

9º CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS



9º CONGRESSO
Brasileiro de P&D em
PETRÓLEO E GÁS

Maceió, AL
de 09 a 11 de novembro
2017

Realização:



ABPG
ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE P&D EM
PETRÓLEO E GÁS



TÍTULO DO TRABALHO:

ANÁLISE DA VISCOSIDADE PLÁSTICA E ESTABILIDADE ELÉTRICA DE UM FLUIDO DE PERFURAÇÃO A BASE DE ÉSTER DE MORINGA OLEÍFERA LAM

AUTORES:

Carla Corina dos Santos Porto¹, Ana Carolina Firmino de Jesus¹, Mirian Oliveira da Silva¹, Giselle Holanda Canuto², Gabriel Francisco da Silva¹

INSTITUIÇÃO:

¹Núcleo de Graduação em Engenharia de Petróleo, Universidade Federal de Sergipe, ²Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Pernambuco

Este Trabalho foi preparado para apresentação no 8º Congresso Brasileiro de Pesquisa e Desenvolvimento em Petróleo e Gás - 9º PDPETRO, realizado pela Associação Brasileira de P&D em Petróleo e Gás - ABPG, no período de 09 a 11 de novembro de 2017, em Maceió/AL. Esse Trabalho foi selecionado pelo Comitê Científico do evento para apresentação, seguindo as informações contidas no documento submetido pelo(s) autor(es). O conteúdo do Trabalho, como apresentado, não foi revisado pela ABPG. Os organizadores não irão traduzir ou corrigir os textos recebidos. O material conforme, apresentado, não necessariamente reflete as opiniões da Associação Brasileira de P&D em Petróleo e Gás. O(s) autor(es) tem conhecimento e aprovação de que este Trabalho seja publicado nos Anais do 9º PDPETRO.

ANÁLISE DA VISCOSIDADE PLÁSTICA E ESTABILIDADE ELÉTRICA DE UM FLUIDO DE PERFURAÇÃO A BASE DE ÉSTER DE *MORINGA OLEÍFERA* LAM

Abstract

The drilling fluids can be used as multiphase systems, containing water, organic compounds, dissolved salts, suspended solids and additives in the most diverse proportions. They should have numerous characteristics so that the well design is carried out in a way that ensures a fast and safe publication, mainly related to fluid rheology and emulsion stability. In this paper, drilling fluids were produced using *Moringa Oleífera* Lam oil as the base. Statistical analysis of the electric stability and plastic viscosity study were performed to verify the requirements of API and Petrobras standards. It was found that the electrical stability of the prepared fluid increases linearly with the increase of the oil-water ratio. The concentration of saponificant showed a significant effect of plastic viscosity evaluation and this increased with the increase of the amount of water present non-fluid. It was concluded that the oil of *Moringa Oleífera* Lam can be used as a base for non-aqueous fluids, since it has specific characteristics for n-paraffin base fluids, suffice, and its properties can be altered according to the program of drawing.

Introdução

Os fluidos (ou lamas) de perfuração são empregados no processo de exploração do petróleo. Com o desafio de exploração de petróleo em águas profundas e ultra profundas, é fundamental o conhecimento dos problemas que podem envolver a extração de petróleo, tais como: estabilidade dos aditivos mediante a altas temperaturas (envelhecimento) e controle da reologia (FARIAS et al., 2006).

Os fluidos são indispensáveis para a operação de perfuração de poços, devendo ser especificados para garantir uma perfuração rápida e segura. É desejável que o fluido apresente as seguintes características: ser estável quimicamente; facilitar a separação dos cascalhos na superfície; manter os sólidos em suspensão quando em repouso; apresentar baixo grau de corrosão e abrasão em relação à coluna de perfuração e demais equipamentos dos sistemas de circulação (THOMAS, 2004).

Sabe-se que o biodiesel é o produto da transesterificação de óleos vegetais podendo ser obtido a partir de óleos residuais como óleo de fritura, soja, algodão e substitui o diesel em qualquer uma de suas aplicações (CASTRO, 2009). Atualmente, o uso de biodiesel na formulação de fluidos de perfuração vem ganhando espaço como uma alternativa aos fluidos base óleo convencionais. Por outro lado, estudos revelam que ele sofre degradação mais rapidamente do que o diesel de petróleo, que mantém suas propriedades praticamente inalteradas por um longo período de armazenamento.

A *Moringa Oleífera* Lamark é uma espécie perene, da família *Moringaceae*, originária do nordeste indiano, ela cresce em regiões desde as subtropicais secas e úmidas e florestas úmidas, além de serem resistentes a seca e adaptam-se facilmente a diferentes solos. O óleo extraído das sementes da *Moringa Oleífera* Lam apresenta alta resistência à oxidação e contém altos teores de ácidos graxos, especialmente o oleico, e estudos recentes mostraram que essa planta possui um grande potencial para produção de biodiesel (PEREIRA, 2011)

Diante do exposto, neste trabalho foi utilizado éster provindo de óleo de *Moringa Oleífera* Lam para o desenvolvimento dos fluidos de perfuração base óleo, a fim de se estudar o comportamento dos parâmetros reológicos, estabilidade oxidativa e estabilidade da emulsão nos fluidos produzidos.

Metodologia

Para a produção dos fluidos, foi usado éster provindo do óleo de *Moringa Oleífera* Lam, produzido por transesterificação com rota metílica e NaOH como catalizador.

Preparação dos Fluidos:

A metodologia aplicada na preparação dos fluidos foi escolhida de acordo com a norma PE-5EM-00480-H (PETROBRAS, 2012), que determina a forma de realização de teste piloto para tratamento ou fabricação de fluidos, conforme descrito a seguir, a preparação foi adaptada para produção de ensaios de menor quantidade:

1. Em um béquero foi adicionada a base orgânica na quantidade calculada, e colocada sob agitação no Misturador FISATOM 712;
2. De acordo com a Tabela 1, foram adicionados os emulsificantes (primário e secundário) e metade da cal hidratada (ou óxido de magnésio) de forma lenta, mantendo cerca de 30 minutos de agitação na máxima rotação do equipamento, a fim de garantir a reação de saponificação entre os aditivos;
3. Foi adicionada toda a salmoura calculada e a outra metade da cal/óxido, mantendo vigorosa agitação por 30 minutos. Esse tempo e agitação são fundamentais para garantir a formação das gotículas pequenas, que é fator importante para formar uma emulsão estável;
4. Foram adicionados os outros aditivos na seguinte ordem: Redutor de Filtrado, Argila Organofílica, Modificador Reológico e Adensante. Adicionado o produto lentamente para evitar a formação de grumos ou olhos de peixe e mantido em agitação por 15 minutos.

As quantidades (volume e massa) de todos os componentes presentes nas formulações estão discriminadas na Tabela 1. Para realização de testes em laboratório, usa-se a seguinte relação prática: a cada 1 lb/bbl necessário de aditivo, adicionar 1g em um volume de 350ml de fluido preparado, ou seja: 1lb/bbl = 1g/350ml.

Tabela 1: Composição do fluido de perfuração

Aditivo	Nome Comercial	Função	Concentração
Éster	-	Fase Contínua	(60 a 70)%
Água	-	Fase Dispersa	(30 a 40)%
Cloreto de Sódio		Fase Dispersa	205 000 ppm
Argila Organofílica	Organoclay	Viscosificante	2 lb/bbl
Sal de Ácido Graxo	Cybermul	Emulsificante Primário	(6 a 10) lb/bbl
Mistura de Amidas e Aminas de Ácidos Graxos	Cyberplus	Emulsificante Secundário	5 lb/bbl
Hidróxido de Cálcio	Cal Hidratada	Alcalinizante/ Saponificante	(6 a 10) lb/bbl
Ácido Policarboxílico + Óleo Mineral	Liquidtrol	Redutor de Filtrado	3 lb/bbl

As variáveis independentes do processo foram a razão óleo/água, a concentração de emulsificante primário e a concentração de saponificante. Os fatores e níveis estudados são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Níveis para as variáveis estudadas

Fator	Código	Níveis		
		-1	0	1
Razão O/A	OA	60/40	65/35	70/30
Emulsificante Primário	EMU	6 lb/bbl	8 lb/bbl	10 lb/bbl
Saponificante	SAP	6 lb/bbl	8 lb/bbl	10 lb/bbl

Vale salientar que tais fatores foram selecionados por serem variáveis manipuladas nas atividades práticas de campo. Além disso, os intervalos de concentração avaliados foram estrategicamente escolhidos a partir das faixas de concentrações rotineiramente utilizados em campo nos fluidos não aquosos de base parafínica. A matriz inserida no software STATISTICA versão 7 foi

codificada para realização do estudo. Foram preparados 11 fluidos utilizando o éster de óleo de *Moringa Oleífera* Lam como base orgânica.

Análises Realizadas

- **Viscosidade Plástica**

O Viscosímetro Fann 35 opera com velocidade de rotação de 3, 6, 100, 200, 300 e 600 rpm, efetuando-se as mudanças de velocidade por meio de engrenagens e por alterações na velocidade do motor. A grandeza da deflexão, em graus, é lida em escala circular, que está marcada com valores unitários de 1 a 300° em um dial na região superior do viscosímetro.

Determinação dos parâmetros dinâmicos seguiu as orientações da API 13B, norma internacional que recomenda procedimentos para testes de fluidos de perfuração:

1. Para fluidos base óleo foram determinadas as propriedades reológicas à temperatura fixa de 120° F., através da utilização de copo térmico.
2. O fluido a ser testado foi agitado por meio de um misturador de alta velocidade, do tipo Hamilton Beach durante 5 minutos.
3. O fluido foi vertido no copo do viscosímetro até a sua marca e colocado em sua base. Elevado até que o nível do fluido coincidisse com a marca no cilindro e fixado o parafuso da base de sustentação.
4. O motor foi acertado na velocidade alta (600 rpm), operando a alavanca de mudança de velocidade. Foi feita a leitura que corresponde a 600 rpm (L600), após 1 minuto de agitação.
5. A velocidade do rotor foi alterada para 300 rpm e então foi realizada a leitura (L300).
6. Sucessivamente, foram feitas as leituras nas velocidades a 200, 100, 6, 3 rpm (L200, L100, L6, L3, respectivamente) alterando velocidade do motor modificando a alavanca de mudança de velocidade e o pino na engrenagem.

A viscosidade plástica, em cP, é dada pela diferença entre os valores das leituras de L600 e a L300.

- **Estabilidade Elétrica**

É a medida da voltagem requerida para iniciar um fluxo de corrente elétrica e é um indicativo de quão fortemente a água está emulsionada numa base orgânica. Altos valores indicam uma emulsão mais forte e, portanto, um fluido mais estável. Sabe-se que o óleo não é condutor de corrente elétrica.

O fluxo de eletricidade é estabelecido entre os pólos dos eletrodos quando as gotas de água emulsificada coalescem formando uma ponte ou circuito contínuo. A magnitude da voltagem requerida para quebrar a emulsão completando o circuito nos dá a estabilidade elétrica da emulsão, expressa em volts.

A medição da estabilidade elétrica, efetuada pelo medidor de estabilidade elétrica FANN foi efetuada seguindo as orientações da API 13B-2, usando a mesma temperatura do teste da reologia, seguindo as seguintes etapas:

1. Foi colocada uma alíquota num recipiente de vidro ou utilizado o fluido no copo do teste de reologia.
2. O eletrodo foi submergido até uma profundidade de 2,5 cm na amostra e agitado lentamente com o próprio eletrodo por cerca de 1 minuto, encerrando a agitação.
3. O botão foi pressionado ao mesmo tempo em que se girou o dial lentamente até que a luz vermelha acendesse.
4. Foi feita a leitura medida no visor do equipamento quando o valor mostrado foi estabilizado.

Resultados e Discussão

Serão apresentados e discutidos os resultados obtidos das análises realizadas nos fluidos produzidos a partir do éster oriundo do óleo de *Moringa*. Os fluidos foram analisados no Laboratório de

Tecnologias Alternativas da UFS e no Laboratório de Fluidos de Perfuração da Petrobras. As amostras foram nomeadas de FM1 a FM11 (Fluido Moringa + número da amostra).

- **Viscosidade Plástica**

A Tabela 3 apresenta os valores da análise de variância (ANOVA) para a variável de resposta viscosidade plástica (μ_p), onde também é apresentado o valor do coeficiente de determinação (R^2).

Tabela 3: Análise de variância (ANOVA) para a viscosidade plástica

FATOR	Soma Quadrados	dos Graus Liberdade	de Quadrado Médio	F	p
(1) Razão O/A	450,000	1	450,000	25,9615	0,036427
(2) Emulsificante	18,000	1	18,000	1,0385	0,415387
(3) Saponificante	392,000	1	392,000	22,6154	0,041486
(1) x (2)	98,000	1	98,000	5,6538	0,140527
(1) x (3)	1058,000	1	1058,000	61,0385	0,015991
(2) x (3)	32,000	1	32,000	1,8462	0,307180
(1) x (2) x (3)	18,000	1	18,000	1,0385	0,415387
Falta de Ajuste	2400,061	1	2400,061	138,4650	0,007145
Erro Puro	34,667	2	17,333	R^2	
Total	4500,727	10	-	0,45904	

O valor do coeficiente de determinação encontrado ($R^2 = 0,45904$) mostra um ajuste ruim do modelo aos dados observados. Este fato também pode ser evidenciado a partir da Figura 1, onde observa-se que os valores experimentais apresentaram aproximação regular à linha de tendência.

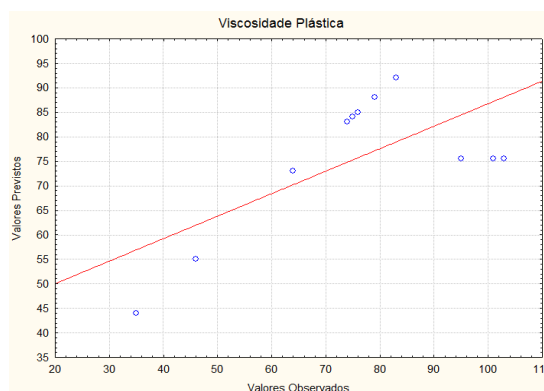


Figura 1: Valores previstos x observados para a viscosidade plástica

Posteriormente, realizou-se as análises de regressão das variáveis de resposta com estimativa dos parâmetros, com a finalidade de obter equações que possam representar o comportamento das variáveis de resposta frente às variáveis de controle. Considerando apenas os p-valores significativos, aqueles abaixo de 5%, a Equação (1) em variáveis codificadas foi encontrada:

$$\mu_p = 75,54 - 7,50(OA) + 7,00(SAP) + 11,50(AO)(SAP) \quad (1)$$

O diagrama de Pareto foi utilizado na análise e cálculo dos efeitos de cada parâmetro. O diagrama de Pareto é uma representação gráfica onde podemos analisar os efeitos de um dado experimento. A partir dele podemos obter as melhores interações entre os fatores e quais destes são mais significativos no experimento. O valor $p = 0,05$ indica o limite de significância, abaixo do qual a variável pode ser considerada insignificante ou sem influência no experimento a um nível de significância de 95%. O Diagrama de Pareto gerado é apresentado na Figura 2.

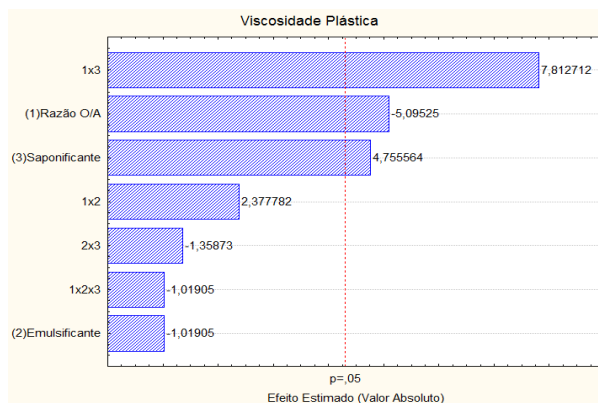


Figura 2: Diagrama de Pareto dos efeitos das variáveis independentes sobre o comportamento da viscosidade plástica

Através do diagrama de Pareto (Figura 2), observou-se que a razão óleo/água e a concentração de saponificante apresentaram efeito significativo na viscosidade plástica. A Figura 3 ilustra a superfície de resposta construída de forma a avaliar o efeito das mudanças nas variáveis controladas sobre a variável resposta.

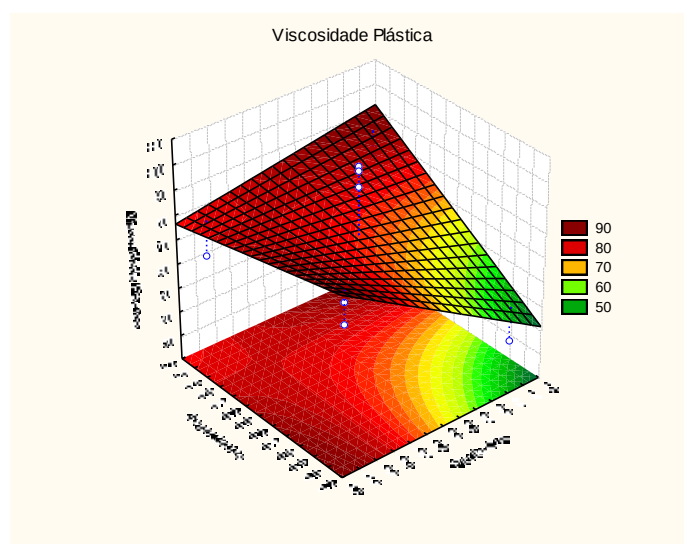


Figura 3: Superfícies de resposta para a viscosidade plástica em função do Saponificante e Razão Óleo-Água

Nos fluidos produzidos com essa base orgânica, a concentração de saponificante apresentou efeito significativo na avaliação da viscosidade plástica. Tal efeito pode ser explicado a partir da reação de saponificação entre os ácidos graxos presentes no emulsificante e a cal hidratada, que formam um sabão cálcico de caráter anfótero, que ajuda a estabilizar a emulsão, evitando a coalescência das gotículas, aumentando assim a concentração de partículas dispersas, o que ocasiona o aumento da viscosidade plástica, devido ao aumento do atrito entre as gotas emulsionadas. Observou-se também que viscosidade plástica aumentou com o aumento da quantidade de água presente no fluido (diminuição da razão O/A), pois houve acréscimo de atrito entre as gotas, o que proporciona um aumento na viscosidade.

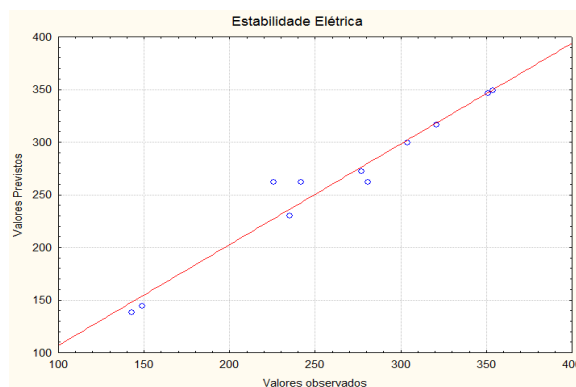
- **Estabilidade Elétrica**

A estabilidade elétrica expressa em volt é uma propriedade que pode indicar a estabilidade relativa da emulsão água em óleo. A Tabela 4 apresenta os valores da análise de variância (ANOVA) para a variável de resposta estabilidade elétrica (EE), onde também é apresentado o valor do coeficiente de determinação (R^2).

Tabela 4: Análise de variância (ANOVA) para a estabilidade elétrica

FATOR	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F	p
(1)Razão O/A	23980,50	1	23980,50	29,96314	0,031791
(2)Emulsificante	5202,00	1	5202,00	6,49979	0,125529
(3)Saponificante	6844,50	1	6844,50	8,55206	0,099742
(1) x (2)	242,00	1	242,00	0,30237	0,637603
(1) x (3)	10804,50	1	10804,50	13,50000	0,066743
(2) x (3)	1682,00	1	1682,00	2,10162	0,284187
(1) x (2) x (3)	578,00	1	578,00	0,72220	0,484927
Falta de Ajuste	636,74	1	636,74	0,79560	0,466531
Erro Puro	1600,67	2	800,33	R ²	
Total	51570,91	10	-	0,95661	

O valor do coeficiente de determinação encontrado ($R^2 = 0,95661$) indica que as variáveis independentes explicam 95,661% da variação da variável dependente. A partir do gráfico exibido na Figura 4 verificou-se boa aproximação dos valores experimentais à linha de tendência, apresentando leves desvios apenas em pontos específicos.

**Figura 4:** Valores previstos x observados para a estabilidade elétrica.

A análise de regressão possibilita encontrar uma relação razoável entre as variáveis de entrada e saída, por meio de relações empíricas. Considerando apenas os p-valores significativos, aqueles abaixo de 5%, obteve-se a Equação (2) em variáveis de entrada codificadas:

$$EE = 262,09 + 54,75(OA) \quad (2)$$

A sensibilidade dos parâmetros estudados sobre a resposta de interesse é examinada através do Diagrama de Pareto. A utilização dessa ferramenta permite indicar quais os parâmetros e interações têm influências significativas sobre cada variável resposta considerada. Conforme mostrado pelo diagrama de Pareto (Figura 5), apenas a razão óleo-água apresenta efeito significativo a um nível de significância de 95% sobre a estabilidade elétrica.

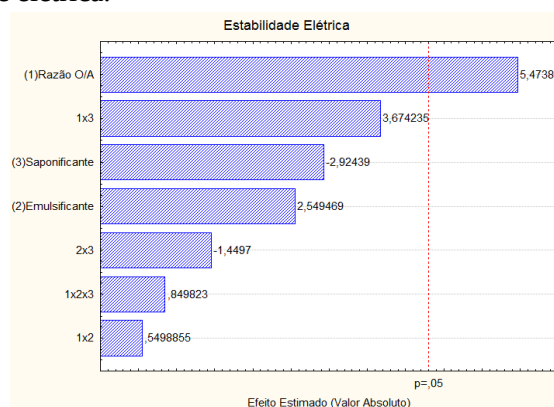


Figura 5: Diagrama de Pareto dos efeitos das variáveis independentes sobre o comportamento da estabilidade elétrica.

A estabilidade elétrica de uma emulsão é um indicativo de quanto fortemente a água está emulsionada numa base orgânica. Altos valores de estabilidade elétrica são desejáveis, pois indicam emulsão estável. Pode-se constatar que a estabilidade elétrica do fluido preparado aumenta de forma linear com o aumento da razão óleo-água. Tal comportamento está de acordo com a literatura, pois altas concentrações de água diminuem a estabilidade elétrica, devido à redução da distância entre as gotículas de água, o que facilita o fechamento do circuito elétrico causado pela coalescência das gotículas.

Conclusões

Foi possível desenvolver fluidos perfuração utilizando como fase contínua éster de Moringa Oleífera Lam para o estudo da estabilidade oxidativa e elétrica e análise dos parâmetros reológicos. Apenas a razão óleo-água apresenta efeito significativo a um nível de significância de 95% sobre a estabilidade elétrica. Constatou-se que a estabilidade elétrica do fluido preparado aumenta de forma linear com o aumento da razão óleo-água. Nos fluidos produzidos com essa base orgânica, a concentração de saponificante apresentou efeito significativo na avaliação da viscosidade plástica. Observou-se também que viscosidade plástica aumentou com o aumento da quantidade de água presente no fluido (diminuição da razão O/A), pois houve acréscimo de atrito entre as gotas, o que proporciona um aumento na viscosidade. Ficou demonstrado que os parâmetros dos fluidos base éster podem ser manipulados e ajustados para se adequar ao programa de perfuração.

Agradecimentos

Agradecemos ao Laboratório de Tecnologias Alternativas e ao NUPEG da Universidade Federal de Sergipe. E a todos dos autores pela colaboração.

Referências Bibliográficas

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE (API). **API RP 13B-1:** Recommended practice for field testing of water-based drilling fluids. Washington, 2014.

CASTRO, B.C.S. **Otimização das condições de transesterificação e caracterização dos rejeitos de óleo de fritura e de peixe para obtenção do biodiesel**, Dissertação de mestrado, UFRJ, Rio de Janeiro, 2009

FARIAS, K. V.; AMORIM, L. V.; FERREIRA, H. C.; PEREIRA, E. **Estudo da reologia e espessura do reboco de fluidos de perfuração: influência de dispersantes e umectante aniônicos**. Cerâmica, v. 52, p. 307 - 314, 2006.

HALLIBURTON ENERGY SERVICES, INC., Spring – TX, Jay Paul Deville. **Oil based drilling fluids with enhanced stability at high temperatures**. C09K 8/22. US 20120258893 A1, 12386944, 8062997. Nov 22, 2011; Oct 11, 2012. Acessado em 29 de julho de 2016: <http://patft.uspto.gov/>.

PEREIRA, Marília M. M. . **Estudo da influência do biodiesel na estabilidade oxidativa do fluido de perfuração base óleo**. In: I Congresso Nacional de Engenharia de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. Campina Grande/PR. 2015.

PETROBRAS, **Teste piloto para tratamento ou fabricação de fluido:** Norma PE-5EM-00480-H, 2012.

PORTO, Carla C. S. **Desenvolvimento de um Fluido de Perfuração de Poços a Base de Ésteres e Sua Caracterização**. In: I Congresso Nacional de Engenharia de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. Campina Grande/PR. 2015.

THOMAS, J. E. **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. Interciência: PETROBRAS, p. 86, 2004.