



Nova tecnologia antiperda de circulação com adição de coque de petróleo ***New anti-circulation loss technology with the addition of petroleum coke***

Rubén Darío Vega Mejía^{1,*}, Elianis Maribel Gallardo Brito²,
Rosa Beatriz Cesin Granado³

¹ Profesor de la Escuela de Ingeniería y Ciencias Aplicadas, Departamento de Ingeniería de Petróleo de la Universidad de Oriente, Núcleo de Monagas, Venezuela

² Profesora de la Coordinación de Ingeniería de Petróleo de la Universidad Nacional de las Fuerza Armadas, Venezuela

³ Ingeniero de Petróleo egresada de la Universidad de Oriente, Núcleo de Monagas, Venezuela

* Autor para correspondência, E-mail: rvegas@udo.edu.ve

Received: 03 May 2020 | Accepted: 24 June 2020 | Published online: 13 July 2020

Resumo: A perda de circulação ou perda, parcial ou total, do fluido de perfuração é um dos problemas mais onerosos para a indústria de petróleo. Isto acontece em formações permeáveis, zonas depletadas, fraturas naturais ou induzidas e cavernas. Para o combate à perda de circulação a indústria faz o uso de fluidos com materiais chamados LCMs (*lost-circulation materials*), que são adicionados para selar as fraturas ou criar um reboco eficiente para cessar as perdas. Além, os materiais de combate a perda comerciais nem sempre são efetivos, e existe a necessidade do desenvolvimento de novas. Devido ao excesso de coque existente na Venezuela, este trabalho apresenta o desenvolvimento de uma nova tecnologia de material antiperda de circulação com a adição de coque de petróleo, com base na composição do EZ-Plug®, mas substituindo a cinza do alto forno por coque. A caracterização do coque de petróleo demonstrou que vem de um processo de coqueamento retardado. Foram formulados três sistemas para combater perdas, variando a concentração de coque em 25%, 35% e 45% (m/m). Com cada concentração, foram formulados dois fluidos, um de 15 lpb e outro de 30 lpb, para os quais foram medidas as propriedades reológicas: viscosidade plástica, limite de escoamento e forças géis. Após, foram realizados os testes de permeabilidade (PPT), obtendo-se as perdas iniciais (mL), as perdas totais (mL) e o comportamento da perda de filtrado versus tempo (7,5; 15; 22,5 e 30 min). Os testes mostraram que o fluido com 15 lpb y 45% (m/m) de coque obteve um melhor resultado em relação aos demais fluidos com coque. Por isso foi selecionado para ser estudado sob o mesmo teste com dois fluidos de 15 lpb e 30 lpb de EZ-Plug, em discos cerâmicos de 20µ, 50µ e 180µ, demonstrando um melhor comportamento estatístico de perdas de fluidos ao longo do tempo. Além, foram obtidos rebocos flexíveis, impermeáveis e finos (1 mm), provando ser de boa qualidade. Concluiu-se que a nova tecnologia antiperda de circulação com adição de coque, pode constituir uma aplicação alternativa em areias ou cascalhos não consolidados ou em formações com micro fraturas (naturais ou induzidas).

Palavras chave: coque, coqueo retardado, testes de permeabilidade (PPT), perdas iniciais, perdas totais, reboco.

Abstract: Loss of circulation or partial or total loss of drilling fluid is one of the most costly problems for the oil industry. This problem occurs in permeable formations, depleted areas, natural or induced fractures and caves. To combat the loss of circulation, the industry uses fluids with materials called LCMs (*lost-circulation materials*), which are added to seal the fractures or create an efficient plaster to stop the losses. In addition, commercial loss-fighting materials are not always effective, and there is a need to develop new ones. Due to the excess of coke existing in Venezuela, this work presents the development of a new technology of anti-circulation circulation material with the addition of petroleum coke, based on the composition of the EZ-Plug®, but replacing the blast furnace ash with petcoke. The characterization of petroleum coke has shown that it comes from a delayed coking process. Three systems were formulated to combat losses, varying the coke concentration by 25%, 35% and 45% (w / w). With each concentration, two fluids were formulated, one 15 lpb and the other 30 lpb, for which the

rheological properties were measured: plastic viscosity, flow limit and gel forces. Afterwards, the permeability tests (PPT) were performed, obtaining the initial losses (mL), the total losses (mL) and the behavior of filtrate loss versus time (7.5; 15; 22.5 and 30 min). The tests showed that the fluid with 15 lpb and 45% (m / m) of coke obtained a better result than the other fluids with coke. For this reason, it was selected to be studied under the same test with two fluids of 15 lpb and 30 lpb of EZ-Plug in 20 μ , 50 μ and 180 μ ceramic discs, demonstrating a better statistical behavior of fluid losses over time. In addition, flexible, waterproof and thin plasters (1 mm) were obtained, proving to be of good quality. It was concluded that the new anti-loss circulation technology with the addition of coke, may constitute an alternative application in unconsolidated sand or gravel or in formations with micro fractures (natural or induced).

Keyword: coke, delayed coking, permeability plugging tests (PTT), spurt losses, total losses, mud cakes.

1. Introdução

A perda de circulação ou perda de fluido para a formação é um dos problemas mais críticos que podem ser encontrados durante a perfuração de petróleo e/o gases convencionais. (DATALOG, 2011). Ocorre quando o fluido de perfuração bombeado para um poço retorna parcialmente à superfície ou se perde completamente na formação. Embora tecnicamente não seja desejado, é aceito que alguma quantidade de fluido seja perdida na formação de forma regulada, seu controle é feito com redutores de filtrado. No entanto, a perda parcial, total ou grave de fluidos não é econômica ou ambientalmente agradável. (Wagle et al., 2019).

De acordo com Wang et al. (2005) a perda de circulação é um problema técnico de longo prazo na indústria de perfuração que acontece em várias profundidades e litologias, porque pode ocorrer ao longo do poço onde existem seções de areia não consolidada, cascalho de alta permeabilidade, zonas cavernosas, fraturas naturais, falhas e zonas de transição em carbonatos ou folhelhos duros. Quer dizer, ocorrem através de fraturas naturais ou induzidas, portanto, qualquer tipo de formação pode ter fraturas naturais ou rochas de alta permeabilidade. Em micro fraturas naturais como nos carbonatos micro fraturados, a perda de circulação é lenta, no caso de formações altamente permeáveis ou de espeleologia, a perda de circulação é significativamente maior, dificultando a superação desse problema (Fiagbor, 2011; Datwani, 2012). Normalmente, o próprio processo de perfuração causa a formação de fraturas induzidas (Cook et al., 2012).

Durante as operações de perfuração, os fluidos de perfuração representam 5 a 10% dos dois custos totais (Adachi et al., 2011). Portanto, qualquer perda de circulação aumenta o custo total entre 25 e 40% e contribui para os tempos não produtivos (TNP) dos trabalhos de perfuração. Além disso, os efeitos prejudiciais das perdas de fluido incluem transtornos operacionais pois, a reduzida taxa de retorno prejudica a limpeza do poço que pode acarretar em uma prisão de coluna ou encarceramento de broca (Aguilera, 1995; Lécolier et al., 2005; Lavrov, 2016). O principal método para correção de perdas de circulação é a adição de materiais de combate a perda LCMs (*lost-circulation materials*), aos fluidos de perfuração. Eles impedem o crescimento de fraturas induzidas e selam fraturas naturais existentes nas formações. Os LCMs apropriados devem ser selecionados de acordo com seus custos e disponibilidade. (Pilehvari y Nyshadham, 2002) e eles também dependem da gravidade da perda de circulação, que geralmente é identificada pela taxa de perda (bbl/h), portanto são definidos pelos eventos de perda em: filtrações (perdas de 10 a 20 bbl/h), parcial (20 a 50 bbl / h), grave (50 a 150 bbl / h) e total (perdas > 150 bbl / h) (Savari e Walker, 2017; Nayberg, 1987). Os LCMs mais usados são: fibroso (casca de cedro, talos de junco esmagados, fibra mineral e cabelo), escamoso (flocos de mica e folhas de plástico ou celofane) ou granulado (calcário ou mármore triturado e dimensionado, madeira, cascas de noz, fórmica, espigas de milho e cascas de algodão) (Schlumberger, 2020).

Ultimamente, de acordo com Wagle (2019) diferentes tratamentos têm sido utilizados para prevenir ou mitigar a perda de circulação, incluindo: produtos químicos selantes para controlar perdas graves a totais (Abdulrazzaq, 2018); uso de nanopartículas curadas por ultrassom (Xu, 2013), cimento solúvel em ácido (Yami, 2014), uso de nanopartículas de silício (Javeri, 2011), celulose orgânica fibrosa para combater perdas por filtração (Taufik, 2011), ácido polilático e poliglicólico (Matsui, 2012) e compostos de engenharia (Miller, 2013). No entanto, quase todos esses tratamentos mostram vantagens e desvantagens. Um dos produtos mais utilizados na Venezuela para o controle de perdas de circulação é o EZ-Plug® (Mata et al., 2008), que segundo Sánchez (2015) é composto por escória de alto forno, calcário e quartzo (sílica cristalina).

Na Venezuela, como conseqüência da melhoria e refino de petróleo pesado e extra-pesado na Faja Petrolífera del Orinoco, é atualmente um dos maiores produtores de coque de petróleo, assim, para o ano de 2013 foram produzidas cerca de 20.000 toneladas por dia (TPD). de coque e um aumento de aproximadamente 30.000 TPD foi estimado para 2018 (Valera et al., 2013). O coque é o material restante do processo de refino de petróleo bruto e corresponde principalmente ao excesso de resíduos após o processamento dos fundos mais pesados, provenientes da torre de vácuo. É normalmente usado como matéria-prima para obter carbono e como combustível para geração de calor (Katz, 2001).

Tendo em vista o que foi descrito, na presente investigação, foi formulada uma nova tecnologia antiperda de circulação com a adição de coque de petróleo, com base nos componentes da EZ-Plug®, mas substituindo a escória de alto-forno por coque, a fim de alcançar outro uso aos excessos deste material acumulados no país.

2. Metodologia

A investigação foi realizada no laboratório de perfuração do Departamento de Engenharia de Petróleo da Escola de Engenharia e Ciências Aplicadas (EICA, por suas iniciais em espanhol), Campus Los Guaritos da Universidade de Oriente, Núcleo Monagas. O coque usado veio da Petróleos de Venezuela S.A (PDVSA), o mármore, quartzo e granito das minas do estado de Bolívar, no sudeste do país, os discos de cerâmica e aditivos para a formulação de fluidos foram fornecidos pela empresa Esvenca.

2.1 Obtenção de material antiperda de circulação

O coque de petróleo foi caracterizado pelas propriedades: cor (escala de cores), umidade e porcentagem de enxofre com a metodologia ASTM D3173-87 (ASTM, 1996), densidade de acordo o método ASTM C838-16 (ASTM, 2016). Os resultados foram comparados com as faixas de valores dessas propriedades conforme estabelecido por PDVSA (2007), que permitiu determinar o tipo de coque que era (flexicoque ou coque retardado). O óleo contido nele foi extraído usando o extrator soxhlet com base no método EPA3540C (EPA, 1996) e usando xileno como solvente orgânico. Posteriormente, foi seco em uma mufla (Alvarado et al., 2012). Os materiais mármore (A), quartzo (B), granito (C) e coque foram moídos com um moinho de martelos. Estes foram estão misturados para formar três sistemas (S1, S2 e S3) (Tabela 1).

Tabela 1. Concentrações a serem utilizadas na formulação de sistemas de circulação antiperda.

Componentes	A	B	C	Coque	Total
Sistemas	S ₁	25%	25%	25%	25%
	S ₂	25%	20%	20%	35%
	S ₃	25%	15%	15%	45%

Os sistemas foram peneirados, permitindo conhecer o tipo de material formado, de acordo com seu tamanho de distribuição de partículas (Tabela 2). Dessa forma, foi definido de acordo com o tamanho de partícula D90, obtido pelo método gráfico.

Tabela 2. Classificações dos materiais de anti perda segundo seu tamanho de partículas.

Tamanho do material	Tamanho de partícula	Tamanho de malha
Fino	D90<75	Pelo menos 90% passam na malha 200
Médio	75<D90<250	Passagem de 90% entre a malha de 60 a 200
Grosso	250<D90<1000	90% passam nas malhas 18 - 60
Extra-grosso	D90>1000	Pelo menos 90% passam na malha 18

2.2 Estudo reológico dos sistemas formulados

Foram formulados 6 fluidos à base de água do tipo polímero inibidos (ESVENCA, 2007) (Tabela 3), adicionando os materiais anti-perda desenvolvidos de acordo com os seguintes critérios: três com 15 lpb de material (F₁ com 15 lpb de S₁, F₂ com 15 lpb de S₂ e F₃ com 15 lpb de S₃) e três com 30 lpb (F₄ com 30 lpb de S₁, F₅ com 30 lpb de S₂ e F₆ com 30 lpb de S₃).

No estudo, as propriedades reológicas da viscosidade plástica, limite de escoamento e forças géis foram medidas de acordo com o procedimento API13B-1 (API, 2003). Para isso, foi utilizado um viscosímetro rotacional Fann.

Tabela 3. Produtos do sistema de polímeros inibidos e suas concentrações.

Aditivo	Goma xantana	PAC-LV	Amina	Diesel	Carbonato de cálcio	Barita	Potassa cáustica
Concentração	1-2 lb	2-4 lb	4-6 lb	Até 10 mL	30 lb	Conforme necessário	Até pH 9,5-10

2.3 Comparação da eficácia de sistemas formulados através da teste da permeabilidade do PPT com discos de cerâmica (aloxita) e análise estatística

Os fluidos foram avaliados pelo PPT (*permeability plugging tests*), de acordo com a metodologia de ESVENCA (2007) usando um filtro-prensa API marca ofite. Os estudos de laboratório discutidos aqui foram realizados usando discos de cerâmica (aloxita) com diâmetros de poros de 20, 50 e 180 microns (μm) como meio filtrante, a uma pressão de 1700 lpc e 200 lpc de contrapressão a uma temperatura de 150 ° F. Para a análise dos testes, foram aplicados os seguintes critérios: (a) Os fluidos foram testados inicialmente com os sistemas antiperda de 15 lpb (F₁, F₂, F₃) e 30 lpb (F₄, F₅, F₆) com discos de cerâmica de 20 microns. (b) O melhor fluido (estadisticamente) foi selecionado para cada concentração. (c) Os fluidos selecionados foram testados com dois fluidos com Ez-plug como material antiperda para 15 lpb (F₇) e 30 lpb (F₈) em discos de cerâmica de 20, 50 e 180 μm , para visualizar o comportamento dos fluidos escolhidos com aumento do diâmetro dos poros.

Os resultados do PPT foram: perda inicial, taxa total de filtração e o comportamento dos fluidos foi representado graficamente nas curvas de perda de filtração (mL) vs. tempo (min) por 7,5; 15, 22,5 e 30 min (Alsabagh et al., 2013). Utilizando o programa estatístico InfoStat®, foi aplicado um teste não paramétrico de Friedman com $\alpha = 0,05$, o que permitiu estabelecer diferenças estatísticas significativas no conduta dos fluidos em estudo, a fim de selecionar o melhor comportamento.

2.4 Caracterização do reboco obtido com os diferentes fluidos em estudo

Os rebocos obtidos foram estudados por sua textura e espessura, aplicando o padrão API RP 13B (American Petroleum Institute [API], 2003).

3. Resultados e discussões

Segundo Valera et al. (2013) o coque de petróleo é um material carbonáceo e amorfo. Na Venezuela, apenas processos flexíveis e coqueamento retardado são usados (D'Elia, 2014), razão pela qual a caracterização do coque em estudo permitiu determinar com que tipo de coque foi trabalhado. Com relação às propriedades obtidas (Tabela 4), observa-se que o coque apresentava cor preta (Figura 1), em consequência do alto teor de carbono presente. A cor coincidiu com a indicada pela Câmara Mexicana de Mineração (CAMIMEX, 2012), que indica que sua cor é variável entre cinza e preto.



Figura 1. Cor mostrada pelo coque de petróleo.

As propriedades (Tabela 4) mostram que a umidade (% em massa) foi de 9%, estando na faixa dos dois tipos de coque produzido no país, mas não de acordo com o valor reportado por D'Elia (2014) 0,8-1% e Requena et al. (2008) de 0,8-1,7%. A densidade obtida foi de 1,231 g/mL, mais próxima do valor da propriedade média do coque retardado (1,0410 g/mL) do que a do flexicoque (0,8810 g/mL), valores

próximos aos refletidos por Requena et al. (2008) de 1,28-1,64 g/mL. O teor de enxofre foi de 5,4%, o que o qualifica de acordo com Katz (2001) como enxofre médio e alto (2-8%), sendo usado principalmente como combustível em caldeiras (para produção de vapor em geração elétrica e processos industriais) e em fornos (para produção de cimento). A porcentagem de enxofre foi maior que a do coque retardado (4,5%) e a do flexicoque (2,5%), mas consistente com o mostrado por Meza et al. (2016) de 5,5% para Petrozuata e acima da faixa obtida para a propriedade (4,9 -5,2%) de Requena et al. (2008).

Tabela 4. Propriedades do coque de petróleo em estudo.

Propriedades	Cor	Umidade (% em massa)	Densidade (g/mL)	Enxofre (%)
Vega, Gallardo y Cesin, 2020	Preto	9	1,2341	5,4
INTEVEP (2007)	Flexicoque	0-50	0,8810	2,5
	Coque retardado	8-12	1,0410	4,5

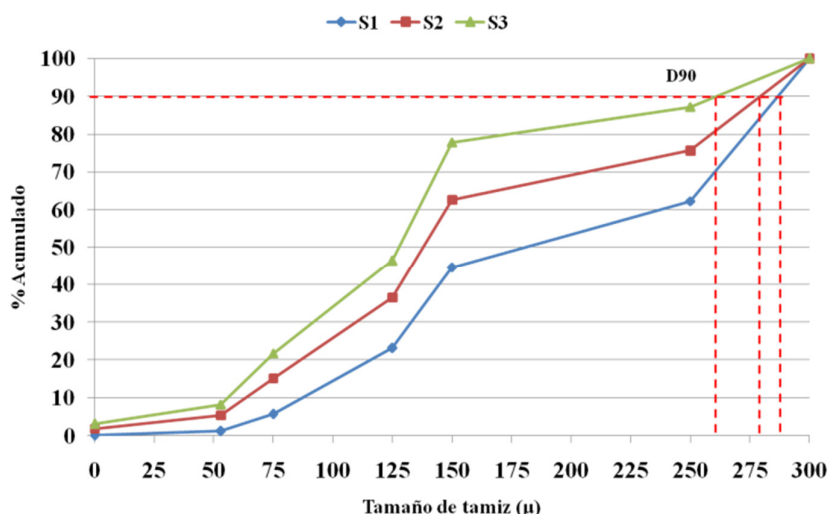
De acordo com os resultados obtidos, o tipo de coque utilizado provém de um processo de coqueo retardado realizado na parte leste do país e é uma consequência da melhoria de petróleo pesado e extra-pesado no Faja Petrolífera del Orinoco (FPO). As variações nos valores das propriedades foram consideradas aceitáveis, porque a composição final do coque de petróleo depende da natureza do petróleo e do processo de conversão usado. Esses fatores influenciam diretamente sua composição química, em particular os níveis de enxofre, metais, compostos voláteis e o teor de carbono; bem como em suas propriedades estruturais (Roskill, 2007).

Uma vez formulados os três sistemas, a Tabela 5 mostra que, à medida que a concentração de coque em S₂ e S₃ aumentou em relação a S₁, também aumentou o conteúdo de partículas pequenas e médias ($\leq 150 \mu$). Em teoria, é favorável porque permite um melhor selo a formação, criando um bom reboco composto por uma grande variedade de tamanhos de partículas.

Tabela 5. Percentagem de partículas obtidas em função do tamanho (μ m) da peneira utilizada.

Tamanho de partícula (μ m)	0	53	75	125	150	250	300
S ₁ (%)	0,05	1,13	4,55	17,4	21,38	17,7	37,8
S ₂ (%)	1,87	3,54	9,73	21,4	26,03	13,12	24,31
S ₃ (%)	3,09	5,17	13,51	24,65	31,39	9,41	12,78

Na Figura 2, é detalhado que, apesar do aumento nos tamanhos de partícula menores e médios, ao obter o D₉₀ a partir da curva % acumulada versus tamanho de partícula (μ na figura), os três sistemas estão na faixa de $250 < D_{90} < 1000$, para serem classificados de acordo com a distribuição granulométrica como grossa (MI SWACO, 2002). Eles devem exercer uma melhor vedação em discos de cerâmica com tamanhos de poros maiores. Além disso, pode ser visto na figura que as curvas têm o mesmo padrão de comportamento, porque apenas a quantidade de aditivos que compõem os sistemas foi variada, mas o tamanho de suas partículas era constante.

Figura 2. Percentagem cumulativa da distribuição de partículas dos sistemas formulados, Determinação de D₉₀.

Os resultados das propriedades reológicas dos fluidos em estudo (Tabela 6) mostram com relação ao fluido branco que a adição de coque em menores quantidades nos fluidos F₁ e F₂ apresentou uma diminuição nas propriedades reológicas. À medida que a adição de coque nos fluidos F₃ e F₄ aumentou, as propriedades de viscosidade plástica e limite de escoamento aumentam e as forças do gel são equalizadas. O comportamento dos fluidos F₅ e F₆ mostrou a diminuição das propriedades em estudo. O descrito concorda com Vega, De Ponte e Tineo (2019) quem expressou que o coque de petróleo é um agente dispersante cuja concentração ideal são 2 lb/bl. Um aumento desse valor levam a incrementos nas propriedades reológicas até que seja alcançado um ponto em que os sólidos saturam os fluidos. No entanto, segundo Ribeiro (2019) um aumento na viscosidade ajuda a controlar as perdas de circulação. Portanto, deste ponto de vista, os fluidos F₃ e F₄ devem ter o melhor comportamento.

Tabela 6. Propriedades reológicas dos fluidos em estudo (valores médios).

Propriedades	Fluidos						
	Branco	15 lpb			30 lpb		
		F ₁	F ₂	F ₃	F ₄	F ₅	F ₆
Viscosidade plástica, (cP)	10	8	9	11	11	10	8
Limite de escoamento (lb/100pies ²)	14	13	13	15	17	16	14
Forças géis 10 s	5	4	4	5	5	5	5
(lb/100pies ²) 10 min	6	4	5	5	6	6	5

As propriedades reológicas de um fluido são afetadas pelos sólidos presentes nele. Nesse sentido, a porcentagem de sólidos aumentou com o adição de coque na concentração, devido ao fato de o coque ser o componente dos sistemas S1, S2 e S3 com a menor gravidade específica (1,23). Assim, para atingir 15 lpb ou 30 lpb era necessária uma quantidade maior de coque.

Os resultados dos testes de PPT para 15 lpb em discos de cerâmica de 20 μ mostraram perdas iniciais de 6,03; 4,87 e 6,67 mL para os fluidos F₁, F₂ e F₃, respectivamente (Tabela 7), portanto, um efeito não foi observado devido ao aumento na porcentagem de coque neste parâmetro. Após 30 min, foram obtidas taxas totais de filtração de 24,33 mL (F₁), 22,06 mL (F₂) e 18,93 mL (F₃), detalhando que uma maior adição de coque levou à obtenção de uma menor taxa de filtração.

Tabela 7 Perdas iniciais e taxa de filtração obtidas para os fluidos F₁, F₂ e F₃ em discos de cerâmica de 20 μ por 15 lpb.

	F ₁	F ₂	F ₃
Perdas iniciais (mL)	6,03	4,87	6,67
Taxa total de filtração (mL)	24,33	22,06	18,93

Entretanto, ao analisar o gráfico de perda de filtragem versus tempo (Figura 3a), por 7,5 min, houve um aumento nos valores de filtro em relação às perdas iniciais e após (15 min) foi observado uma diminuição na filtragem, subsequente a isso, todos os fluidos tendem a se comportar de maneira estável (horizontalmente) e tendem a seja igual.

O estudo estatístico (Figura 3b) mostrou diferenças estatísticas significativas entre os fluidos (valor de $p = 0,0531$), afirmando que o melhor desempenho foi obtido por F₃ (letra A) que difere dos outros dois fluidos (letras B). A diferença de comportamento está associada à maior porcentagem de coque no fluido F₃.

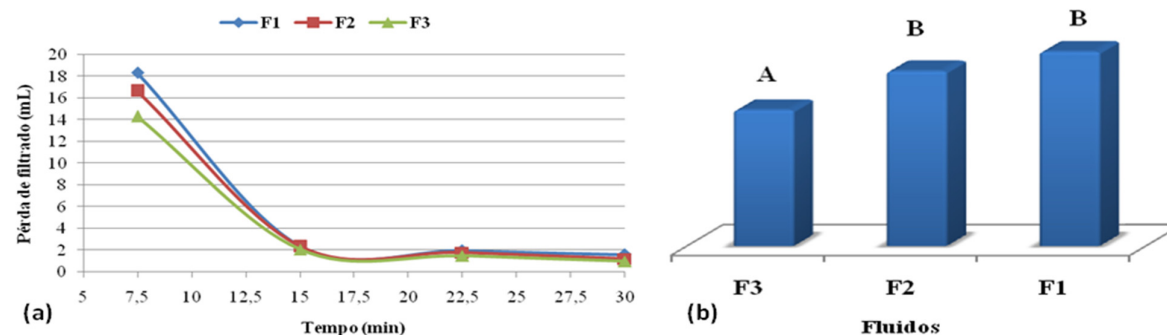


Figura 3. Comportamento dos fluidos F₁, F₂, F₃ com um disco de cerâmica de 20 μ por 15 lpb. (a) Perda de filtrado a 7,5; 15; 33,5 e 30 min. (b) Teste de Friedman. Letras diferentes expressam diferenças estatísticas significativas.

Os fluidos de 30 lpb apresentaram comportamentos diferentes e independentes da adição de coque, tanto pelas perdas iniciais quanto pela taxa total de filtração (Tabela 8); os fluidos F₄ e F₆ com percentual menor e maior de coque em suas formulações mostraram perdas iniciais mais baixas e taxas de filtração mais altas, comportamento inverso ao exposto por F₅, esse comportamento heterogêneo nos extremos dos tempos de estudo era contrário ao refletido na Figura 4a, onde, após apresentar uma diferença de 7,5 min, as três curvas descritas tendiam a se sobrepor após 15 min de estudo.

Tabela 8. Perdas iniciais e taxa de filtração obtidas para os fluidos F₄, F₅ e F₆ em discos de cerâmica de 20 µm por 30 lpb.

	F ₄	F ₅	F ₆
Perdas iniciais (mL)	5,67	6,33	4,33
Taxa total de filtração (mL)	20,43	19,53	21,31

A análise mostrou que não existem diferenças estatísticas significativas entre os fluidos (valor p = 0,53558, maior a 0,05), de modo que os três são indicados com letras iguais (A) (Figura 4 (b)). Isso prova que aumentar o porcentagem de coque nas formulações 30 lpb não melhora a redução na perda de circulação.

Os estudos anteriores revelaram que a taxa total de filtração para F₃ foi de 18,93 mL com 15 lpb, menor que para F₄ (20,43 mL), F₅ (19,53 mL) e F₆ (21,31 mL) com 30 lpb, de acordo com MI SWACO, (2002), que afirma que: nenhuma vantagem é alcançada quando a concentração de materiais anti-perda de circulação no sistema total de fluido de alta perda de filtragem exceder 15 lpb a 30 lpb.

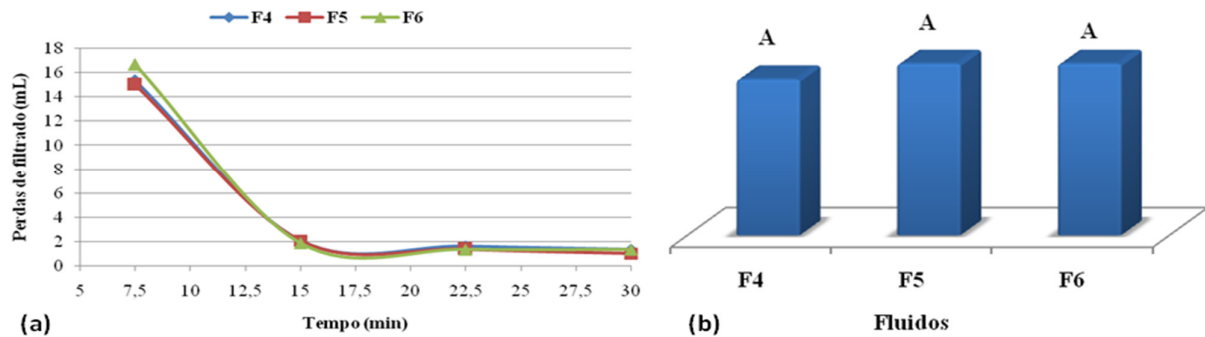


Figura 4. Comportamento dos fluidos F₄, F₅, F₆ com um disco de cerâmica de 20 µm por 30 lpb. (a) Perda de filtrado a 7,5; 15; 33,5 e 30 min. (b) Teste de Friedman. Letras diferentes expressam diferenças estatísticas significativas.

Por isso, decidiu-se aplicar o teste de Friedman (Figura 5) a esses quatro fluidos, resultando na ausência de diferença significativa entre os fluidos (valor de p = 0,665). Isso levou à seleção apenas do fluido F₃ para os seguintes testes.

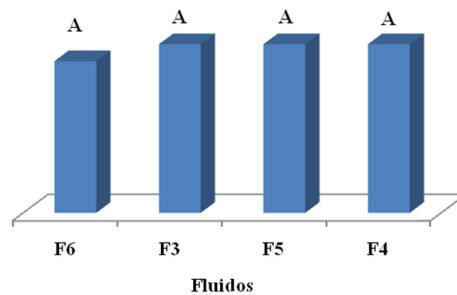


Figura 5. Teste de Friedman para perdas de circulação de fluidos F₃, F₄, F₅ e F₆ com discos de cerâmica de 20 µm. Letras diferentes expressam diferenças estatísticas significativas.

O PPT para discos de cerâmica de 20 µm, 50 µm e 180 µm, permitiu comparar o fluido selecionado (F₃) em relação aos fluidos com Ez-plug F₇ com 15 lpb e F₈ com 30 lpb. Em relação a 20µ (Tabela 8), indicaram perdas iniciais de 6,67 mL para F₃ e valores mais baixos para F₇ (6 mL) e F₈ (5 mL) com o produto comercial. Em relação às taxas totais de filtração, F₃ apresentou valor de 18,93 mL, representando uma diferença percentual de 42,1% abaixo de F₇(26,9 mL) e 12,7% maior que F₈ (16 8 mL) que possui 30 lpb.

As perdas de circulação para discos de cerâmica de 50 μ (Tabela 8) mostram uma perda inicial menor para o fluido F₃ (3,13 mL) em comparação aos fluidos F₇ (5 mL) e F₈ (4,3 mL). Da mesma forma, o fluido F₃ apresentou uma taxa de filtração de 19,19 mL que foi 44,9% menor que F₇ (27,8 mL) e 17,8% menor que F₈ (22,6 mL) o que o dobro da sua concentração.

O comportamento de fluidos em discos de cerâmica com maior tamanho de garganta do poro (180 μ) (Tabela 9) foi semelhante nas duas testes previamente estudadas, apresentando perdas iniciais na faixa de 1,97 a 2,8 mL e taxa de filtração entre 7,78 a 9,07 mL, sendo F₈ o fluido que apresentou o valor mais baixo e F₇ o valor mais alto para ambas propriedades. As diferenças na taxa total de filtração nos fluidos estudados foram devidas ao comportamento nos tempos iniciais e 7,5 min.

Tabela 9. Perdas iniciais e taxa de filtração obtidas em discos de cerâmica de 20 μ m, 50 μ m e 180 μ m para os fluidos F₃, F₇ y F₈.

	20 μ m			50 μ m			180 μ m		
	F ₃	F ₇	F ₈	F ₃	F ₇	F ₈	F ₃	F ₇	F ₈
Perdas iniciais (mL)	6,67	6	5	3,13	5	4,3	2,53	2,8	1,97
Taxa total de filtração (mL)	18,93	26,9	16,8	19,19	27,8	22,6	8,47	8,7	7,78

O comportamento gráfico dos fluidos para os três tamanhos de garganta do poros em estudo (Figura 6) não variou em relação aos comportamentos anteriores. Eles mostraram discrepâncias nas perdas de circulação apresentadas em 7,5 min; depois disso, eles começam a descer até 15 minutos e a partir daí tendem a exibir comportamento semelhante até os 30 minutos. Os fluidos testados em 20 μ m e 50 μ m tendem a sobrepor-se o seu comportamento neste último período (entre 15 e 30 min), enquanto a 180 μ m eles variam ligeiramente.

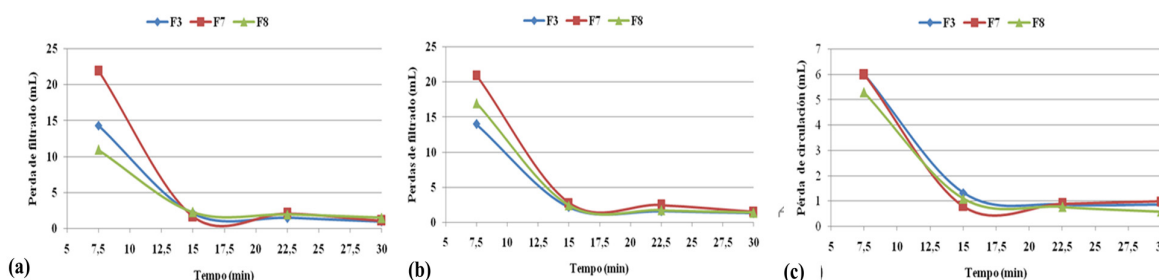


Figura 6. Perda de filtrado (mL) vs tempo (min) para os fluidos F₃, F₇ e F₈. a) Disco cerâmico de 20 μ m. (b) disco de cerâmica de 50 μ m. (c) disco cerâmico de 180 μ m.

Observou-se nas Figuras 3a, 4a e 6 que a deposição do reboco ocorreu nos primeiros 15 minutos de teste, após esse tempo a deposição variou pouco, podendo ser considerada constante. Além, as curvas de volume de filtrado com o tempo geradas pelos fluidos, foram semelhantes em todos os resultados experimentais, mostrando que esse modelo representou bem a filtração dos sistemas.

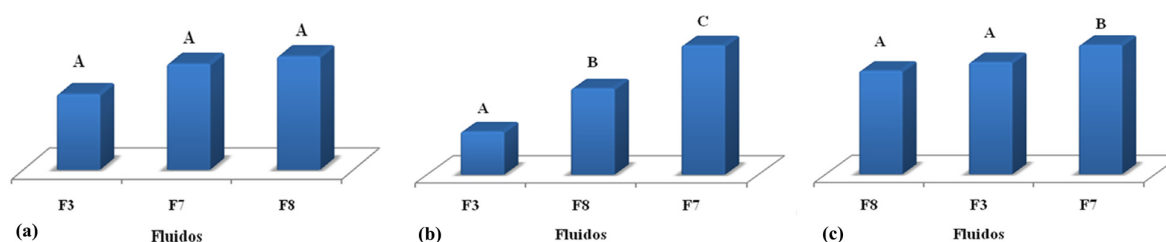


Figura 7. Teste de Friedman para fluidos F₃, F₇ e F₈. a) disco cerâmico de 20 μ m. (b) disco cerâmico de 50 μ m. (c) disco cerâmico de 180 μ m. Letras diferentes expressam diferença estatística significativa.

O teste de Friedman para 20 μ m (Figura 7a), não mostrou diferenças estatísticas entre os fluidos (valor de $p = 0,8493$), de modo que os três fluidos apresentavam letras iguais (A). Esse comportamento indica que não há efeito nas perdas de circulação devido à maior quantidade de coque presente nas concentrações de 15 lpb ou 30 lpb nos discos cerâmicos utilizados. Para 50 μ m, foram confirmadas diferenças estatísticas significativas (valor de $p < 0,001$), de modo que os três fluidos apresentaram letras diferentes, demonstrando que o melhor comportamento foi o do fluido F₃. Em outras palavras, a adição de uma proporção menor de coque e o tamanho dos poros do disco influenciaram o resultado obtido. Por

fim, para 180 μm , refletiu-se a existência de diferenças estatísticas significativas entre os fluidos F_8 e F_3 em relação a F_7 (valor de $p = 0,045$); portanto, os dois primeiros apresentaram melhor comportamento em relação a este último.

Estudos anteriores com fluidos poliméricos reforçados com goma de guar refletiram menores perdas de fluidos (4,1 mL) usando pressões inferiores a 300 psi (Alsabagh et al., 2014). Freire et al. (2019) mostraram uma gama de perdas de volume de filtração de 9,99 mL a 126,79 mL usando nanoesferas de vidro, goma xantana, glicerina e CMC como selantes. Outros estudos com material fibroso mostraram perdas de 37 mL (Ramasamy e Amunullah, 2018) e 28 mL com material granular. Outros estudos com material fibroso mostraram perdas de 37 mL (Ramasamy e Amunullah, 2018) e 28 mL com material granular (Scott et al., 2012). Da mesma forma, os resultados são consistentes com os mostrados por Vega et al. (2015), que obtiveram taxas de filtração total de 16,32 mL usando quartzo e feldspato como material antiperda para discos com tamanho de poro de 20 μm , mas com tamanhos de distribuição de partículas de grãos médios.

Outro aspecto importante nos estudos de fluidos em discos de 20 μm , 50 μm e 180 μm foi que eles refletiram uma redução na perda instantânea e na taxa de filtração à medida que o tamanho da garganta poral aumentou. Esse comportamento confirma a baixa presença de partículas de granulação fina e uma maior presença de grãos médios e grossos, que poderiam entrar nos poros de discos maiores e obter melhor tamponamento, o que foi indicado na determinação da distribuição de tamanho de partículas dos sistemas propostos.

Por fim, os rebocos obtidos (Figura 8) apresentaram as seguintes características: maleável, lisa, brilhante, espessura fina (1 mm) de diâmetro uniforme e sem evidenciar variação à medida que a porcentagem de coque foi aumentada, concordam com os estudos de Alsabagh et al. (2014), Freire et al. (2019), Ramasamy e Amunullah (2018) e Vega et al. (2015) cujas espessuras variaram de 0,25 mm a 1,55 mm. Quanto à cor dos rebocos, eles estavam escurecendo de bege claro a preto de maneira diretamente proporcional com a concentração de coque neles.

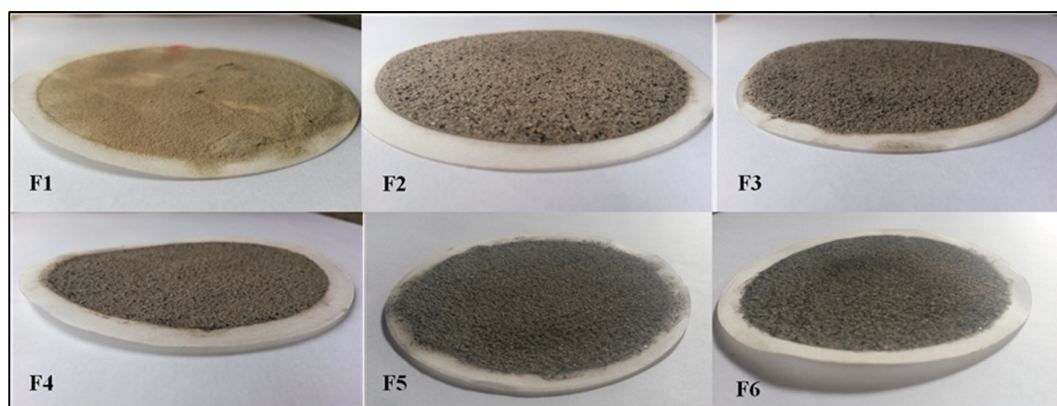


Figura 8. Rebocos formado pelos fluidos em estudo, F_1 , F_2 , F_3 , F_4 , F_5 y F_6 .

Ao analisar o comportamento do reboco em cada uma das formulações, infere-se que a variação da concentração de coque não o afetou fisicamente. De acordo com o exposto, pode-se dizer que o reboco obtido na formulação de os sistemas de antiperda de circulação com a adição de coque foi de boa qualidade, capaz de atuar como vedante e reduzir a filtragem.

4. Considerações finais

Os resultados mostraram que o volume de líquido perdido dependia dos LCMs utilizados, da concentração e da distribuição do tamanho de partícula, demonstrando que o fluido F_3 com maior porcentagem de coque (45% p / p), mas com menor concentração (15 lpb) apresentou melhores resultados que os demais sistemas estudados. A ponte bem-sucedida pode ser iniciada quando várias partículas F_3 se alojam na garganta dos poros, onde as menores partículas podem preencher a lacuna entre as aberturas e as partículas maiores previamente conectadas. Esse processo continua até que o poro se torne muito pequeno. Os materiais também influenciaram a reologia do fluido, aumentando sua viscosidade plástica, limite de fluxo e forças de gel.

Além disso, a PPT (*permeability plugging tests*) mostrou que o produto formulado à base de coque é capaz de formar uma vedação à prova d'água que reduz a perda de filtrado para discos de cerâmica. O produto à base de coque formava um gesso de boa qualidade, capaz de minimizar a infiltração. Através da análise estatística da variância não paramétrica de Friedman (ANOVA), foi demonstrado que existem diferenças estatísticas significativas entre o aditivo comercial e o produto em estudo (F3), este último apresenta melhor comportamento para evitar perdas de fluidos nos discos de cerâmica de 20, 50 e 180 μm .

Portanto, através dos resultados obtidos neste trabalho, pode-se indicar que a nova tecnologia anti perda de circulação com adição de coque, desenvolvida neste trabalho como remédio para perda de circulação, pode constituir uma aplicação alternativa em areia ou cascalho não consolidado ou em formações com micro fraturas (naturais ou induzidas) como em carbonatos micro saturados.

Referências bibliográficas

Adachi, J, Bailey, L, Houwen, O, Meeten, G, Way, P e Growcock, F (2011) 'Depleted zone drilling: reducing mud losses into fractures', SPE-87224-SM.

Aguilera, R (1995) *Naturally fractured reservoirs*. Tulsa, Pennwell Publication.

Alsabagh, A, Abdou, M, Khalil, A, Ahmed, H e Aboulrous, A (2014) 'Investigation of some locally water-soluble natural polymers as circulation loss control agents during oil fields drilling', *Egyptian Journal of Petroleum*, v. 18, n. 1, pp. 1-8. <https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2014.02.005>.

Alsabagh, A, Khalil, A, Abdou, M, Ahmed, H e Aboulrous, A (2013) 'Investigation of some copolymers based on acrylic salts as circulation loss control agents', *Egyptian Journal of Petroleum*, v. 22, pp. 481–491, 2013.

Alvarado, M, Mejía, J, Vanegas, M, Barranco, R e Hernández, L (2012) 'Variables influyentes en el secado discontinuo del carbón asistido con microondas', *Prospect*, v. 10, n. 2, pp. 37-42.

API (2003). API RP 13B-1: *Recommended practice for field testing water based fluids drilling fluids*.

ASTM (1996). ASTM D3173-87: *Standard Test Method for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke*.

ASTM (2016). ASTM C838-16: *Standard Test Method for Bulk Density of As-Manufactured Carbon and Graphite Shapes*.

CAMIMEX. Coque. Ciudad de México, 2012. Disponível em: <<https://www.camimex.org.mx/index.php/secciones1/sala-de-prensa/uso-de-los-metales/coque/>>

D'Elia, L (2014) *Reactividad superficial del coque de petróleo retardado venezolano*. PDVSA-INTEVEP.

DATALOG (2011) *Manual de hidráulica de fluidos de perforación*. Calgary, SE.

Datwani, A (2012) *Review of lost circulation mechanisms with the focus on loss to natural and drilling induced fractures*. Masters thesis. Department of Process Engineering and Applied Sciences, Dalhousie University, Nova Scotia.

EPA (1996). *Method 3540C: Soxhlet Extraction*.

ESVENCA (2007). *Manual básico de fluidos de perforación*. Maturín, SE.

Fiagbor, H (2011) *Practical approaches for solving lost circulation problems while drilling*. Master thesis. African University of Science and Technology, Johannesburg.

Freire, A, Scheid, C, Costa, M e Calçada, L (2019) 'Effect of solid particle size on the filtration properties of suspension viscosified with carboxy methyl cellulose and xanthan gum', *Journal of Petroleum Science and Engineering*. <<https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.106615>. 2019>.

INTEVEP (2007) *Balance Anual de Coque de Petróleo y Energía Requerida en la Faja Petrolífera del Orinoco 2007-2025*.

Katz, R (2001) 'Efectos ambientales de la sustitución de carbón por petcoke en la generación eléctrica y procesos industriales', *Ambiente y Desarrollo*, v. 17, n. 1, p. 22-29.

- Lécolier, E, Herzhaft, B, Rousseau, L e Laurent, NQ (2005) ‘Development of a nanocomposite gel for lost circulation treatment’, *SPE European Formation Damage Conference*, 25-27 May, Sheveningen, The Netherlands. <<https://doi.org/10.2118/94686-MS>>.
- Mata, G, Mata, J, Herdes, M, Lareal, E e Torrelles, J (2008) *EZ-Plug solución tecnológica para el control de pérdidas de circulación en el Distrito norte*. SEFLU CEMPO.
- Meza, A, Da Fonseca, A, Ruíz, E, Pérez, N, Rincón, G (2016) ‘Efecto de la distribución de hidrocarburos SARA sobre las propiedades de residuales de vacío’, *Ingeniería Investigación y Tecnología*, v. 17, n. 4, pp. 437-443.
- MI SWACO (2002) *Manual de fluidos de perforación*. Houston, SE.
- Nayberg, T (1987) *Laboratory study of lost circulation materials for use in both oil-based*. SPE Drilling Engineering, pp. 229-236.
- Pilehvari, A, Nyshadham, V (2002) ‘Effect of material type and size distribution on performance of loss/seepage control material’, *International Symposium and Exhibition on Formation Damage Control*, 20-21 February, Lafayette, Louisiana. <<https://doi.org/10.2118/73791-MS>>.
- Ramasamy, J, Amunullah, M (2018) ‘A novel superfine fibrous lost circulation material derived from date tree for seepage loss control’. <SPE-192229-MS>.
- Requena, A, Pérez, M, Delgado, L (2008) ‘Formación de la textura del coque de petróleo en coquizadores retardados’, *Revista de la Facultad de Ingeniería Universidad Central de Venezuela*, v. 23, n. 3, pp.103-112.
- Ribeiro, L (2019) *Otimização de géis de microemulsão como fluido de remediação a perda de circulação*. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, Brazil.
- Roskill (2007) *The Economics of Petroleum Coke* SE.
- Sánchez, L (2015) *Hoja de seguridad de productos*. Disponible em: <<http://documents.mx/documents/hoja-seguridad-de-productos.html>>.
- Savari, SW, Walker, J (2017) ‘Acid-soluble lost circulation material for use in large, naturally fractured formations and reservoirs’. <SPE-183808-MS>.
- Schlumberger (2020). *Materiales para pérdida de circulación*. Disponible em: <https://www.glossary.oilfield.slb.com/es/Terms/l/lost-circulation_material.aspx>
- Scott, P, Beardmore, D, Wade, Z, Evans, E e Franks, K (2012) ‘Size degradation os granular lost circulation material’. <IADC/SPE 151227>.
- Valera, M, D’Elia, L e De Jesús, J (2013) ‘Una visión emergente y estratégica de utilización de coque retardado’, *Visión Tecnológica*, v. 16, n. 1, pp. 7-18.
- Vega, R, Garcia, D e Maita, P (2015) ‘Cuarzo y feldespato como aditivos para controlar perdida de circulacion de fluidos de perforacion polimericos’, *Geominas*, v. 43, n. 68, pp. 167-172.
- Wagle, V, Kalgaonkar, R, AIYami, A, Alanqari, K (2019) ‘Novel loss circulation composition to treat moderate to severe losses’. <SPE-194653-MS>.
- Wang, H, Sweatman, R, Engelman, R, Deeg, W e Whitfill, D (2005) ‘The key to successfully applying today's lost circulation solutions’, *SPE Annual Technical Conference and Exhibition*, 9-12 October, Dallas, Texas. <<https://doi.org/10.2118/95895-MS>>.