

	<b>ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA</b>		Nº <b>ET-3010.00-1260-010-PNG-111</b>		
	CLIENTE: <b>E&amp;P</b>			FOLHA <b>1 de 10</b>	
	PROGRAMA:				
	ÁREA:				
TÍTULO: <b>QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE CORROSÃO PARA REINJEÇÃO DE ÁGUA PRODUZIDA EM RESERVATÓRIOS</b>			PÚBLICO		
			GIA-E&P/EAEP/EOPM		
<b>ÍNDICE DE REVISÕES</b>					
<b>REV.</b>	<b>DESCRIÇÃO E/OU FOLHAS ATINGIDAS</b>				
0	Emissão Inicial				
	REV. 0				
DATA	27/06/2022				
PROJETO	GIA-E&P/EAEP/EOPM				
EXECUÇÃO	CXKX				
VERIFICAÇÃO	EK6A				
APROVAÇÃO	CJCL				
AS INFORMAÇÕES DESTE DOCUMENTO SÃO PROPRIEDADE DA PETROBRAS, SENDO PROIBIDA A UTILIZAÇÃO FORA DA SUA FINALIDADE.					

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº	ET-3010.00-1260-010-PNG-111	REV.	0
	E&P			FOLHA	2 de 10
	TÍTULO: <b>QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE CORROSÃO PARA REINJEÇÃO DE ÁGUA PRODUZIDA EM RESERVATÓRIOS</b>			PÚBLICO	
			GIA-E&P/EAEP/EOPM		

## 1. Introdução

Este documento define os requisitos de qualificação de inibidor de corrosão para **sistemas de reinjeção de água produzida**.

O fornecedor deve apresentar relatório de testes com o inibidor de corrosão de acordo com a metodologia descrita a seguir para os itens que forem solicitados no Edital. Além dessas informações, o relatório deve conter, no mínimo:

- Identificação do responsável técnico pela realização dos ensaios;
- Dados da instituição responsável pela execução dos ensaios;
- Data de emissão do relatório.

**O Fornecedor deverá entregar amostra do produto para realização de testes pela Petrobras**, os seguintes requisitos devem ser atendidos:

- Fornecer 1L (divididos em dois frascos de 500 mL) de amostra em recipiente compatível com o fluido, íntegro, sem vazamentos, estufamento ou qualquer tipo de degradação.
- O rótulo do produto químico deve ser confeccionado em material que resista às condições normais de uso, transporte e armazenagem dentro do prazo de validade do produto;
- Todas as informações de segurança constantes no rótulo de produto químico comercializado no mercado nacional devem estar redigidas no idioma nacional;
- A rotulagem de produto químico deve seguir a norma ABNT NBR 14725 parte 3;
- Incluir no rótulo do recipiente o número sequencial do cenário de pré-qualificação a que a amostra se relaciona;
- Providenciar a assinatura do protocolo de recebimento de amostras pelo responsável da Petrobras, coletando assinatura e a data da entrega;
- Entregar cópia da Ficha de Informações de Segurança do Produto Químico – FISPQ.

Após o recebimento pela Petrobras, a amostra deverá ser verificada visualmente quanto à formação de borras, precipitados, turvação e separação de fases. Caso alguma dessas características seja identificada, o produto será reprovado.

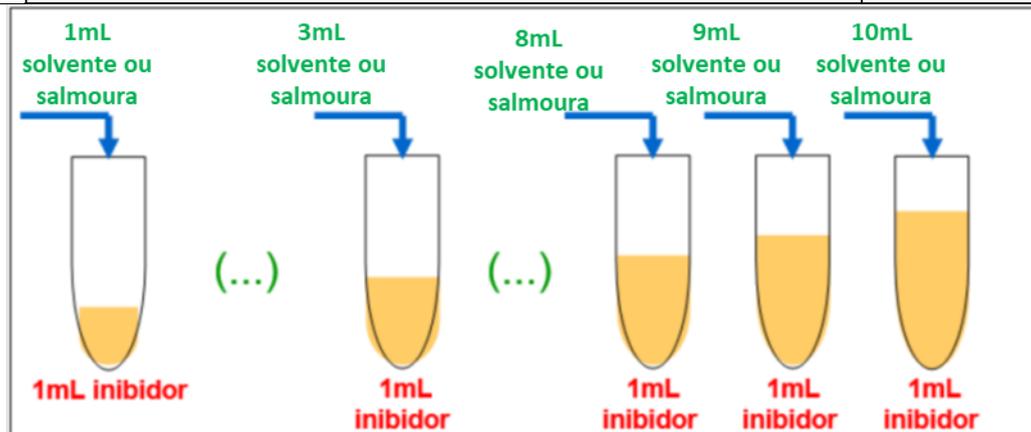
## 2. Requisitos para qualificação do inibidor de corrosão para sistemas de reinjeção de água produzida

### 2.1. Ensaio de compatibilidade

Para o cenário de aplicação de reinjeção deve ser realizado teste de solubilidade em **salmoura completa** conforme descrição a seguir. A composição da salmoura é informada na **Tabela II**.

#### 2.1.1. Solubilidade

Adicionar 1mL de inibidor de corrosão em 10 frascos de vidro transparentes, tipo tubo de ensaio (**Figura 1**). Adicionar em cada frasco, respectivamente: 1mL, 2mL, 3mL, 4mL, 5mL, 6mL, 7mL, 8mL, 9mL e 10mL de solvente, agitando o tubo levemente. Avaliar a solubilidade do inibidor de corrosão em cada proporção de mistura com o solvente, fazendo registro fotográfico e classificando o produto como “totalmente solúvel” (não há separação de fases), “parcialmente solúvel” (há separação de fases, sem turvação ou formação de depósitos) ou “insolúvel” (há separação de fases, com turvação e/ou formação de depósitos) em cada solvente avaliado. Os resultados devem ser apresentados conforme **Tabela I**.


**Figura 1 – Desenho esquemático do teste de solubilidade do inibidor de corrosão**

O produto deve ser totalmente solúvel na salmoura nas diluições testadas, com tolerância de turvação nas proporções avaliadas, sem formação de precipitados ou separação de fases.

**Tabela I – Modelo para apresentação dos resultados de solubilidade de inibidores de corrosão**

PROPORÇÃO (solvente:produto)	SOLUBILIDADE <small>(informar se: Totalmente solúvel / parcialmente solúvel / insolúvel)</small>	OBSERVAÇÕES <small>(informar se: apresentou turbidez / precipitação / separação de fases / formação de borras)</small>	FOTO
1:1			
1:2			
1:3			
1:4			
1:5			
1:6			
1:7			
1:8			
1:9			
1:10			

## 2.2. Ensaios de eficiência

Para o cenário de aplicação de reinjeção devem ser realizado testes de eficiência do inibidor de corrosão por **bubble test e carrossel rotatório** nas condições indicadas na **Tabela II**.

A seguir são apresentados procedimentos de forma a orientar a realização dos ensaios de eficiência de inibidores de corrosão. Onde não estiverem definidos detalhes, tais como dimensionamento do aparato experimental e/ou de corpos-de-prova, é permitido que esses sejam selecionados pelo fornecedor, que deve informá-los em seu relatório.

**Tabela II – Condição dos testes de eficiência de inibidor de corrosão a serem realizados para o cenário de reinjeção de água produzida**

Composição do gás			Teor de O <sub>2</sub> dissolvido *	Temperatura	Pressão	Composição da água sintética**			
O <sub>2</sub> %	CO <sub>2</sub> %	N <sub>2</sub> %	ppb	°C	psi(g)	Salinidade mg/L NaCl	Acetato mg/L	Bicarbonato (mg/L)	BSW %
0,63	0,57	98,8	100	60	8,0	81.000	57	560	99
1,90	0,57	97,53	300	60	8,0	81.000	57	560	99

\*Deve-se medir o teor de O<sub>2</sub> dissolvido durante o ensaio de forma a se garantir a obtenção dos teores informados nesta tabela. Caso não seja possível medir durante o ensaio, deve-se medir logo após a

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº	ET-3010.00-1260-010-PNG-111	REV.	0
	E&P			FOLHA	4 de 10
	TÍTULO: <b>QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE CORROSÃO PARA REINJEÇÃO DE ÁGUA PRODUZIDA EM RESERVATÓRIOS</b>			PÚBLICO	
			GIA-E&P/EAEP/EOPM		

saturação da solução com o gás de teste e ao final do ensaio antes da retirada de cupons e/ou eletrodos

\*\* Deve-se medir o pH durante o ensaio e anotar. Caso não seja possível medir o pH durante o ensaio, deve-se medir logo após a saturação da solução com o gás de teste e ao final do ensaio antes da retirada de cupons e/ou eletrodos.

### 2.2.1. Procedimento de teste para “bubble test” a 1 bar(a)

Nesse teste a eficiência do inibidor de corrosão deve ser avaliada em ensaio do tipo “Bubble Test” (**Figura 1**), em que a taxa de corrosão do aço carbono deve ser avaliada pelas técnicas de perda de massa e resistência de polarização linear (RPL) conforme norma ASTM G96-90(2018), medidas simultaneamente na mesma célula de teste. Para a avaliação da taxa de corrosão por RPL, o sistema deve ser composto por um eletrodo de trabalho em aço carbono baixa liga, um contra-eletrodo em Hatelloy®, e um eletrodo de referência também em Hatelloy®. Para a avaliação da taxa de corrosão por perda de massa, corpos-de-prova de aço carbono baixa liga devem ser testados em duplicata, e a taxa de corrosão determinada conforme a norma ASTM G31-12a.

O ensaio deve ser realizado à pressão atmosférica com borbulhamento contínuo do gás de teste. A composição do gás utilizado no ensaio deve ser tal, que reproduza a pressão parcial dos componentes informados na **Tabela II**. O gás deve ser purgado continuamente até saturação da amostra. A fase líquida do ensaio deve ser composta de uma salmoura contendo a composição indicada na **Tabela II**, e de uma fase orgânica (por exemplo: heptano, querosene de aviação, etc.), na proporção entre as fases aquosa e orgânica (BSW) conforme indicado na **Tabela II**. A célula de teste deve ser preenchida com as fases líquidas e purgadas continuamente com a fase gasosa, até que o sistema esteja totalmente saturado com o gás de teste.

Somente após a saturação do sistema os corpos-de-prova metálicos do teste de RPL devem ser instalados na célula de teste, evitando que entrem em contato com a fase orgânica (sugere-se a inserção dos corpos-de-prova via tubos de Teflon®, conforme demonstrado na **Figura 2**). Iniciar as medições de Resistência de Polarização (Rp) a cada 30 minutos, e mantê-las pelo período de 1 hora, quando então deve-se adicionar na dosagem recomendada pelo fornecedor, instalando imediatamente em seguida os corpos-de-prova de perda de massa (sugere-se a inserção dos corpos-de-prova via tubos de Teflon®, conforme demonstrado na **Figura 2**). Manter as medidas de Rp a cada 30 minutos pelo período de 48 horas.

Repetir o teste sem a dosagem de inibidor de corrosão (branco).

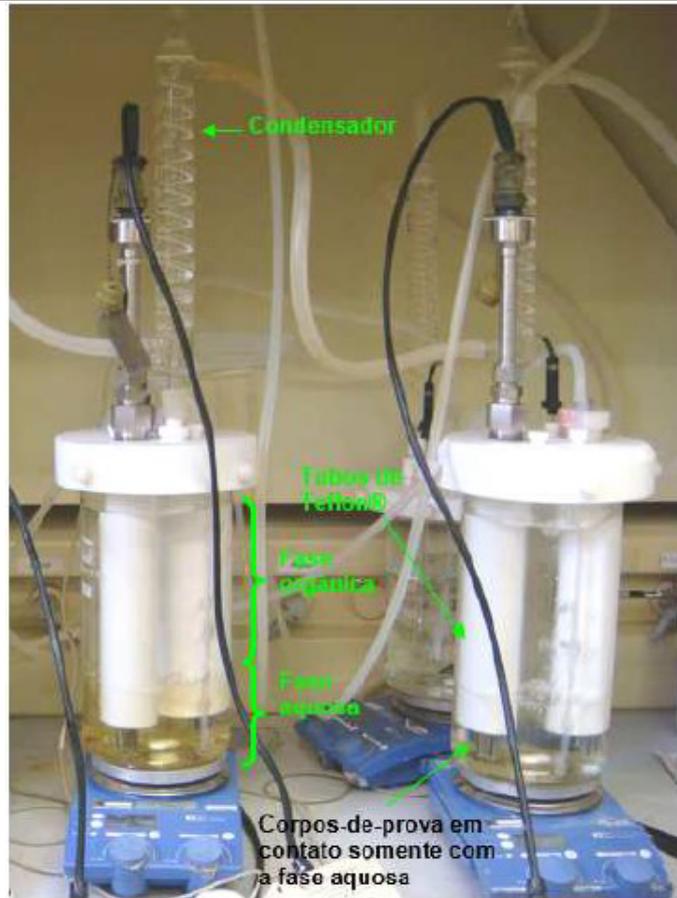


Figura 2 – Exemplo de montagem do ensaio tipo “Bubble Test”

### 2.2.2. Procedimento de teste de corrosão em carrossel rotatório

A eficiência do inibidor de corrosão deve ser avaliada em ensaio do tipo “carrossel rotatório”, conforme descrito na norma ASTM G 184 7. Vários corpos-de-prova retangulares são fixos em um suporte giratório (Figura 3 e Figura 4), que roda com velocidade controlada.

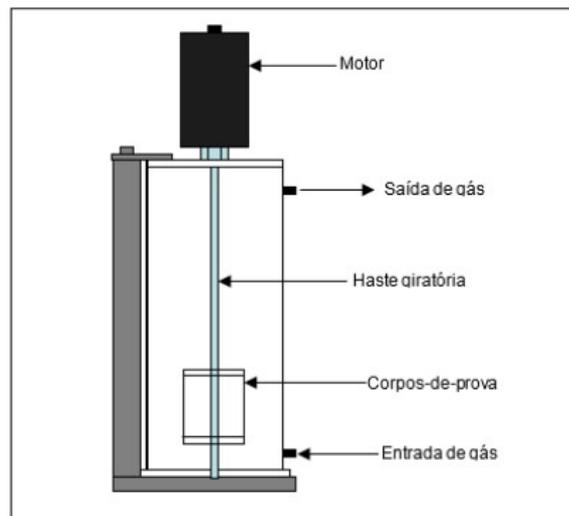
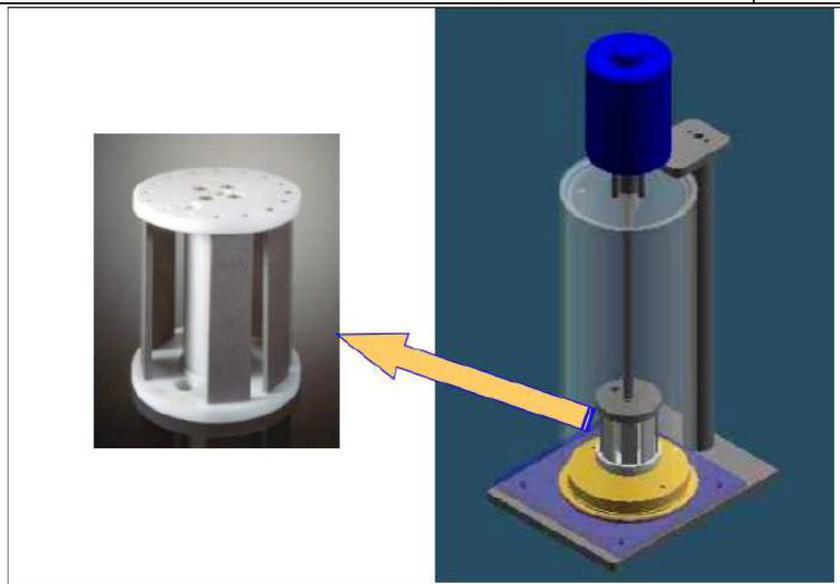


Figura 3 – Esquema simplificado do ensaio tipo “carrossel rotatório”

	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº ET-3010.00-1260-010-PNG-111	REV. 0
	E&P		FOLHA 6 de 10
	TÍTULO: <b>QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE CORROSÃO PARA REINJEÇÃO DE ÁGUA PRODUZIDA EM RESERVATÓRIOS</b>		PÚBLICO



**Figura 4 – Ilustrações de uma célula usada no ensaio de carrossel rotatório. Detalhe da fixação dos corpos-de-prova**

A taxa de corrosão do aço carbono baixa liga deve ser avaliada pela técnica de perda de massa, determinada conforme a norma ASTM G31-12a. O ensaio deve ser realizado nas condições indicadas na **Tabela II**, com borbulhamento contínuo do gás de teste, conforme composição indicada **Tabela II**.

Nesse ensaio, todos os corpos-de-prova devem ser montados na autoclave vazia, que deve ser desaerada e purgada continuamente com o gás a ser utilizado no ensaio, antes de preenchê-la com o líquido.

A fase líquida do ensaio deve ser composta de uma salmoura contendo a composição conforme indicado na **Tabela II** e de uma fase orgânica (por exemplo: heptano, querosene de aviação, etc.), na proporção entre as fases aquosa e orgânica (BSW) conforme indicada **Tabela II**. Essas soluções devem ser misturadas e desaeradas com a mistura gasosa de teste em um recipiente (célula 1), na pressão atmosférica e temperatura ambiente. Após saturação da mistura de soluções com o gás, dosar o inibidor de corrosão na célula 1 e transferir o conteúdo da célula 1 para a autoclave. Durante o teste o sistema deve mantido pressurizado, sem necessidade de purga contínua de gás. O teste deve ter duração de 48h.

Repetir o teste sem a dosagem de inibidor de corrosão (branco).

Os testes devem ser realizados na tensão de cisalhamento informada na **Tabela III**. No relatório de testes devem ser informadas as condições utilizadas no ensaio: diâmetro do carrossel, velocidade de rotação, distância entre os corpos de prova.

**Tabela III– Tensão de cisalhamento dos testes no carrossel rotatório**

Cenário	Tensão de Cisalhamento Pa
Reinjeção	50

### **2.2.3. Cálculo da Eficiência do inibidor de corrosão pela perda de massa e apresentação dos resultados**

A eficiência do inibidor de corrosão deve ser calculada conforme equação 1, pelas taxas de corrosão médias determinadas com os cupons de perda de massa dos ensaios descritos no item 2.2. Os resultados devem ser apresentados conforme a **Tabela IV** (valores de massa inicial corpo de prova (CP), massa final, área exposta do CP, tempo total de imersão do CP, taxas de corrosão e eficiência) e **Tabela V** (aspecto visual dos corpos de prova).

$$E(\%) = (TCs - TCc) / TCs \times 100 \quad (\text{equação 1})$$

Onde:

E = eficiência do inibidor de corrosão em %;

TCs = taxa de corrosão média determinada pela perda de massa do ensaio sem inibidor de corrosão (branco);

TCc = taxa de corrosão média determinada pela perda de massa do ensaio com inibidor de corrosão.

**Tabela IV – Análise dos resultados de perda de massa do produto (inserir nome comercial) para o cenário (inserir número do cenário). CP = corpo-de-prova**

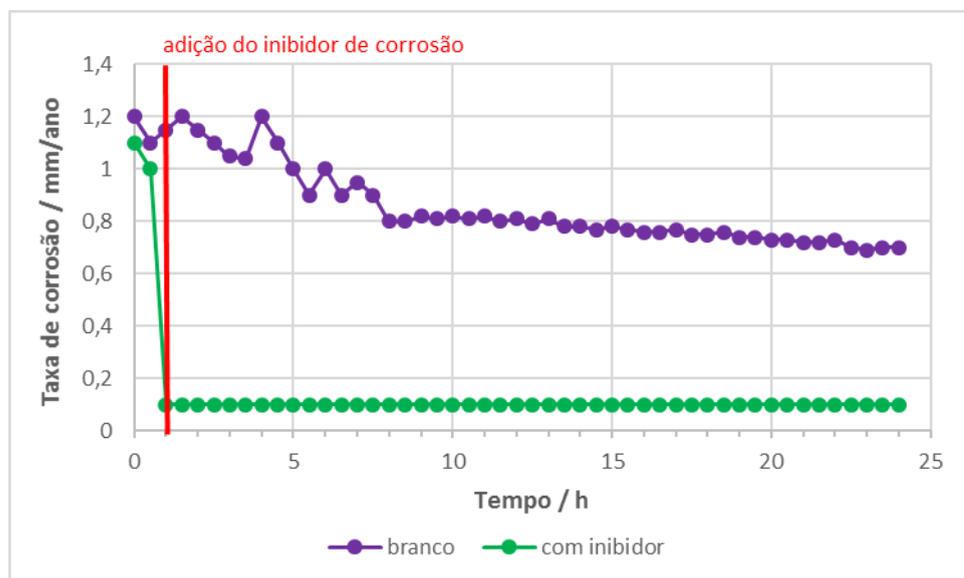
Ensaio	CP	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Perda de massa (g)	Tempo (h)	Área Exposta do CP (cm <sup>2</sup> )	Taxa Corrosão (mm/ano)	Taxa Corrosão Média (mm/ano)	Eficiência (%)
Branco	1								NA
	2								
Nome comercial do produto (informar dosagem em ppm)	1								
	2								

**Tabela V – Aspecto visual dos corpos-de-prova após o ensaio de perda de massa do produto (inserir nome comercial) para o cenário (inserir cenário)**

Ensaio	CP	Aspecto Visual do CP após ensaio
Branco	1	Foto da superfície do corpo-de-prova com aumento entre 10 e 50 vezes
	2	Foto da superfície do corpo-de-prova com aumento entre 10 e 50 vezes
Nome comercial do produto (informar dosagem em ppm)	1	Foto da superfície do corpo-de-prova com aumento entre 10 e 50 vezes
	2	Foto da superfície do corpo-de-prova com aumento entre 10 e 50 vezes

#### 2.2.4. Análise e apresentação dos resultados de LPR

Deve-se apresentar o gráfico da taxa de corrosão medida por RPL em relação ao tempo de teste, sinalizando o momento da injeção do inibidor de corrosão, conforme demonstrado no exemplo da Figura 5.



**Figura 5** – Exemplo de apresentação de resultados de taxa de corrosão determinada por LPR em meio com inibidor de corrosão e sem inibidor de corrosão (branco).

### 2.2.5. Critério de aceitação dos testes de eficiência

Os critérios de aceitação para os testes de eficiência estão descritos na **Tabela VI**.

**Tabela VI - Critérios de aceitação dos testes de eficiência de inibidor de corrosão**

CRITÉRIOS DE ACEITAÇÃO DO TESTE DE EFICIÊNCIA	Reinjeção	
	Bubble test	Carrossel Rotatório
Eficiência da inibição pela perda de massa (%)	>90	>90
Tempo para redução de 90% da taxa de corrosão medida por LPR (h)	<1	N/A
Taxa de corrosão medida por LPR (mm/ano)	<ou=0,1	N/A
Dosagem máxima do produto (ppm)	200	200

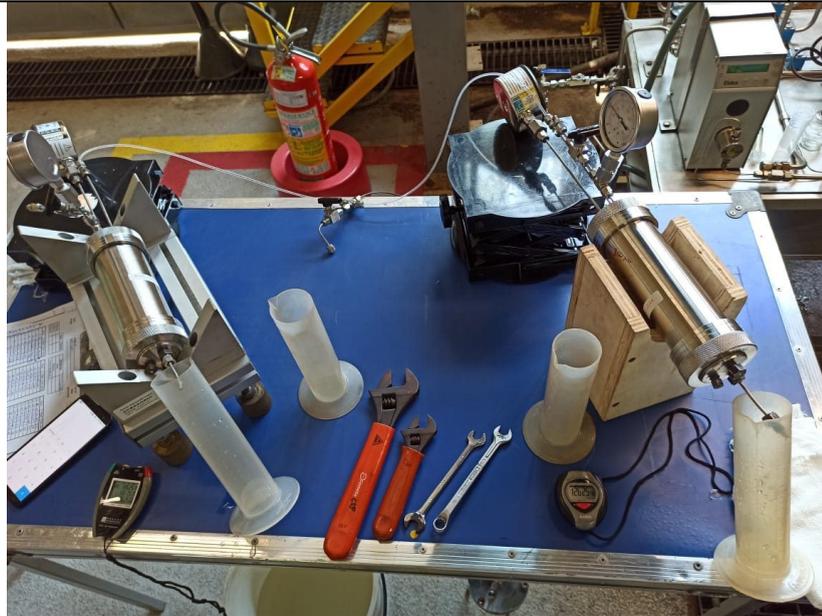
N/A = não aplicável

### 2.3. Teste de Injetividade em Rocha Reservatório

O teste de injetividade em testemunho de rocha reservatório tem por objetivo avaliar se a adição do produto aumenta a perda de injetividade já estimada para uma água produzida sintética (com teor de óleos e graxas (TOG) e teor de sólidos suspensos (SST) conhecidos).

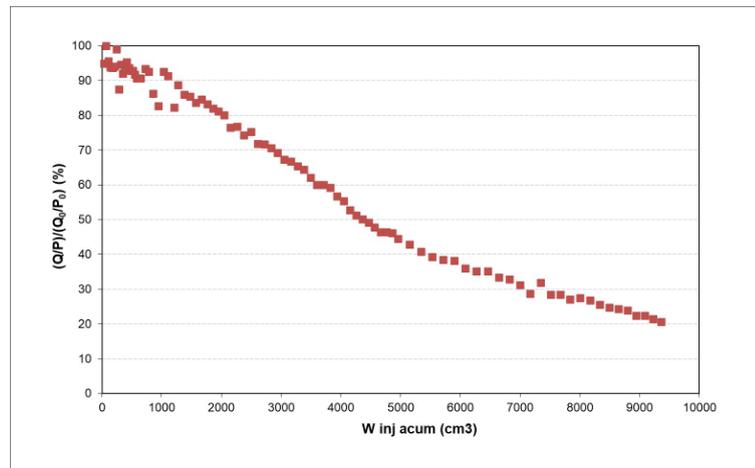
**Esse teste será realizado apenas pela Petrobras uma vez que não há disponibilidade de amostras de rocha para os Fornecedores.**

A metodologia deste teste se baseia no ensaio de fluxo em meio poroso. O sistema de fluxo foi concebido de forma que as amostras sejam analisadas aos pares, isto é, o sistema de fluxo utilizado permite que o fluxo de água produzida seja feito em paralelo. Dessa forma, para cada amostra que recebe injeção de produto químico, há um branco correspondente e é possível garantir que as amostras sejam submetidas a uma mesma qualidade de água produzida. O único diferencial é de fato a injeção do produto em avaliação. Para avaliação dos inibidores de corrosão, em uma das amostras é feita a injeção contínua do produto, na concentração determinada pelos ensaios de eficiência. Os parâmetros de qualidade da água, TOG e SST também são quantificados. São utilizadas amostras de afloramento, com as mesmas características de porosidade e permeabilidade, permitindo a comparação dos ensaios em paralelo. São utilizados plugues de 1,5 polegada de diâmetro e aproximadamente 7 cm de comprimento que são saturados com água e confinados em *holder*. Ao longo do teste registraram-se, a pressão e a vazão ao longo do tempo. A pressão é medida com manômetros, sendo a saída do teste aberta para atmosfera. A medição de vazão é manual: um volume de efluente é coletado em tubo e é registrado o intervalo de tempo. Os testes são realizados na temperatura ambiente. A montagem do sistema pode ser observada na **Figura 6**.



**Figura 6 - Montagem dos sistemas de fluxo, em paralelo, para avaliar a injetividade na presença de inibidor de corrosão em meio poroso**

Com o acompanhamento de vazão e pressão é possível calcular  $(Q/P)/(Q_0/P_0)$  em função do volume injetado acumulado como mostrado na **Figura 7**.



**Figura 7 -  $(Q/P)/(Q_0/P_0)$  em função do volume injetado acumulado**

Comparando-se as duas amostras testadas em paralelo, avalia-se então em qual houve maior perda de injetividade: no branco, que passou apenas por fluxo de água produzida, ou na amostra com injeção adicional de produto.

O critério de aceitação nesse ensaio é a adição do produto não causar maior perda de injetividade quando comparado com o ensaio em branco, ou seja, quando há somente injeção da água produzida.

	<b>ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA</b>	<b>Nº ET-3010.00-1260-010-PNG-111</b>	<b>REV. 0</b>
	E&P		<b>FOLHA 10 de 10</b>
	<b>TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE CORROSÃO PARA REINJEÇÃO DE ÁGUA PRODUZIDA EM RESERVATÓRIOS</b>		<b>PÚBLICO</b> GIA-E&P/EAEP/EOPM

### 3. Documentos complementares

Os documentos relacionados a seguir são citados no texto e contêm prescrições válidas para a presente especificação técnica.

ASTM D92	Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester
ASTM G1	Standard Practice for Preparing, Cleaning and Evaluating Corrosion Test Specimens
ASTM G31-12a	Standard Guide for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals
ASTM G96-90(2018)	Standard Guide for Online Monitoring of Corrosion in Plant Equipment (Electrical and Electrochemical Methods)
ASTM G184 7	Standard Practice for Evaluating and Qualifying Oil Field and Refinery Corrosion Inhibitors Using Rotating Cage
ABNT NBR 14725	Produtos químicos - Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente / Parte 2: Sistema de classificação de perigo

Para referências não datadas, aplicam-se as edições mais recentes dos referidos documentos (incluindo emendas).