ÍNDICE DE REVISÕES

REV.	DESCRIÇÃO E/OU FOLHAS ATINGIDAS
0	Emissão Inicial
A	Revisão geral.
B	Revisão do item 3.1.2 (tolerância do pH passou de ± 0,2 para ± 0,05).

	REV. 0	REV. A	REV. B	REV. C	REV. D	REV. E	REV. F	REV. G	REV. H
DATA	03/02/2020	15/06/2020	27/04/2022						
PROJETO	LMS/OMD/PMP	GIA-E&P/EAEP/EOPM	GIA-E&P/EAEP/EOPM						
EXECUÇÃO	B97J	B97J	BE3W						
VERIFICAÇÃO	EK6A	EK6A	EK6A						
APROVAÇÃO	CJCL	CJCL	CJCL						

AS INFORMAÇÕES DESTE DOCUMENTO SÃO PROPRIEDADE DA PETROBRAS, SENDO PROIBIDA A UTILIZAÇÃO FORA DA SUA FINALIDADE.

1. Introdução

Este documento define os requisitos de qualificação de inibidor de incrustação para injeção em reservatórios de petróleo para operações de *squeeze*.

O fornecedor deve apresentar relatório de testes com o inibidor de incrustação de acordo com a metodologia descrita a seguir. 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

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

- Fornecer 1 L (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;
    - De acordo com a NR 26, 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 publicado na ET de cenário 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, em conformidade com a norma ABNT NBR 14725 parte 4.

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. Referências

ABNT NBR 14725-3	Produtos Químicos – Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente. Parte 3: Rotulagem
ABNT NBR 14725-4	Produtos Químicos – Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente. Parte 4: Ficha de Informações de segurança de produtos químicos (FISPQ)
ASTM D1193	Standard Specification for Reagent Water

3. Testes de laboratório

3.1. Teste de compatibilidade do inibidor de incrustação com a água do cenário

3.1.1. Preparo das salmouras de teste

a) Preparar uma solução de KCl a 2% (m/v) em água ultrapura (Tipo I ou II conforme ASTM D1193). A partir dessa solução, preparar duas soluções de inibidor de incrustação para *squeeze*: uma a 10% (v/v) em KCl a 2% (m/v) (adicionar 100.000 ppmv de produto); e uma a 20% (v/v) em KCl a 2% (m/v) (adicionar 200.000 ppmv de produto);

b) Preparar uma salmoura tomando como base a composição da salmoura informada no cenário, substituindo as concentrações de bicarbonato e sulfato por 0 mg/L.

c) Preparar uma salmoura tomando como base a composição da salmoura informada no cenário, substituindo a concentração do cálcio pelo valor de 20.000 mg/L e as concentrações de bicarbonato e sulfato por 0 mg/L.

NOTA 1:Aplicável apenas para reservatórios carbonáticos.

d) Preparar duas salmouras, uma água de ânions e uma água de cátions, de forma que, ao serem misturadas, a solução final tenha a composição da salmoura informada no cenário.

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, por:
Concentração do ânion i = Concentração do ânion i no cenário / φ_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, por:
Concentração do cátion i = Concentração do cátion i no cenário / φ_C

As frações volumétricas dessas duas salmouras na mistura, φA e φC são definidas, respectivamente, como:

φA = Volume da água de ânions / (Volume da água de ânions + Volume da água de cátions)
φC = Volume da água de cátions / (Volume da água de ânions + Volume da água de cátions)

Recomenda-se adotar $\varphi_A = \varphi_C = 50\%$ (v/v) com exceção de cenários em que, com o uso deste valor, se obtenha composições para a água de cátions ou ânions acima do limite de solubilidade dos sais, impossibilitando seu preparo.

Todas as salmouras 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.

3.1.2. Ajuste de pH

O ajuste do pH deve ser feito com as salmouras já previamente filtradas.

O pH das salmouras dos itens 3.1.1 b e 3.1.1 c deve ser ajustado com HCl ou NaOH, de forma a atingir o valor de pH do cenário, com uma tolerância de ± 0,05.

O pH da água de cátions do item 3.1.1 d deve ser ajustado com HCl ou NaOH, de forma a atingir o valor de pH do cenário, com uma tolerância de ± 0,05.

O pH da salmoura de ânions do item 3.1.1 d deve ser ajustado borbulhando CO2 na solução, de forma que após a mistura com a água de cátions do item 3.1.1 d atinja o valor de pH do cenário, com uma tolerância de ± 0,05.

3.2. Teste de compatibilidade

Antes da mistura, as soluções utilizadas devem ser aquecidas até a temperatura de teste informada no cenário. Para os casos em que 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.

Misturar cada solução de inibidor (item 3.1.1 a) com a salmoura do item 3.1.1 b e com a água de cátions do item 3.1.1 c, nas proporções de 10:90, 50:50 e 90:10 (solução com inibidor : água de cátions).

Tirar foto de cada frasco e registrar o aspecto visual de cada solução, informando se está turva, límpida, ou se houve formação de precipitados. Acondicionar os frascos na estufa na temperatura de teste informada no cenário, e repetir as análises (registro fotográfico e aspecto visual) após 1h, 2h e 24h de exposição.

O fornecedor deve apresentar os resultados de seu produto em todas as proporções solicitadas. O produto será considerado compatível quando a solução se mantiver visualmente límpida em todas as proporções.

3.3. Teste de eficiência dinâmica

O ensaio deve ser realizado em um equipamento capaz de simular as condições de campo, denominado PDC (precipitação dinâmica em capilar), cujo esquema simplificado de funcionamento é apresentado na figura 1. Ressalta-se que o equipamento deve ser acondicionado na temperatura e pressão do ensaio com água destilada, previamente ao início do teste.

Nesse teste, utilizam-se a água de cátions e a água de ânions preparadas no item 3.1.1 d, que serão bombeadas para o interior do equipamento, conforme ilustrado na Figura 1.

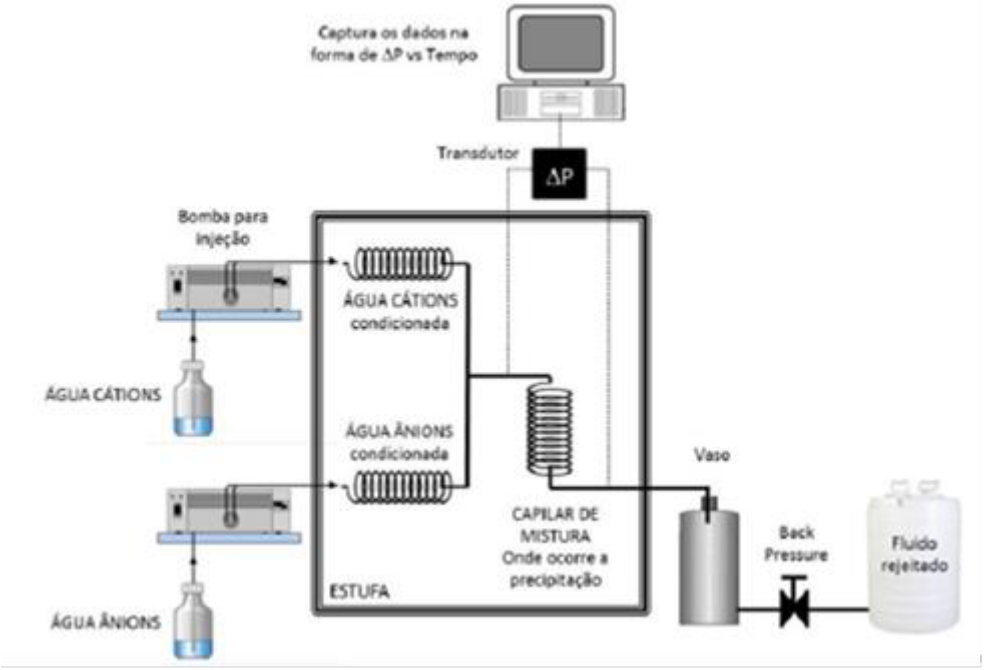

Figura 1 – Esquema simplificado do equipamento de Precipitação Dinâmica em Capilar, para avaliação da eficiência de inibidores de incrustação.

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

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

Parâmetro	Especificação
Vazão total das bombas	10 mL/min
Diâmetro interno do capilar	0,5 mm
Comprimento do capilar	1 m
Pressão de teste	1.000 psi
Temperatura de teste	Utilizar a temperatura do reservatório conforme definida no cenário

Nota 2: os parâmetros definidos na Tabela I poderão ser ajustados pela Petrobras conforme a necessidade, devendo ser divulgado nas condições de qualificação.

Deve ser realizado teste sem o inibidor de incrustação (ensaio em branco), e com inibidor de incrustação para *squeeze*. No ensaio em branco, o diferencial de pressão entre a entrada e a saída do capilar deve ser monitorado e registrado. Um acréscimo perceptível no diferencial de pressão após o alcance do estado estacionário acima de 5,0 psi indica a precipitação de incrustação, quando então o teste deve ser finalizado.

Nos ensaios com inibidor de incrustação, o produto deve ser previamente adicionado na salmoura de ânions, de modo que a concentração final após a mistura com a salmoura de cátions seja a requerida no ensaio. A duração do ensaio deve ser de, no mínimo, três vezes o tempo para que o diferencial de pressão do teste em branco seja alcançado, ou uma hora (o que for maior). O inibidor de incrustação será considerado aprovado em eficiência dinâmica se a dosagem recomendada pelo fornecedor for capaz de evitar que o diferencial de pressão atinja 0,5 psi em relação à linha base. Essa dosagem deve ser definida como sendo a mínima concentração inibitória (*Minimum Inhibitor Concentration* - MIC). Essa MIC deve ser inferior à MIC máxima definida no cenário. Nos casos em que não for mencionada a MIC máxima no cenário, este item não será um critério de aprovação.

3.4. Laudos de compatibilidade com materiais

O fornecedor deve apresentar laudo, em papel timbrado, informando a compatibilidade do produto com os seguintes materiais:

- Aço inox AISI 316L;
- Liga P-110 ou aço baixa liga tipo SAE 4130;
- PVDF Kyrnaflex 2750;
- PA-11 BESNO P4O TLX ou PA-11 BESNO P40 TL ou PA-12 VESTAMID NRG 1001.

3.5. Monitoramento do inibidor de incrustação após o uso

A MIC final do produto apresentado deve ser tal que o traçador do produto seja rastreável após a diluição na água produzida durante o uso. Para produtos cuja matéria ativa contenha fósforo, em que esse elemento é o traçador, o teor de fósforo após a diluição na água produzida durante o uso do produto no campo deve ser maior do que 0,2mg/L. Para produtos que não são à base de fósforo, o fornecedor deve ajustar a MIC do produto de modo que, após a diluição na água produzida durante o uso, o teor do traçador esteja dentro dos limites do método de detecção que foi indicado.

3.6. Apresentação dos resultados

3.6.1. Apresentação dos resultados de compatibilidade

Os resultados dos testes de compatibilidade devem ser apresentados na forma de tabela ou registro fotográfico, conforme exemplos na Tabela II e figura 2.

Tabela II

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% (v/v) do inibidor de incrustação [informar o nome comercial do produto] Lote [informar o número do lote do produto], a [informar a temperatura]°C”.

10% de Inibidor de Incrustação em KCl 2%	Salmoura	Imediato	1 hora	2 horas	24 horas
10%	90%				
50%	50%				
90%	10%				

Límpido Turvo Precipitado

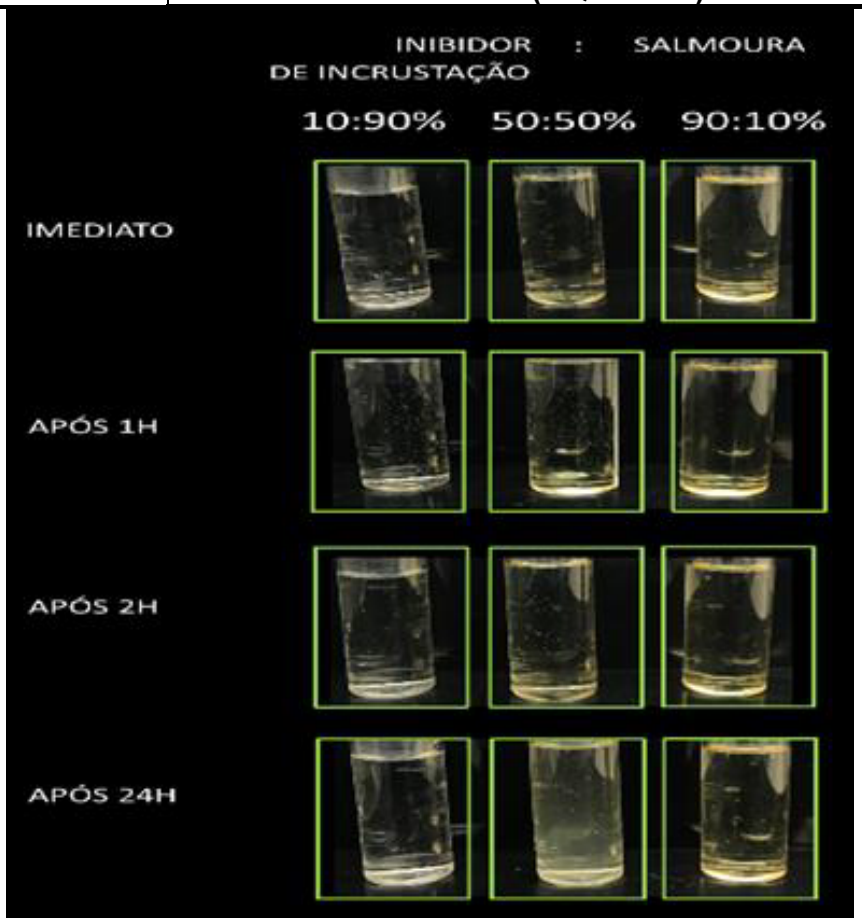

Figura 2 – Exemplo de apresentação, através de registro fotográfico, dos resultados de compatibilidade da solução de inibidores de incrustação com a água representativa do cenário de inibição via *squeeze*: "Compatibilidade entre a água sintética do cenário [inserir o nome do cenário] e a solução do inibidor de incrustação [inserir o nome comercial do inibidor de incrustação] a [inserir a temperatura de teste em °C]."

3.6.2. Apresentação dos resultados de eficiência dinâmica

Deve ser apresentado um gráfico com as curvas do diferencial de pressão medido durante o ensaio em relação ao tempo, para os testes feitos com todas as dosagens de inibidor de incrustação avaliadas, conforme exemplo da figura 3.

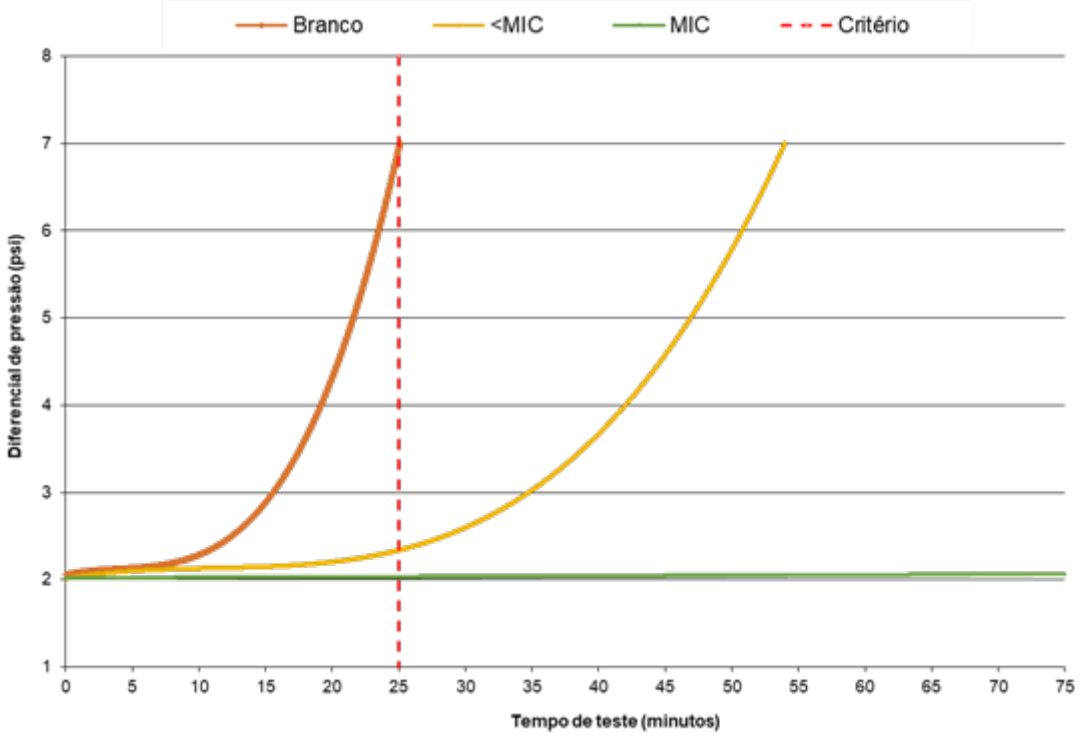

Figura 3 – Exemplo de apresentação dos resultados de determinação da MIC de inibidores de incrustação pelo teste dinâmico de inibição: “Diferencial de pressão do inibidor de incrustação [inserir nome comercial do produto] para a água sintética do cenário [inserir o nome do cenário], a [inserir a temperatura (em °C) e a pressão (bar ou psi) de teste].”

3.7. Critérios de aprovação

O inibidor de incrustação para *squeeze* será considerado aprovado para uso em campo se atender aos critérios de aprovação solicitados nesse documento:

- Compatibilidade com as salmouras conforme o item 3.2;
- Eficiência para inibição da incrustação no cenário conforme item 3.3;
- Compatibilidade com os materiais conforme o item 3.4;
- Monitoração do traçador conforme indicado no item 3.5.