminuição da dispersibilidade com o uso do inibidor de inchamento.

Observou-se que os fluidos utilizando o citrato de potássio como inibidor apresentaram valores similares, 0,75% e 0,77% para FP<sub>3</sub> e FP<sub>6</sub>, respectivamente.

## **Conclusões**

Dos estudos realizados neste trabalho, é possível concluir que os inibidores de inchamento testados se mostraram eficientes quando em presença tanto de água quanto em microemulsão, o que propicia a formulação de fluidos de perfuração microemulsionados com inibidores de inchamento. O fluido de perfuração microemulsionado FP<sub>5</sub>, com inibidor cloreto de potássio, apresentou a menor dispersibilidade dentre os outros fluidos formulados. O inibidor também mostrou-se mais propenso à inibição de formações reativas, mostrado por meio do teste de inchamento. O inibidor citrato de potássio também mostrou-se eficiente na inibição das formações.

## **Referências Bibliográficas**

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D5890-11: standard test method for swell index of clay mineral componente of geosynthetic clay liners**. Rockville, EUA. 2011

ARAÚJO, E. A., CURBELO, F. D. S., GARNICA, A. I. C., SOUSA, R. P. F., ARAÚJO, E. A., BRAGA, G. S., FREITAS, J. C. O. Rheological properties of brine/vegetable oil/polyethoxylated nonionic surfactants based microemulsion. **Holos**, v. 02, p. 16-25, 2018

BREGE, J., EL SHERNEBY, W., QUINTERO, L., JONES, T., HUGHES, B. **Using microemulsion technology to remove oil-based mud in wellbore displacement and remediation application**. North Africa Technical Conference and exhibition. SPE 150237, Cairo, Egito. 2012.

CAENN, R.; DARLEY, H. C. H.; GRAY, G. R. **Fluidos de Perfuração e Completação - Composição e Propriedades** - Série Engenharia de Petróleo. 6ª. ed. Elsevier, 2011.

DUARTE, R. G. **Avaliação da Interação Folhelho-Fluido de Perfuração para Estudos de Estabilidade de Poços**. Rio de Janeiro, RJ, 123 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2004.

FINK, J. K., **Petroleum engineer's guide to oil field, chemical and fluids**. 1. ed. Elsevier, 2012.

GROWCOCK, F.B., ANDREWS, S.L., FREDERICK, T.P., **Physicochemical Properties of Synthetic Drilling Fluids**, **IADC/SPE Drilling Conference**. SPE, Texas, 10 p. 1994.