 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-064			
	CLIENTE: E&P			FOLHA: 1 de 24		
	PROGRAMA: -					
	ÁREA: -					
TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM RESERVATÓRIOS (SQUEEZE)		GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ				
		PÚBLICO				
ÍNDICE DE REVISÕES						
REV.	DESCRIÇÃO E/OU FOLHAS ATINGIDAS					
0	Revisão Original.					
A	Revisão geral.					
B	Revisão do item 3.1.2 (tolerância do pH passou de $\pm 0,2$ para $\pm 0,05$).					
C	Revisão geral no preparo e ajuste de pH das soluções aquosas de teste (itens 4.1 e 4.2) e no teste de compatibilidade com a água do cenário (item 4.3). Inclusão do método Hyamine (Anexo A) e possibilidade de método alternativo indicado pelo fornecedor para rastreamento do residual do inibidor (item 4.5). Revisão geral do teste de compatibilidade com materiais (item 4.6) e disponibilização de planilha com memória de cálculo para o preparo das salmouras (Anexo B).					
D	Revisão para melhorias textuais nos itens 3, 4.2, 4.3 e 4.4, além da inclusão de requisitos suplementares para produto inibidor e removedor de incrustação.					
	REV. 0	REV. A	REV. B	REV. C	REV. D	REV. E
DATA	03/02/2020	15/06/2020	24/04/2022	12/07/2024	30/08/2024	
EXECUÇÃO	B97J	B97J	BE3W	CXZW, B97J, CTRS, BHP8	BHP8, CXZW	
VERIFICAÇÃO	EK6A	EK6A	EK6A	BECK, UP9T, UP9Y, BE3W	CXZX, BECK, BE3W, M300	
APROVAÇÃO	CJCL	CJCL	CJCL	EK6A	EK6A	
DE ACORDO COM A DI-1PBR-00337, AS INFORMAÇÕES DESTES DOCUMENTOS SÃO PROPRIEDADE DA PETROBRAS, SENDO PROIBIDA A UTILIZAÇÃO FORA DA SUA FINALIDADE.						
FORMULÁRIO PADRONIZADO PELA NORMA PETROBRAS N-381-REV.M.						

**SUMÁRIO**

1. Introdução.....	3
2. Referências normativas.....	3
3. Requisitos iniciais	3
4. Requisitos para qualificação do inibidor de incrustação	4
4.1. Preparo das soluções aquosas para as análises	4
4.1.1. Soluções de inibidor de incrustação contendo KCl.....	4
4.1.2. Salmoura completa sem os ânions precipitantes.....	4
4.1.3. Salmoura completa com os ânions precipitantes	5
4.2. Ajuste de pH das soluções aquosas para as análises	7
4.2.1. Soluções de inibidor de incrustação contendo KCl.....	7
4.2.2. Salmoura completa sem os ânions precipitantes.....	7
4.2.3. Salmoura completa com os ânions precipitantes	7
4.3. Análise de compatibilidade com a água do cenário	8
4.4. Análise de eficiência dinâmica.....	9
4.5. Demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor.....	11
4.6. Compatibilidade com materiais.....	12
4.6.1. Análise de corrosividade.....	12
4.6.2. Análise de compatibilidade com materiais não metálicos.....	13
5. Apresentação dos resultados	14
5.1. Apresentação dos resultados de compatibilidade com a água do cenário	14
5.2. Apresentação dos resultados de eficiência dinâmica.....	15
5.3. Apresentação da demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor	16
5.4. Apresentação dos resultados de compatibilidade com materiais	17
6. Critério de aprovação.....	18
Anexo A - Método do Hyamine 1622	19
Anexo B - Memória de cálculo para auxiliar no preparo das salmouras.....	24



1. INTRODUÇÃO

Este documento define os requisitos de qualificação de INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO para aplicação em reservatórios de petróleo em operações de *squeeze*.

Os critérios abordados incluem compatibilidade com materiais e outros fluidos aquosos envolvidos, eficiência e rastreabilidade.

2. REFERÊNCIAS NORMATIVAS

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

- ABNT NBR 14725: Produtos químicos - Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente - Aspectos gerais do Sistema Globalmente Harmonizado (GHS), classificação, FDS e rotulagem de produtos químicos;
- ABNT NBR 7353: Soluções aquosas - Determinação do pH com eletrodos de vidro;
- API TR 17TR2: *The Ageing of PA-11 in Flexible Pipes*;
- API TR 17TR6: *Attributes of Production Chemicals in Subsea Production Systems*;
- ASTM D1193: *Standard Specification for Reagent Water*;
- ASTM D1293: *Standard Test Methods for pH of Water*;
- ASTM D1976: *Standard Test Method for Elements in Water by Inductively-Coupled Argon Plasma Atomic Emission Spectroscopy*;
- ASTM E70: *Standard Test Method for pH of Aqueous Solutions with the Glass Electrode*;
- ASTM G31: *Standard Guide for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals*;
- ISO 23936-1: *Oil and gas industries including lower carbon energy — Non-metallic materials in contact with media related to oil and gas production, Part 1: Thermoplastics*;
- ISO 23936-2: *Oil and gas industries including lower carbon energy — Non-metallic materials in contact with media related to oil and gas production, Part 2: Elastomers*;
- NR-26: Sinalização de segurança.

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

3. REQUISITOS INICIAIS

O fornecedor deve apresentar relatório de testes com o inibidor de incrustação para reservatório (*squeeze*) de acordo com a metodologia descrita nessa Especificação Técnica. 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;
- Identificação do produto avaliado.



Caso haja necessidade de entrega de amostra do produto para realização de testes pela PETROBRAS, conforme oportunidade, os seguintes requisitos devem ser atendidos:

- Entregar 1 L (divididos em dois frascos de 500 mL) de amostra em recipiente lacrado, 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;
- De acordo com a NR-26, a rotulagem de produto químico deve seguir a norma ABNT NBR 14725;
- Incluir no rótulo do recipiente o número sequencial do cenário de pré-qualificação/licitação definido na oportunidade 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 com Dados de Segurança (FDS), em conformidade com a norma ABNT NBR 14725.

Após o recebimento, 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.

4. REQUISITOS PARA QUALIFICAÇÃO DO INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO

4.1. Preparo das soluções aquosas para as análises

4.1.1. Soluções de inibidor de incrustação contendo KCl

- (a) Preparar uma solução de inibidor de incrustação com fração de volume a 10 % contendo 20 g/L de KCl;
- (b) Preparar uma solução de inibidor de incrustação com fração de volume a 20 % contendo 20 g/L de KCl.

4.1.2. Salmoura completa sem os ânions precipitantes

- (a) Preparar uma salmoura completa sem os ânions precipitantes, tomando como base a composição da salmoura informada no cenário, substituindo as concentrações de bicarbonato e sulfato por 0 mg/L.

Exclusivamente para cenários de reservatórios carbonáticos será utilizada também a solução 4.1.2(b):

- (b) Preparar uma salmoura completa sem os ânions precipitantes, tomando como base a composição da salmoura informada no cenário, substituindo a concentração de cálcio pelo valor de 20 g/L e as concentrações de bicarbonato e sulfato por 0 mg/L.



4.1.3. Salmoura completa com os ânions precipitantes

Definem-se as frações volumétricas das salmouras de cátions e ânions na mistura, ϕ_C e ϕ_A , respectivamente, com as Equações (1) e (2).

$$\phi_C = \frac{\text{Volume da água de cátions}}{(\text{Volume da água de cátions} + \text{Volume da água de ânions})} \quad \text{Eq. (1)}$$

$$\phi_A = \frac{\text{Volume da água de ânions}}{(\text{Volume da água de cátions} + \text{Volume da água de ânions})} \quad \text{Eq. (2)}$$

Preparar uma água de ânions e uma água de cátions, de forma que, ao serem misturadas em função da fração volumétrica definida, a solução final tenha a composição da salmoura informada no cenário.

- (a) Água de Cátions – Tomando como base a composição da salmoura informada no cenário, substituir as concentrações dos ânions, com exceção do cloreto, por 0 mg/L e as concentrações dos cátions, com exceção do sódio, pelas calculadas com a Equação (3):

$$\text{Concentração do cátion } i = \frac{\text{Concentração do cátion } i \text{ no Cenário}}{\phi_C} \quad \text{Eq. (3)}$$

- (b) Água de Ânions – Tomando como base a composição da salmoura informada no cenário, substituir as concentrações dos cátions, com exceção do sódio, por 0 mg/L e as concentrações dos ânions, com exceção do cloreto, pelas calculadas com a Equação (4):

$$\text{Concentração do ânion } i = \frac{\text{Concentração do ânion } i \text{ no Cenário}}{\phi_A} \quad \text{Eq. (4)}$$

Adotar $\phi_C = \phi_A = 50\% = 0,5$, com exceção de cenários cuja Especificação Técnica defina outra proporção.

Para as soluções aquosas dos itens 4.1.2 e 4.1.3, as espécies dos ácidos orgânicos – formiato (CHO_2^-), propionato ($\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_2^-$), butirato ($\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2^-$) e lactato ($\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3^-$) – são convertidas em acetato ($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$). Por isso, é necessário converter as concentrações destes ácidos orgânicos, presentes na composição do fluido aquoso, em concentração de acetato equivalente utilizando a Equação (5):

$$C_{\text{Acetato}^*} = C_{\text{Acetato}} + \sum \left(\frac{C_{\text{Ácido orgânico "i"}}}{MM_{\text{Ácido orgânico "i}}} \times MM_{\text{Acetato}} \right) \quad \text{Eq. (5)}$$

Onde:

C_{Acetato^*} é a concentração (mg/L) de acetato equivalente após a conversão das demais espécies "i";

C_{Acetato} é a concentração (mg/L) de acetato informada na salmoura do cenário;

$C_{\text{Ácido orgânico "i"}}$ é a concentração (mg/L) do ácido orgânico "i" informada na salmoura do cenário;

$MM_{\text{Ácido orgânico "i"}}$ é a massa molar (g/mol) do ácido orgânico "i" (Tabela I);



$MM_{Acetato}$ é a massa molar (g/mol) do acetato (Tabela I).

Tabela I - Massas molares dos ânions dos ácidos orgânicos.

ANALITO	MM (g/mol)
Acetato	59,04402
Formiato (CHO_2^-)	45,0169
Propionato ($C_3H_5O_2^-$)	73,0705
Butirato ($C_4H_7O_2^-$)	87,0973
Lactato ($C_3H_5O_3^-$)	89,0695

Todas as soluções aquosas devem ser preparadas com água ultrapura (Tipo I ou II) conforme ASTM D1193 e, posteriormente, filtradas com membrana de acetato de celulose de 0,45 μm . O Anexo B (arquivo "Planilha preparo de soluções aquosas.xlsx") apresenta uma memória de cálculo para auxiliar no preparo das soluções aquosas, partindo-se da composição da água do cenário.

Nota 1: a ordem de dissolução dos sais na água de cátions deve ser: NaCl, KCl, $BaCl_2 \cdot 2H_2O$, $SrCl_2 \cdot 6H_2O$, $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ e $CaCl_2 \cdot 2H_2O$. Para a água de ânions, deve-se adicionar primeiro o NaCl e os demais sais em qualquer ordem. Cada sal deve ser adicionado, aguardando-se a solubilização, quando então o próximo sal é adicionado, e assim por diante.

Nota 2: para preparo da água de cátions e de ânions, o NaCl deve ser pesado diretamente no bécher que será usado para o preparo de cada solução. Após esta pesagem, adicionar um volume de água ultrapura (Tipo I ou II) de aproximadamente 40 % do volume total de solução que será preparada (por exemplo, para 5 litros de água de cátions, adicionar 2 litros de água ultrapura à massa pesada de NaCl). O bécher com o NaCl deve ser colocado em placa de agitação magnética, juntamente com uma barra magnética, e levado à agitação leve para permitir a dissolução completa dos sais.

Nota 3: após adição de todos os sais no preparo de cada água de cátions e de ânions, adicionar água sem completar o volume total que será preparado. Agitar a solução até dissolução completa dos sais. Transferir a solução para balão volumétrico e avolumar conforme o volume de solução que está sendo preparado.

As Tabelas II e III resumem as soluções aquosas que devem ser preparadas e as análises, que serão detalhados nos próximos itens.

Tabela II – Resumo das soluções aquosas.

ITEM DA ET	BREVE DESCRITIVO
4.1.1(a)	10 %vol inibidor + 20 g/L KCl
4.1.1(b)	20 %vol inibidor + 20 g/L KCl
4.1.2(a)	Salmoura completa sem ânions precipitantes
4.1.2(b)	Salmoura completa sem ânions precipitantes e com 20 g/L de cálcio
4.1.3(a)	Salmoura completa com ânions precipitantes: Água de Cátions
4.1.3(b)	Salmoura completa com ânions precipitantes: Água de Ânions



Tabela III – Resumo da necessidade de soluções aquosas por análise.

ANÁLISE (ITEM DA ET)	SOLUÇÕES AQUOSAS
Compatibilidade com a água do cenário (item 4.3)	10 %vol 4.1.1(a) + 90 %vol 4.1.2(a)
	50 %vol 4.1.1(a) + 50 %vol 4.1.2(a)
	90 %vol 4.1.1(a) + 10 %vol 4.1.2(a)
	10 %vol 4.1.1(b) + 90 %vol 4.1.2(a)
	50 %vol 4.1.1(b) + 50 %vol 4.1.2(a)
	90 %vol 4.1.1(b) + 10 %vol 4.1.2(a)
Compatibilidade com a água do cenário apenas para reservatórios carbonáticos (item 4.3)	10 %vol 4.1.1(a) + 90 %vol 4.1.2(b)
	50 %vol 4.1.1(a) + 50 %vol 4.1.2(b)
	90 %vol 4.1.1(a) + 10 %vol 4.1.2(b)
	10 %vol 4.1.1(b) + 90 %vol 4.1.2(b)
	50 %vol 4.1.1(b) + 50 %vol 4.1.2(b)
	90 %vol 4.1.1(b) + 10 %vol 4.1.2(b)
Eficiência dinâmica (item 4.4)	4.1.3(a) e 4.1.3(b)

4.2. Ajuste de pH das soluções aquosas para as análises

O ajuste do pH deve ser feito com as salmouras já previamente filtradas, conforme os itens abaixo:

4.2.1. Soluções de inibidor de incrustação contendo KCl

O pH dessas soluções deve ser medido e reportado no relatório. No caso de um produto Inibidor e Removedor de Incrustação para *Squeeze*, conforme indicado na Especificação Técnica de cenário da oportunidade, ajustar o pH utilizando uma solução de hidróxido de sódio a 100 g/L até atingir um pH de $4,0 \pm 0,05$.

4.2.2. Salmoura completa sem os ânions precipitantes

Ajustar com solução de HCl 10 % volume ou solução de NaOH a 100 g/L, de forma a atingir o valor de pH do cenário, com uma tolerância de $\pm 0,05$.

4.2.3. Salmoura completa com os ânions precipitantes

(a) Água de cátions: O pH da água de cátions (item 4.1.3(a)) deve estar entre 5 e 8. Caso o pH esteja fora dessa faixa, a água deve ser descartada e uma nova preparação deve ser realizada. Anotar o valor do pH encontrado e, só e somente se indicado pela Especificação Técnica de cenário, proceder com o ajuste borbulhando CO_2 até atingir o pH alvo, considerando uma tolerância de $\pm 0,05$. Após o ajuste, registre o valor final do pH da água de cátions.

(b) Água de ânions: O pH da água de ânions (item 4.1.3(b)) deve ser ajustado para o valor definido na ET de Cenário. Caso o pH da água de ânions após o preparo esteja abaixo do pH alvo, deve-se descartar essa água e preparar uma nova água, convertendo o sal bicarbonato em NaOH conforme Equação (6),



total ou parcialmente. Caso o pH da água de ânions esteja acima do pH alvo, deve-se borbulhar CO₂ até atingir o pH alvo. Considerar uma tolerância de ± 0,05 para essa medida de pH. Anotar o valor do pH final da água de ânions após ajuste.

Em ambos os casos (a) e (b) do item 4.2.3, caso seja necessário o borbulhamento de CO₂, não proceder com adição de qualquer tipo de alcalinizante caso o pH final da amostra venha a ser inferior ao desejado. Nesse caso, repetir o preparo da salmoura ou borbulhar nitrogênio para promover a liberação do CO₂ gasoso na amostra até atingir o pH desejado.

A conversão de bicarbonato em NaOH deve ser feita utilizando a Equação (6):

$$[\text{NaOH}] = [\text{bicarbonato}] \times 0,66 \quad \text{Eq. (6)}$$

Onde:

[NaOH] é a concentração de hidróxido de sódio, em mg/L;

[bicarbonato] é a concentração do íon bicarbonato, em mg/L.

4.3. Análise de compatibilidade com a água do cenário

Essa análise deve ser realizada para todos os cenários de qualificação. As soluções aquosas 4.1.1(a), 4.1.1(b), 4.1.2(a) e 4.1.2(b) (essa última apenas para reservatórios carbonáticos), devem ser condicionadas em frascos separados e mantidas na temperatura do reservatório informada no cenário até o momento da mistura. Se a temperatura do cenário for superior a 90 °C, as soluções devem ser aquecidas a 90 °C e submetidas à temperatura do cenário após a mistura.

Em frascos limpos, transparentes e incolores, prepare as misturas 1) a 12) (conforme Tabela IV) combinando e agitando cada solução de inibidor (soluções 4.1.1(a) e 4.1.1(b)) com cada salmoura completa sem os ânions precipitantes (solução 4.1.2(a) e 4.1.2(b)), nas proporções volumétricas de 10%:90%, 50%:50% e 90%:10%. Essas combinações são resumidas na Tabela IV. As misturas 7) a 12) são necessárias apenas para reservatórios carbonáticos.

Tabela IV - Soluções para a realização dos ensaios de compatibilidade.

MISTURA	FRAÇÃO VOLUMÉTRICA			
	4.1.1(a)	4.1.1(b)	4.1.2(a)	4.1.2(b)*
1)	10 %	-	90 %	-
2)	50 %	-	50 %	-
3)	90 %		10 %	-
4)	-	10 %	90 %	-
5)	-	50 %	50 %	-
6)	-	90 %	10 %	-
7)*	10 %	-	-	90 %
8)*	50 %	-	-	50 %
9)*	90 %		-	10 %
10)*	-	10 %	-	90 %
11)*	-	50 %	-	50 %
12)*	-	90 %	-	10 %

* Apenas para reservatórios carbonáticos.

Fotografar cada frasco e registrar a cor e o aspecto visual de cada solução, informando se está turva, límpida, ou se houve formação de precipitados. Acondicionar os frascos na estufa na temperatura do cenário, e repetir os ensaios (registro fotográfico, cor e aspecto visual) após 1 h, 2 h, 24 h e 48 h de exposição.

O fornecedor deve apresentar os resultados fotográfico, de cor e do aspecto visual das misturas antes e após os diferentes tempos de acondicionamento na estufa.

O produto será considerado aprovado em compatibilidade com a água do cenário se todas as misturas apresentarem os seguintes resultados:

- Se mantiverem visualmente límpidas em todos os registros;
- Ausência de precipitado em todos os registros.

4.4. Análise de eficiência dinâmica

Essa análise deve ser realizada para todos os cenários de qualificação, e todos os ensaios deste item devem ser realizados, no mínimo, em duplicata.

Os ensaios devem ser conduzidos em um equipamento capaz de simular as condições de campo, denominado equipamento de PDC (precipitação dinâmica em capilar), cujo esquema simplificado de funcionamento é apresentado na Figura 1. Ressalta-se que o equipamento deve ser condicionado à temperatura do cenário e a uma pressão de 1.000 psig com água destilada, previamente ao início de cada ensaio.

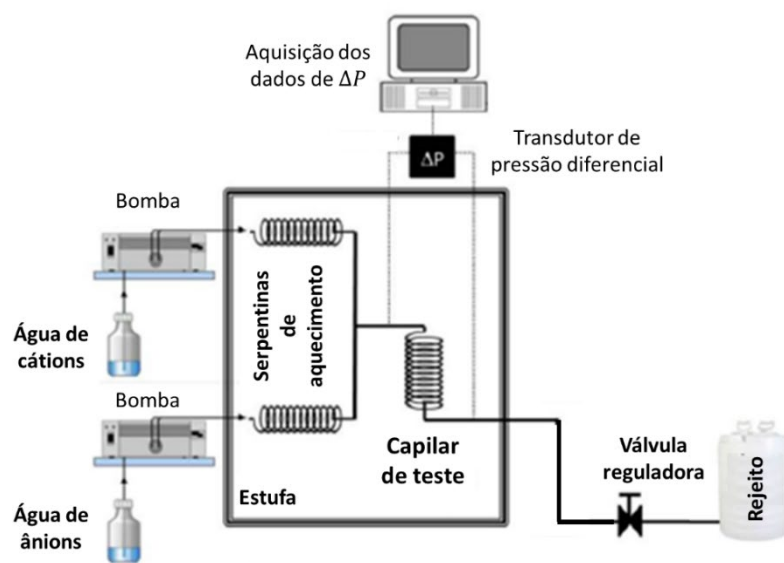


Figura 1 - Esquema simplificado do equipamento de Precipitação Dinâmica em Capilar, para avaliação da eficiência de inibidores de incrustação.

Neste ensaio, utilizam-se as águas de cátions (item 4.1.3(a)) e ânions (item 4.1.3(b)), com os pHs ajustados conforme o item 4.2. O pH da água de ânions e, caso solicitado o ajuste do pH, o pH da água de cátions,

**ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA**Nº: **ET-3010.00-1260-010-PNG-064**REV. **D**CLIENTE: **E&P**FOLHA: **10 de 24**TÍTULO: **QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM RESERVATÓRIOS (SQUEEZE)**

GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ

PÚBLICO

deve ser medido a cada 15 minutos durante todo o ensaio. Os valores medidos devem corresponder aos pHs do cenário, com uma tolerância de $\pm 0,05$. Caso algum pH medido esteja fora dessa tolerância, o ensaio deve ser repetido.

Após o condicionamento do equipamento, a eficiência deve ser determinada por meio do diferencial de pressão, registrado ao longo do tempo. As demais características do sistema estão apresentadas na Tabela V.

Tabela V - Características do sistema PDC para o ensaio de eficiência dinâmica de inibidor de incrustação.

PARÂMETRO	ESPECIFICAÇÃO
Vazão da água de cátions	($\phi C \times 10$) mL/min
Vazão da água de ânions	($\phi A \times 10$) mL/min
Diâmetro externo da serpentina de aquecimento	1/8 polegada
Comprimento da serpentina de aquecimento	6,0 m
Diâmetro externo do capilar de teste*	1/16 polegada
Diâmetro interno do capilar de teste*	0,020 polegada (0,508 mm)
Comprimento do capilar de teste*	1,0 m
Material (serpentina e capilar)	Aço inox 316 ou superior

* Capilar de teste tipo cromatográfico com diâmetro interno uniforme, corte via processo eletrolítico de precisão e analiticamente limpo.

Devem ser realizados ensaios tanto sem o inibidor de incrustação (ensaio em branco) quanto com o inibidor de incrustação. No ensaio em branco, o diferencial de pressão entre a entrada e a saída do capilar deve ser monitorado e registrado. Após a identificação da mistura das águas no interior do capilar (conforme ilustrado na Figura 2), deve-se registrar o diferencial de pressão, estabelecendo assim uma linha base para a mistura. Um aumento de 5 psi no diferencial de pressão em relação à linha base indica precipitação. O tempo entre a mistura das águas no interior do capilar e esse incremento de diferencial de pressão define o tempo de branco.

A Figura 2 ilustra um comportamento típico do diferencial de pressão para um ensaio em branco de eficiência dinâmica, detalhando o tempo de precipitação, a linha base da água destilada e da mistura das salmouras, e o incremento no diferencial pressão.

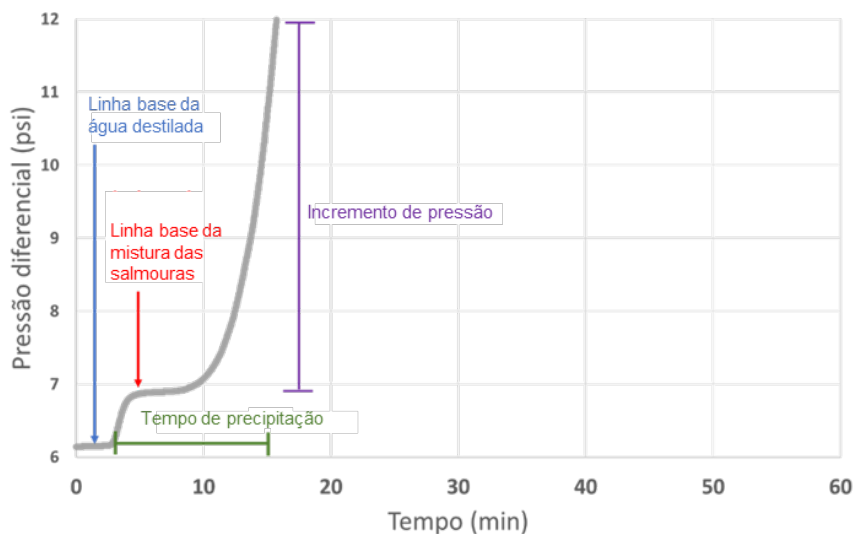


Figura 2 - Exemplo de um resultado típico de ensaio de eficiência dinâmica para o ensaio em branco, com tempo de precipitação de 12 minutos.

Nos ensaios com inibidor de incrustação, o produto deve ser previamente adicionado na água de ânions, de modo que a concentração final na água de ânions seja igual à calculada pela Equação (7).

$$\text{Concentração do inibidor na água de ânions} = \frac{\text{Concentração definida pelo cenário}}{\Phi_A} \quad \text{Eq. (7)}$$

Após a mistura com a água de cátions, a concentração final de inibidor na solução deverá ser igual à Concentração Inibitória Mínima (MIC) definida pelo cenário. A duração do ensaio deve ser, no mínimo, três vezes o tempo de precipitação do ensaio em branco, ou uma hora, o que for maior. Este parâmetro pode ser ajustado pela PETROBRAS conforme a necessidade e informado na Especificação Técnica de cenário. O incremento no diferencial de pressão do ensaio com inibidor de incrustação, na MIC indicada pelo fornecedor, deve ser menor do que 0,50 psi em relação à linha base da mistura das salmouras, durante toda a duração do ensaio.

Necessidades específicas de análises adicionais para a aprovação do produto poderão ser identificadas pela PETROBRAS e serão informadas na Especificação Técnica de cenário da oportunidade.

4.5. Demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor

O fornecedor deve demonstrar a viabilidade de rastrear o inibidor de incrustação na MIC indicada.

- (a) Caso o fornecedor indique a análise elementar de fósforo, esta deverá ser feita seguindo a Norma ASTM D1976. É necessário que o teor de fósforo na Concentração Inibitória Mínima (MIC) seja igual ou superior ao limite de detecção adotado pela PETROBRAS, que é 0,20 mg/L. Assim, o fornecedor deve apresentar o cálculo do teor de fósforo na MIC, conforme a Equação (8).

$$[P]_{MIC} = \frac{[P]_{\text{inibidor}}}{\rho_{\text{inibidor}}} \times MIC \quad \text{Eq. (8)}$$

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-064	REV. D
	CLIENTE:	E&P	
	TÍTULO:	QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM RESERVATÓRIOS (SQUEEZE)	
		FOLHA: 12 de 24	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ
		PÚBLICO	

Onde:

$[P]_{MIC}$ é o teor de fósforo na MIC, em mg/L;

$[P]_{inibidor}$ é o teor de fósforo no inibidor de incrustação, em mg/L;

$\rho_{inibidor}$ é a massa específica do inibidor de incrustação, em mg/L;

MIC é a Concentração Inibitória Mínima, em mg/L.

- (b) Para inibidores poliméricos, o fornecedor poderá utilizar a metodologia analítica mostrada no Anexo A que se baseia na reação com o reagente Hyamine 1622. Caso o fornecedor indique esse método analítico, ele deverá comprovar que o método é capaz de determinar a concentração de inibidor, na faixa de concentração da metade da MIC até o dobro da MIC, com um erro de até 10 % ou 3 mg/L, o que for maior. As amostras utilizadas para esta comprovação devem ser preparadas dosando inibidor na salmoura completa sem os ânions precipitantes (item 4.1.2(a)). O Fornecedor deverá reportar, no mínimo, os resultados para as concentrações de metade da MIC, MIC e o dobro da MIC.
- (c) Caso o fornecedor indique outro método analítico, ele deverá comprovar que o método é capaz de determinar a concentração de inibidor, na faixa de concentração da metade da MIC até o dobro da MIC, com um erro de até 10 % ou 3 mg/L, o que for maior. As amostras utilizadas para esta comprovação devem ser preparadas dosando inibidor na salmoura completa sem os ânions precipitantes (item 4.1.2(a)). O Fornecedor deverá reportar, no mínimo, resultados para as concentrações de metade da MIC, MIC e dobro da MIC, além de compartilhar o protocolo utilizado.

4.6. Compatibilidade com materiais

Nesta sessão deverá ser considerada a solução de inibidor de incrustação preparada conforme item 4.1.1(a) ou conforme instruções específicas na Especificação Técnica de cenário, se houver.

4.6.1. Análise de corrosividade

Devem ser realizados ensaios de corrosividade gravimétricos (perda de massa) com base na ASTM G31, utilizando materiais metálicos e critérios de aceitação apresentados na Tabela VI, avaliados na temperatura do cenário.

Tabela VI - Materiais metálicos para ensaios de corrosividade.

MATERIAL	CRITÉRIO
Liga P-110 ou aço baixa liga tipo SAE 4130	Taxa de corrosão < 0,025 mm/ano
Aço inox AISI SS-316L	Ataque localizado (pites) com profundidade < 0,025 mm

Cada material deve ser avaliado separadamente pelo menos em duplicata, sendo que as amostras devem estar totalmente imersas na solução de inibidor de incrustação acondicionada em um recipiente desaerado previamente por 30 min e pressurizado a 30 psig (45 psia) com gás contendo 100 % mol/mol de CO₂. O ensaio deve ser realizado na temperatura do cenário. A duração dos ensaios deve ser de 5 dias. Devem ser apresentadas, além dos resultados (Tabela XI), fotos dos corpos-de-prova numerados, antes e após o ensaio.

A PETROBRAS poderá solicitar na Especificação Técnica de cenário que outros materiais metálicos sejam avaliados e/ou faça ajustes nos critérios apresentados na Tabela VI, a depender do projeto.



Os resultados da análise de corrosividade devem ser apresentados conforme a Tabela XI.

4.6.2. Análise de compatibilidade com materiais não metálicos

A metodologia especificada a seguir é baseada no documento API 17TR6. A metodologia consiste em realizar ensaios de imersão (*ageing*) em solução de inibidor de incrustação com corpos de prova para avaliações dimensionais, térmicas, ensaios de tração, dureza, variação de massa e volume e viscosidade inerente corrigida (VIC).

Utilizar para cada um desses ensaios as referências das Normas ISO 23936-1 (termoplásticos) e ISO 23936-2 (elastômeros).

Todos os materiais deverão ser avaliados para o tempo 0 (zero), ou seja, antes dos ensaios de imersão, para todos os parâmetros avaliados. Os ensaios de imersão devem ter a duração total de 90 dias, com retiradas intermediárias dos corpos de prova dos materiais poliméricos em 30 e 60 dias.

Os ensaios devem ser realizados em reatores independentes por tipo de fluido e de material. Os corpos de prova devem ser cuidadosamente dispostos dentro dos reatores de modo que não encostem uns nos outros e suas superfícies estejam igualmente expostas ao produto químico. Deve-se utilizar uma razão volume de fluido e área superficial de, no mínimo, 4 mL/cm². Deve haver renovação do fluido a cada 15 dias.

A temperatura dos ensaios de imersão deve ser conforme apresentado na Tabela VII. Não é necessário haver controle de pressão durante os ensaios. Pode ser utilizado gás inerte para pressurização dos sistemas ou utilizar condensadores, com intuito de evitar a perda de fluido por vaporização durante o ensaio.

As quantidades mínimas de corpos de prova para cada ensaio estão descritas nas normas referenciadas na ISO 23936.

O fornecedor do produto químico deve considerar os materiais listados na Tabela VII para a realização dos ensaios de compatibilidade, conforme o ponto de aplicação do produto.

Tabela VII - Materiais Termoplásticos e Elastômeros típicos a serem avaliados.

GRUPO POLIMÉRICO	FAMÍLIA DE MATERIAIS / MATERIAL	TEMPERATURA DO ENSAIO (°C)
Termoplásticos (Tabela XII)	PA -11 BESNO P40 TLO	40
	PVDF Kynarflex 2750	40
Elastômeros (Tabela XIII)	TFE/P ou FPM (informar o grade)	Temperatura do cenário
	FKM Tipo 1	Temperatura do cenário

A PETROBRAS poderá fornecer informações adicionais sobre os materiais desta tabela ou incluir mais materiais ou *grades* (tipos).

Os corpos-de-prova dos materiais termoplásticos podem ser fabricados por injeção ou usinagem a partir de placas/tubos extrudados, desde que, para cada material, o tipo de fabricação seja o mesmo para todos



os ensaios do protocolo de qualificação. Não há restrições com relação ao método de fabricação dos corpos de prova dos elastômeros.

As variações nas propriedades / parâmetros avaliados devem ser calculadas e apresentadas conforme os modelos da Tabela XII e Tabela XIII.

Especificamente para os tipos de poliamida da Tabela VII, devem ser realizadas também análises de Viscosidade Inerente Corrigida (VIC), conforme procedimentos descritos na Norma API 17TR2, na temperatura de 40 °C. Caso a amostra de poliamida após imersão no produto químico não consiga ser solubilizada em meta-cresol para determinação da VIC, deve-se registrar essa informação no relatório técnico e apresentar os demais resultados conforme o modelo da Tabela XII.

Nos relatórios técnicos, devem constar os procedimentos/metodologias, informando os *grades* dos materiais avaliados (Tabela VII). Os resultados devem ser disponibilizados para a PETROBRAS e apresentados os valores obtidos como média, desvio-padrão ou IC (Intervalo de Confiança). Sugere-se a apresentação também dos dados brutos.

Além da apresentação dos resultados da análise, é necessário fornecer uma carta de compatibilidade do produto com a Poliamida avaliada e com o PVDF Kynarflex 2750.

5. APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

5.1. Apresentação dos resultados de compatibilidade com a água do cenário

Os resultados dos ensaios de compatibilidade devem ser apresentados na forma de tabela e registro fotográfico, conforme exemplos na Tabela VIII e Figura 3.

Tabela VIII - Exemplo de apresentação de resultados de compatibilidade: "compatibilidade entre a água representativa do estudo [*informar a salmoura utilizada no ensaio*], sem os ânions precipitantes (bicarbonato e sulfato), sem e com a aditivação do teor de cálcio (20.000 mg/L), e a solução 10 % volume do inibidor de incrustação [*informar o nome comercial do produto*] a [*informar a temperatura*] °C".

10 % DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO EM KCl 2 %	SALMOURA	IMEDIATO	1 HORA	2 HORAS	24 HORAS	48 HORAS
10 %	90 %					
50 %	50 %					
90 %	10 %					

	Límpido		Turvo		Precipitado
--	---------	--	-------	--	-------------

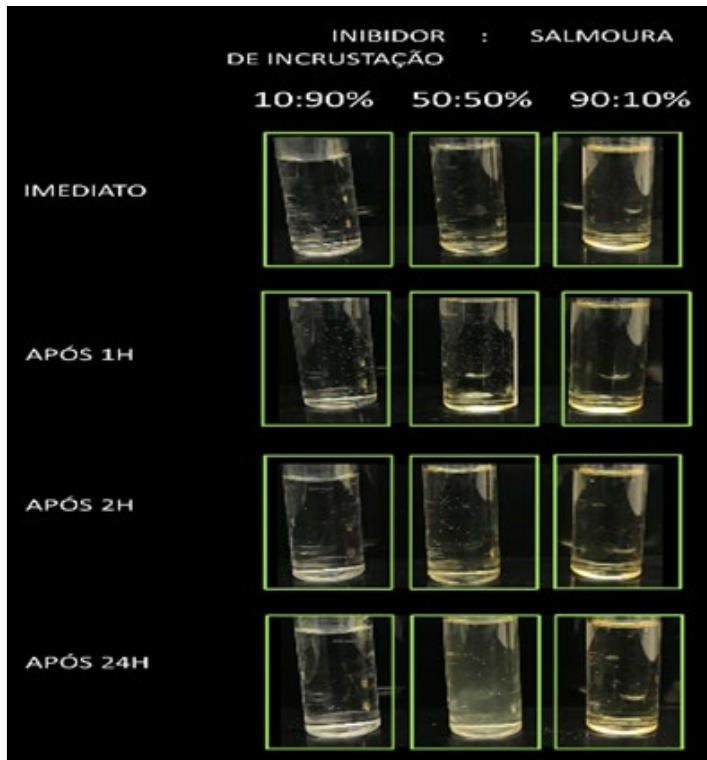


Figura 3 – Exemplo de apresentação, através de registro fotográfico, dos resultados de compatibilidade da solução de inibidores de incrustação com a água representativa do cenário de inibição via *squeeze*: “Compatibilidade entre a água sintética do cenário [*inserir o nome do cenário*] e a solução do inibidor de incrustação [*inserir o nome comercial do inibidor de incrustação*] a [*inserir a temperatura do ensaio em °C*].”

5.2. Apresentação dos resultados de eficiência dinâmica

Deve ser apresentado um gráfico com as curvas do diferencial de pressão medido durante os ensaios em relação ao tempo, para os ensaios feitos com todas as concentrações de inibidor de incrustação avaliadas, conforme exemplo da Figura 4.

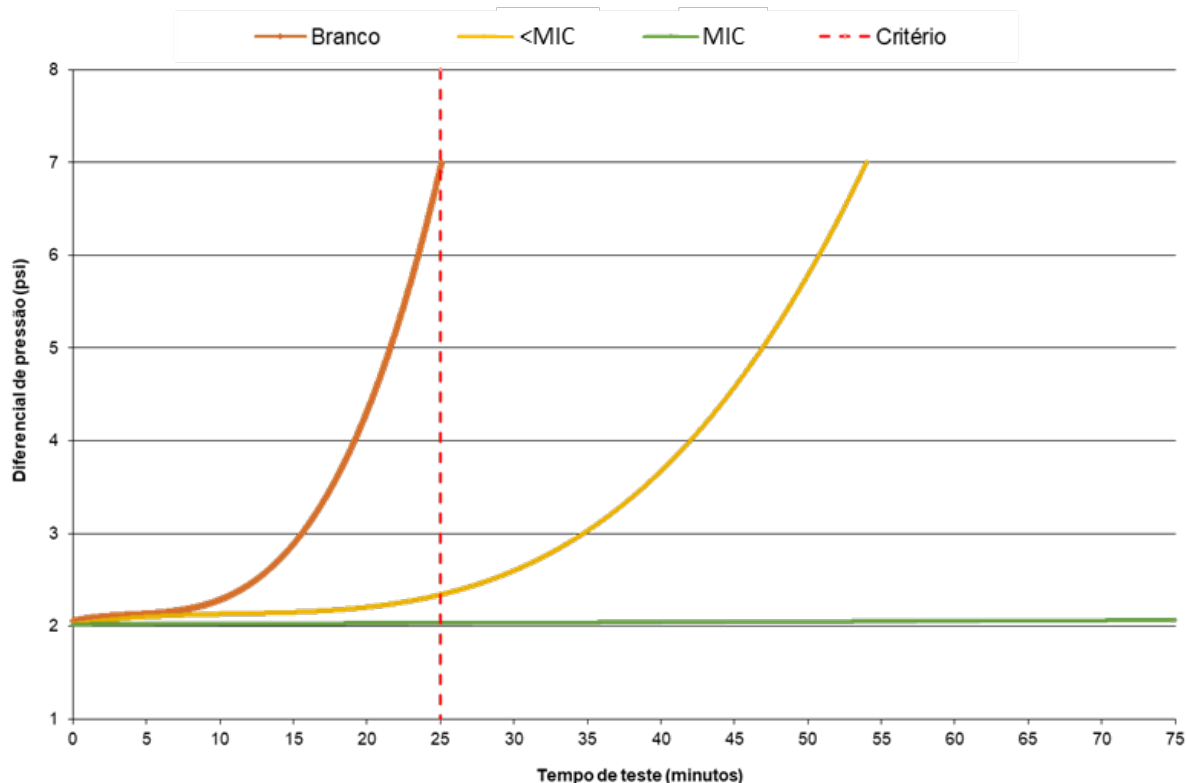


Figura 4 – Exemplo de apresentação dos resultados de determinação da MIC de inibidores de incrustação pela análise dinâmica de inibição: “Diferencial de pressão do inibidor de incrustação [*inserir nome comercial do produto*] para a água sintética do cenário [*inserir o nome do cenário*], a [*inserir a temperatura (em °C) e a pressão (bar ou psi) dos ensaios*].”

5.3. Apresentação da demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor

Caso o método analítico indicado tenha sido a análise elementar de fósforo, basta apresentar as entradas e o resultado da Equação (8), conforme exemplo da Tabela IX.

Tabela IX – Exemplo de tabela de resultados de demonstração da viabilidade de determinação do residual do inibidor considerando análise elementar de fósforo.

PARÂMETROS DE ENTRADA E RESULTADO	VALORES
Teor de fósforo no inibidor de incrustação, mg/L	44.000
Massa específica do inibidor de incrustação, g/cm ³	1,10
Concentração Inibitória Mínima (MIC), mg/L	10
Teor de fósforo na MIC, mg/L (calculado conforme Equação 8)	0,4

Para outros métodos analíticos, incluindo o do Hyamine 1622 (Anexo A), além de enviar o protocolo utilizado em anexo, deve ser apresentada uma tabela de resultados em triplicata de determinação de residual de inibidor, conforme exemplo da Tabela X.

**ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA**Nº: **ET-3010.00-1260-010-PNG-064**REV. **D**CLIENTE: **E&P**FOLHA: **17 de 24**TÍTULO: **QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM RESERVATÓRIOS (SQUEEZE)**

GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ

PÚBLICO

Tabela X - Exemplo de tabela de resultados, em triplicata, da determinação de residual de inibidor com MIC de 20 mg/L na salmoura do cenário.

CONCENTRAÇÃO NOMINAL	RESULTADO DO MÉTODO ANALÍTICO
10 (metade da MIC)	8; 9; 10
20 (MIC)	22; 20; 21
40 (dobro da MIC)	39; 41; 40

5.4. Apresentação dos resultados de compatibilidade com materiais

Os resultados dos ensaios de corrosividade devem ser apresentados conforme a Tabela XI.

Tabela XI - Modelo para apresentação dos resultados dos ensaios de corrosividade.

MATERIAL	TEMPERATURA (°C)	RESULTADO	LIMITE	UNIDADE
Liga P-110			0,025	mm/ano
AISI SS-316L			0,025 *	mm

* profundidade de pite.

Os resultados dos ensaios de compatibilidade com materiais não metálicos devem ser apresentados conforme Tabela XII e XIII.

Tabela XII - Modelo para apresentação dos resultados dos ensaios de compatibilidade com materiais termoplásticos.

COMPATIBILIDADE COM MATERIAIS NÃO METÁLICOS – TERMOPLÁSTICOS / ISO 23936-1											
Componente:				Temperatura:							
Passa nos critérios da ISO 23936-1?											
Propriedade	Critério de aprovação	Novo Resultado	30 dias		60 dias			90 dias			
			Resultado	Passa?		Resultado	Passa?		Resultado	Passa?	
				Sim	Não		Sim	Não		Sim	Não
Comprimento (%)	0 – 2										
Massa (%)	± 5										
Tensão na ruptura (%)	± 20										
Deformação na ruptura (%)	± 30										
Módulo (MPa)	± 20										
Inspeção visual (incluir fotos e descrever alterações, se houver)											

Obs.: na linha "componente" preencher com a descrição do material conforme Tabela VII. Nas colunas "resultado" preencher com o valor do resultado de cada propriedade. Assinalar com um "x" na coluna "sim" ou "não" conforme o resultado passar (sim) ou não passar (não) nos critérios da ISO 23936-1.

**ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA**Nº: **ET-3010.00-1260-010-PNG-064**REV. **D**CLIENTE: **E&P**FOLHA: **18 de 24**TÍTULO: **QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM RESERVATÓRIOS (SQUEEZE)**

GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ

PÚBLICO

Tabela XIII - Modelo para apresentação dos resultados dos ensaios de compatibilidade com elastômeros.

COMPATIBILIDADE COM MATERIAIS NÃO METÁLICOS – ELASTÔMEROS / ISO 23936-2											
Componente:			Temperatura:								
Passa nos critérios da ISO 23936-2?											
Propriedade	Critério de aprovação	Novo	30 dias		60 dias			90 dias			
			Resultado	Resultado	Passa?		Resultado	Passa?		Resultado	Passa?
		Sim			Não	Sim		Não	Sim		Não
Dureza (unidades)	+10 / -20 (+5 / -20)*										
Varição de volume (%)	+25 / -5										
Módulo (%)	± 50										
Deformação na ruptura (%)	± 50										
Módulo (%)	± 50										
Inspeção visual (incluir fotos e descrever alterações, se houver)											

* quando a dureza inicial é 90 Shore A.

Obs.: na linha "componente" preencher com a descrição do material conforme Tabela VII. Nas colunas "resultado" preencher com o valor do resultado de cada propriedade. Assinalar com um "x" na coluna "sim" ou "não" conforme o resultado passar (sim) ou não passar (não) nos critérios da ISO 23936-2.

6. CRITÉRIO DE APROVAÇÃO

O inibidor de incrustação para reservatório (*squeeze*) será considerado aprovado para uso em campo se atender aos critérios de aceitação das seguintes análises, conforme indicado na Especificação Técnica de cenário:

- Análise de compatibilidade com a água do cenário (item 4.3):

O produto será considerado aprovado se todas as misturas se mantiverem visualmente límpidas e ausência de precipitados em todos os registros fotográficos. Os resultados devem ser apresentados conforme item 5.1.

- Análise de eficiência dinâmica (item 4.4):

O incremento no diferencial de pressão, na MIC indicada, deve ser menor do que 0,50 psi em relação à linha base. Os resultados devem ser apresentados conforme item 5.2.

- Viabilidade de rastrear o inibidor de incrustação na concentração indicada (item 4.5):

Deve ser demonstrada a viabilidade de determinação residual do inibidor e apresentação dos resultados conforme item 5.3.

- Compatibilidade com materiais (item 4.4).

Teste em caráter informativo e apresentação dos resultados conforme item 5.4.



ANEXO A - MÉTODO DO HYAMINE 1622

Método para determinação do residual de inibidores de incrustação em amostras de água.

A.1. Materiais e equipamentos

- A.1.1. Solução de cloreto de Benzetônio (Hyamine 1622) 5 g/L;
- A.1.2. Solução de citrato de sódio di-hidratado em água deionizada 50 g/L com pH acima de 9,0, ajustado com uma solução de hidróxido de potássio (KOH) 50 % massa;
- A.1.3. Metanol (MeOH) P.A.;
- A.1.4. Solução de metanol (MeOH P.A.) em água deionizada 80 % volume;
- A.1.5. Solução de hidróxido de sódio (NaOH P. A.) em água deionizada 0,1 M;
- A.1.6. Solução tampão de borato de sódio em água deionizada 0,05 M com pH 9,0, ajustado com uma solução de hidróxido de sódio (NaOH P. A.) 0,2 M em água deionizada;
- A.1.7. Água deionizada com pH ajustado para 1,5: gotejar ácido clorídrico P.A. (HCl 32 %) em água deionizada até atingir o pH entre 1,45 e 1,55;
- A.1.8. Água deionizada com pH ajustado para 2,0: gotejar ácido clorídrico P. A. (HCl 32 %) em água deionizada até atingir o pH entre 1,95 e 2,05;
- A.1.9. Solução do inibidor de incrustação 50 mg/L em água deionizada com pH ajustado para 1,5 (A.1.7);
- A.1.10. Solução do inibidor de incrustação 50 mg/L em água deionizada com pH ajustado para 2,0 (A.1.8);
- A.1.11. Salmoura de teste;
- A.1.12. Soluções padrão do inibidor de incrustação na salmoura de teste nas concentrações de 0,5 vezes a MIC, 0,75 vezes a MIC, na MIC, 1,5 vezes a MIC e 2 vezes a MIC;
- A.1.13. Cartuchos para extração em fase sólida:
 - Aminopropil (-NH₂): 500 mg; 6 mL
 - Octadecil (C18): 18 %; 500 mg; 6 mL
- A.1.14. *Manifold* a vácuo para cartuchos de extração em fase sólida (SPE);
- A.1.15. Tubos Falcon de 50 mL;
- A.1.16. Bomba de vácuo e sistema de controle para garantir uma pressão de aproximadamente 2 mm Hg na etapa de lavagem, 5 mm Hg na eluição do cartucho e 9 mm Hg durante a secagem do cartucho;
- A.1.17. Fotômetro ou espectrofotômetro capaz de realizar leitura de absorção molecular em 500 nm com exatidão de 0,005 u.a. utilizando cubetas de caminho ótico de 1, 2 e 10 cm;

A.2. Seleção do cartucho

Testar os cartuchos do tipo aminopropil (-NH₂) e octadecil (C18) para selecionar o mais adequado para analisar o inibidor de incrustação.

A.2.1. Acoplar os cartuchos SPE ao *manifold* a vácuo conforme mostrado na Figura A.1;

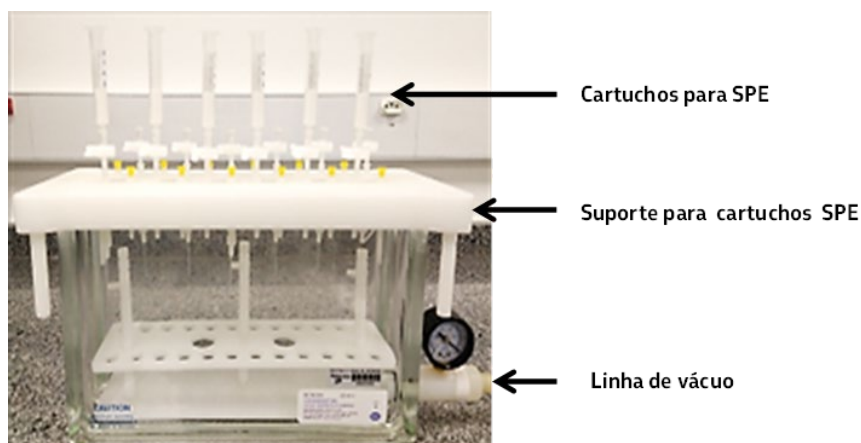



Figura A.1 – *Manifold* a vácuo para cartuchos de SPE.

A.2.2. Avaliação do cartucho aminopropil (-NH₂)

- A.2.2.1. Condicionar o cartucho pela adição sequencial, sem vácuo, de 5 mL de metanol P.A. e 10 mL da solução aquosa com pH 1,5 (A.1.7);
- A.2.2.2. Percolar 15 mL da solução de inibidor de incrustação A.1.9;
- A.2.2.3. Lavar o cartucho com 50 mL da solução A.1.7. a uma vazão de aproximadamente 3 mL/min;
- A.2.2.4. Secar o cartucho sob vácuo por 10 minutos;
- A.2.2.5. Mantendo o vácuo, adicionar 15 mL da solução de NaOH 0,1 M (A.1.5), recolhendo-se o produto em um tubo Falcon de 50 mL (solução S.A.2.2);
- A.2.2.6. Manter o vácuo por mais 10 minutos para garantir que toda a solução foi coletada;
- A.2.2.7. Adicionar à solução recolhida (S.A.2.2) 5 mL de solução de citrato de sódio 50 g/L, seguido de 5 mL da solução de Hyamine 1622 5 g/L e iniciar a cronometragem;
- A.2.2.8. Após 40 minutos da adição da solução de Hyamine 1622 na solução S.A.2.2, agitar e realizar a leitura de absorção em 500 nm com cubeta de caminho ótico de 2 cm, utilizando água deionizada como branco.

A.2.3. Avaliação do cartucho octadecil (C18)

- A.2.3.1. Condicionar o cartucho pela adição sequencial, sem vácuo, de 5 mL de solução de metanol 80% volume (A.1.4) e 10 mL da solução aquosa com pH 2,0 (A.1.8);
- A.2.3.2. Percolar 15 mL da solução de inibidor de incrustação A.1.10;
- A.2.3.3. Lavar o cartucho com 10 mL da solução A.1.8. a uma vazão de aproximadamente 3 mL/min;
- A.2.3.4. Secar o cartucho sob vácuo por 10 minutos;

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-064	REV. D
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 21 de 24	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM RESERVATÓRIOS (SQUEEZE)	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	


- A.2.3.5. Mantendo o vácuo, adicionar 15 mL da solução de borato 0,05 M (A.1.6), recolhendo-se o produto em um tubo Falcon de 50 mL (solução S.A.2.3);
- A.2.3.6. Manter o vácuo por mais 10 minutos para garantir que toda a solução foi coletada;
- A.2.3.7. Adicionar à solução recolhida (S.A.2.3) 5 mL de solução de citrato de sódio 50 g/L, seguido de 5 mL da solução de Hyamine 1622 5 g/L e iniciar a cronometragem;
- A.2.3.8. Após 40 minutos da adição da solução de Hyamine 1622 na solução S.A.2.3, agitar e realizar a leitura de absorção em 500 nm com cubeta de caminho ótico de 2 cm, utilizando água deionizada como branco.
- A.2.4. Comparar o resultado obtido em A.2.2.8 e A.2.3.8 e selecionar o cartucho que fornece a maior absorbância.

A.3. Tempo de complexação do analito com a hyamine 1622

- A.3.1. Se o cartucho selecionado for o -NH₂, realizar o procedimento de A.2.2.1 a A.2.2.7 e medir a absorbância em 500 nm, com cubeta de caminho ótico de 2 cm, após 20 minutos da adição da solução de Hyamine 1622 em intervalos de tempo de 20 minutos por até 4 horas, utilizando água deionizada como branco;
- A.3.2. Se o cartucho selecionado for o C18, realizar o procedimento de A.2.3.1 a A.2.3.7 e medir a absorbância em 500 nm, com cubeta de caminho ótico de 2 cm, após 20 minutos da adição da solução de Hyamine 1622 em intervalos de tempo de 20 minutos por até 4 horas, utilizando água deionizada como branco;
- A.3.3. Se ocorrer o aumento do valor de absorbância e a estabilização da leitura, a determinação da absorbância na construção da curva analítica e na análise das amostras de água produzida deve ser realizada no intervalo de tempo no qual a leitura é estável. Se não estabilizar, realizar as leituras no tempo fixo de 40 minutos da adição da solução de Hyamine 1622.

A.4. Construção da curva analítica

- A.4.1. Se o cartucho selecionado em A.2 for o de aminopropil (-NH₂):
- A.4.1.1. Condicionar o cartucho pela adição sequencial, sem vácuo, de 5 mL de metanol P.A. e 10 mL da solução aquosa com pH 1,5 (A.1.7);
- A.4.1.2. Percolar 15 mL da solução padrão de inibidor de incrustação na MIC (A.1.12). Em paralelo, usando outro cartucho condicionado conforme descrito em A.4.1.1., percolar 15 mL da salmoura de teste isenta de inibidor de incrustação (A.1.11);
- A.4.1.3. Lavar os cartuchos com 50 mL da solução A.1.7. a uma vazão de aproximadamente 3 mL/min;
- A.4.1.4. Secar os cartuchos sob vácuo por 10 minutos;
- A.4.1.5. Mantendo o vácuo, adicionar 15 mL da solução de NaOH 0,1 M (A.1.5), recolhendo-se os produtos em tubo Falcon de 50 mL (solução S.A.4.1a da percolação da solução padrão de inibidor de incrustação e solução S.A.4.1b da percolação da salmoura de teste);
- A.4.1.6. Manter o vácuo por mais 10 minutos para garantir que toda a solução foi coletada;

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA	Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-064	REV. D
	CLIENTE: E&P	FOLHA: 22 de 24	
	TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM RESERVATÓRIOS (SQUEEZE)	GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ PÚBLICO	
<p>A.4.1.7. Adicionar às soluções recolhidas (S.A.4.1a e S.A.4.1b) 5 mL de solução de citrato de sódio 50 g/L, seguido de 5 mL da solução de Hyamine 1622 5 g/L e iniciar a cronometragem;</p> <p>A.4.1.8. Após o tempo estabelecido em A.3 da adição da solução de Hyamine 1622 na solução S.A.4.1a, agitar e realizar a leitura de absorção em 500 nm em cubeta de caminho ótico de 2 cm, utilizando a solução obtida de S.A.4.1b como branco;</p> <p>A.4.1.9. Se a absorbância estiver fora da faixa de 0,05 a 0,5, testar cubeta de outro caminho ótico. Se o persistir, usar outro volume de percolação em A.4.1.2.;</p> <p>A.4.1.10. Se a absorbância lida em A.4.1.8. estiver entre 0,05 e 0,5, repetir o procedimento de A.4.1.1. a A.4.1.8. com as demais soluções padrão do inibidor de incrustação descritas em A.1.12;</p> <p>A.4.1.11. Construir a curva analítica traçando o gráfico de correlação das concentrações das soluções padrão em função da absorbância em 500 nm. Essa curva analítica deve ser linear (resíduos com distribuição normal e variância constante) com coeficiente de determinação superior a 0,97;</p> <p>A.4.1.12. Se o coeficiente de determinação da curva for menor do que 0,97, usar outro volume de percolação em A.4.1.2. e/ou mudar o caminho ótico.</p> <p>A.4.2. Se o cartucho selecionado em A.2 for o de octadecil (C18):</p> <p>A.4.2.1. Condicionar o cartucho pela adição sequencial, sem vácuo, de 5 mL de solução de metanol 80 % volume (A.1.4) e 10 mL da solução aquosa com pH 2,0 (A.1.8);</p> <p>A.4.2.2. Percolar 15 mL da solução padrão de inibidor de incrustação na MIC (A.1.12). Em paralelo, usando outro cartucho condicionado conforme descrito em cc, percolar 15 mL da salmoura de teste isenta de inibidor de incrustação (A.1.11);</p> <p>A.4.2.3. Lavar os cartuchos com 10 mL da solução A.1.8. a uma vazão de aproximadamente 3 mL/min;</p> <p>A.4.2.4. Secar os cartuchos sob vácuo por 10 minutos;</p> <p>A.4.2.5. Mantendo o vácuo, adicionar 15 mL da solução de borato 0,05 M (A.1.6), recolhendo-se os produtos em tubo Falcon de 50 mL (solução S.A.4.2a da percolação da solução padrão de inibidor de incrustação e solução S.A.4.2b da percolação da salmoura de teste);</p> <p>A.4.2.6. Manter o vácuo por mais 10 minutos para garantir que toda a solução foi coletada;</p> <p>A.4.2.7. Adicionar às soluções recolhidas (S.A.4.2a e S.A.4.2b) 5 mL de solução de citrato de sódio 50 g/L, seguido de 5 mL da solução de Hyamine 1622 5 g/L e iniciar a cronometragem;</p> <p>A.4.2.8. Após o tempo estabelecido em A.3 da adição da solução de Hyamine 1622 na solução S.A.4.2a, agitar e realizar a leitura de absorção em 500 nm em cubeta de caminho ótico de 2 cm, utilizando a solução obtida de S.A.4.2b como branco;</p> <p>A.4.2.9. Se a absorbância estiver fora da faixa de 0,05 a 0,5, testar cubeta de outro caminho ótico. Se o persistir, usar outro volume de percolação em A.4.2.2.;</p> <p>A.4.2.10. Se a absorbância lida em A.4.2.8. estiver entre 0,05 e 0,5, repetir o procedimento de A.4.2.1 a A.4.2.8. com as demais soluções padrão do inibidor de incrustação descritas em A.1.12;</p> <p>A.4.2.11. Construir a curva analítica traçando o gráfico de correlação das concentrações das soluções padrão em função da absorbância em 500 nm. Essa curva analítica deve ser linear (resíduos</p>			



com distribuição normal e variância constante) com coeficiente de determinação superior a 0,97;

A.4.2.12. Se o coeficiente de determinação da curva for menor do que 0,97, usar outro volume de percolação em A.4.1.2 e/ou mudar caminho ótico.

Nota 4: Se a absorvância da solução contendo 2 vezes a MIC for maior do que 1, recomenda-se reduzir o volume das soluções padrão percoladas em A.4.1.2. ou em A.4.2.2. Se for menor do que 0,5, recomenda-se aumentar o volume.

A.5. Determinação do teor de inibidores de incrustação em amostras de água produzida

- A.5.1. Para analisar a amostra de água produzida, utilizar o volume de percolação estabelecido na construção da curva analítica e realizar o procedimento de q a x ou cc a jj . Realizar o procedimento com a salmoura de teste para usar como branco da análise em 500 nm;
- A.5.2. Se a absorvância em 500 nm estiver acima do limite da curva analítica, diluir a amostra com a salmoura de teste e repetir a análise;
- A.5.3. Calcular a concentração do inibidor de incrustação na água produzida, utilizando a equação da curva analítica construída em A.4;
- A.5.4. Reportar a concentração do inibidor de incrustação como um número inteiro;
- A.5.5. Se a absorvância estiver abaixo do limite da curva, reportar o resultado como menor do que o número correspondente a 0,5 vezes o valor da MIC.

**ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA**Nº: **ET-3010.00-1260-010-PNG-064**REV. **D**CLIENTE: **E&P**FOLHA: **24 de 24**TÍTULO: **QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO PARA APLICAÇÃO EM RESERVATÓRIOS (SQUEEZE)**

GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ

PÚBLICO**ANEXO B - MEMÓRIA DE CÁLCULO PARA AUXILIAR NO PREPARO DAS SALMOURAS**

O arquivo eletrônico (Anexo B) "Planilha preparo de salmouras sintéticas.xlsx" possui uma memória de cálculo para auxiliar no preparo das salmouras de cátions e ânions, partindo-se da composição da água do cenário como ilustrado na Figura B.1.

O arquivo da planilha de cálculo pode ser encontrado na aba "Anexo" desta Especificação Técnica (ET-3010.00-1260-010-PNG-064-C.pdf) e acessado por qualquer *software* de arquivos no formato PDF.

Fonte: PETROBRAS. Canal Fornecedor / Especificações técnicas / Produtos Químicos para *Upstream*, 2023. Disponível em: <<https://canalfornecedor.petrobras.com.br/pt/regras-de-contratacao/catalogo-de-padronizacao/#especificacoes-tecnicas>>.

Instruções de uso:

Preencher os campos editáveis da tabela "Salmoura completa" com a concentração de cada componente da água do cenário. Na célula A13, selecionar "Bicarbonato", caso a concentração deste componente seja informada; selecionar "Alcalinidade total" apenas quando a concentração de bicarbonato não for informada.

Na célula E9, selecionar o sal de brometo disponível para o preparo (NaBr ou KBr).

O campo volume pode ser editado de acordo com a quantidade de água que se deseja preparar.

As frações volumétricas, em geral igual a 0,5, podem ser alteradas se necessário, desde que respeitada a relação $\phi_C + \phi_A = 1$. Alterar, entre 0 e 100, a célula I29, para substituição do bicarbonato de sódio por NaOH, caso necessário. Onde 0 não há substituição e 100 todo o bicarbonato de sódio é substituído.

Salmoura completa		Água Completa		
Constituintes, mg/L		Volume a ser preparado (L)		1
Sódio	0	Análito	Sal	Massa a ser pesada, g
Potássio	0	Sulfato	Na2SO4	0.0000
Magnésio	0	Bicarbonato	NaHCO3	0.0000
Cálcio	0	Sódio	NaCl	0.0000
Bário	0	Acetato	NaCH3COO	0.0000
Estrôncio	0	Brometo	NaBr	0.0000
Cloreto	0	Potássio	KCl	0.0000
Brometo	0	Cálcio	CaCl2.2H2O	0.0000
Sulfato	0	Magnésio	MgCl2.6H2O	0.0000
Bicarbonato	0	Bário	BaCl2.2H2O	0.0000
Acetato	0	Estrôncio	SrCl2.6H2O	0.0000
Formiato	0	pH a 21°C		
Propionato	0			
Butirato	0			
Lactato	0			
Bicarbonato	0			
pH a 21°C				
Salinidade (NaCl)	0			

Campos editáveis

Valor experimental

Água de Ânions				
Fração volumétrica cátions (ϕ_C)	0.5	Volume a ser preparado (L)	1	
Data de impressão	01/07/2024	Análito	Sal	Massa a ser pesada, g
		Sulfato	Na2SO4	0.0000
		Bicarbonato	NaHCO3	0.0000
		Sódio	NaCl	0.0000
		Acetato	NaCH3COO	0.0000
		Brometo	NaBr	0.0000
		pH a 21°C		

Água de Cátions				
Fração volumétrica ânions (ϕ_A)	0.5	Volume a ser preparado (L)	1	
		Análito	Sal	Massa a ser pesada, g
		Sódio	NaCl	0.0000
		Potássio	KCl	0.0000
		Cálcio	CaCl2.2H2O	0.0000
		Magnésio	MgCl2.6H2O	0.0000
		Bário	BaCl2.2H2O	0.0000
		Estrôncio	SrCl2.6H2O	0.0000
		pH a 21°C		

Figura B.1 – Esquema da planilha de memória de cálculo para auxiliar no preparo das salmouras de cátions e ânions, partindo-se da composição da água do cenário.