



**Universidade Federal de Campina Grande
Centro De Tecnologia e Recursos Naturais
Programa De Pós-Graduação em
Exploração Petrolífera e Mineral**



Laura Rafaela Cavalcanti de Oliveira

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**ANÁLISE DO DESEMPENHO DE PLUGUES DE BENTONITA COMO
BARREIRA DE SEGURANÇA EM POÇOS DE PETRÓLEO *OFFSHORE***

**CAMPINA GRANDE-PB
Maio de 2023**

Laura Rafaela Cavalcanti de Oliveira

**ANÁLISE DO DESEMPENHO DE PLUGUES DE BENTONITA COMO
BARREIRA DE SEGURANÇA EM POÇOS DE PETRÓLEO *OFFSHORE***

Dissertação de mestrado apresentada
à Universidade Federal de Campina
Grande como requisito a obtenção do
título de Mestre em Exploração
Petrolífera e Mineral.

Orientadora: Prof. Dr^a. Luciana Viana Amorim (UAEPetro - UFCG)

Campina Grande – PB

2023

O48a

Oliveira, Laura Rafaela Cavalcanti de.

Análise do desempenho de plugues de bentonita como barreira de segurança em poços de petróleo *offshore* / Laura Rafaela Cavalcanti de Oliveira. - Campina Grande, 2023.

110 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Exploração Petrolífera e Mineral) - Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2023.

"Orientação: Profa. Dra. Luciana Viana Amorim."

Referências.

1. Poços de Petróleo. 2. Abandono de Poços. 3. Material Selante. 4. *Pellets* de Bentonita. 5. Resistência à Compressão. 6. Aderência. 7. Fluido de Deslocamento. 8. Fluidos da Formação. I. Amorim, Luciana Viana. II. Título.

CDU 622.25:665.6(043)

Laura Rafaela Cavalcanti de Oliveira

**ANÁLISE DO DESEMPENHO DE PLUGUES DE BENTONITA COMO
BARREIRA DE SEGURANÇA EM POÇOS DE PETRÓLEO *OFFSHORE***

Dissertação de mestrado apresentada
à Universidade Federal de Campina
Grande como requisito parcial a
obtenção do título de Mestre em
Exploração Petrolífera e Mineral.

Data da apresentação: 26 / 05 / 2023

Prof. Dr^a. Luciana Viana Amorim
(Orientadora)
UAEPetro/UFCG

Prof^a. Dr^a. Renalle Cristina Alves de Medeiros Nascimento
(Membro Examinador)
UFRPE

Prof^a. Dr^a. Rucilana Patrícia Bezerra Cabral
(Membro Examinador)
UAEPetro/UFCG

Processo:

23096.037220/2023-77

Documento:

3442950



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE

POS-GRADUACAO EXP. PETROLIFERA E MINERACAO

Rua Aprigio Veloso, 882, - Bairro Universitario, Campina Grande/PB, CEP 58429-900

REGISTRO DE PRESENÇA E ASSINATURAS

ATA DA DEFESA PARA CONCESSÃO DO GRAU DE MESTRE EM EXPLORAÇÃO PETROLÍFERA E MINERAL, REALIZADA EM 26 DE MAIO DE 2023

CANDIDATA: LAURA RAFAELA CAVALCANTI DE OLIVEIRA

COMISSÃO EXAMINADORA:

Presidente da Comissão e orientadora: Dra. Luciana Viana Amorim, UFCG

Membro Externo: Dra. Rucilana Patrícia Bezerra Cabral - CPF: 029.829.484-27, UFCG

Membro Externo: Dra. Renalle Cristina Alves de Medeiros Nascimento - CPF: 064.263.064-01, UFRPE

TÍTULO DA TESE: Análise do Desempenho de Plugues de Bentonita como Barreira de Segurança em Poços de Petróleo Offshore.

HORA DE INÍCIO: 14h00

LOCAL: Auditório da UAEPETRO

Em sessão pública, após exposição de cerca de 45 minutos, a candidata foi arguida oralmente pelos membros da Comissão Examinadora, tendo demonstrado suficiência de conhecimento e capacidade de sistematização, no tema de sua tese, obtendo conceito **APROVADA**. Face à aprovação, declara a presidente da Comissão achar-se a examinada legalmente habilitada a receber o Grau de Mestre em Exploração Petrolífera e Mineral, cabendo a Universidade Federal de Campina Grande, como de direito, providenciar a expedição do Diploma, a que a mesma faz jus. Na forma regulamentar, foi lavrada a presente ata, que é assinada por mim, ELISSANDRA NASCIMENTO DE MOURA LIMA, coordenadora do PPGPEM.

2 - APROVAÇÃO

2.1. Segue a presente Ata de Defesa de Tese de Doutorado do candidato **Laura Rafaela Cavalcanti de Oliveira**, assinada eletronicamente pela Comissão Examinadora acima identificada.

2.2. No caso de examinadores externos que não possuam credenciamento de usuário externo ativo no SEI, para igual assinatura eletrônica, os examinadores internos signatários certificam que os examinadores externos acima identificados participaram da defesa da tese e tomaram conhecimento do teor deste documento.



Documento assinado eletronicamente por **ELISSANDRA NASCIMENTO DE MOURA LIMA, COORDENADOR(A)**, em 31/05/2023, às 11:03, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **laura rafaela c de oliveira, Usuário Externo**, em 31/05/2023, às 11:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **LUCIANA VIANA AMORIM, PROFESSOR(A) DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 31/05/2023, às 11:54, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **RENALLE CRISTINA ALVES DE MEDEIROS NASCIMENTO, Usuário Externo**, em 31/05/2023, às 14:22, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <https://sei.ufcg.edu.br/autenticidade>, informando o código verificador **3442950** e o código CRC **C151BA2B**.

À minha avó e a todas as mulheres extraordinárias que vieram antes dela e que ainda virão. Aos meus pais, por serem minha referência de força, coragem e determinação.

AGRADECIMENTOS

Durante essa jornada, muitas coisas mudaram. A pesquisa sofreu alterações, expectativas transformaram-se e o mundo seguiu evoluindo, reconfigurando minha forma de enxergá-lo. Quanto a mim, essa etapa me mudou de maneira especial, me tornou alguém mais forte, resiliente, confiante e ainda mais sonhadora, porém, agora com a convicção de que mudar é sempre uma oportunidade para crescer e evoluir. Ao caminhar de casa para o laboratório, quando as páginas desse trabalho ainda não existiam, divagar sobre os meus agradecimentos era a minha forma de alcançar o sonho com a ponta dos dedos. Cada passo dado nessa caminhada era um passo em direção à realização desse sonho que se torna cada vez mais real a cada palavra que escrevo e como bem disse Clarice Lispector, "a palavra é meu domínio sobre o mundo". E é com esse domínio que expresso minha gratidão por cada pessoa que me ajudou nessa jornada, por cada obstáculo que me fez crescer e por cada palavra que me permitiu chegar até aqui e me levará aonde quer que eu vá.

Aos meus amados pais, Jorge e Jeanne, pela educação, dedicação, apoio e amor incondicional que sempre me deram. Este trabalho também é fruto da dedicação deles e, portanto, uma conquista nossa. Agradeço por todo o esforço dedicado a mim e aos meus irmãos, Gabriella e Ricardo Jorge, aos quais sou grata por tudo que compartilhamos juntos. Amo vocês! À minha amada avó, Maria de Lourdes, por ter me ensinado tantas coisas que eu não poderia aprender em mil livros ou artigos. Obrigada vovó por ser a referência de amor da nossa família e por todas as orações. O mundo ficou um pouco monocromático depois que você se foi, mas as luzes que deixou seguem iluminando a minha caminhada, te encontro na fé. Ao meu sobrinho, Miguel, sua curiosidade, inteligência e entusiasmo pela vida são uma constante motivação para mim. Espero que esta conquista da sua "titia cientista" inspire seus próprios sonhos e realizações futuras. Você e Beatle me fazem querer ser alguém melhor a cada dia. À vovó Dora por ser a minha prova viva de que nunca é tarde para nenhum sonho. À Dona Angela por me acolher e pela conexão que temos.

À minha orientadora, Professora Luciana Amorim, cujo compromisso e dedicação foram fundamentais para tornar esta pesquisa uma realidade. Agradeço por acreditar em mim e no meu trabalho, pelas oportunidades, pelo apoio nos momentos em que precisei, por me desafiar a sempre ir além e por ser tão inspiradora. Espero que nosso trabalho conjunto perdure por muitas outras conquistas.

Ao meu namorado e grande amigo, Fred, por sempre estar ao meu lado, nunca permitir que eu desacredite da minha capacidade, por todo carinho e torcida. Sua presença calma trouxe o equilíbrio que a minha mente ansiosa precisava.

A todos os meus amigos que tanto me apoiaram, me incentivaram e não cansaram de ouvir minhas intermináveis queixas e vibrar a cada novo desafio vencido. De forma especial a Cesinha, Victorinha, Diego, Waleska e Max, pelos grandes favores e também os pequenos gestos. Não sei se eu saberia chegar até o final do dia sem vocês.

À minha psicóloga, Bia, pelo seu profissionalismo, atenção e cuidado. Por ter sido a ponte necessária para proporcionar o meu encontro comigo mesma e por fazer essa jornada muito mais leve. Apesar de nenhum encontro físico, sintam-se abraçada, hoje posso me abraçar e devo parte disso a você.

Ao Laboratório de Pesquisa em Fluidos de Perfuração (PeFLab), pela estrutura, equipamentos cedidos e a todas as pessoas que dele fazem parte, por me acolherem, pelo companheirismo e tudo que partilhamos. Em especial a Carol, Karine, Cesinha, Ruth, Waleska, Renalle, Mike e Thais agradeço por toda a ajuda durante o desenvolvimento das atividades experimentais, cada um de vocês contribuiu de forma única para o sucesso deste trabalho. Obrigada pela dedicação, apoio, por tudo que me ensinaram e por tanta paciência (risos), admiro cada um de vocês.

À Universidade Federal de Campina Grande, expresse minha gratidão pela infraestrutura. À Petrobras pelo financiamento à pesquisa e de forma especial a Elessandre pelos materiais fornecidos para a execução dos experimentos, bem como pelo apoio constante ao longo do projeto. Ao Centro de Pesquisa e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello – CENPES e ao Laboratório de Termoanálises da Unidade Acadêmica de Engenharia de

Materiais da UFCG pelo apoio para a realização dos ensaios. Em particular, gostaria de agradecer à Elis Regina pela sua presteza e dedicação.

Foram muitos os desafios enfrentados, mas também muitas as vitórias conquistadas e a cada uma delas nada seria mais justo que reconhecer o valor do meu próprio esforço. Por isso, gostaria de fazer um agradecimento especial a mim mesma, que com muita força e determinação, consegui superar meus medos, limitações e chegar até aqui. Eu sei que eu ainda não cheguei lá, mas olha só o quanto eu cresci.

Em cada passo, em cada caminho que trilho, sinto uma mão amiga, me conduzindo com carinho. Por tudo isso, meu Deus, Te agradeço de coração, pela vida que me deste, por cada bênção, lição, oportunidade e por cada uma dessas pessoas que caminharam ao meu lado.

Muito obrigada!

“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota.”

Madre Teresa de Calcutá

RESUMO

Os *pellets* de bentonita são uma alternativa ao uso de tampões de cimento no abandono de poços de petróleo, devido às suas vantagens que compreendem aspectos econômicos, ambientais e relacionados à segurança e salubridade, além de apresentarem maior confiabilidade devido à plasticidade do material. No entanto, sua aplicação em poços *offshore* exige a avaliação cuidadosa de diversos fatores, como a adequada disposição no interior do poço através de um fluido de deslocamento apropriado e o contato com fluidos da formação. Deste modo, o presente estudo teve como objetivo avaliar o desempenho de elementos de barreira alternativos, obtidos a partir de *pellets* de bentonita, visando à integridade futura de poços de petróleo *offshore*. Para tanto, a metodologia utilizada envolveu cinco etapas: na primeira, os *pellets* foram caracterizados por meio de ensaios difração de raios-X (DRX), capacidade de troca de cátions (CTC), área específica (AE), análise termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA); na segunda etapa, foi avaliado o comportamento dos *pellets* em relação ao inchamento e expansão; na terceira, foram obtidos plugues e avaliado o seu comportamento mecânico por meio de ensaios de resistência à compressão e aderência utilizando o reômetro Haake Mars 60; na quarta etapa, foram avaliados o diesel e a olefina como fluido de deslocamento para os *pellets*; e, na quinta etapa, foi avaliada a resistência dos plugues a fluidos da formação. Os resultados indicaram que os *pellets* de bentonita possuem grande capacidade de inchamento e expansão, o que é essencial para obter uma vedação eficaz. Além disso, os plugues formados por esses *pellets* apresentaram resistência mecânica e aderência satisfatórias, bem como capacidade de resistir a fluidos da formação. Essas descobertas evidenciaram o potencial dos *pellets* de bentonita como material selante em poços de petróleo. Além disso, foi indicado que o diesel pode ser empregado como fluido de deslocamento no abandono de poços *offshore*.

Palavras chave: abandono de poços; material selante; *pellets* de bentonita; resistência à compressão; aderência; fluido de deslocamento; fluidos da formação.

ABSTRACT

Bentonite pellets are an alternative to the use of cement plugs in the abandonment of oil wells, due to their advantages that include economic, environmental and safety and health aspects, in addition to being more reliable due to the plasticity of the material. However, its application in offshore wells requires the careful evaluation of several factors, such as the adequate disposition inside the well through an appropriate displacement fluid and the contact with formation fluids. Thus, the present study aimed to evaluate the performance of alternative barrier elements, obtained from bentonite pellets, aiming at the future integrity of offshore oil wells. For this purpose, the methodology used involved five steps: in the first, the pellets were characterized by means of X-ray diffraction (XRD), cation exchange capacity (CEC), specific area (SA), thermogravimetric analysis (TGA) tests. and differential thermal analysis (DTA); in the second stage, the behavior of the pellets in relation to swelling and expansion was evaluated; in the third, plugs were obtained and their mechanical behavior were evaluated through compressive strength and adhesion tests using the Haake Mars 60 rheometer; in the fourth stage, diesel and olefin were evaluated as displacement fluid; and, in the fifth stage, the resistance of the plugs to formation fluids was evaluated. The results indicated that the bentonite pellets have great swelling and expansion capacity, which is essential to obtain an effective seal and that the plugs formed by bentonite pellets showed satisfactory mechanical strength and adhesion, as well as resistance to formation fluids. In addition, the plugs formed by these pellets showed satisfactory mechanical strength and adhesion, as well as the ability to resist formation fluids. These discoveries highlighted the potential of bentonite pellets as a sealing material in oil wells. In addition, it was indicated that diesel can be used as a displacement fluid in the abandonment of offshore wells.

Keywords: abandonment of wells; sealing material; bentonite pellets; compressive strength; adherence; displacement fluid; formation fluids.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estrutura da esmectita (Adaptado de Lacerda, 2020).....	25
Figura 2 – Estrutura e hidratação das montmorilonitas cálcica e sódica (Adaptado de Lumus e Azar, 1986).....	27
Figura 3 – Conjunto Solidário de Barreiras (Miura, 2004).	33
Figura 4 – Previsão de custo do descomissionamento (Adaptado de Stokes, 2014).	34
Figura 5 – <i>Pellets</i> de bentonita.....	37
Figura 6 – Organograma das etapas que foram realizadas no estudo.....	49
Figura 7 – Difratômetro de raios-X Rigaku – Miniflex 600.	50
Figura 8 – Preparo da suspensão de argila em água deionizada.	51
Figura 9 – Ajuste de pH da suspensão de argila.....	51
Figura 10 – Aparato do teste de CTC em andamento.....	52
Figura 11 – Schimadzu Scientific Instruments modelo DTG-60H.....	53
Figura 12 – Fann Instrument Company, Linear Swell Meter (LSM), modelo 2100.	55
Figura 13 – Molde em forma de coroa circular a) aberto e b) fechado.....	55
Figura 14 – Paquímetro digital.	56
Figura 15 – Molde metálico bipartido.	57
Figura 16 – Frações de <i>pellets</i> e água deionizada.....	58
Figura 17 – Corpo de prova produzido através do corte manual do plugue.	58
Figura 18 – (a) Reômetro Haake Mars 60, da marca Thermo Scientific e (b) conjunto de geometria de placa paralela com superfície lisa de 35 mm (P35/Ti).	59
Figura 19 – Ensaio de resistência à compressão em andamento.....	59
Figura 20 – Ensaio de aderência em andamento.....	60
Figura 21 – Forno Roller Oven 705 ES da marca Fann.	62
Figura 22 – Molde metálico bipartido imerso na água de formação.	65
Figura 23 – Corpo de prova em contato com a água de formação sintética. ...	66
Figura 24 - Difratograma de raios-X da amostra de <i>pellets</i> de bentonita.	67
Figura 25 – Curvas TGA, DrTGA e DTA da amostra dos pellets de bentonita obtidas com razão de aquecimento de 10°C/min, em atmosfera de N ₂	69

Figura 26 – Aspecto físico do <i>pellet</i> de bentonita após imersão em água deionizada por intervalos de tempo de (a) 30 minutos e (b) 60 minutos.	71
Figura 27 – Aspecto físico dos <i>pellets</i> de bentonita após imersão em diesel por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos.....	71
Figura 28 – Aspecto físico dos <i>pellets</i> de bentonita após imersão em olefina por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos.....	71
Figura 29 – Aspecto físico dos <i>pellets</i> de bentonita após imersão em diesel (a) e olefina (b) por 120 minutos.....	72
Figura 30 – Aspecto das amostras previamente imersas em diesel por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos, após 30 minutos imersas em água deionizada.....	73
Figura 31 – Aspecto das amostras previamente imersas em diesel por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos, após 60 minutos imersas em água deionizada.....	73
Figura 32 – Aspecto das amostras previamente imersas em olefina por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos, após 30 minutos imersas em água deionizada.....	73
Figura 33 – Aspecto das amostras previamente imersas em olefina por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos, após 60 minutos imersas em água deionizada.....	74
Figura 34 – Porcentagem de inchamento linear da amostra de <i>pellets</i> de bentonita em função do tempo de contato com água deionizada com meios oleosos (diesel e olefina) e água deionizada após imersão prévia nos meios oleosos durante 60 minutos.	75
Figura 35 – Massa interna de <i>pellets</i> hidratados dentro do equipamento utilizado no ensaio: (a) hidratados em água deionizada; (b) previamente imersos em diesel e hidratados em água deionizada e (c) previamente imersos em olefina e hidratados em água deionizada.....	78
Figura 36 – Massa de <i>pellets</i> sem imersão prévia após hidratação em água deionizada.....	78
Figura 37 – Massa de <i>pellets</i> com imersão prévia nos meios oleosos (a) diesel e (b) olefina, após hidratação em água deionizada.....	79

Figura 38 – Aspecto do (a) óleo diesel e (b) olefina após a filtração dos pellets.	80
Figura 39 – Plugue desmoldado formado por <i>pellets</i> de bentonita.	83
Figura 40 – Impurezas presentes nos plugues.....	84
Figura 41 – Plugues formados com <i>pellets</i> previamente imersos em olefina (a) ao desmoldar e (b) fragmentos após o desmolde.	84
Figura 42 – Aspecto dos <i>pellets</i> completamente desintegrados após 3 minutos de imersão nas águas de formação sintéticas AF1, AF2, AF3 e AF4.	85
Figura 43 – Aspecto das águas de formação e da base dos plugues antes da imersão.....	86
Figura 44 – Aspecto das águas de formação e da base dos plugues após a imersão.....	86
Figura 45 – Aspecto dos plugues desmoldados, após imersão em cada água de formação.	87
Figura 46 – Aumento da abertura entre as placas curvadas do molde metálico em virtude do inchamento da seção da base do plugue imerso na AF3.	88
Figura 47 – Plugues formados por <i>pellets</i> previamente imersos em diesel, após imersão nas águas de formação sintéticas desintegrados ao tentar confeccionar os corpos de prova para os ensaios mecânicos.	90
Figura 48 – Média das curvas da força normal em função da altura do corpo de prova para diferentes condições dos plugues durante o ensaio de resistência à compressão.....	91
Figura 49 – Média das curvas da força normal em função do tempo para diferentes condições dos plugues durante o ensaio de adesão.	94

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição das águas de formação sintéticas.	48
Tabela 2 – Potencial hidrogeniônico das águas de formação sintéticas.	48
Tabela 3 – Quantidade total e fracionada de <i>pellets</i> e água deionizada.	58
Tabela 4 – CTC e AE dos pellets de bentonita.....	68
Tabela 5 – Percentuais de perda de massa por faixa de temperatura para a amostra de <i>pellets</i> de bentonita analisada por TGA.....	69
Tabela 6 – Resultados de expansão para cada condição de ensaio.	77
Tabela 7 – Taxa de desintegração física dos <i>pellets</i>	80
Tabela 8 – Perda média de umidade dos <i>pellets</i> após secagem a 60 °C por 24 horas.	81
Tabela 9 – Variação da massa dos <i>pellets</i> após imersão em meio líquido por 2h e secagem a 60 °C por 24 horas.....	81
Tabela 10 – Variação da massa dos <i>pellets</i> após imersão em meio líquido por 2h e secagem a 60 °C por 24 horas.....	82
Tabela 11 – Volume absorvido das águas de formação sintéticas pelos plugues hidráulicamente sólidos formados a partir de pellets com e sem imersão prévia nos meios oleosos.....	89

SUMÁRIO

1. Introdução	21
2. Objetivo	23
2.1 Objetivo Geral	23
2.2 Objetivos Específicos	23
3. Revisão Bibliográfica	24
3.1 Argila Bentonítica	24
3.1.1 Estrutura	24
3.1.2 Inchamento	25
3.1.3 Capacidade de Troca de Cátions.....	27
3.1.4 Plasticidade	28
3.1.5 Forças Adesivas	29
3.2 Abandono de Poços	30
3.3 Conjunto Solidário de Barreiras de Segurança (CSB)	31
3.4 Uso do Cimento como Material Selante	34
3.5 Uso da Argila Bentonítica como Material Alternativo Selante	35
3.6 <i>Pellets</i> de Bentonita	37
3.7 Fluido de Deslocamento	39
3.8 Efeito da Salinidade da Água de Formação.....	40
3.9 Estado da arte.....	41
4. Materiais e Métodos	47
4.1 Materiais	47
4.1.1 <i>Pellets</i> de Bentonita	47
4.1.2 Meios Oleosos	47
4.1.3 Águas de Formação Sintéticas	47
4.2 Métodos	49
4.2.1 Etapa 1 - Caracterização dos <i>Pellets</i>	49
4.2.1.1 Difração de Raios-X (DRX).....	49
4.2.1.2 Capacidade de Troca de Cátions (CTC) e Área Específica (AE) 50	
4.2.1.3 Análise Termogravimétrica (TGA) e Análise Térmica Diferencial (DTA).....	53
4.2.2 Etapa 2 - Comportamento dos <i>Pellets</i>	54
4.2.2.1 Inchamento Aparente	54

4.2.2.2	Inchamento Linear	54
4.2.2.3	Expansão.....	55
4.2.3	Etapa 3 - Comportamento dos Plugues Hidraulicamente Sólidos	56
4.2.3.1	Obtenção dos Plugues	57
4.2.3.1.1	Resistência à Compressão.....	58
4.2.3.1.2	Aderência	60
4.2.4	Etapa 4 - Definição do Fluido de Deslocamento	61
4.2.4.1	Integridade Física	61
4.2.4.2	Inchamento Aparente	63
4.2.4.3	Inchamento Linear	63
4.2.4.4	Expansão.....	63
4.2.4.5	Resistência à Compressão.....	63
4.2.4.6	Aderência	64
4.2.5	Etapa 5 - Resistência dos Plugues a Fluidos da Formação.....	64
4.2.5.1	Interação das Águas de Formação com os Pellets e Plugues....	64
4.2.5.2	Resistência à Compressão.....	65
4.2.5.3	Aderência	65
5.	Resultados e Discussão	66
5.1	Caracterização dos <i>Pellets</i>	66
5.1.1	Difração de Raios-X (DRX).....	66
5.1.2	Capacidade de Troca de Cátions (CTC) e Área Específica (AE).....	67
5.1.3	Análise Termogravimétrica (TGA) e Análise Térmica Diferencial (DTA)	68
5.2	Comportamento <i>dos Pellets</i>	70
5.2.1	Inchamento Aparente.....	70
5.2.2	Inchamento Linear	74
5.2.3	Expansão	76
5.2.4	Integridade Física	79
5.3	Comportamento dos Plugues Hidraulicamente Sólidos	83
5.3.1	Obtenção dos Plugues.....	83
5.3.1.1	Resistência dos Plugues a Fluidos da Formação.....	85
5.3.1.2	Resistência à Compressão.....	90
5.3.1.3	Aderência	93
6.	Conclusões.....	96

7. Sugestões para Trabalhos Futuros	97
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	98

1. Introdução

As operações de abandono de poços estão geralmente associadas ao fim da vida produtiva de um campo, em que se torna necessário restaurar o perfeito isolamento entre os diferentes intervalos permeáveis das zonas de petróleo e/ou gás e/ou dos aquíferos existentes, prevenindo a migração dos fluidos entre as formações ou para a superfície do terreno ou fundo do mar (Agência Nacional de Petróleo, Biocombustíveis e Gás Natural, 2002; Towler *et al.*, 2015). O isolamento dessas zonas, que podem estar localizadas próximas aos canhoneados, bem como em zonas intermediárias do poço ou próximas à superfície, tem sido comumente realizado por meio do estabelecimento de tampões de cimento (Towler *et al.*, 2015).

O uso do cimento como material selante, embora considerado efetivo e satisfatório quanto às exigências requeridas pelos órgãos reguladores nacionais e internacionais, apresenta limitações relacionadas à possibilidade de contração, susceptibilidade à formação de rachaduras, trincas e degradação mecânica ou química, comprometendo sua integridade e provocando custos elevados para o reparo do tampão (Towler *et al.*, 2016; Achang, Yanyao e Radonjic, 2020). Além disso, do ponto de vista operacional, o uso desse tipo de material demanda custos adicionais, em razão da necessidade de contratação de companhias de serviço para execução da mistura e bombeio do tampão, além do uso de sonda para lançamento do material (Towler e Ehlers, 1997).

Uma das alternativas sugeridas ao uso de tampões de cimento no abandono de poços de petróleo consiste no uso da argila bentonítica, que, em razão da sua alta capacidade de inchamento e baixa permeabilidade, vem sendo utilizada no tamponamento de poços sísmicos, poços de água e depósitos de lixo nuclear (Ogden e Ruff, 1993; James, 1996; Towler *et al.*, 2016; Kale e Ravi, 2021).

As vantagens associadas ao uso de tampões formados por bentonita, quando comparados aos de cimento, compreendem aspectos econômicos, ambientais e relativos à segurança e salubridade, além de apresentarem maior confiabilidade em razão da plasticidade desse material, de modo a garantir sua integridade mediante a formação de rachaduras e trincas (Clark e Salsbury, 2003; Towler *et al.*, 2015). No entanto, para a aplicação como material selante

em poços de petróleo e gás profundos, empresas do setor propuseram o uso em sua forma comprimida, denominada de *pellets*. A Chevron, empresa do ramo energético, comercializa esse produto para vedação de poços, com o nome comercial de Zonite™.

Vários estudos concordam que a bentonita hidratada é eficaz em isolar formações com diferentes gradientes de pressão (Ogden e Ruff, 1993; Towler e Ehlers, 1997; Towler *et al.*, 2008; Bell *et al.*, 2009). Embora a efetividade técnica do uso de tampões de argila bentonítica como material selante seja reconhecida na indústria, ainda há lacunas no conhecimento que precisam ser preenchidas para garantir sua eficácia e segurança, sobretudo em poços de petróleo *offshore*.

Um dos principais desafios operacionais relacionados à aplicação em poços profundos de petróleo é a adequada disposição da bentonita no interior do poço. O que deve ocorrer por meio de um fluido de deslocamento até os intervalos definidos no projeto de abandono (Towler *et al.*, 2016; Holl e Scheuermann, 2018) de maneira exclusivamente hidromecânica, evitando interações químicas que possam resultar no inchamento prematuro ou na sua desintegração.

Além disso, a presença de águas de formação dos aquíferos presentes nas formações geológicas pode afetar a integridade da barreira, reduzindo sua efetividade como material selante, sobretudo em poços *offshore*. Portanto, é crucial que sejam realizados estudos para avaliar a resistência dos tampões formados por bentonita a fluidos da formação, a fim de garantir a segurança da operação e minimizar os riscos de contaminação ambiental.

2. Objetivo

2.1 Objetivo Geral

O presente trabalho tem por objetivo principal avaliar o desempenho de elementos de barreira alternativos, obtidos a partir de *pellets* de bentonita, visando a integridade futura de poços de petróleo *offshore*.

2.2 Objetivos Específicos

- Avaliar o desempenho de plugues de *pellets* de bentonita como material selante por meio das suas propriedades físicas e mecânicas;
- Avaliar o desempenho de meios orgânicos como fluido de deslocamento para os *pellets* de bentonita;
- Avaliar a eficiência de ativação de *pellets* de bentonita após contato com o fluido de deslocamento;
- Avaliar o desempenho de plugues de *pellets* de bentonita após contato com o fluido de deslocamento, por meio das suas propriedades físicas e mecânicas; e
- Avaliar a resistência de plugues de *pellets* de bentonita a fluidos da formação, por meio das suas propriedades físicas e mecânicas.

3. Revisão Bibliográfica

3.1 Argila Bentonítica

A argila bentonítica é um mineral com alto teor do argilomineral montmorilonita, membro do grupo dos minerais argilosos esmectita (Souza Santos, 1989). De acordo com Towler, Hywel-Evans e Firouzi (2020), a bentonita possui diversas possibilidades quanto à composição dos demais componentes, podendo apresentar minerais argilosos como a illita e a caulinita e apresentar, ainda, em sua constituição alguns minerais acessórios, como quartzo, feldspatos, cristobalita e micas. Entretanto, a composição de uma argila apresenta-se como função da rocha na qual a amostra foi extraída. Dessa forma, propriedades como inchamento e reatividade de uma amostra de bentonita são afetadas pelos teores dos argilominerais e minerais acessórios presentes em sua composição e para identificar a composição da amostra é feito o uso de técnicas de caracterização de materiais (Callegaro, 2017).

Smith, Jaff e Chlou 1990 e Towler, Hywel-Evans e Firouzi (2020) mencionaram que a bentonita possui excelentes propriedades, como elevada área superficial (150 a 800 m²/g), devido à pequena dimensão dos cristais de montmorilonita e alta capacidade de troca catiônica, que é resultado de sua configuração estrutural em camadas permitindo a substituição isomórfica de íons na estrutura da argila. Isso confere à bentonita uma alta capacidade de adsorção e inchamento, podendo atingir até 20 vezes seu volume inicial quando em contato com a água. Algumas das propriedades físico-químicas de maior interesse no uso de materiais de bentonita incluem sua estrutura, inchamento, capacidade de troca de cátions, plasticidade e forças adesivas.

3.1.1 Estrutura

Do ponto de vista estrutural, os argilominerais da bentonita são constituídos de finas unidades empilhadas que apresentam perfil irregular e quando colocadas em contato com água possuem boa capacidade de delaminação, no entanto, tendem a se unir no processo de secagem. Essas camadas são formadas por duas folhas de silicato tetraédricas, com uma folha

central octaédrica, unidas entre si por oxigênio comum a ambas as folhas (Silva e Ferreira, 2008).

O empilhamento dessas folhas é regido por forças de van der Waals e forças polares relativamente fracas. Entre essas folhas existem lacunas denominadas de camadas intermediárias ou interlamelares nas quais residem moléculas de água absorvidas e cátions trocáveis (Na^+ , K^+ , Ca^{2+} e/ou Mg^{2+}), como mostrado na Figura 1. Esses cátions são fixos eletrostaticamente e possuem a função de equilibrar as cargas negativas geradas por substituições isomórficas que ocorrem no reticulado (Paiva, Morales e Díaz, 2008). Logo, quando em contato com fluidos aquosos, estes argilominerais são suscetíveis à expansão e ao inchamento devido à predisposição de adsorção de moléculas polares de água ou íons hidratados solubilizados no meio (Lucena, Amorim e Lira, 2015).

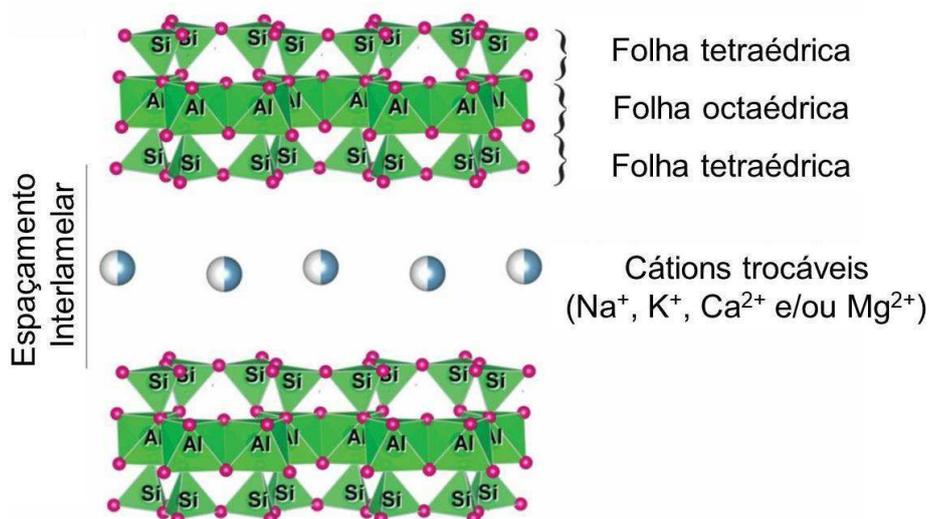


Figura 1 – Estrutura da esmectita (Adaptado de Lacerda, 2020).

3.1.2 Inchamento

As argilas bentoníticas apresentam dois mecanismos de inchamento: intercrystalino e osmótico. Durante o processo de hidratação do inchamento intercrystalino, as moléculas de água se aderem às superfícies internas e externas das camadas hidratadas, além dos cátions presentes (Englehardt, Wilson e Woody, 2001). Assim, várias monocamadas de moléculas de água se

alinham na camada intermediária, separando as camadas e aumentando o espaço entre elas. Em contrapartida, o inchamento osmótico ocorre quando há maior concentração de cátions entre as camadas de argila do que na solução em massa. Esse processo faz com que as moléculas de água sejam distribuídas osmoticamente entre as camadas intermediárias, resultando em um inchamento interespacial significativamente maior (2-13 nm) em comparação com o inchamento intercrystalino (menor que 2 nm) (Anderson *et al.*, 2010).

As folhas de sílica quando em contato com água tendem a adsorver as moléculas de água em sua superfície, ocasionando uma separação entre as lamelas individuais de montmorilonita. Esse comportamento é chamado de inchamento interlamelar e é controlado pelo cátion presente na estrutura da argila, podendo ser cálcicas, sódicas, policatiônicas, entre outros tipos (Brindley, 1955; Fuenkajorn e Daemen, 1996; Silva e Ferreira, 2008; Silva, Silva e Ferreira, 2016).

Quando o cátion predominante é o Ca^{2+} , a argila é denominada de bentonita cálcica, quando o cátion é o Na^+ , a argila é denominada de bentonita sódica (Souza Santos, 1989; Amorim *et al.*, 2006). Conforme observado na Figura 2, as argilas cálcicas possuem uma maior força atrativa devido a presença de cálcio, o que reduz a quantidade de água que pode ser absorvida, enquanto nas argilas sódicas, o cátion de sódio provoca uma menor força atrativa, permitindo uma maior quantidade de água absorvida, dessa forma, um maior inchamento (Lumms e Azar, 1986). Isso se deve a força de atração entre as camadas tetraédricas e octaédricas, onde ocorrem as substituições isomórficas. Essas substituições causam uma deficiência de carga positiva, a qual é compensada pela presença dos cátions hidratáveis, através de uma propriedade das argilas chamada capacidade de troca catiônica (Menezes *et al.*, 2009).

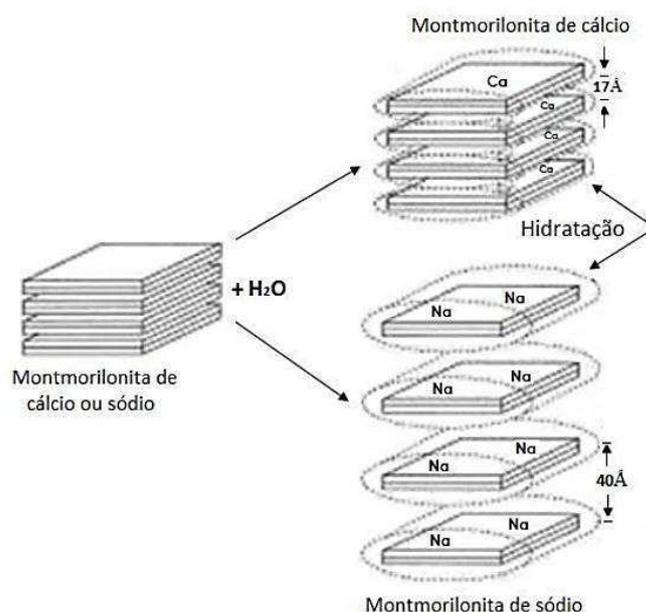


Figura 2 – Estrutura e hidratação das montmorilonitas cálcica e sódica (Adaptado de Lumus e Azar, 1986).

3.1.3 Capacidade de Troca de Cátions

Os argilominerais possuem íons fixados na superfície externa de seus cristais, entre as camadas e nos canais internos da estrutura cristalina que podem ser trocados por outros íons presentes em soluções aquosas circundantes através de reações químicas, sem que ocorra qualquer alteração estrutural no retículo cristalino (Caglar *et al.*, 2009). Essa característica, chamada de capacidade de troca catiônica (CTC), é uma propriedade fundamental das esmectitas, que pode ser definida pela quantidade de cátions que um argilomineral pode adsorver e trocar, em um determinado pH, caracterizada por uma difusão de duplo sentido, segundo a qual cada equivalente de um íon adsorvido pelo argilomineral provoca o desprendimento de um equivalente de cátion anteriormente fixado (Kahr e Madsen, 1995).

Essa característica química exerce total influência sobre as reações heterogêneas nas esmectitas que são aquelas que ocorrem na fronteira entre fases de um sistema (Souza Santos, 1989; Bergaya e Lagaly, 2006). Além disso, é de fundamental importância para efetivação de todos os processos que utilizam cátions intercambiáveis no meio interplanar das montmorilonitas, além de proporcionar mudanças nas propriedades físico-químicas e tecnológicas da argila dependendo do íon adsorvido (Kahr e Madsen, 1995).

A Capacidade de Troca de Cátions de uma esmectita é resultante do desequilíbrio das cargas elétricas na estrutura cristalina devido às substituições isomórficas nos sítios tetraédricos e octaédricos. Esse desequilíbrio forma cargas negativas e para neutralizá-las existem cátions trocáveis, que estão fixos eletrostaticamente ao longo das faces e nas intercamadas. Sendo assim, a capacidade de troca de cátions é equivalente à medição das cargas negativas totais do mineral (Moore e Robert, 1989; Rodrigues, Rômulo e Paz, 2021; Hoofman Jauge, 2005)

De acordo com Rodrigues, Rômulo e Paz (2021), o poder de troca de um cátion é maior, quanto maior é a sua valência e menor a sua hidratação. Entre cátions de mesma valência, a seletividade aumenta com o raio iônico, em função do decréscimo do grau de hidratação, pois quanto maior é o volume do íon, mais fraco é seu campo elétrico na solução e, conseqüentemente, menor o grau de hidratação. No caso das argilas bentoníticas a capacidade de troca catiônica é bastante variável, podendo ocorrer entre 40 e 150 meq/100g de argila, porém costuma ser maior que 80 meq/100g quando a argila é composta exclusivamente por argilominerais montmoriloníticos. A presença dos cátions de sódio no meio interplanar também costuma favorecer o processo de troca catiônica, pois trata-se de um íon com menor número de oxidação e, com isso, menor força de ligação e maior poder de hidratação (Souza Santos, 1989).

3.1.4 Plasticidade

A plasticidade é uma das mais importantes propriedades das argilas, normalmente definida como uma propriedade que consiste na maior ou menor capacidade da rocha ser moldada, sob certas condições de umidade, sem variação de volume (Caputo, 1988). As esmectitas são eminentemente plásticas, devido ao fato de que a água forma um revestimento sobre as partículas laminares de esmectita, produzindo um efeito lubrificante que facilita o deslizamento de algumas partículas sobre outras quando uma tensão é exercida sobre elas. A alta plasticidade das esmectitas é consequência de sua morfologia lamelar, tamanho de partícula extremamente pequeno (alta área superficial) e alta capacidade de inchamento. No caso das argilas bentoníticas, além de apresentarem elevada plasticidade, apresentam também grandes

variações nas suas propriedades físicas (Hoffmann Jauge, 2005; Madejová *et al.*, 2000; Souza Santos, 1989).

A plasticidade de uma argila é influenciada por diversos fatores, incluindo a quantidade e tipo de argilominerais presentes, bem como a hidratação. Os índices de Atterberg são frequentemente utilizados para medir a plasticidade, e são compostos por dois limites: o limite de liquidez (LL) e o limite de plasticidade (LP). O LL indica o teor de água no qual o solo passa do estado plástico para o estado líquido, enquanto que o LP indica o teor de água no qual o solo passa do estado plástico para o estado semi-sólido. Segundo Daniel e Koerner (1995), esses índices também podem ser usados para avaliar a qualidade de bentonitas, sendo valores mais altos indicadores de maior qualidade. Enquanto o limite de liquidez de uma bentonita cálcica varia entre 100 e 150%, o limite de liquidez de uma bentonita sódica pode variar entre 300 e 500%. Portanto, a bentonita sódica é geralmente preferida para obras de selagem e impermeabilização, devido à sua maior capacidade de expansão em relação à bentonita cálcica (Lukiantchuki, 2007).

A capacidade de expansão e aglutinação da bentonita, juntamente com sua elevada afinidade pela água, são características que conferem resistência a este material. Em condições confinadas, as partículas expandidas se forçam umas contra as outras, preenchendo os vazios entre as partículas do solo e reduzindo a porosidade, o que forma uma barreira contra o fluxo (Brito, 2018).

3.1.5 Forças Adesivas

A aderência é a propriedade que define a capacidade do material de aderir à outra superfície, formando uma ligação de força mensurável, em contato imediato e sob pressão. De forma que o adesivo se separe de maneira limpa da superfície, sem que permaneça nenhum resíduo macroscópico (Zosel, 1985). Essas forças adesivas são uma combinação da força de van der Waals, nome dado às forças de natureza eletrostática e de fraca intensidade, que existem entre átomos que não fazem parte de um reticulado cristalino. A força de van der Waals surge de polarizações atômicas instantâneas que ocorrem em moléculas não carregadas, criando dipolos elétricos intermitentes. Esses

dipolos elétricos induzem, por sua vez, os átomos circundantes e também se polarizam, o que gera campos dipolares (Marshall e Li, 2014).

Embora as moléculas de montmorilonita apresentem carga elétrica neutra, fatores físicos como defeitos no arranjo da montmorilonita podem levar à formação de cargas não nulas nas moléculas, contribuindo para a força adesiva da bentonita (Park e Seo, 2011). Além disso, a presença de água desempenha um papel crucial nas propriedades adesivas da bentonita. Isso ocorre porque à medida que a espessura do filme de água que separa a argila e as superfícies sólidas diminui, a força adesiva entre elas aumenta. A espessura dessa camada de água é influenciada pela permeabilidade e pela pressão da água dos poros presentes na formação geológica (Basmenj *et al.*, 2017; Burbaum e Sass, 2017).

De acordo com Basmenj *et al.* (2017), a montmorilonita apresenta uma força adesiva significativamente alta em relação a outros argilominerais. Esse fenômeno é atribuído ao pequeno tamanho das moléculas de montmorilonita, que aumenta os efeitos das cargas elétricas, e à grande área de superfície específica desse material. As bentonitas, por sua vez, possuem uma área de superfície específica que varia de 150 a 800 m²/g. Essa propriedade é de extrema importância em determinados usos industriais em que a interação sólido-líquido é diretamente influenciada por essa característica (Hoffmann Jauge, 2005).

3.2 Abandono de Poços

O descomissionamento é uma etapa crítica no ciclo de vida de áreas de exploração e produção de petróleo e gás natural, uma vez que envolve a segurança e o meio ambiente. Essa etapa pode ocorrer por várias razões, como exaurimento do recurso, inviabilidade econômica, encerramento de operações ou regulamentação ambiental (Martins, 2015; Bull e Love, 2018). O processo de descomissionamento inclui atividades como desativação e tamponamento permanente de poços e remoção segura dos equipamentos e infraestrutura de plataformas de petróleo.

O abandono de poços é uma das principais operações de descomissionamento, e tem como objetivo manter o poço em condições

seguras, sem que haja fluxo de fluidos para o poço, meio ambiente e leito marinho, além de evitar a contaminação de aquíferos. Podendo ser permanente (quando não houver interesse de retorno ao poço) ou temporário (quando, por qualquer razão, houver interesse de retorno ao poço) segundo a Resolução nº 27 da Agência Nacional de Petróleo, Biocombustíveis e Gás Natural de 18 de outubro de 2006. Esse processo envolve a desativação e o tamponamento permanente de poços, bloqueando o fluxo de fluidos dos reservatórios. O abandono de poços é necessário quando o campo se torna antieconômico para o operador, ou quando há a necessidade de encerrar as operações por motivos ambientais ou regulatórios (Ruivo e Morooka, 2001; FGV, 2021).

Dessa forma, o abandono de poços é uma operação prevista para todos os poços de óleo e gás, sejam eles exploratórios, produtores ou injetores. Para isso, se faz necessário restaurar o perfeito isolamento entre os diferentes intervalos permeáveis das zonas de petróleo e/ou gás. Esse isolamento deve ser estabelecido por meio de um conjunto solidário de barreiras de segurança de poço (CSB) (Agência Nacional de Petróleo, Biocombustíveis e Gás Natural, 2002; Furtado, Bernabé e Loureiro, 2018; Towler *et al.*, 2015).

3.3 Conjunto Solidário de Barreiras de Segurança (CSB)

Conjunto Solidário de Barreiras de Segurança pode possuir um ou mais elementos e tem por objetivo impedir o fluxo indesejado de fluidos da formação para o meio externo e entre intervalos no poço, considerando todos os caminhos possíveis, de maneira a assegurar o isolamento de reservatórios portadores de óleo móvel ou de gás, aquíferos e demais intervalos com potencial de fluxo, prevenindo a migração não intencional dos fluidos entre as formações permeáveis, quer pelo interior do poço, quer pelo(s) seus espaços(s) anular(es) e a migração de fluidos até a superfície do terreno ou o leito marinho (Agência Nacional de Petróleo, Biocombustíveis e Gás Natural, 2016; Instituto Brasileiro Petróleo, 2017).

Visando à segurança operacional e das pessoas, à proteção ao meio ambiente e ao atendimento às exigências legais, cabe à operadora do poço projetar e instalar os elementos de CSB no poço para o isolamento dos

intervalos com reservatórios, aquíferos ou que apresentem potencial de fluxo, atual ou futuro. A maior preocupação é que o posicionamento das barreiras seja feito de forma eficaz e eficiente e que se tenha no mínimo dois conjuntos de barreiras solidárias. Dessa forma, garantindo que, se um dos conjuntos falhar, o fluxo não intencional continuará sendo impedido de acordo com a norma norueguesa NORSOK D-010 (1998) e norma interna Petrobras N1860 (1998). O CSB primário deve ser posicionado acima do intervalo com potencial de fluxo a ser isolado, frente à uma formação selante, atuando como uma primeira barreira no poço contra fluxo de fluidos da formação para a superfície e o CSB secundário também deve ser posicionado à frente de uma formação selante, por sua vez, atuando como um reforço à barreira primária (Soares, 2017).

Os elementos de CSB deverão ter suas bases coincidentes e posicionadas na profundidade planejada, de forma que promovam o isolamento e interligação destes elementos em uma mesma profundidade. Sendo assim, o fluido pode encontrar um caminho para percorrer através das camadas permeáveis e assim chegar à superfície. No entanto, com a presença do CSB, o fluxo será impedido, visto que o conjunto leva em consideração todos os possíveis atalhos da formação (Miura, 2004).

É importante destacar que as melhores práticas e os procedimentos de instalação devem ser rigorosamente seguidos para garantir a eficácia dos CSBs. Uma vez instalados, é necessário realizar monitoramentos regulares para avaliar a integridade e o desempenho dos CSBs. Isso pode ser feito por meio de testes de pressão e análises de dados de produção, entre outras técnicas (IBP, 2017).

A Figura 3 ilustra de forma esquemática como um CSB pode bloquear o fluxo indesejado de hidrocarbonetos em um poço de petróleo. Como pode ser observado, o CSB é projetado para se interligar e isolar elementos em uma mesma profundidade, impedindo o fluxo de fluidos através de caminhos alternativos.

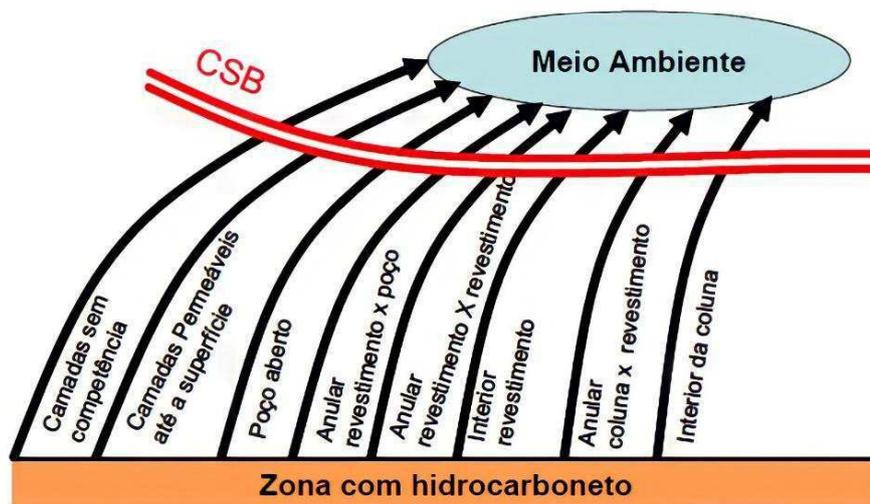


Figura 3 – Conjunto Solidário de Barreiras (Miura, 2004).

A exploração e produção de petróleo e gás natural possuem um ciclo de vida específico, com a etapa de investimento concentrada nos primeiros anos, seguidos por anos de recuperação por meio de fluxos de caixa positivos. No entanto, o descomissionamento das unidades no final de sua vida útil apresenta um alto custo para a indústria (Delgado, 2022). Por isso, é crucial que as operações de descomissionamento sejam realizadas de forma viável, considerando não só os fatores ambientais, mas também os custos envolvidos.

A melhor opção de descomissionamento é escolhida a partir da análise de diversos fatores, como a tipologia e peso da estrutura, distância da costa, solo marinho, condições climáticas e complexidade das operações. Os custos da operação variam de acordo com a complexidade e integridade dos poços, as regulamentações e a lâmina d'água (Silva e Mainier, 2008). Estudos indicam que o abandono de poços é a atividade que possui o maior custo em relação às outras atividades, respondendo por cerca de 43% do custo total do descomissionamento de poços, como evidenciado por Stokes (2014) a partir de operações no Mar do Norte (Figura 4).

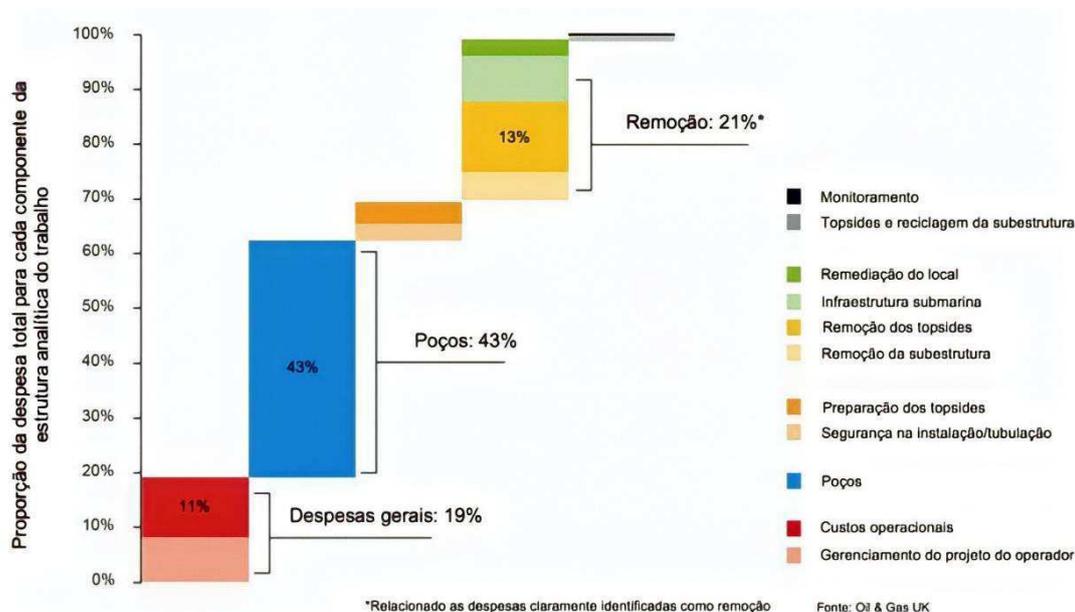


Figura 4 – Previsão de custo do descomissionamento (Adaptado de Stokes, 2014).

Embora sejam substanciais os custos para abandonar um poço, são poucos os dados de domínio público. De acordo, com a Oil&Gas UK (2016), o custo de abandono na Noruega varia de 10 a 16,1 milhões de libras esterlinas, dependendo do tipo de completação. Na plataforma continental do Reino Unido, o custo varia de 3 milhões a 9,6 milhões de libras esterlinas e, na Bacia de Campos, o custo unitário de abandono de poços pode alcançar 3 milhões de dólares, de acordo com Ellwanger *et al.* (2016). Os custos variam de acordo com a complexidade dos poços, lâmina d'água, integridade do poço e regulamentação.

3.4 Uso do Cimento como Material Selante

Tradicionalmente, o material selante utilizado para abandono de poços é o cimento Portland. Assim, uma pasta feita de cimento e outras substâncias secundárias é bombeada dentro do poço até atingir as perfurações e outros locais que necessitam ser isolados. A primeira classificação de cimento de campo petrolífero foi desenvolvida pelo *American Petroleum Institute* (API) em 1952 (Arthur e Hochheiser, 2016).

O cimento, embora seja considerado efetivo e satisfatório quanto às exigências requeridas pelos órgãos reguladores nacionais e internacionais,

apresenta deficiências intrínsecas, como: tendência a contração ao reagir com a água e baixa capacidade de resistir a movimentos geológicos ou sísmicos e migração de sal na formação, que evidenciam sua susceptibilidade à formação de rachaduras e trincas, bem como degradação mecânica ou química, comprometendo sua integridade, o que pode causar um processo de retrabalho, provocando custos elevados para o reparo do tampão (Towler *et al.*, 2016; Achang, Yanyao e Radonjic, 2020).

Kelm e Faul (1999) mencionaram que se a área ao redor do tampão de cimento não estiver devidamente limpa, o cimento pode não aderir à parede do tubo e ao revestimento/formação. Além disso, do ponto de vista operacional, o uso desse tipo de material demanda custos adicionais, em razão da necessidade de contratação de companhias de serviço para execução da mistura e bombeio do tampão e uso de sonda para lançamento do material (Towler e Ehlers, 1997).

No caso de atividades *plug and abandonment* (P&A) de longo prazo, o cimento também pode não ser o material ideal, uma vez que a perda de equilíbrio hidrostático antes que o material se solidifique o suficiente, permite a migração de gás ou líquido para o material, resultando em um canal aberto e desenvolvimento de caminhos de fluxo. Sendo assim, os materiais de tamponamento não devem ser apenas resistentes quando expostos aos ambientes de fundo de poço agressivos e dinâmicos, mas também compatíveis com a geoquímica de subsuperfície e geomecânica (Achang, Yanyao e Radonjic, 2020; Khalifeh e Saasen, 2020).

3.5 Uso da Argila Bentonítica como Material Alternativo Selante

Como material alternativo ao cimento, a argila bentonítica, em razão da sua alta capacidade de inchamento e baixa permeabilidade, vem sendo utilizada no tamponamento de depósitos de lixo nuclear, poços sísmicos, poços de água, poços de mineração, poços exploratórios, e, ocasionalmente, poços de petróleo (Ogden e Ruff, 1993; James, 1996; Towler *et al.*, 2016; Kale e Ravi, 2021; Englehardt, Wilson e Woody, 2001; Shirazi *et al.*, 2011).

Além disso, de acordo com Morandini (2014), misturas de bentonita com outros tipos de solos e materiais sintéticos que contêm bentonita, têm sido

utilizados para diversos fins de impermeabilização. Esses fins incluem a impermeabilização de fundações em aterros, a construção de barreiras verticais para retenção de plumas contaminantes, a estabilização de escavações e, principalmente, a construção de barreiras selantes em sítios de deposição de resíduos.

Em diversas publicações anteriores, Towler *et al.* investigaram o uso da bentonita para tamponar poços de petróleo e gás (Towler e Ehlers, 1997; Towler *et al.*, 2008). Devido a isso, a bentonita vem sendo testada para verificar seus efeitos em relação a hidratação, temperatura, pressão, percolação de gás, salinidade e condutividade de fluidos (Englehardt, Wilson e Woody, 2001). Vários pesquisadores concordam que a bentonita hidratada cria um tampão suficientemente eficaz em isolar formações e conter as pressões que podem ser encontradas, que, no caso do abandono de poços, são gradientes de pressão hidrostática (Bell *et al.*, 2009; Ogden e Ruff, 1993; Towler e Ehlers, 1997; Towler *et al.*, 2008). Além disso, de acordo com Norrfors *et al.* (2015), a bentonita é o material de preenchimento mais promissor para repositórios geológicos profundos, devido à sua alta capacidade de adsorção e expansão. Essas propriedades, aliadas à sua plasticidade, possibilitam a formação de plugues de bentonita hidráulica sólidos e estáveis (Clark e Salsbury, 2003; Towler *et al.*, 2016).

Ao contrário do cimento, que tende a contrair e fissurar sob condições como atividade geológica ou sísmica, fluência de formação ou movimento de fluido e degradação mecânica ou química, a bentonita apresenta a vantagem de possuir maior flexibilidade ao meio devido a sua estrutura, garantindo sua integridade mesmo diante de rachaduras e trincas na formação (Clark e Salsbury, 2003; Towler *et al.*, 2015). Testes de laboratório realizados por Bell *et al.* (2009) mostraram que a bentonita é capaz de reestruturar-se após alcançar falha e selar a formação de forma mais segura e confiável (Towler *et al.*, 2016).

A bentonita granulada grosseira tem sido usada para tamponar poços rasos, como poços de água e furos sísmicos, nos quais é despejada no furo e hidratada (James, 1996; Wheaton *et al.*, 1994). No entanto, no caso de poços de petróleo e gás mais profundos, esse método geralmente resulta em acúmulo de bentonita em um local indesejável, devido à hidratação prematura da bentonita granulada e suas partículas em pó. Para solucionar esse problema, a

empresa Petro-Plug propôs a aplicação dessa argila em sua forma compactada, conhecida como *pellets*, uma vez que a hidratação cinética está intimamente relacionada à sua conformação física (Towler *et al.*, 2015; Englehardt, Wilson e Woody, 2001).

3.6 *Pellets* de Bentonita

Pellets de Bentonita (Figura 5) são materiais sólidos de origem mineral, disponibilizado na forma de grãos, apresentando elevada expansão volumétrica quando em contato com água (Petrobras, 2019). De acordo com Englehardt, Wilson e Woody (2001), em 1995, dois empresários patentearam o conceito de bentonita comprimida e, posteriormente, a Chevron, empresa do ramo energético, identificou os *pellets* como tecnologia potencialmente comercial se suficientemente pesquisada e desenvolvida, devido ao:

- Menor impacto ambiental operacional;
- Procedimento de abandono minimizado (sem plataforma, sem bombeamento de alta pressão, mais seguro); e
- Flexibilidade (capacidade de reagir a mudanças nas condições do poço, como corrosão do revestimento ou eventos sísmicos);



Figura 5 – *Pellets* de bentonita

Após estudos piloto bem-sucedidos, a Chevron recebeu aprovação regulatória para usar e comercializar os *pellets* de bentonita para abandono de

poços e registrou-os com o nome comercial de Zonite™. De forma análoga ao método de obstrução de poços de água, os *pellets* são despejados no poço de petróleo e/ou gás, que é então preenchido com água. Posteriormente, a argila incha à medida que se hidrata para selar o poço (Towler, Hywel-Evans e Firouzi, 2020).

De acordo com Clark (2003), a natureza altamente comprimida dos *pellets* limita a hidratação durante o período de queda livre e a hidratação propriamente dita começa assim que é atingida a profundidade pretendida, o que impede a hidratação precoce que causa diversos problemas. No caso da bentonita em pó, esta necessita ser colocada no poço com mais cuidado e em uma baixa velocidade, uma vez que quando derramada muito rápido, inicia um processo de coalescência que forma partículas maiores ocasionando vazios e um tampão não homogêneo. Os *pellets* de bentonita, por outro lado, apresentam um desempenho melhor para formar um plugue homogêneo. Além disso, podem ser despejados em uma taxa muito rápida sem formar pontes ou aderir às paredes do poço (Tveit, 2012).

Além disso, Towler *et al.* (2008) descreveram um processo de compressão de bentonita em cilindros de várias formas, e relataram testes laboratoriais que mostraram ser possível formar um plugue mais forte do que o obtido a partir da bentonita granulada grosseira. Dessa forma, a geometria da bentonita afeta diretamente o teor de umidade do plugue hidratado, bem como a resistência do plugue.

Os *pellets* são geralmente produzidos por compactação com rolo, em que o material de bentonita é compactado entre dois rolos contra-rotativos contendo vazios hemisféricos ou por extrusão do material por meio de uma matriz de furos que gera *pellets* em forma de hastes com comprimento variável. Em ambas as técnicas é necessária uma pressão muito alta. No entanto, os *pellets* compactados com rolos podem ser fabricados com diferentes componentes da matéria-prima e, portanto, normalmente têm uma densidade um pouco mais alta. Em contrapartida, os *pellets* produzidos por extrusão necessitam de um teor de água bastante elevado da matéria-prima (18-20%), o que leva a uma densidade relativamente baixa (Groff *et al.*, 2016).

O tamponamento com bentonita tem sido utilizado nos Estados Unidos (EUA) para vedar uma variedade de poços, incluindo um número significativo

de poços de petróleo e gás. Uma pesquisa, relatada por Clark e Salsbury (2003), realizada pela Chevron Texaco com *pellets* de bentonita, resultou no uso desse material para abandono permanente de mais de 500 poços em todos os Estados Unidos até o ano de 2003. Como exemplo, tem-se 19 poços abandonados com Zonite™ no ano de 2001 em Coalinga, no centro da Califórnia, EUA, e em 2002, a Chevron e seus parceiros Texaco, Apache e Phillips tamponaram e testaram com sucesso 21 poços no oeste do Texas (Towler *et al.*, 2016).

Englehardt, Wilson e Woody (2001) relatam que a utilização de bentonita no tampão de poços pode gerar uma economia significativa de custos em relação ao cimento, podendo chegar de 20 a 40%. Isso se deve em grande parte à simplicidade do processo de aplicação da bentonita, que dispensa a contratação de serviços especializados para mistura e bombeio de cimento, uso de caminhões bomba, flexitubo, unidades a granel e montagem de equipamentos de testes de pressão. Além disso, o tempo de pega da bentonita é menor, o que reduz o tempo total do processo de abandono do poço.

3.7 Fluido de Deslocamento

Apesar da reconhecida efetividade técnica do uso de tampões de argila bentonítica como material selante na indústria, no contexto do abandono de poços *offshore*, um dos principais desafios operacionais relacionados a sua aplicação em poços profundos de petróleo consiste na sua adequada disposição no interior do poço, que ocorre por meio do seu deslocamento em um meio fluido até os intervalos definidos no projeto de abandono, de modo que suas propriedades de inchamento sejam preservadas (Towler *et al.*, 2016; Holl e Scheuermann, 2018).

Alguns estudos presentes na literatura (Sun *et al.*, 2015; Zhang *et al.*, 2016; Chen *et al.*, 2018; Bian, Cui e Li, 2019) têm se dedicado a caracterizar os mecanismos de inchamento da bentonita compactada em diferentes condições, como a interação com diferentes meios fluidos e aspectos ambientais. Para isso, é necessário proporcionar a mobilidade dos *pellets* de bentonita até o local de deposição por meio de um fluido de deslocamento, o que deve ocorrer de maneira unicamente hidromecânica, prevenindo interações químicas que

possam resultar no inchamento prematuro, desintegração ou formação de uma membrana na superfície do *pellet* que pode inibir ou retardar a hidratação destes e, por conseguinte, a formação de um plugue hidráulicamente sólido.

Nesse sentido, a escolha do fluido de deslocamento adequado é fundamental. Neste estudo, foram considerados dois meios orgânicos: o diesel e a olefina. O diesel é utilizado na indústria de petróleo e gás devido à sua disponibilidade, baixo custo e propriedades físicas, como alta densidade e baixa tensão superficial, que podem auxiliar no deslocamento dos *pellets* de bentonita. Já a olefina é um hidrocarboneto insaturado com baixa toxicidade, boa solubilidade, alta estabilidade térmica e baixa viscosidade, utilizado na indústria de petróleo como componente de fluidos de perfuração. Além disso, a olefina, assim como o diesel, apresenta propriedades apolares, o que significa que não interage quimicamente com a bentonita, mantendo assim suas propriedades de inchamento

3.8 Efeito da Salinidade da Água de Formação

Quando utilizados *pellets* de bentonita para o selamento de seções geológicas, espera-se que haja interação entre as partículas de argila e os aquíferos presentes na formação. Dessa forma, a salinidade da água desses aquíferos pode afetar a integridade da barreira de argila bentonítica (Xu *et al.*, 2018). Shirazi *et al.* (2011) investigaram experimentalmente o efeito da salinidade no comportamento do inchamento da bentonita compactada, com o intuito de avaliar o comportamento da barreira de bentonita em contato com águas salinas provenientes de aquíferos. Os autores observaram que quando a água subterrânea ao redor da barreira de bentonita tem alta concentração de sal, a bentonita pode mudar suas características de material altamente dilatado para coagulante. No entanto, foi observado também que o limite de liquidez da bentonita diminui com o aumento da concentração de sal. Dessa forma, a taxa de expansão livre da bentonita compactada diminui com o aumento da concentração salina, enquanto o limite de plasticidade aumenta ligeiramente.

A presença de íons no ambiente subterrâneo apresenta uma influência significativa na estabilidade coloidal (Albarran *et al.*, 2014). De acordo com Suzuki *et al.* (2005), a salinidade pode ter um efeito expressivo sobre a taxa de

expansão da bentonita, devido à diminuição no espaço da dupla camada entre quasicristais por NaCl. À medida que a camada dupla eletrônica adjacente à superfície é comprimida com o aumento da concentração de NaCl, a expansão do sistema pode diminuir. Assim, o inchamento da bentonita na solução de NaCl possivelmente é controlado tanto pela expansão cristalina quanto pela expansão de dupla camada entre quasicristais.

Ye *et al.* (2014) observaram que o tampão de bentonita hidratado em água doce possui maior resistência, e à medida que a salinidade da água de formação aumenta, essa resistência diminui. Isso ocorre porque o aumento da concentração salina resulta na redução da expansão e da pressão de expansão em macro escala, que se dá a partir da redução do gradiente de pressão de falha, devido ao aumento da concentração de cátions que faz com que as moléculas de água se movam para fora das camadas intermediárias de bentonita, a partir do gradiente de energia livre induzido pelo aumento da concentração salina (McBride, 1994; Towler, Hywel-Evans e Firouzi, 2020).

3.9 Estado da arte

Nesta seção, será apresentada uma revisão dos estudos que serviram como base para a motivação desta pesquisa, bem como trabalhos específicos relacionados ao tema que foram utilizados para justificar e limitar os objetivos definidos.

A bentonita é utilizada como tampão e selo em quase todos os programas de descarte de resíduos radioativos em todo o mundo. Desde o final dos anos de 1970, foi iniciado o desenvolvimento dessa funcionalidade, e desde então, uma extensa pesquisa e desenvolvimento de tecnologia vem sendo realizada devido às suas propriedades favoráveis para garantir a segurança do descarte (Bucher e Müller-Vonmoos, 1989; Rometsch e Issler, 1985; Sellin e Leupin, 2013).

Ogden e Ruff (1991) conduziram uma investigação laboratorial sobre a resistência ao cisalhamento da bentonita quando usada como vedação em poços de água. Os resultados obtidos, por meio desse estudo, foram considerados relevantes para prever o diferencial de pressão que pode ser contido por um plugue de bentonita. Além disso, em 1992, os mesmos autores

observaram que a resistência ao cisalhamento é independente do comprimento do plugue, indicando que a pressão aumenta linearmente em relação ao comprimento do mesmo. Entretanto, a resistência ao cisalhamento é inversamente proporcional ao diâmetro do plugue e diretamente proporcional à sua densidade.

Como continuação dos estudos anteriores, em 1993, Ogden e Ruff avaliaram a resistência ao cisalhamento da bentonita tanto em sua forma granulada como em pó, com o objetivo de observar a vedação em poços de água. Os resultados indicaram que a vedação de bentonita granulada tem resistência ao cisalhamento consideravelmente maior do que a vedação com bentonita em pó. Além disso, foi constatado que a resistência média ao cisalhamento aumenta com o tempo de hidratação da bentonita. É importante ressaltar que, de acordo com alguns autores, como James (1996) e Wheaton (1994), o processo de tamponamento de poços de água com bentonita era uma prática comum em poços rasos.

A utilização de *pellets* de bentonita também se mostrou relevante para a indústria do petróleo. Em 1994, o *Montana Bureau of Mines and Geology* publicou um estudo sobre a capacidade de vedação de bentonita e constatou que, se a bentonita pudesse ser comprimida, seria um material ideal para tamponar poços profundos (Wheaton, 1994). Em 1995, Maurice e Melvin James, desenvolveram e patentearam um nódulo de bentonita sódica em seu laboratório, adequado para essa finalidade. Considerou-se que essa tecnologia, uma vez totalmente desenvolvida e em comparação com as tecnologias existentes na época, poderia reduzir a longo prazo possíveis falhas de abandono, reduzindo custos e mantendo um ambiente de trabalho seguro (Englehardt, Wilson e Woody, 2001).

Em 1997, Towler e Ehlers investigaram a possibilidade de utilizar bentonita hidratada para o abandono de poços de petróleo e gás nos Estados Unidos, onde a bentonita já era utilizada para tamponar buracos sísmicos. Os autores desenvolveram uma equação para prever a pressão que um tampão de bentonita hidratada poderia suportar com base na força de atrito entre as paredes de revestimento e o tampão de bentonita. Em laboratório, foram feitas medições para correlacionar essa pressão com a altura do tampão hidratado, resultando em uma função parabólica.

Englehardt, Wilson e Woody (2001) revisaram outras tecnologias utilizadas para o abandono de poços e concluíram que a bentonita sódica comprimida era a alternativa mais promissora ao cimento. Com base nessa avaliação, a empresa EMC propôs um estudo piloto de campo direcionado ao abandono de 19 poços em Coalinga, Califórnia, utilizando *pellets* de bentonita e hidratando-os para formar um tampão impermeável em poços de petróleo ou gás. Com isso, ficou evidenciado que grande economia nos custos poderia ser alcançada através da utilização dessa nova tecnologia.

Clark e Salsbury (2003) realizaram um estudo de caso comparando a eficácia da tecnologia de tamponamento de poços de bentonita sódica comprimida com o método tradicional de cimentação. Os resultados mostraram que o uso da bentonita sódica comprimida reduziu significativamente os custos de abandono de poços, em torno de 20% a 40%, e não houve evidências de problemas ambientais ou de integridade do poço.

Towler *et al.* (2008) estudaram a pressão que poderia ser suportada por um tampão de bentonita no processo de abandono de poços, a partir do fator de atrito entre a bentonita e o aço. Para esse estudo foram realizados cinco testes com diferentes quantidades de *pellets*. O material foi acondicionado em um tubo de aço, no qual foi adicionada a água. Os autores identificaram que o teor de umidade variou ao longo do comprimento do plugue de bentonita e a partir da equação desenvolvida por Towler e Ehlers (1997), os resultados do estudo indicaram que a densidade aparente da bentonita hidratada afeta diretamente a pressão que pode ser suportada pelo tampão. Eles também observaram que o tempo de hidratação afeta a densidade aparente e, conseqüentemente, a resistência do tampão de bentonita.

O estudo de Tveit (2012) analisou o comportamento da pressão em relação ao comprimento do plugue de bentonita, assim como a eficácia de plugues formados a partir de bentonita em pó hidratada e *pellets* de bentonita. Os experimentos foram realizados em plugues com diferentes comprimentos e mostraram que a pressão aumenta linearmente com o comprimento do plugue, tornando a resistência ao cisalhamento independente do comprimento. Além disso, foi observado que os *pellets* de bentonita apresentam melhor desempenho em relação à bentonita em pó devido à sua disposição no poço e formação de um plugue homogêneo.

O efeito da temperatura e da salinidade na hidratação do tampão de bentonita foi investigado por Anderson *et al.* (2010). Os experimentos foram conduzidos com plugues saturados em água salina e água doce a diferentes temperaturas. Os resultados indicaram que um tampão de bentonita hidratado em água doce é significativamente mais forte do que um tampão hidratado em água salina, suportando maiores pressões. Além disso, os resultados obtidos pelos pesquisadores destacaram a sensibilidade da pressão de deslocamento à temperatura. A resistência do plugue aumenta conforme se aumenta a pressão, mas diminui com o aumento da temperatura.

Towler *et al.* (2015) realizaram estudos mais detalhados sobre a pressão suportada por um tampão de bentonita hidratada, investigando os mecanismos de falha, resistência ao cisalhamento e o efeito da granulometria da bentonita na vedação de poços. Foi observado que a força de atrito necessária para desalojar o tampão foi maior do que o esperado, devido a uma grande pressão interna resultante do inchamento da bentonita. A granulometria da bentonita também afetou o teor de umidade, influenciando a resistência do tampão através da pressão de inchamento durante a hidratação. Dessa forma, os resultados indicaram que os tampões hidratados podem ser muito mais resistentes, restringindo o espaço de expansão.

Towler *et al.* (2016) revisaram estudos de campo anteriores que utilizaram a bentonita como material de vedação em poços de petróleo e gás, com o objetivo de destacar sua eficácia e confiabilidade nesse processo. Eles também abordaram as mudanças regulatórias que ocorreram nos Estados Unidos em relação ao uso da bentonita para tamponamento de poços. Além disso, os autores descreveram brevemente um procedimento para abandonar poços de água, gás e carvão, usando tampões de bentonita comprimidos em Queensland, na Austrália.

Towler, Hywel-Evans e Firouzi (2020) conduziram um estudo aprofundado para investigar os processos pelos quais um plugue de bentonita pode falhar. Eles concluíram que o coeficiente de atrito e a resistência ao cisalhamento interno dependem do teor de umidade final do tampão hidratado, da salinidade da água de hidratação, pressão, temperatura e tempo de hidratação. Além disso, os autores constataram que a resistência de um tampão de bentonita é inversamente proporcional ao volume total pelo qual ele

se expande durante a hidratação. A resistência também diminui em água salina, embora ainda seja forte o suficiente para proporcionar uma vedação adequada, mesmo em concentrações salinas elevadas. Por fim, os autores descobriram que duas amostras de bentonita, com composições diferentes, proporcionaram resistências de tampões semelhantes.

Recentemente, Pivovarski (2022) investigou os fenômenos relacionados ao inchamento prematuro dos *pellets* de bentonita usados como material de abandono de poços de poços. O autor utilizou simulações numéricas para estudar o fenômeno em poços reais e desenvolveu uma equação para prever a localização de formação de tampões prematuros. Essa equação considera a temperatura e a vazão mássica injetada para calcular o diâmetro dos aglomerados constituídos de *pellets* em função da profundidade, a partir do momento em que atingem a interface ar-água. Os resultados obtidos podem ajudar a evitar problemas de inchamento prematuro em futuros projetos de abandono de poços de petróleo e gás.

Estima-se que entre 2021 e 2040, serão descomissionados 2000 poços *offshore* no mundo, com valor total estimado de US\$ 210 bilhões (IHS, Markit 2016). No Brasil, de acordo com dados publicados pela ANP, até o ano de 2025, os investimentos previstos com o descomissionamento alcançarão o valor de 28,23 bilhões de reais, e apenas com a atividade de *plug and abandonment* (P&A), é previsto um investimento de 18,7 bilhões de reais, sendo 0,95 bilhão com o abandono *onshore* de 710 poços e 17,8 bilhões com o abandono *offshore* de 1117 poços.

Assim, o desenvolvimento de materiais alternativos ao cimento para uso em operações de abandono de poços *offshore* é um tema de grande interesse e importância na indústria de petróleo e gás. Além de serem mais sustentáveis e seguras ao meio ambiente, esses materiais também podem oferecer benefícios em termos de eficiência e segurança das operações.

Nesse sentido, a avaliação de elementos de barreira alternativos, baseados em *pellets* de bentonita, pode contribuir para a identificação de soluções eficientes e economicamente viáveis para o descomissionamento de poços *offshore*. Além disso, a pesquisa nessa área também pode ter um impacto significativo na redução dos custos associados a essa atividade, que

representa uma parcela significativa dos investimentos no setor de petróleo e gás.

4. Materiais e Métodos

4.1 Materiais

4.1.1 *Pellets* de Bentonita

Para o desenvolvimento deste trabalho foram utilizados *pellets* de bentonita, que consistem em uma forma compactada de bentonita, comercializados como Compactolit, fornecidos pela Bentonit União Nordeste (BUN) com o objetivo de obter plugues hidráulicamente sólidos e avaliar seu desempenho como material selante por meio das suas propriedades físicas e mecânicas.

4.1.2 Meios Oleosos

Como fluido de deslocamento, foram estudados dois meios oleosos, o diesel e a olefina, fornecidos pelo Centro de Pesquisas, Desenvolvimento e Inovação Leopoldo Américo Miguez de Mello - CENPES/PETROBRAS.

4.1.3 Águas de Formação Sintéticas

Foram preparadas quatro (04) águas de formação sintéticas para o estudo da resistência dos plugues hidráulicamente sólidos a fluidos da formação, com composições baseadas em formulações de água de formação de poços *offshore* cedidas pela PETROBRAS. A composição de cada água de formação sintética está disposta na Tabela 1, enquanto que o potencial hidrogeniônico dessas águas está apresentada na Tabela 2.

Tabela 1 – Composição das águas de formação sintéticas.

	AF1	AF2	AF3	AF4
Componente Químico	Concentração (mg/L)	Concentração (mg/L)	Concentração (mg/L)	Concentração (mg/L)
NaCl	31001,00	158176,75	116391,32	32945,00
CaCl₂	1603,70	2693,34	0	1009,00
NaHCO₃	6590,00	436,44	996,79	4806,35
MgCl₂	1478,89	0	0	1112,75
MgO	60,06	829,22	575,54	0
Ca(OH)₂	0	43,02	959,44	0
HCl	0	25,00	62,00	0
KCl	1359,00	3622,63	3769,45	1940,96
NaOH	0	0	851,37	0
CaCO₃	0	0	0	780,70

Tabela 2 – Potencial hidrogeniônico das águas de formação sintéticas.

	AF1	AF2	AF3	AF4
pH	8,26	6,54	6,12	8,15

Para o preparo de cada água de formação, em um béquer contendo 1L de água deionizada, sob agitação constante em um agitador magnético, foi adicionado cada componente constante na Tabela 1, seguindo a ordem de adição da substância de maior para a de menor proporção. Após a adição de todos os componentes, a amostra permaneceu sob agitação por 24 horas.

Os componentes químicos utilizados no preparo das águas de formação sintéticas foram adquiridos pelo Laboratório de Pesquisa em Fluidos de Perfuração (PeFlab).

4.2 Métodos

Para uma melhor compreensão, o estudo foi dividido em cinco etapas, conforme ilustrado pelo organograma apresentado na Figura 6 e nas seções 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3, 4.2.4 e 4.2.5.

O ensaio de difração de raios-X foi realizado no Centro de Pesquisas, Desenvolvimento e Inovação Leopoldo Américo Miguez de Mello - CENPES/PETROBRAS. Os ensaios referentes à análise térmica foram conduzidos no Laboratório de Termoanálises da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da UFCG. Os demais ensaios foram realizados no Laboratório de Pesquisa em Fluidos de Perfuração (PeFLab) da Unidade Acadêmica de Engenharia de Petróleo da UFCG.



Figura 6 – Organograma das etapas que foram realizadas no estudo

4.2.1 Etapa 1 - Caracterização dos *Pellets*

4.2.1.1 Difração de Raios-X (DRX)

A técnica de difração de raios-X (DRX) foi utilizada para identificação dos constituintes mineralógicos presentes nos *pellets* de bentonita. Para tanto, foi utilizado um difratômetro de raios-X da marca Rigaku – Miniflex 600 (Figura 7), utilizando-se radiação $K\alpha$ do cobre ($\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$), tensão de 40 KV, corrente de 15 mA, varredura entre 2θ de 2 a 72° , com intervalos de $0,02^\circ$. De

posse dos dados de difração de raios-X foi realizada a análise qualitativa do difratograma dos *pellets* com o auxílio do livro de Souza Santos (1989) e das fichas em PDF disponíveis no banco de dados de referência do *International Centre for Diffraction Data* (ICDD).



Figura 7 – Difratorômetro de raios-X Rigaku – Miniflex 600.

4.2.1.2 Capacidade de Troca de Cátions (CTC) e Área Específica (AE)

A determinação da capacidade de troca de cátions (CTC) e da área específica (AE) dos *pellets* de bentonita foi determinada pelo método de adsorção de azul de metileno para argilas montmoriloníticas segundo metodologia proposta por Chen *et al.* (1974). Para tanto, foi utilizado 0,5 g da amostra de *pellets*, com granulometria inferior à peneira U.S.S. Nº 325, para o preparo de uma dispersão contendo 300 mL de água deionizada fazendo uso de um agitador magnético, como ilustrado na Figura 8.



Figura 8 – Preparo da suspensão de argila em água deionizada.

Essa dispersão foi agitada por cinco minutos e, em seguida, o pH foi medido, apresentando valor em torno de 10. Na sequência, a dispersão foi tratada com solução de HCl a uma concentração de 0,1 M, até que o pH do sistema seja ajustado para 3,5 (Figura 9). Afim de garantir que todo o azul de metileno esteja na forma monomolecular.



Figura 9 – Ajuste de pH da suspensão de argila.

Após o ajuste de pH, a dispersão foi agitada novamente e titulada com uma solução padrão de azul de metileno (0,01 N = 3,7 g/L), presente numa bureta. A solução de azul de metileno foi adicionada inicialmente de 2,0 em 2,0 mL. Após cada adição, a suspensão foi agitada continuamente por 5 minutos. Em seguida, uma gota da suspensão foi pingada em um papel de filtro *Whatman* N° 50, utilizando uma baqueta de vidro. O aparato do ensaio em andamento encontra-se ilustrado na Figura 10.

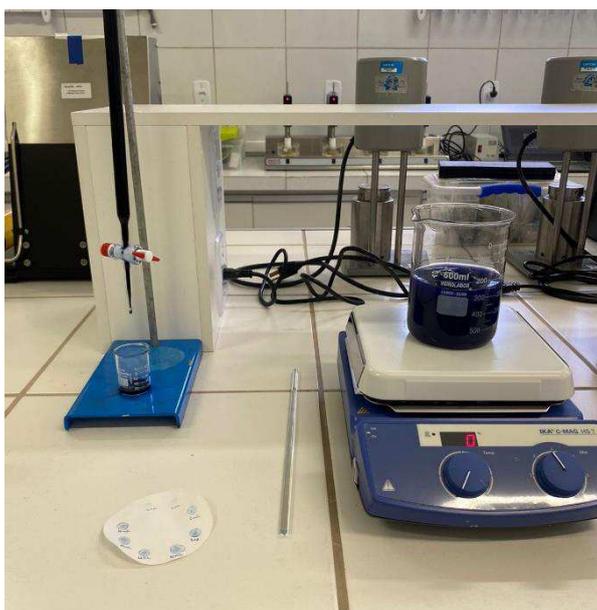


Figura 10 – Aparato do teste de CTC em andamento.

Esse procedimento foi repetido até que uma leve coloração apareceu ao redor do círculo formado pela gota contendo partículas de argila. Quando o anel azulado apareceu, a suspensão foi agitada por mais 15 minutos e uma nova gota foi pingada no papel de filtro para verificar se o anel persistia. Após a confirmação da formação do anel, o volume de solução de azul de metileno adicionado foi considerado como o ponto de virada.

Por fim, após ter atingido o ponto de virada, foi determinada a CTC dos *pellets* de bentonita, em meq. de azul de metileno/100 g de argila, a partir da Equação 1, e a área específica (AE) da argila que compõe os *pellets*, em m²/g, a partir da Equação 2.

$$CTC = \frac{V \times C \times 100}{\text{massa de amostra seca (g)}} \quad (1)$$

$$AE = CTC \times 7,8043 \quad (2)$$

Onde V é o volume total (mL) e C é a concentração da solução de azul de metileno.

4.2.1.3 Análise Termogravimétrica (TGA) e Análise Térmica Diferencial (DTA)

A análise termogravimétrica (TGA) determina a variação de massa da amostra em função da temperatura e/ou tempo, enquanto que a análise térmica diferencial (DTA) determina a diferença da temperatura de uma amostra em relação a uma referência inerte, nesse caso, óxido de alumínio (Al_2O_3).

As curvas TGA/DTA dos *pellets* de bentonita na forma de pó foram obtidas em um aparelho da *Schimadzu Scientific Instruments* modelo DTG-60H (Figura 11), sob atmosfera de nitrogênio. As análises foram realizadas com aproximadamente 10 mg de amostra em cadinho de alumina no intervalo de 30°C a 1000°C com razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹ e fluxo de gás nitrogênio de 100 mL.min⁻¹.



Figura 11 – Schimadzu Scientific Instruments modelo DTG-60H.

4.2.2 Etapa 2 - Comportamento dos *Pellets*

Para avaliar o comportamento dos *pellets*, inicialmente foram realizados ensaios com os *pellets* de forma unitária visando avaliar a sua interação, bem como conhecer o seu comportamento com relação ao inchamento e expansão em meios aquosos. Desta forma, os tópicos 4.2.2.1, 4.2.2.2 e 4.2.2.3 apresentam as metodologias utilizadas nos ensaios de inchamento aparente, inchamento linear e expansão, respectivamente, para os *pellets* unitários.

4.2.2.1 Inchamento Aparente

Com o objetivo de avaliar a interação dos *pellets* de bentonita com o meio aquoso, foi realizada a imersão de um *pellet*, com aproximadamente 1,5 g, em 15 mL de água deionizada. O aspecto e inchamento do *pellet* foi observado e registrado após os tempos de 30 e 60 minutos.

4.2.2.2 Inchamento Linear

Foi realizado o ensaio de inchamento linear para medir o grau de inchamento dos *pellets* de bentonita em contato com a água deionizada, por meio do equipamento Fann *Instrument Company, Linear Swell Meter* (LSM), modelo 2100 (Figura 12). Para confeccionar a pastilha necessária para o teste, 10 g da amostra de *pellets* de bentonita, com granulometria inferior à 0,075 mm, correspondente a peneira ABNT N° 200, foram prensados a 10.000 psi por 1 hora. As medidas de inchamento linear foram realizadas por meio de um transdutor automático-digital que permite sua leitura direta. O tempo total de ensaio foi de 48 horas e os dados obtidos foram tratados pelo *software* do equipamento, LSM 2100.



Figura 12 – Fann Instrument Company, Linear Swell Meter (LSM), modelo 2100.

4.2.2.3 Expansão

Para avaliar a expansão dos *pellets* de bentonita, foram realizados ensaios com auxílio do *Circular Expansion Cement Curing Kit* com molde em forma de coroa circular (Figura 13), projetado para simular a expansão de composições de cimento no anular de um poço de petróleo.

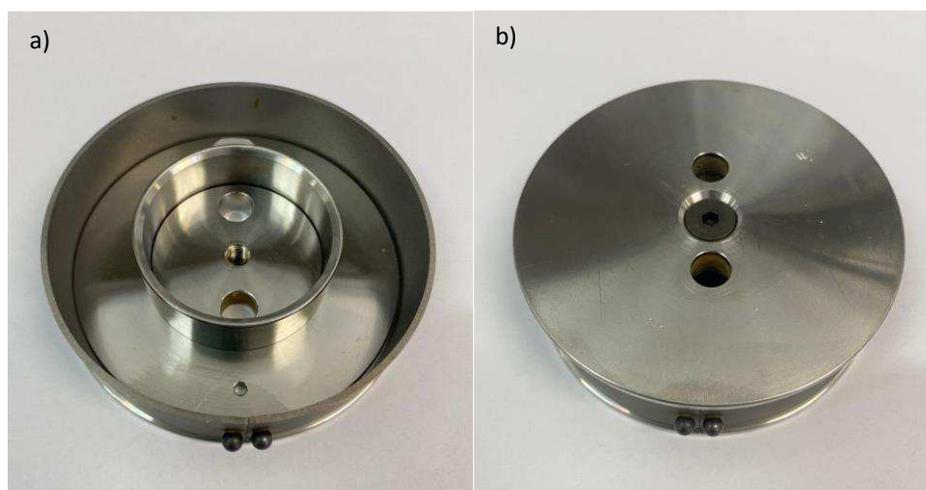


Figura 13 – Molde em forma de coroa circular a) aberto e b) fechado.

As partes do equipamento são compostas de aço inox, com exceção do cilindro externo, que é constituído de um material mais flexível. Durante o

ensaio, caso haja expansão da massa de material contida no interior do equipamento, o comprimento do *gap* entre as extremidades do cilindro externo aumenta. Desse modo, a medida da variação do *gap* representa o valor de expansão.

O molde foi inicialmente preenchido com 53 g de *pellets* de bentonita no espaço anular entre os cilindros do molde em forma de coroa circular e realizadas medidas de comprimento do *gap*, utilizando o paquímetro digital que acompanha o equipamento (Figura 14) de acordo com a metodologia do fabricante e norma API 10B-5 (American Petroleum Institute, 2004). Em seguida, o equipamento foi imerso em um béquer de 2 L e a este foi adicionado 1 L do meio aquoso selecionado (água deionizada) por 24 horas, tempo necessário para a obtenção de um plugue hidraulicamente sólido. Após o tempo de hidratação, o molde foi retirado do meio aquoso e realizadas medidas de comprimento do *gap*.



Figura 14 – Paquímetro digital.

4.2.3 Etapa 3 - Comportamento dos Plugues Hidraulicamente Sólidos

Para avaliar o comportamento dos plugues hidraulicamente sólidos, foi necessário obtê-los a partir da hidratação dos *pellets* de bentonita, conforme apresentado no tópico 4.2.3.1. Em seguida, foram realizados os ensaios mecânicos de resistência à compressão e aderência, descritos nos tópicos 4.2.3.1.1 e 4.2.3.1.2, respectivamente.

4.2.3.1 Obtenção dos Plugues

Os plugues foram formados utilizando moldes metálicos bipartidos (Figura 15) em uma proporção volumétrica de 2:3 de *pellets*/água deionizada definida após testes preliminares. Para isso, a quantidade total de *pellets* e água deionizada foi dividida em três partes iguais, conforme apresentado na Figura 16. O teor total de *pellets* e água deionizada e o teor de cada fração *pellets*/água deionizada estão descritos na Tabela 3. Após o tempo de hidratação de 24 horas, os plugues foram desmoldados e registrados os seus aspectos visuais. Em seguida, a partir dos plugues formados, foram produzidos corpos de prova (Figura 17) por meio do corte manual do plugue em partes com dimensões aproximadas de 35 mm de diâmetro e 15 mm de altura para a realização dos ensaios mecânicos de resistência à compressão e aderência.



Figura 15 – Molde metálico bipartido.



Figura 16 – Frações de *pellets* e água deionizada.

Tabela 3 – Quantidade total e fracionada de pellets e água deionizada.

Quantidade Total de <i>Pellets</i> (g)	Quantidade Total de Água Deionizada (mL)	Fração de <i>Pellets</i> (g)	Fração de Água Deionizada (mL)
230,5	176,4	76,8	58,8



Figura 17 – Corpo de prova produzido através do corte manual do plugue.

4.2.3.1.1 Resistência à Compressão

A fim de garantir que o material selante para abandono de poço possua a propriedade mecânica adequada para suportar as cargas a que será submetido, é fundamental avaliar a resistência à compressão dos plugues. Para tal, foram realizados ensaios no reômetro Haake Mars 60 da marca Thermo Scientific, utilizando o conjunto de geometria de placa paralela de 35 mm com superfície lisa (P35/Ti), conforme apresentado na Figura 18.

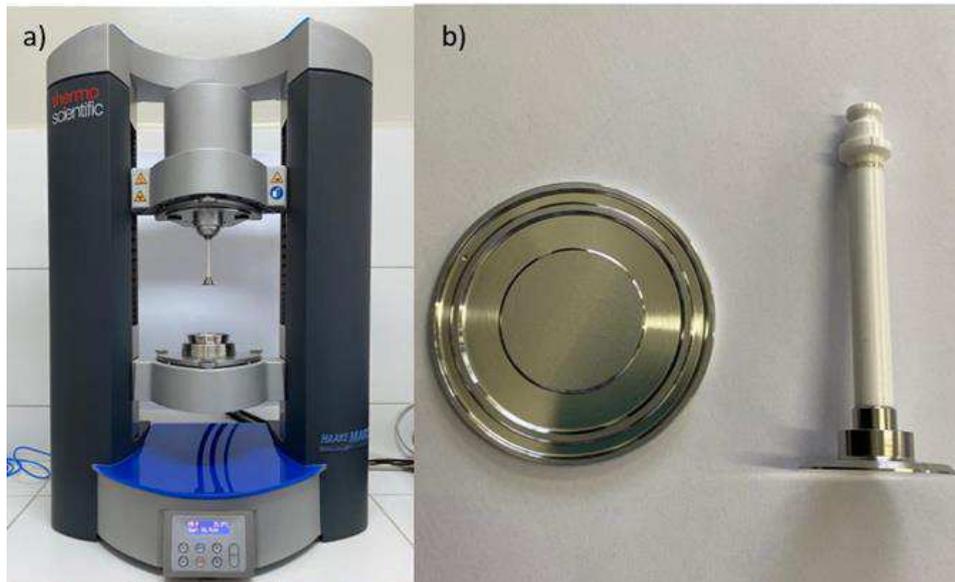


Figura 18 – (a) Reômetro Haake Mars 60, da marca Thermo Scientific e (b) conjunto de geometria de placa paralela com superfície lisa de 35 mm (P35/Ti).

A força máxima de compressão foi medida a partir da programação de uma rampa axial em que foi registrada a diferença de altura entre o rotor e a amostra (Δh), por cerca de 2min, até a compressão total da mesma (Figura 19). A resistência à compressão foi dada pela força normal máxima no momento em que ocorre a ruptura da amostra.

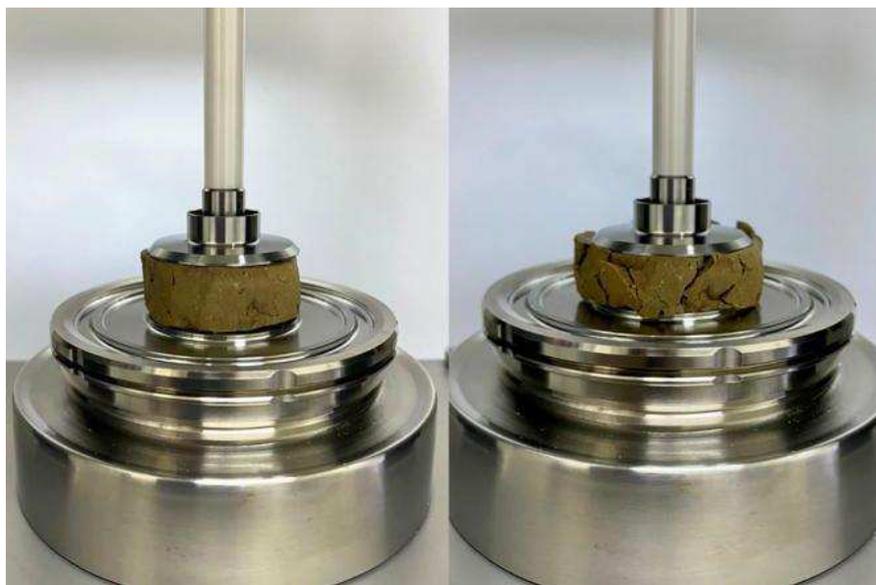


Figura 19 – Ensaio de resistência à compressão em andamento.

Os dados obtidos, referentes aos ensaios de resistência à compressão, foram tratados no *software* RheoWin Data Manager.

4.2.3.1.2 Aderência

O elemento de barreira permanente deve aderir aos revestimentos e formações de modo a permanecer na posição e profundidade desejadas no poço, portanto, é de extrema importância entender seu comportamento adesivo. Para tanto, a força de aderência foi obtida a partir de ensaios realizados no reômetro Haake Mars 60 utilizando o conjunto de geometria de placa paralela de 35 mm com superfície lisa (P35/Ti).

Para viabilizar o ensaio, foi utilizada uma fita comercial dupla-face entre a placa superior e o corpo de prova. Essa condição foi necessária para permitir o desprendimento da amostra com a placa e impedir o descolamento da amostra em conjunto com o substrato (rotor). A força máxima de aderência foi medida a partir da programação de uma rampa axial, em que a diferença de altura entre o rotor e a amostra (Δh) foi aumentada a uma velocidade de 0,1 mm/s, até haver total descolamento da amostra à placa (Figura 20). Dessa forma, a aderência foi dada pela força em função do tempo em que a amostra foi totalmente descolada.

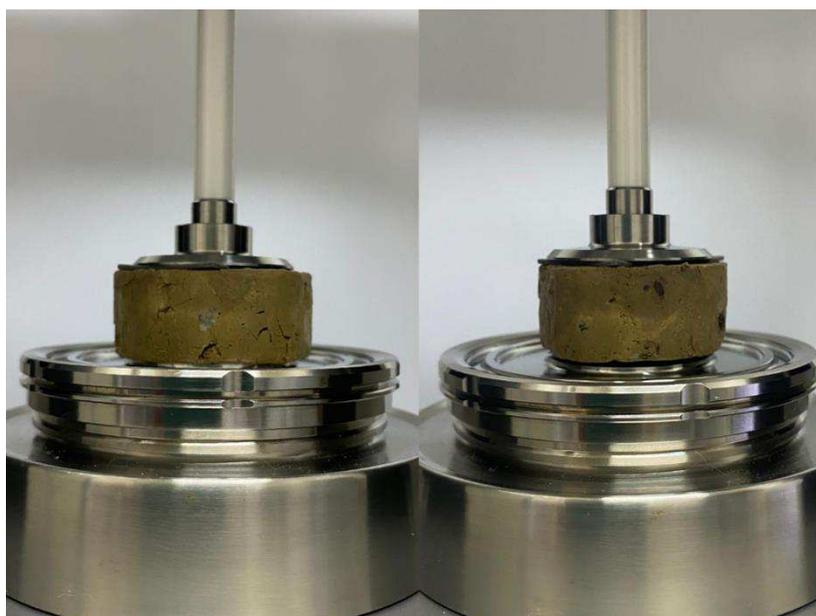


Figura 20 – Ensaio de aderência em andamento.

Os dados obtidos, referentes aos ensaios de aderência, foram tratados no *software* RheoWin Data Manager.

4.2.4 Etapa 4 - Definição do Fluido de Deslocamento

Para definir o fluido de deslocamento foi necessário, inicialmente, realizar ensaios com os *pellets* de forma unitária visando conhecer o seu comportamento a meios oleosos (diesel e olefina). Desta forma, os tópicos 4.2.4.1, 4.2.4.2, 4.2.4.3 e 4.2.4.4 apresentam as metodologias que foram utilizadas nos ensaios de integridade física, inchamento aparente, inchamento linear e expansão, respectivamente. Em seguida, foram obtidos plugues hidráulicamente sólidos em moldes metálicos bipartidos, conforme descrito no tópico 4.2.3.1, a partir da hidratação de *pellets* de bentonita previamente imersos em meios oleosos (diesel e olefina) por 60 minutos e filtrados brevemente em peneira comum. Nos tópicos 4.2.4.5 e 4.2.4.6, estão apresentadas as metodologias dos ensaios mecânicos de resistência à compressão e aderência.

4.2.4.1 Integridade Física

Com o objetivo de verificar e quantificar a integridade dos *pellets* a meios oleosos (diesel e olefina) em condições dinâmicas, foram realizados ensaios de dispersibilidade ou taxa de desintegração de folhelhos com base na norma ISO 10416 (International Organization for Standardization, 2008). Para tanto, uma célula de aço inox foi preenchida com 350 mL do meio oleoso e, em seguida, foram adicionados 20 g de *pellets* de bentonita.

As células foram expostas ao cisalhamento em forno Roller Oven 705 ES da marca Fann (Figura 21), sob rotação constante de 50 rpm por 2 horas. Ao final desse intervalo de tempo, o conteúdo da célula (fluido + *pellets*) foi filtrado cuidadosamente em peneira ABNT N° 6.



Figura 21 – Forno Roller Oven 705 ES da marca Fann.

O material que não ficou retido na peneira foi considerado como parte da desintegração física dos *pellets*, enquanto o material retido foi coletado e seguiu para a estufa, a uma temperatura de 60°C durante 24 horas. Após as 24 horas, o material foi pesado em balança analítica de alta precisão. Para padronizar as condições de ensaio, uma amostra de 20 g de *pellets* de bentonita sem imersão prévia também foi colocada em estufa a uma temperatura de 60°C e pesada após 24 horas. O grau de desintegração dos *pellets* foi quantificado a partir da Equação 3.

$$D = \frac{(m_i - m_r) \times 100}{m_i} \quad (3)$$

Onde D é a dispersibilidade ou taxa de desintegração (%), m_i é a massa inicial da amostra, sem imersão, secada na estufa (g) e m_r é a massa da amostra que ficou retida na peneira após imersão em meio oleoso, secada na estufa (g).

4.2.4.2 Inchamento Aparente

Com o objetivo de avaliar a interação dos *pellets* de bentonita com meios oleosos, foram imersas quatro amostras de aproximadamente 1,5 g de pellets em alíquotas de 15 mL de cada um dos meios oleosos (diesel e olefina), em diferentes intervalos de tempo (5, 30, 60 e 120 minutos). Após o tempo pré-determinado, as amostras foram retiradas dos meios oleosos e pesadas. Em seguida, as amostras foram imersas em 15 mL de água deionizada e os aspectos e inchamentos foram registrados após 30 e 60 minutos de imersão na água deionizada.

4.2.4.3 Inchamento Linear

Foi realizado o ensaio de inchamento linear para medir o grau de inchamento dos *pellets* de bentonita em contato com meios oleosos (diesel e olefina) e com a água deionizada após imersão prévia nos mesmos meios oleosos durante 60 minutos, por meio do equipamento Fann Instrument, Company Linear Swell Meter (LSM), modelo 2100, conforme descrito no tópico 4.2.2.2. O tempo total de ensaio foi de 48 horas e os dados obtidos foram tratados pelo *software* do equipamento LSM 2100.

4.2.4.4 Expansão

Para avaliar a expansão dos *pellets* de bentonita em contato com meios oleosos (diesel e olefina) e com a água deionizada após imersão prévia nos mesmos meios oleosos durante 60 minutos, foram realizados ensaios com auxílio do Circular Expansion Cement Curing Kit com molde em forma de coroa circular. A metodologia do ensaio está apresentada no tópico 4.2.2.3 e as medidas de comprimento do *gap* foram realizadas após 24 horas.

4.2.4.5 Resistência à Compressão

Para avaliar a resistência à compressão dos plugues formados por *pellets* de bentonita previamente imersos em meios oleosos (diesel e olefina),

foram realizados ensaios no reômetro Haake Mars 60 da marca Thermo Scientific, utilizando o conjunto de geometria de placa paralela de 35 mm com superfície lisa (P35/Ti), como apresentado no tópico 4.2.3.1.1.

4.2.4.6 Aderência

Para avaliar a aderência dos plugues formados por *pellets* de bentonita previamente imersos em meios oleosos (diesel e olefina), foram realizados ensaios no reômetro Haake Mars 60 da marca Thermo Scientific, utilizando o conjunto de geometria de placa paralela de 35 mm com superfície lisa (P35/Ti), como apresentado no tópico 4.2.3.1.2.

4.2.5 Etapa 5 - Resistência dos Plugues a Fluidos da Formação

Para avaliar a resistência dos plugues a fluidos da formação, foram preparadas águas de formação sintéticas com composições e concentrações de íons descritas nas Tabelas 1 e 2, respectivamente. Inicialmente, no tópico 4.2.5.1, foi avaliada a interação dos *pellets* individualmente com as águas de formação sintéticas, bem como dos plugues hidraulicamente sólidos obtidos. Nos tópicos 4.2.5.2 e 4.2.5.3 estão apresentadas as metodologias dos ensaios mecânicos de resistência à compressão e aderência realizados com os plugues.

4.2.5.1 Interação das Águas de Formação com os *Pellets* e Plugues

Com o objetivo de avaliar a interação dos *pellets* de bentonita com as águas de formação sintéticas, foram adicionados aproximadamente 1,5 g de *pellets* unitários em alíquotas de 15 mL de cada uma das quatro águas de formação. Registros fotográficos dos 3 primeiros minutos de contato do *pellet* com o meio aquoso foram obtidos para cada amostra.

Para avaliar a resistência dos plugues a fluidos da formação, foram obtidos plugues hidraulicamente sólidos a partir da hidratação dos *pellets* de bentonita, sem imersão prévia e previamente imersos em meios oleosos por 60 minutos, conforme descrito nos tópicos 4.2.3.1 e 4.2.4, respectivamente. Os

moldes sem as respectivas bases foram então imersos em béqueres contendo 50 mL de cada uma das quatro águas de formação sintéticas (Figura 22) por 60 minutos. Após o tempo determinado, os plugues foram desmoldados, registrado seu aspecto visual e medido o volume remanescente no béquer para o cálculo do volume de água absorvido por cada plugue.



Figura 22 – Molde metálico bipartido imerso na água de formação.

4.2.5.2 Resistência à Compressão

Para avaliar a resistência à compressão dos plugues após imersão em água de formação, foram realizados ensaios no reômetro Haake Mars 60 da marca Thermo Scientific, utilizando o conjunto de geometria de placa paralela de 35 mm com superfície lisa (P35/Ti), como descrito no tópico 4.2.3.1.1.

4.2.5.3 Aderência

Para avaliar a aderência dos plugues após imersão em água de formação, foram realizados ensaios no reômetro Haake Mars 60 da marca Thermo Scientific, utilizando o conjunto de geometria de placa paralela de 35 mm com superfície lisa (P35/Ti), como descrito no tópico 4.2.3.1.2.

Os corpos de prova foram imersos em cada água de formação preparada mantendo a mesma proporção utilizada para os plugues, durante 1h.

Esses corpos de prova foram envolvidos em papel alumínio para que o contato da água fosse apenas com a base do corpo de prova (Figura 23).



Figura 23 – Corpo de prova em contato com a água de formação sintética.

5. Resultados e Discussão

Este tópico apresenta a discussão acerca dos resultados obtidos no estudo do desempenho de plugues de *pellets* de bentonita como barreira de segurança em poços de petróleo *offshore*. A fim de facilitar a comparação entre as diferentes condições de ensaios estudadas, os resultados estão apresentados de acordo com as propriedades avaliadas.

5.1 Caracterização dos *Pellets*

5.1.1 Difração de Raios-X (DRX)

Na Figura 24 está apresentado o difratograma de raios-X da amostra de *pellets* de bentonita.

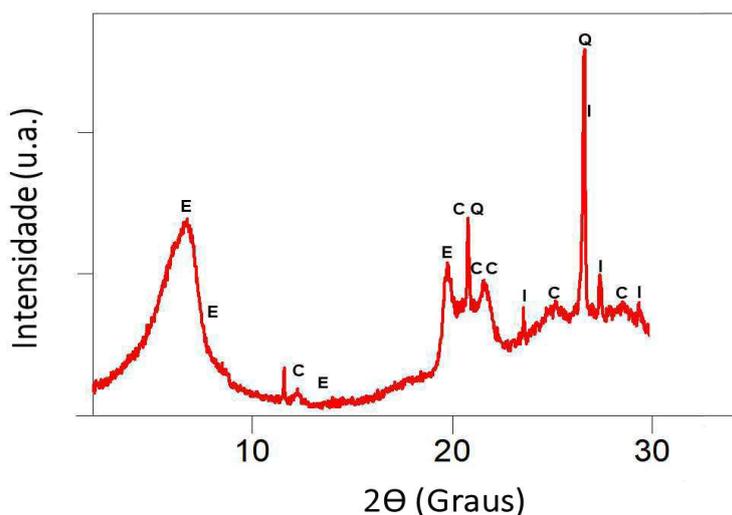


Figura 24 - Difratograma de raios-X da amostra de *pellets* de bentonita.

É possível observar a partir do difratograma apresentado na Figura 24, que a amostra apresentou o pico característico do argilomineral montmorilonita membro do grupo esmectita, $2\theta = 6,770^\circ$ e distância basal (d_{001}) correspondente a 13,05 Å. Além disso, o pico observado em $2\theta = 61,75^\circ$ com distância basal (d_{001}) correspondente a 1,50 Å, caracteriza o argilomineral montmorilonita como dioctaédrico (Souza Santos, 1989).

Na análise também foram identificados picos de caulinita (JCPDS 89-6538; Souza Santos, 1989) e illita (JCPDS 26-0911; JCPDS 43-0685; Souza Santos, 1989), que constituem a maioria dos argilominerais presentes na amostra. Além desses argilominerais, foram identificados picos de quartzo (Souza Santos, 1989).

5.1.2 Capacidade de Troca de Cátions (CTC) e Área Específica (AE)

Na Tabela 4 estão apresentados os resultados referentes à capacidade de troca de cátions e área específica da amostra dos *pellets* de bentonita, determinados por meio do método de adsorção de azul de metileno. Esses resultados são importantes para avaliar a eficácia dos *pellets* como barreira em poços de petróleo.

Tabela 4 – CTC e AE dos *pellets* de bentonita.

Amostra	CTC (meq/100g)	AE (m²/g)
<i>Pellets</i> de Bentonita	132	1030,17

De acordo com Souza Santos (1989), a capacidade de troca de cátions teórica dos argilominerais montmorilonita está entre 80 a 150 meq/100 g de argila. No caso dos *pellets* de bentonita analisados, o valor de CTC de 132 meq/100 g está dentro dessa faixa esperada e é relativamente alto, sugerindo uma boa capacidade de troca de cátions. Já a área específica, é uma medida da superfície disponível da argila para interações químicas e físicas com outros materiais, quanto maior a área específica, maior é a capacidade de adsorção da argila (Cho e Paul, 2001). De acordo com Souza Santos, a área específica de argilas montmorilonita varia em torno de 800 m²/g. A área específica da argila analisada é considerada alta, com valor de 1030,17 m²/g. Dessa forma, os resultados obtidos mostram que a bentonita avaliada possui características favoráveis para ser utilizada como material selante em poços de petróleo.

5.1.3 Análise Termogravimétrica (TGA) e Análise Térmica Diferencial (DTA)

Na Figura 25 observam-se as curvas das análises termogravimétricas e análise térmica diferencial da amostra de *pellets* de bentonita e na Tabela 5 observa-se os resultados da análise quantitativa da curva termogravimétrica da amostra estudada.

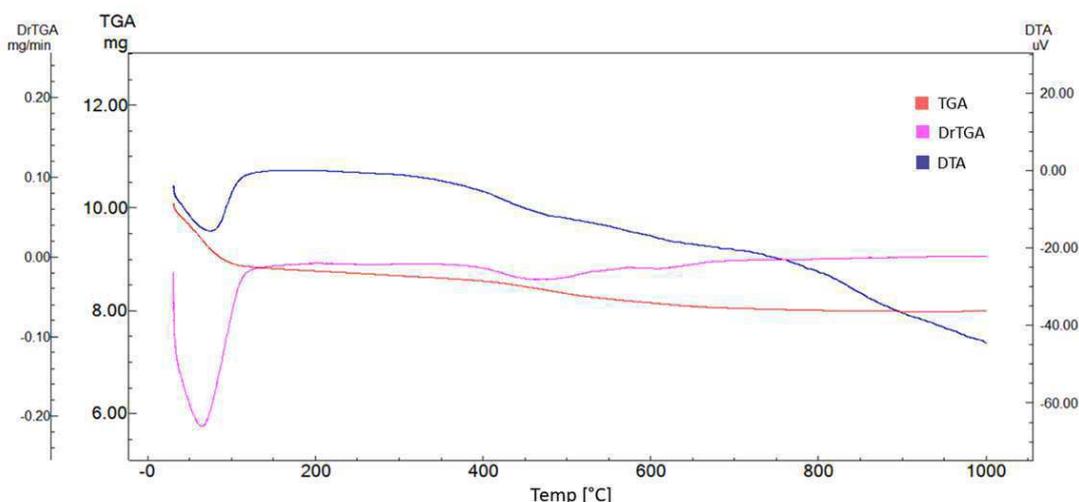


Figura 25 – Curvas TGA, DrTGA e DTA da amostra dos pellets de bentonita obtidas com razão de aquecimento de 10°C/min, em atmosfera de N₂.

Tabela 5 – Percentuais de perda de massa por faixa de temperatura para a amostra de *pellets* de bentonita analisada por TGA.

Etapas de Perda	Faixa de Temperatura (°C)	Temperatura de Pico (°C)	Massa (mg)	Massa (%)
1 ^a	30-192	60	1.314	12.937
2 ^a	192-657	449	0.700	6.892

Na amostra de *pellets* de bentonita o resultado da análise termogravimétrica mostra uma perda de massa entre 30°C e 192°C, indicando perda de 12,937% de água livre e adsorvida na superfície do material. Uma segunda etapa de perda de 6,892% de massa ocorre entre 192°C e 657°C, devido à etapa de desidroxilação dos argilominerais.

Observou-se que a segunda etapa de perda de massa dos *pellets* de bentonita, teve como temperatura de pico 449°C indicando a perda das hidroxilas estruturais. Esse comportamento é esperado em montmorilonitas com alto teor de ferro, enquanto em argilas isentas ou com baixo teor de ferro, o pico de perda de massa ocorre próximo a 700°C. Após a temperatura de 800°C, a massa restante (80,171%) permaneceu constante e a estrutura cristalina foi preservada, como ilustrado na Figura 25. De acordo com Souza Santos (1989), essa preservação acontece em esmectitas dioctaédricas, como é o caso da montmorilonita, que é o principal argilomineral presente na argila

bentonítica. Essa classificação concorda com o pico característico de estruturas dioctaédricas observado no difratograma de raios-X da bentonita analisada neste estudo (Figura 24).

De acordo com a curva DTA da amostra de *pellets* de bentonita (Figura 25), verifica-se dois eventos térmicos representados por picos endotérmicos no intervalo de 30°C a 75°C e 350°C a 728°C, respectivamente. Dessa forma, as características térmicas por TGA e DTA são coerentes entre si e as faixas de temperatura em que ocorreram as perdas de massa estão de acordo com o comportamento térmico de amostras de bentonita reportado na literatura (Hedley *et al.*, 2007; Menezes *et al.*, 2009; Bertagnolli, 2010; Sallo, 2012).

5.2 Comportamento dos Pellets

5.2.1 Inchamento Aparente

A Figura 26 ilustra o aspecto físico do *pellet* de bentonita após imersão em água deionizada, por meio da qual é possível observar inchamento da amostra. Ao tempo de 30 minutos, observou-se um inchamento quase completo, sem grande diferença em relação aos 60 minutos. Montes-h *et al.* (2003) relatam que o tempo necessário para o inchamento das partículas da argila é da ordem de minutos, geralmente inferior a 10 minutos. No entanto, para a bentonita comprimida na forma de *pellets*, é esperado que o tempo necessário para o inchamento seja superior ao tempo de inchamento de partículas pulverizadas.

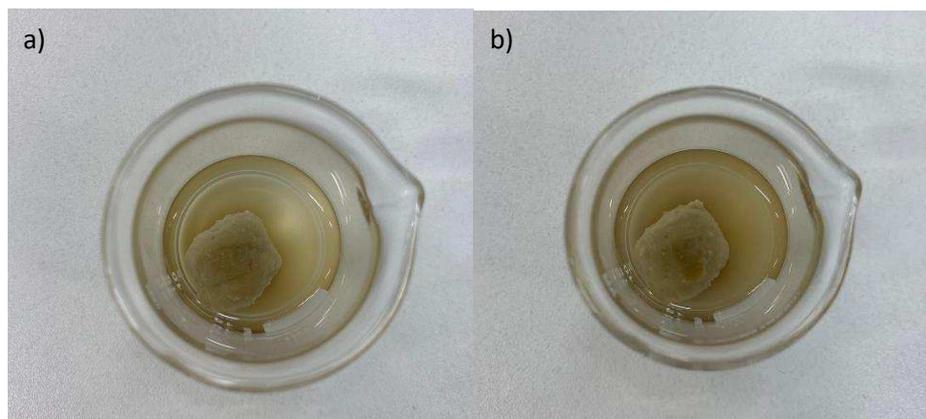


Figura 26 – Aspecto físico do *pellet* de bentonita após imersão em água deionizada por intervalos de tempo de (a) 30 minutos e (b) 60 minutos.

Para os compostos orgânicos (diesel e olefina), a imersão dos pellets resultou nos aspectos físicos registrados nas imagens apresentadas nas Figuras 27 e 28, respectivamente. Observa-se que os *pellets* permaneceram intactos, não havendo inchamento ou desintegração aparente para ambos os meios oleosos e nos diferentes tempos de imersão, o que é possível identificar devido a manutenção do aspecto límpido do composto orgânico.

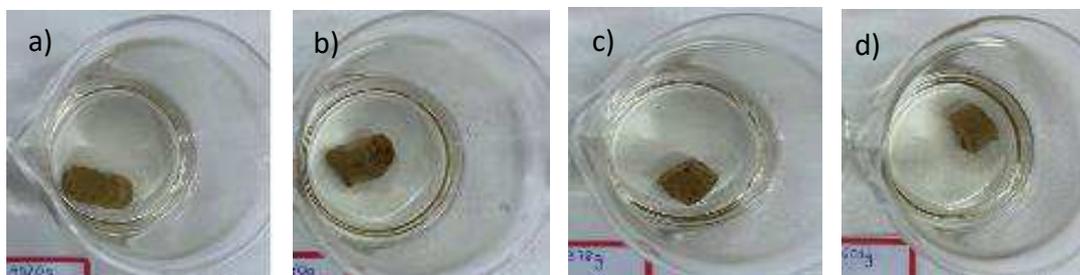


Figura 27 – Aspecto físico dos *pellets* de bentonita após imersão em diesel por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos.

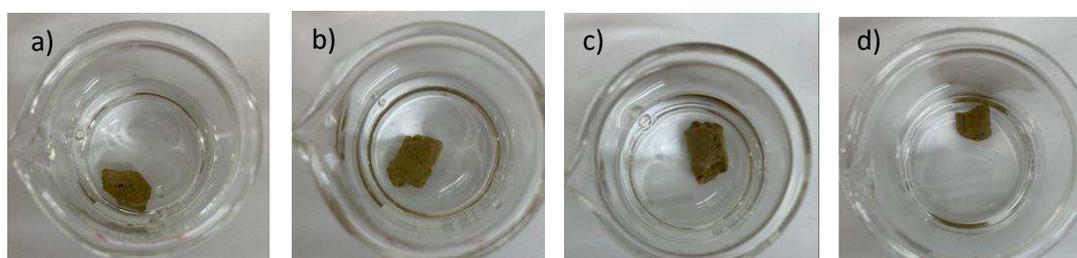


Figura 28 – Aspecto físico dos *pellets* de bentonita após imersão em olefina por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos.

As características físicas dos *pellets* que foram submersos em compostos orgânicos podem ser observadas com mais clareza nas imagens apresentadas na Figura 29. Essas imagens mostram a estrutura dos *pellets* após um intervalo de 120 minutos, quando o meio oleoso foi filtrado. É possível notar a total preservação do aspecto físico, indicando que o contato com o meio oleoso não causou danos aparentes.

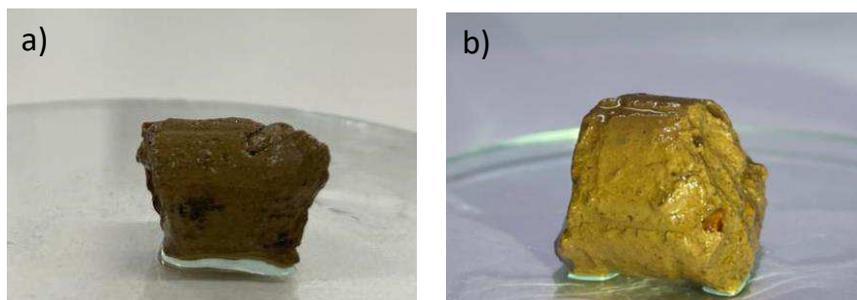


Figura 29 – Aspecto físico dos *pellets* de bentonita após imersão em diesel (a) e olefina (b) por 120 minutos.

De acordo com Ewis *et al.* (2022), os *pellets* de bentonita possuem uma superfície hidrofílica que se dispersa apenas em água e outras moléculas polares. No entanto, quando a bentonita entra em contato com meios oleosos, que possuem caráter apolar, não há interação. Isso significa que a bentonita não se mistura com substâncias oleosas e não ocorre inchamento prematuro dos *pellets* quando expostos a esse meio, conforme apontado por Lara e Salcedo (2016) e Sanchez-Martin *et al.* (2006). Esses autores explicam que a bentonita possui cátions trocáveis inorgânicos altamente hidratáveis apenas em meios aquosos, o que impede a interação com substâncias apolares. Além disso, estudos de Corrêa *et al.* (2017) mostram que a invasão de compostos orgânicos em corpos de prova de bentonita é limitada, sem a ocorrência de inchamento.

Apesar disso, as moléculas de óleo tendem a adsorver na sua superfície podendo formar uma camada ou filme que pode afetar a capacidade de inchamento dos *pellets*. No entanto, esse efeito depende de vários fatores, como a quantidade de óleo adsorvida, as propriedades da bentonita e do meio orgânico. Dessa forma, com o objetivo de investigar a formação de uma possível membrana na superfície dos *pellets* e seu efeito na hidratação, os *pellets* previamente imersos nos diferentes meios oleosos foram imersos em

15 mL de água deionizada e registrou-se seu aspecto e inchamento após 30 e 60 minutos. As Figuras 30 e 31 mostram os registros fotográficos das amostras previamente imersas em diesel, enquanto as Figuras 32 e 33 apresentam os registros fotográficos das amostras previamente imersas em olefina.

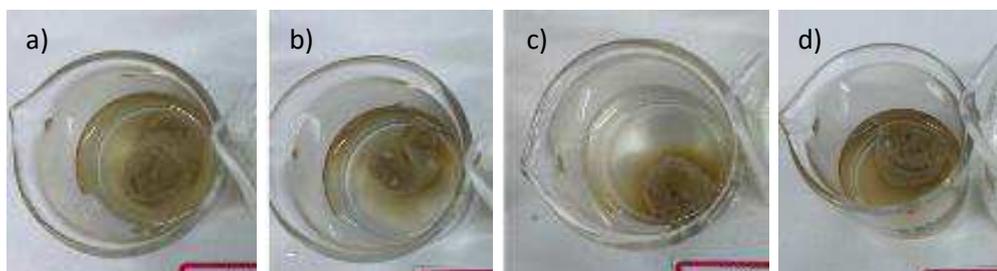


Figura 30 – Aspecto das amostras previamente imersas em diesel por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos, após 30 minutos imersas em água deionizada.

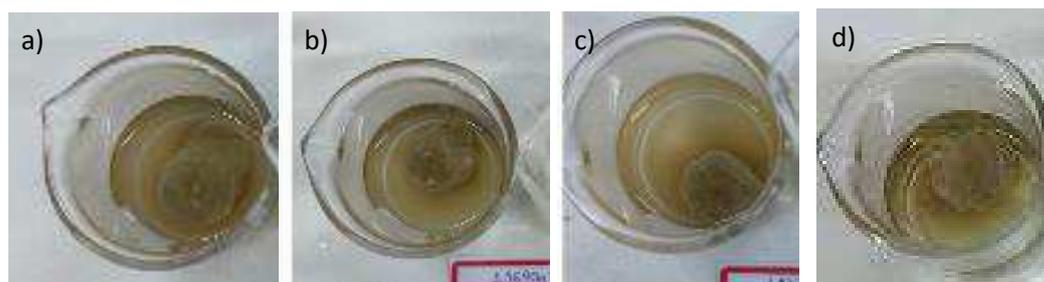


Figura 31 – Aspecto das amostras previamente imersas em diesel por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos, após 60 minutos imersas em água deionizada.

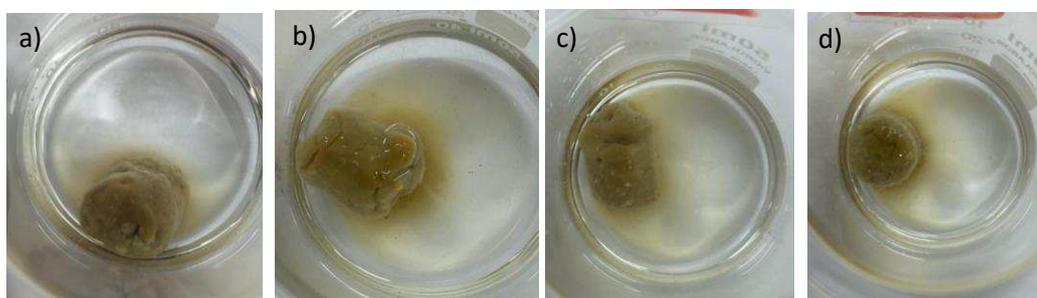


Figura 32 – Aspecto das amostras previamente imersas em olefina por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos, após 30 minutos imersas em água deionizada.

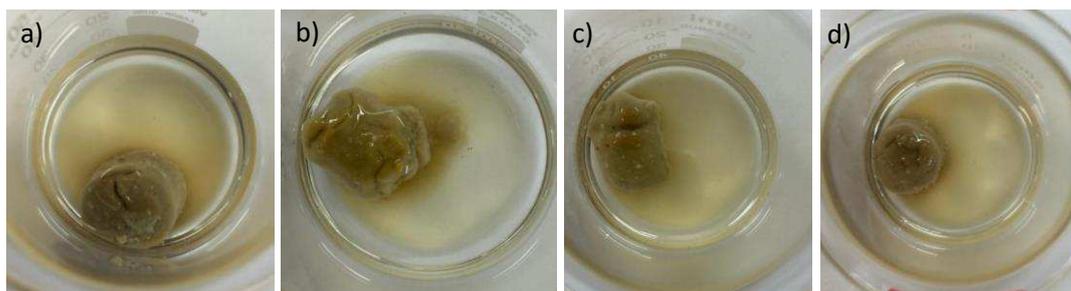


Figura 33 – Aspecto das amostras previamente imersas em olefina por intervalos de tempo de (a) 5 minutos, (b) 30 minutos, (c) 60 minutos e (d) 120 minutos, após 60 minutos imersas em água deionizada.

Foi constatado que não houve inibição aparente do seu inchamento. Conforme relatado por Díaz (1999) e Sharmasarkar, Jaynes e Vance (2000), a bentonita apresenta um alto grau de hidrofiliicidade, e tende a interagir fortemente com a água. Portanto, mesmo que ocorra a adsorção superficial de óleo na superfície do *pellet*, a tendência é que a água continue a ser adsorvida pela bentonita e que o inchamento ocorra normalmente. No entanto, é importante destacar que esses resultados foram aparentes e, para quantificá-los, foram realizados testes de inchamento linear.

5.2.2 Inchamento Linear

O ensaio de inchamento linear é um método de avaliação quantitativa do percentual de inchamento de um corpo de prova de argila em uma determinada solução ao longo do tempo (Savari, Whitfill e Kumar, 2012). Os resultados dos testes estão representados graficamente na Figura 34 a fim de quantificar a porcentagem de inchamento dos *pellets* em razão do tempo com a água deionizada, com os meios oleosos (diesel e olefina) e com a água deionizada após imersão prévia nos mesmos meios oleosos por 60 minutos.

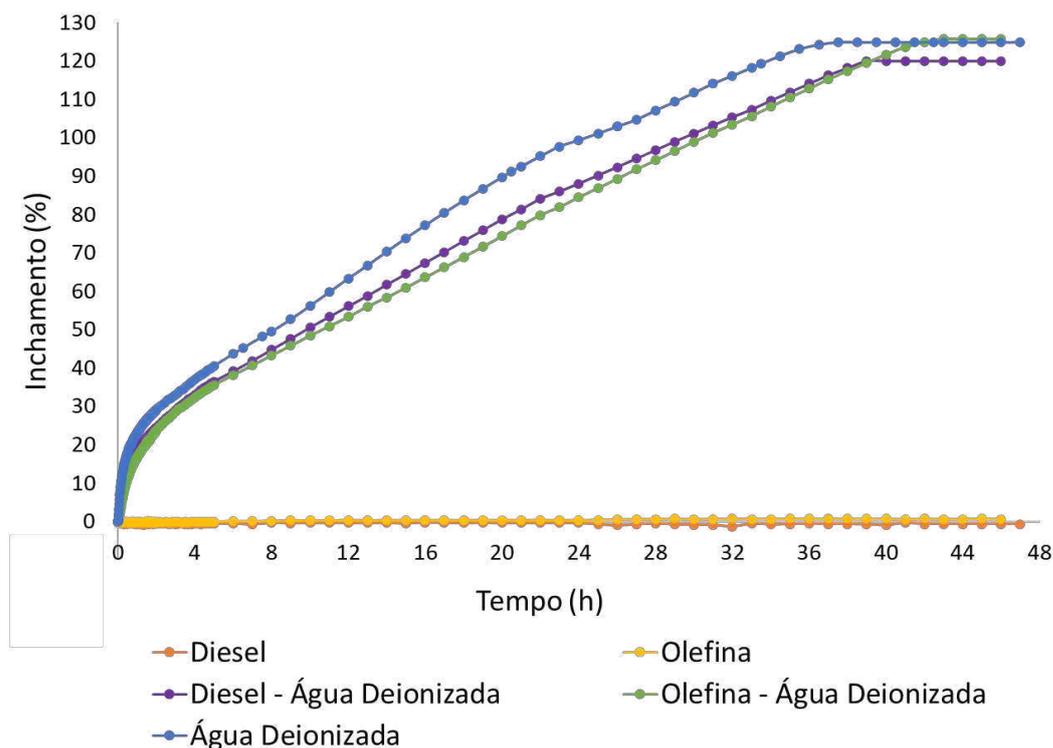


Figura 34 – Porcentagem de inchamento linear da amostra de *pellets* de bentonita em função do tempo de contato com água deionizada com meios oleosos (diesel e olefina) e água deionizada após imersão prévia nos meios oleosos durante 60 minutos.

A curva apresentou um aumento no volume dos *pellets* de bentonita de cerca de 125%. O aumento do volume devido ao inchamento das bentonitas é relatado em diversos trabalhos da literatura como Sridharan, Rao e Sivapullaiah (1986), Madsen e Müller-Vonmoos (1989) e Park e Seo (2011).

Nas primeiras 4 horas do teste foi observada a maior taxa de inchamento em função do tempo, devido à alta interação da bentonita com a água e, após cerca de 36h de teste, observou-se estabilização da curva de inchamento. Pivovarski *et al.* (2019) verificaram em seus estudos que o potencial de inchamento da bentonita é afetado pelo tempo de imersão na água. Assim, conforme o tempo de imersão aumenta, a taxa de inchamento medida diminui, indicando que a bentonita possui um limite de inchamento. Em outras palavras, nos instantes iniciais, quando os *pellets* absorvem pouca água, há um aumento volumétrico por unidade de tempo considerável, porém, esse aumento diminui exponencialmente com o decorrer do tempo, como observado na curva azul (Figura 34).

A avaliação do inchamento das argilas é um parâmetro crucial para analisar a interação entre o fluido de deslocamento e os *pellets* de bentonita. É importante destacar que essa interação deve ocorrer exclusivamente de forma hidromecânica, evitando qualquer tipo de interação química que possa levar ao inchamento precoce ou desintegração. Além disso, é relevante avaliar se há formação de uma membrana na superfície do *pellet* após o contato com os meios oleosos e se essa membrana pode inibir ou retardar sua hidratação.

Foi possível observar, a partir das curvas laranja e amarela, que não houve interação entre os *pellets* e os meios oleosos, diesel e a olefina, de forma que não foi observado inchamento linear. Assim como reportado na literatura (Díaz, 1999; Sharmasarkar, Jaynes e Vance, 2000), a falta de interação entre os *pellets* de bentonita e os meios oleosos pode ser atribuída às propriedades hidrofóbicas dos compostos oleosos e à alta hidrofilicidade da bentonita e de acordo com Lucena *et al.* (2015), a bentonita apresenta afinidade pela água devido à sua estrutura cristalina laminar, que permite a adsorção de moléculas de água entre suas camadas.

Como dito anteriormente, a presença de moléculas oleosas na superfície dos *pellets* pode levar à formação de uma membrana na superfície dos mesmos, dificultando a adsorção de água e retardando seu inchamento. No entanto, a formação dessa membrana não foi evidenciada, visto que a imersão prévia nos meios oleosos não impediu o inchamento da amostra, como indicado pelas curvas roxa e verde (Figura 34), que apresentam uma taxa de inchamento similar às amostras não imersas. No entanto, essas curvas apresentaram um leve atraso no tempo de inchamento em comparação com a curva azul, obtida para a amostra sem imersão prévia nos meios oleosos. Portanto, a presença de compostos oleosos na superfície dos *pellets* pode retardar ligeiramente o tempo de inchamento, mas não inibe o inchamento da amostra.

5.2.3 Expansão

A expansão da bentonita é um processo físico-químico que ocorre quando a argila entra em contato com a água. Esse processo aumenta o volume da bentonita, fazendo com que ela inche ou expanda (Luz e Oliveira,

2008). Os resultados de expansão dos *pellets* de bentonita obtidos para cada condição de ensaio estão dispostos na Tabela 6.

Tabela 6 – Resultados de expansão para cada condição de ensaio.

Meio de imersão prévia dos <i>pellets</i>	Meio aquoso	Medida do <i>gap</i> inicial (mm)	Medida do <i>gap</i> final (mm)	Varição do <i>gap</i> (expansão) (mm)
Nenhum	Água deionizada	11,13	15,92	4,79
Diesel	Água deionizada	11,10	16,43	5,33
Olefina	Água deionizada	11,13	16,46	5,33

De acordo com Alonso, Romero e Hoffmann (2011), as propriedades de inchamento de *pellets* de bentonita dependem principalmente de dois fenômenos simultâneos: a expansão dos *pellets* de bentonita após a hidratação e as interações entre estruturas de macro e micro poros. Com base nos resultados apresentados na Tabela 6, pôde-se observar que houve uma expansão volumétrica da amostra de *pellets* em todas as condições de ensaio. Essa expansão foi medida pelo *gap* final do molde em forma de coroa circular, evidenciando a hidratação dos *pellets*.

A amostra de *pellets* sem imersão prévia em meio oleoso e hidratada em água deionizada apresentou o menor valor de expansão, com 4,79 mm, enquanto as amostras com *pellets* previamente imersos nos meios oleosos (diesel e olefina) e hidratados em água deionizada apresentaram os maiores valores de expansão, com 5,33 mm.

É possível notar que a imersão nos meios oleosos não apresentou influência no seu inchamento total, como observado no tópico 5.2.2. Ao abrir os moldes em forma de coroa circular, em todos os casos, foi verificado que os *pellets* de bentonita dispostos no interior do equipamento incharam de modo a preencher completamente o espaço anular, conforme ilustrado na Figura 35.

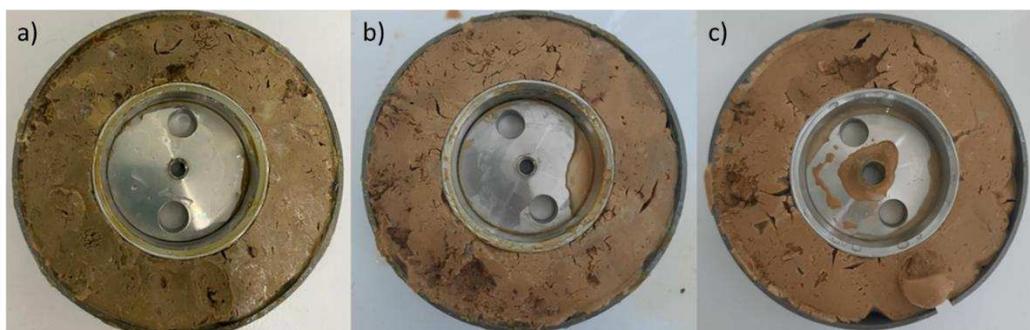


Figura 35 – Massa interna de *pellets* hidratados dentro do equipamento utilizado no ensaio: (a) hidratados em água deionizada; (b) previamente imersos em diesel e hidratados em água deionizada e (c) previamente imersos em olefina e hidratados em água deionizada.

Durante os ensaios com *pellets* sem imersão prévia em meios oleosos, observou-se que as massas de *pellets* hidratadas mantiveram sua integridade aparente durante o desmolde, como pode ser visto na Figura 36. No entanto, nos ensaios realizados com *pellets* previamente imersos em meios oleosos, a massa de *pellets* hidratada apresentou uma integridade aparente inferior às observadas na condição anterior. Em particular, a amostra na qual os *pellets* foram previamente imersos em olefina apresentou uma integridade aparente consideravelmente menor, como pode ser observado na Figura 37.



Figura 36 – Massa de *pellets* sem imersão prévia após hidratação em água deionizada.



Figura 37 – Massa de *pellets* com imersão prévia nos meios oleosos (a) diesel e (b) olefina, após hidratação em água deionizada.

5.2.4 Integridade Física

Com base nos resultados apresentados anteriormente, verificou-se que a imersão dos *pellets* em meios oleosos (diesel e olefina) demonstraram preservação física aparente. Entretanto, para avaliar e quantificar a integridade dos *pellets* em condições dinâmicas, semelhantes às condições turbulentas encontradas durante o transporte para o interior do poço, foram realizados ensaios de dispersibilidade ou taxa de desintegração de folhelhos com base na norma ISO 10416 (*International Organization for Standardization*, 2008). Ao analisar a Figura 38, é possível notar que a quantidade de material que passou pela peneira e foi considerado como parte dos *pellets* desintegrados foi mínima, contendo apenas partículas pulverizadas, sugerindo preservação dos *pellets*.

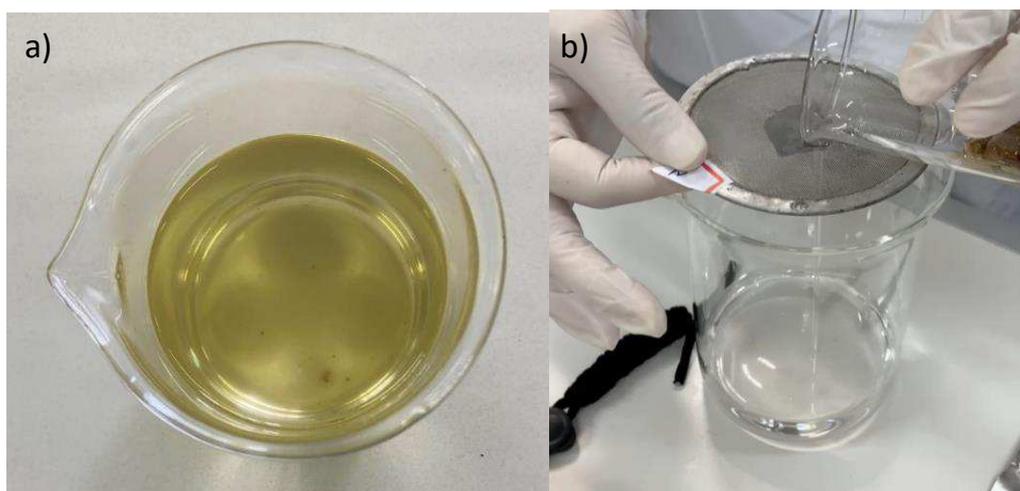


Figura 38 – Aspecto do (a) óleo diesel e (b) olefina após a filtração dos *pellets*.

A Tabela 7 apresenta a massa inicial dos *pellets*, a massa residual obtida ao final do ensaio (massa final), e a taxa de desintegração para cada um dos meios analisados obtida por meio da Equação 3.

Tabela 7 – Taxa de desintegração física dos *pellets*.

Meio fluido	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Taxa de desintegração (%)
Diesel	20,00	17,98	10,1
Olefina	20,00	17,72	11,4

A taxa de desintegração calculada para o diesel e a olefina foi de 10,1% e 11,4%, respectivamente, o que é mais elevado do que o esperado, considerando a limpidez dos líquidos durante os ensaios, sem indícios visíveis de fragmentos de *pellets*. Para uma melhor compreensão dos resultados, foram realizados testes adicionais para determinar a perda média de umidade dos *pellets* nas mesmas condições do ensaio. Além disso, foram realizadas medições específicas da interação entre os *pellets* e os líquidos, com imersão dos *pellets* nos meios por 2 horas antes de submetê-los ao ensaio de dispersibilidade, excluindo a perda de massa resultante da desintegração dos *pellets*. As Tabelas 8 e 9 apresentam os resultados obtidos nesses testes adicionais.

Tabela 8 – Perda média de umidade dos *pellets* após secagem a 60 °C por 24 horas.

Massa inicial (g)	Massa final (g)	Perda de umidade (%)
20,00	17,22	13,9%

Tabela 9 – Variação da massa dos *pellets* após imersão em meio líquido por 2h e secagem a 60 °C por 24 horas.

Meio fluido	Massa inicial (g)	Massa após imersão no meio líquido (g)	Massa final (g)	Variação de massa (%)
Diesel	20,00	20,71	17,86	- 10,7
Olefina	20,00	20,45	17,55	-12,25

Os resultados obtidos indicam que a perda média de umidade dos *pellets*, calculada em 13,9%, está próxima da taxa de desintegração obtida para o diesel e a olefina, que foram de 10,1% e 11,4%, respectivamente, durante os ensaios realizados em condições dinâmicas. Além disso, a variação de massa obtida ao imergir os *pellets* no diesel e olefina por 2 horas, antes do ensaio de dispersibilidade, representa uma perda similar à obtida nos demais ensaios, calculada em 10,7% e 12,25%, respectivamente. Dessa forma, a taxa de desintegração sugere a remoção da água aderida fisicamente nas arestas e superfícies externas dos *pellets*, sem comprometer sua coesão física, o que foi observado visualmente durante o ensaio.

Apesar da temperatura de secagem dos *pellets* (60°C) ser inferior à temperatura de ebulição da água, a perda de umidade verificada é consistente com o resultado do ensaio termogravimétrico apresentado no tópico 5.1.3. Além disso, Xie *et al.* (2001) e Bertuoli *et al.* (2014), identificaram transições térmicas na montmorilonita, principal componente das bentonitas, associadas à eliminação de água adsorvida em temperaturas inferiores a 100°C.

É possível observar ainda que, tanto para o ensaio de dispersibilidade, quanto para o ensaio em que houve a imersão nos meios oleosos de forma estática, a massa perdida é sensivelmente inferior ao valor total de perda de umidade, apresentados nas Tabelas 8 e 9. Esse comportamento está provavelmente relacionado à disposição dos meios oleosos na superfície dos

pellets, ainda que em pequena quantidade, dado o pequeno aumento de massa registrado após sua imersão, conforme apresentado na Tabela 9. Esse resultado demonstra que, embora a afinidade entre os meios oleosos e os *pellets* não seja expressiva, a presença desse meio orgânico pode formar uma barreira física capaz de dificultar, ainda que de forma pouco significativa, a eliminação das moléculas de água durante a secagem.

Assim, os valores da desintegração física, apresentados na Tabela 7, devem ser corrigidos, sendo acrescido o ganho de massa resultante das interações *pellet*-líquido, de modo que a taxa de desintegração física real obtida para a interação entre os *pellets* de bentonita e os meios oleosos seja de aproximadamente 0%.

A Tabela 10 apresenta os valores corrigidos de desintegração física dos *pellets* de bentonita, considerando exclusivamente a perda de integridade estrutural proporcionada pelo contato com os meios, com base nas observações durante a realização do ensaio e na interpretação dos resultados obtidos para os ensaios adicionais que resultaram no reconhecimento da umidade das amostras e das interações líquidas existentes.

Tabela 10 – Variação da massa dos *pellets* após imersão em meio líquido por 2h e secagem a 60 °C por 24 horas.

Meio fluido	Taxa de desintegração corrigida (%)
Diesel	- 0,6
Olefina	- 0,85

Os resultados corrigidos evidenciam que não houve desintegração quantitativa dos *pellets*, o que está em consonância com o aspecto visual, em que não foram observadas partículas desintegradas. Ademais, o valor negativo obtido para a taxa de desintegração sugere que a massa da amostra imersa nos meios oleosos, após secagem em estufa, foi maior do que a massa inicial da amostra sem imersão, também após secagem em estufa. Esse aumento de massa é atribuído à fina camada oleosa aderida na superfície dos *pellets*. Como a bentonita é hidrofílica e não há interação química entre os *pellets* e os meios oleosos, infere-se, portanto, que ocorra somente a adsorção física desses à superfície dos *pellets*.

5.3 Comportamento dos Plugues Hidraulicamente Sólidos

5.3.1 Obtenção dos Plugues

Para avaliar o uso dos *pellets* de bentonita como material selante, foram obtidos plugues a partir da hidratação desses. A Figura 39 apresenta o registro fotográfico de um plugue após o desmolde.



Figura 39 – Plugue desmoldado formado por *pellets* de bentonita.

Para a realização dos ensaios mecânicos de resistência à compressão e aderência, foi adotada a técnica de corte manual do plugue em partes com dimensões aproximadas de 35 mm de diâmetro e 15 mm de altura, para a obtenção dos corpos de prova. Contudo, durante o processo de obtenção das amostras, foi constatada a presença de impurezas, como fragmentos de rochas (conforme ilustrado na Figura 40), o que afetou negativamente a integridade do plugue, dificultando e até mesmo impossibilitando, em alguns casos, a obtenção dos corpos de prova. Dessa forma, a heterogeneidade dos *pellets* e a presença de impurezas no material de estudo foram fatores limitantes para a realização dos ensaios mecânicos.



Figura 40 – Impurezas presentes nos plugues.

Para os plugues formados com *pellets* previamente imersos em olefina não foi possível a obtenção das amostras, devido à fragilidade do plugue, conforme apresentado na Figura 41.



Figura 41 – Plugues formados com *pellets* previamente imersos em olefina (a) ao desmoldar e (b) fragmentos após o desmolde.

A fragilidade do plugue provavelmente deve-se à molhabilidade dos meios oleosos com a bentonita, o que possivelmente favoreceu a formação de uma película oleosa em torno das partículas de argila. Essa película está relacionada com a adsorção do material ao meio orgânico, que por sua vez está relacionada com a viscosidade da fase oleosa (Glazacheva, Uspenskaya, e Strelnikova, 2015). Costa (2019) realizou o ensaio de molhabilidade pelo método da gota séssil em uma argila bentonítica e constatou-a molhável por olefina, o mesmo comportamento é esperado da argila bentonítica estudada nesse trabalho. Devido à viscosidade da olefina ser menor que a do diesel, a fração oleosa é mais facilmente adsorvida pelo material, prejudicando a coesão das partículas e impossibilitando o preparo dos corpos de prova para os ensaios mecânicos.

5.3.1.1 Resistência dos Plugues a Fluidos da Formação

Para avaliar a resistência dos plugues a fluidos da formação, inicialmente foi verificada a interação dos *pellets* imersos na água de formação. Para todas as amostras de água de formação constatou-se a desintegração completa do *pellet*, o que conseqüentemente inibiu o seu inchamento. As imagens registradas dos *pellets* desintegrados após 3 minutos de imersão em cada água de formação sintética estão ilustradas na Figura 42.

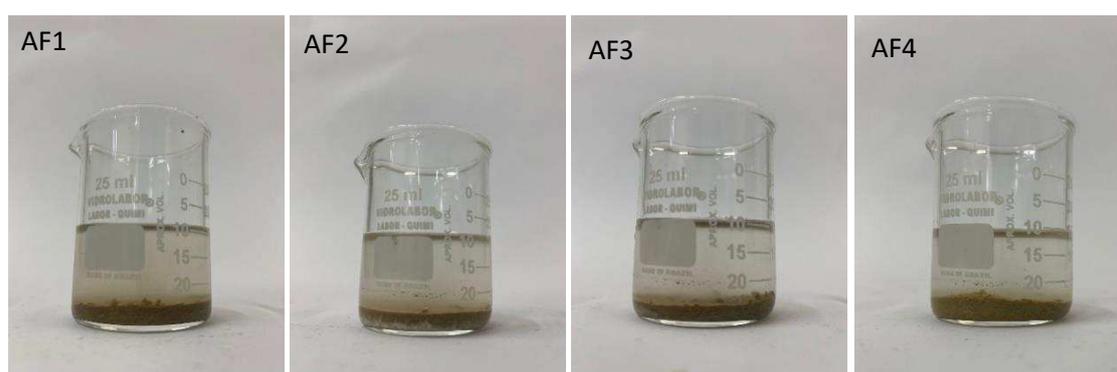


Figura 42 – Aspecto dos *pellets* completamente desintegrados após 3 minutos de imersão nas águas de formação sintéticas AF1, AF2, AF3 e AF4.

Os *pellets* de bentonita desintegraram rapidamente quando em contato com a água de formação sintética devido à alta salinidade da água. Como

relatado por McBride (1994), a alta concentração de sais na água faz com que os íons presentes na solução interajam com as partículas da bentonita, levando a uma diminuição na coesão do material e, conseqüentemente, à sua desintegração.

De acordo com Komine, Yasuhara e Murakami (2009), quando os *pellets* de bentonita entram em contato com a água de formação, os cátions presentes podem se infiltrar facilmente nas camadas minerais de montmorilonita, que aumentam de volume. Essas camadas podem expandir até a sua quebra, uma vez que ele perde sua coesão inicial e se desintegra em partículas menores. Esse processo é acelerado pela alta salinidade da água de formação, que interfere na estrutura da bentonita e aumenta a velocidade de expansão e desintegração do *pellet*.

Após avaliação da interação dos *pellets* com as águas de formação, foram formados plugues hidráulicamente sólidos e, em seguida, esses plugues foram imersos nas águas de formação. O aspecto visual da base dos plugues e de cada água de formação antes e após a imersão encontra-se ilustrado nas Figuras 43 e 44, respectivamente.

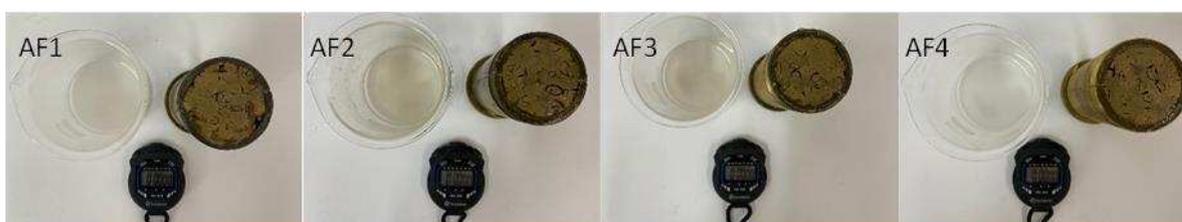


Figura 43 – Aspecto das águas de formação e da base dos plugues antes da imersão.



Figura 44 – Aspecto das águas de formação e da base dos plugues após a imersão.

Após a imersão dos plugues, verificou-se que as águas contendo as maiores salinidades (AF2 e AF3) apresentaram maior quantidade aparente de

partículas argilosas, enquanto as amostras com menores salinidades (AF1 e AF4) apresentaram aspecto mais límpido. É provável que esse comportamento seja dado pela ação desintegrante que os meios salinos causam sobre os *pellets* de bentonita. Para os plugues imersos em águas com maior salinidade, essa degradação ocorre de forma mais acentuada, como observado nos estudos de Xu *et al.* (2020) e Towler, Hywel-Ewans e Firouzi (2020). No entanto, as bases dos plugues não apresentaram alterações aparentes.

Ao realizar o desmolde dos plugues, foi observado que, apesar de ter sido verificada a presença de partículas no meio aquoso, a integridade aparente do plugue foi mantida, apresentando aspecto semelhante ao do plugue obtido sem a imersão em águas de formação sintéticas. O aspecto destes plugues após o desmolde está apresentado na Figura 45. Embora a base dos plugues terem apresentado um aspecto mais úmido, em decorrência do contato direto com o meio aquoso, foi possível a confecção dos corpos de prova utilizados para realizar os ensaios mecânicos.



Figura 45 – Aspecto dos plugues desmoldados, após imersão em cada água de formação.

Embora os *pellets* secos tenham se desintegrado por completo em contato com meios salinos das águas de formação sintéticas (conforme mostrado na Figura 42), os *pellets* hidratados mantiveram sua integridade aparente nessas condições. Esse comportamento é explicado pela grande área superficial dos *pellets* unitários de bentonita, que aumenta sua exposição ao meio em que são imersos. Além disso, os *pellets* não possuem a mesma coesividade que os plugues, tornando-os mais suscetíveis à desintegração em contato com água salina. Entretanto, quando os *pellets* são agrupados e

hidratados formando um plugue, a interação entre as partículas é mais intensa e a coesão do material é maior, o que impede a penetração da água de formação e, conseqüentemente, minimiza a desintegração do plugue. Por essa razão, os plugues são capazes de manter sua estrutura e resistência mesmo em contato com água salina.

Ainda em relação a observação dos plugues em contato com as águas de formação sintéticas, foi verificado um aumento na abertura entre as placas curvadas do molde metálico. Esse comportamento se repetiu para todas as águas de formação e está apresentado na Figura 46.



Figura 46 – Aumento da abertura entre as placas curvadas do molde metálico em virtude do inchamento da seção da base do plugue imerso na AF3.

Para os plugues formados com *pellets* previamente imersos por 1h em meios oleosos, o aumento da abertura entre as placas do molde foi ainda mais considerável. O volume absorvido das águas de formação sintética para cada condição de plugue formado foi quantificado e está apresentado na Tabela 11.

Tabela 11 – Volume absorvido das águas de formação sintéticas pelos plugues hidráulicamente sólidos formados a partir de *pellets* com e sem imersão prévia nos meios oleosos.

Meio de imersão prévia dos <i>pellets</i>	Volume absorvido AF1 (mL)	Volume absorvido AF2 (mL)	Volume absorvido AF3 (mL)	Volume absorvido AF4(mL)
Nenhum	3,5	4,5	4,0	3,5
Olefina	5,0	5,5	6,5	4,0
Diesel	5,0	5,5	6,0	4,0

Foi observado que estes plugues absorveram uma parcela da água de formação durante a imersão e acredita-se que o volume de água absorvido pelo plugue é influenciado pela composição da água de formação e pela coesividade do plugue em si. O volume absorvido pelos plugues formados por *pellets* previamente imersos em meios oleosos foi ligeiramente maior quando comparado aos plugues formados sem imersão prévia. Além disso, observou-se também que houve maior absorção dos plugues para as águas mais salinas (AF2 e AF3) quando comparados as águas menos salinas (AF1 e AF4).

Ao realizar o desmolde dos plugues formados com *pellets* previamente imersos em meios oleosos e imersos nas águas de formação (Tabela 11), verificou-se, para os quatro casos, que estes apresentaram resistência aparente expressivamente inferior com relação ao plugue formado nas mesmas condições, mas sem imersão em águas de formação antes do desmolde.

A menor resistência resultante do contato com a água de formação ficou ainda mais evidente ao tentar confeccionar os corpos de prova para os ensaios mecânicos do plugue formado por *pellets* previamente imersos em diesel, uma vez que ao tentar realizar os cortes das seções do plugue, este se desfazia facilmente, conforme registrado na Figura 47.



Figura 47 – Plugues formados por *pellets* previamente imersos em diesel, após imersão nas águas de formação sintéticas desintegrados ao tentar confeccionar os corpos de prova para os ensaios mecânicos.

O contato com a água de formação e o plugue formado por *pellets* previamente imersos em diesel resultou em desintegração, possivelmente, devido à infiltração da água de formação sintética, que apresenta alta salinidade, no interior do plugue. Esse plugue muito provavelmente possui uma coesividade menor, o que favoreceu a penetração da água salina e prejudicou a sua integridade física. Devido a isso, não foi possível quantificar a resistência à compressão e aderência dessa condição do plugue por causa das limitações no preparo da amostra para o ensaio, que é realizada de forma manual.

Na Figura 41 foi observada também a baixa resistência aparente do plugue formado por *pellets* previamente imersos em olefina, de modo que sequer foi possível realizar o desmoldo sem que houvesse desintegração desse. O mesmo comportamento se repetiu para essa condição de plugue quando imerso nas águas de formação, não sendo possível confeccionar os corpos de prova.

5.3.1.2 Resistência à Compressão

O material selante utilizado para o abandono de poços precisa apresentar propriedades mecânicas adequadas para suportar as cargas que serão aplicadas sobre ele. A fim de avaliar a resistência à compressão dos plugues, os testes foram conduzidos sob diferentes condições: para o plugue base (formado por *pellets* sem imersão prévia), para o plugue diesel (formado

por *pellets* previamente imersos em diesel) e para os plugues imersos nas águas de formação sintéticas, denominados como Plugue AF1, Plugue AF2, Plugue AF3 e Plugue AF4.

Embora os resultados de resistência à compressão geralmente sejam reportados em termos de tensão em função da deformação, neste estudo, devido à dificuldade de obter corpos de prova com superfícies uniformes, como mencionado no tópico 5.3.1, os resultados de resistência à compressão foram expressos em termos de força em função da altura do corpo de prova. A Figura 48 apresenta as médias das curvas obtidas nos ensaios realizados para cada condição.

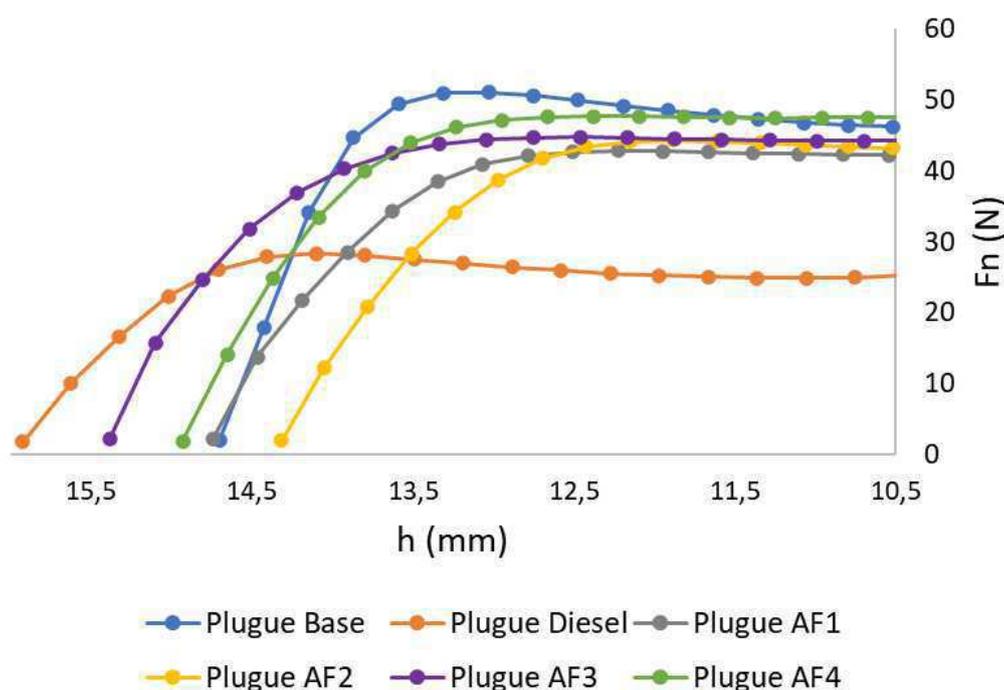


Figura 48 – Média das curvas da força normal em função da altura do corpo de prova para diferentes condições dos plugues durante o ensaio de resistência à compressão.

Os resultados dos ensaios de resistência à compressão mostraram que a resistência do material foi afetada pelas diferentes condições testadas. Observou-se que o plugue base apresentou a maior resistência à compressão, com uma resistência média de 51,1N. Por outro lado, o plugue diesel apresentou a menor resistência, com uma média de 28,4N, correspondente a uma resistência cerca de 44% menor em comparação com o plugue base. Isto pode ser explicado pela diminuição da coesividade desse plugue causada pelo

contato com o diesel. Entretanto, essa redução não parece ser tão significativa, uma vez que não inviabiliza o emprego da bentonita para fins de barreiras selantes em poços de petróleo *offshore*, visto que os *pellets* podem ser deslocados por meio do diesel e, em seguida, formar um plugue hidraulicamente sólido. Além disso, a tensão externa atuante no preparo da amostra, no momento do desmolde do plugue, possivelmente contribuiu para a redução da resistência. No entanto, nas condições de poço, essa tensão não é observada, o que pode resultar em uma maior resistência do plugue em condições operacionais, mesmo com a imersão prévia dos *pellets* em diesel.

De acordo com Towler, Hywel-Ewans e Firouzi (2020), a investigação do efeito da salinidade na resistência dos plugues é de grande importância, pois é provável que a condição salina da água subterrânea seja encontrada em poços de óleo e gás depletados. Os resultados da resistência à compressão dos plugues imersos nas águas de formação sintéticas indicaram uma ligeira queda, no intervalo de 5 a 15% nos parâmetros de resistência quando comparados ao plugue base. Segundo Ye *et al.* (2014), isso pode ser atribuído à salinidade da água de formação, pois o aumento da concentração salina resulta na redução da expansão e da pressão de expansão em macro escala, o que pode comprometer a integridade física do plugue (McBride, 1994; Towler, Hywel-Ewans e Firouzi, 2020). Dessa forma, a salinidade da água de formação pode afetar a resistência do plugue, ainda que de forma sutil, diminuindo sua resistência. Embora os *pellets* individuais se desintegrem quando em contato com a água salina, a estrutura do plugue é mantida pela força de coesão entre as partículas de bentonita, o que resulta na sua resistência.

Durante o processo de preparo da amostra e desmolde do plugue, as partículas de argila são submetidas a diversas forças que podem afetar suas interações elétricas e químicas, impactando diretamente em sua resistência. De acordo com Mitchell (1993), a magnitude da tensão aplicada pode gerar variações no espaço entre as partículas e em sua orientação, criando um desequilíbrio nas forças elétricas presentes no material.

De acordo com Santamarina (2003), os parâmetros que determinam a resistência da argila são complexos e envolvem várias interações, tais como as elétricas e químicas entre as partículas e o mecanismo de atuação das tensões de contato interpartículas. Segundo Lambe e Whitmann (1969), quando as

partículas se encontram próximas, a tensão de contato é maior, tornando o tampão mais denso e resistente. No entanto, Mitchell (1993) aponta que as interações elétricas também são influenciadas pelas tensões externas, assim como pela orientação das partículas e pelas características do fluido em contato. Todos esses fatores podem afetar significativamente os parâmetros de resistência do plugue.

5.3.1.3 Aderência

Para que o selamento do poço abandonado seja eficaz, o plugue de bentonita deve aderir às paredes do revestimento, impedindo o fluxo na interface entre o plugue e o revestimento e permanecendo na posição e profundidade desejadas. Por isso, compreender o comportamento adesivo desse elemento é de extrema importância. Assim como para os ensaios de resistência à compressão, esses testes foram conduzidos sob diferentes condições: para o plugue base, para o plugue diesel e para os plugues imersos nas águas de formação sintéticas produzidas, plugue AF1, plugue AF2, plugue AF3 e plugue AF4. A Figura 49 representa as médias das curvas obtidas nos ensaios realizados para cada condição.

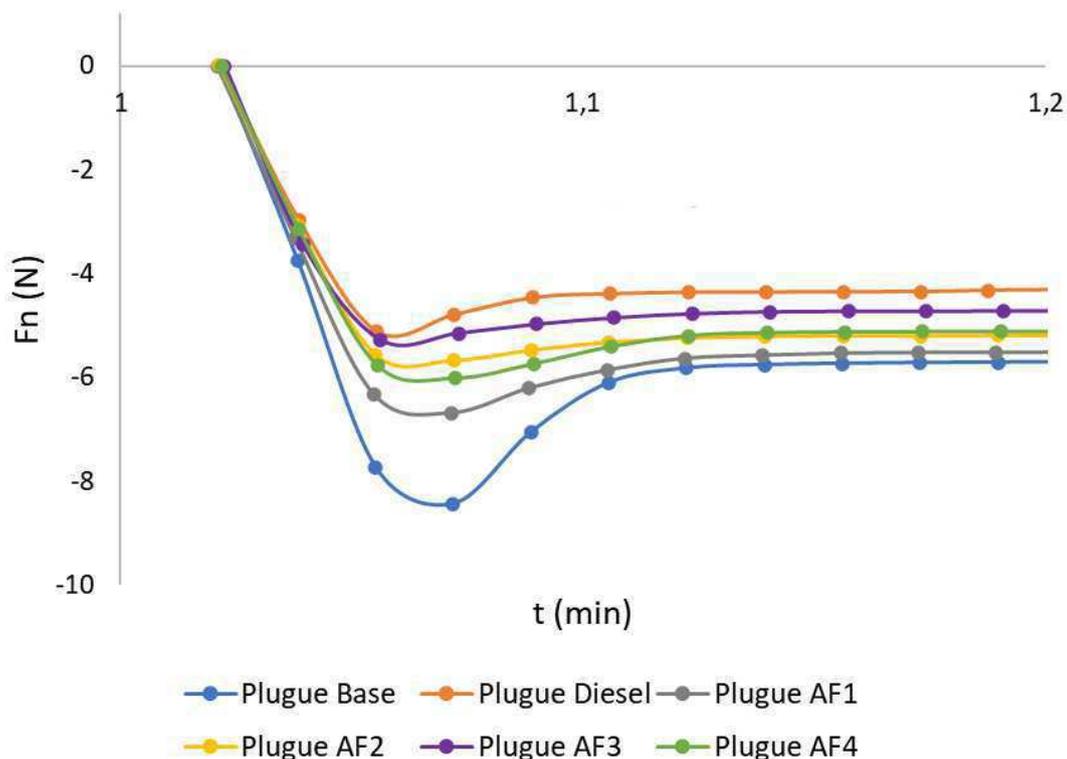


Figura 49 – Média das curvas da força normal em função do tempo para diferentes condições dos plugues durante o ensaio de adesão.

De acordo com as normas ASTM D2979-01 (*American Society for Testing and Material*, 2001) e ASTM D3121-06 (*American Society for Testing and Material*, 2006), a aderência é definida como a propriedade que permite que um adesivo forme uma ligação de força mensurável com a superfície de outro material em contato breve e sob alta pressão. Assim como os resultados obtidos para os ensaios de resistência à compressão, os resultados de aderência mostraram que a força e energia de aderência foram influenciadas pelas diferentes condições testadas.

Segundo Ducatti (1993) e Monteiro (2002), a resistência mecânica de um material é um dos principais fatores que influenciam a energia de aderência, especialmente na interface aço-plugue. Barbosa (1998) também realizou estudos que evidenciaram o aumento da resistência de aderência com o aumento da resistência à compressão. De forma geral, quanto maior a resistência mecânica, maior será a capacidade de suportar esforços de aderência. Portanto, a resistência mecânica do material é crucial para garantir uma aderência forte e segura.

O plugue diesel apresentou uma aderência significativamente menor (38%) em relação ao plugue base, o que pode ser atribuído à diminuição da coesividade do material do plugue diesel devido ao contato com o meio oleoso. Isso reforça os resultados obtidos no ensaio de resistência à compressão no tópico 5.3.1.2. A aderência dos plugues em contato com as águas de formação sintéticas também foi afetada pela salinidade das águas. Os plugues em contato com as águas mais salinas apresentaram menor aderência em comparação aos em contato com as águas menos salinas. A aderência dos plugues em contato com as águas mais salinas AF2 e AF3 foi cerca de 33% e 37% menor, respectivamente, em relação ao plugue base, enquanto a aderência dos plugues em contato com as águas menos salinas AF1 e AF4 foi cerca de 20% e 28% menor, respectivamente. Os resultados dos ensaios de resistência à compressão e de aderência apresentaram correlação entre si, indicando que as propriedades mecânicas dessas amostras estão diretamente relacionadas.

Para entender os resultados, é importante considerar as propriedades dos materiais utilizados nos plugues e como elas afetam a aderência. De acordo com Cortez (2019), aderência é influenciada por fatores como coesão e adesão. A coesão é a força que mantém as moléculas do material juntas, enquanto a adesão é a força que mantém as moléculas do material em contato com a superfície do substrato. No caso dos plugues, o contato com fluidos apolares, como o diesel, pode reduzir a coesão do material, tornando-o mais suscetível ao descolamento. Além disso, a presença de fluidos polares ou íons na água de formação pode afetar a adesão, devido às interações químicas entre o material do plugue e o líquido.

6. Conclusões

Com o objetivo principal de avaliar o desempenho de elementos de barreira alternativos, obtidos a partir de *pellets* de bentonita, visando a integridade futura de poços de petróleo *offshore*, pôde-se concluir que:

- A argila estudada é composta mineralogicamente por esmectita, caulinita, illita e quartzo. Além disso, possui CTC e AE adequadas, indicando que é uma bentonita sódica;
- Os estudos de ativação de *pellets* evidenciaram que a água deionizada é o meio aquoso no qual é possível produzir plugues hidráulicamente sólidos;
- Os meios salinos demonstraram total comprometimento da integridade física dos *pellets*, o que os impossibilita de serem utilizados como fluidos de deslocamento;
- Dentre os meios orgânicos avaliados (diesel e olefina), o diesel foi o que apresentou comportamento adequado para ser empregado como fluido de deslocamento, visto que preserva a integridade física dos *pellets*, bem como permite o seu inchamento em água e, conseqüente, desenvolvimento de plugues hidráulicamente sólidos com resistência satisfatória;
- Os plugues formados por *pellets* previamente imersos em diesel apresentam resistência à compressão e aderência inferiores aos plugues formados por *pellets* sem imersão prévia; e
- Os plugues formados por *pellets* sem imersão prévia, quando em contato com as águas de formação, têm sua integridade aparente, resistência à compressão e aderência comprometidas, contudo, em menor proporção quando comparados aos plugues formados por *pellets* previamente imersos em diesel.

Dessa forma, com o desenvolvimento deste trabalho ficou evidenciado que plugues hidráulicamente sólidos podem ser obtidos a partir de *pellets* de bentonita, bem como que o diesel pode ser empregado como fluido de deslocamento no abandono de poços *offshore*.

7. Sugestões para Trabalhos Futuros

Visando contribuir para pesquisas futuras que permitam a continuação do presente trabalho, sugerem-se os seguintes pontos:

- Avaliar o desempenho dos plugues em diferentes condições de temperatura e pressão, simulando situações de poços de petróleo e gás;
- Estudar a permeabilidade dos plugues a diferentes pressões para avaliar a capacidade dos plugues a resistir ao fluxo de fluidos;
- Avaliar as propriedades do plugue na presença de diferentes tipos de fluidos, tais como água, óleo, gás e fluidos de fraturamento, para determinar a sua capacidade de manter a integridade do poço sob diferentes condições operacionais;
- Investigar a influência da salinidade e pH das águas de formação na efetividade dos plugues de bentonita;
- Avaliar as propriedades mecânicas dos plugues em condições de envelhecimento, para entender melhor como a eficácia dos plugues pode mudar com o tempo e como é possível prolongar sua vida útil;
- Estudar as propriedades mecânicas dos plugues a diferentes tempos de exposição a fluidos da formação;
- Investigar o uso de aditivos na formação dos plugues visando melhorar as suas propriedades.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACHANG, M.; YANYAO, L.; RADONJIC, M. A review of past, present, and future technologies for permanent plugging and abandonment of wellbores and restoration of subsurface geologic barriers. **Environmental Engineering Science**, v. 37, n. 6, p. 395-408, 2020.

Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis - ANP. **Resolução ANP n.º 27**, de 18 de outubro de 2006.

Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis - ANP. **Resolução ANP n.º 25**, de 6 de março de 2002.

Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis - ANP. **Resolução ANP n.º 46**, de 7 de novembro de 2016

ALBARRAN, N.; DEGUELDRE, C.; MISSANA, T.; ALONSO, U.; GARCÍA-GUTIÉRREZ, M.; LÓPEZ, T. Size distribution analysis of colloid generated from compacted bentonite in low ionic strength aqueous solutions. **Applied Clay Science**. v. 95, pp. 284-293, 2014.

ALONSO, E. E.; ROMERO, E.; HOFFMANN, C. Hydromechanical behaviour of compacted granular expansive mixtures: experimental and constitutive study. **Géotechnique**, v. 61, n. 4, p. 329-344, 2011.

AMORIM, L. V.; VIANA, J. D.; FARIAS, V. L.; BARBOSA, M. U. R.; FERREIRA H. C. Estudo comparativo entre variedades de argilas bentoníticas de Boa Vista, Paraíba. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 11, n. 1, p. 30-40, 2006.

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE SPECIFICATIONS, API 10B-5. **Recommended Practice on Determination of Shrinkage and Expansion of Well Cement Formulations at Atmospheric Pressure**, 2004.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL. **ASTM D2979-01**. Standard Test Method for Pressure-Sensitive Tack of Adhesives Using an Inverted Probe Machine. U.S, 2001.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL. **ASTM D3121-06**. Standard Test Method for Tack of Pressure-Sensitive Adhesives by Rolling Ball. U.S., 2006.

ANDERSON, R.L.; RATCLIFFE, I.; GREENWELL, H.C.; WILLIAMS, P.A., CLIFFE, S.; COVENEY, P.V. Clay swelling a challenge in the oilfield. **Earth-Science Reviews**, v. 98, n. 3-4, p. 201-216, 2010.

ARTHUR, J.; HOCHHEISER, H. Plugging and Abandonment of Oil and Gas Wells. **Working Document of the NPC North American Resource Development Study**. National petroleum Council, 2016.

BARBOSA, M.P. **Uma contribuição experimental e numérica sobre estruturas de concreto armado de elevado desempenho: estudo da aderência ancoragem e do comportamento de vigas fletidas**. Tese (Livre-docência) Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista, 1998.

BASMENJ, A.K.; MIRJAVAN, A.; GHAFOORI, M.; CHESHOMI, A. Assessment of the adhesion potential of kaolinite and montmorillonite using a pull-out test device. **Bulletin of Engineering Geology and the Environment**, Springer, v. 76, n. 4, p. 1507–1519, 2017.

BELL, S.T.; OPITZ, L.A.; SUNDSTROM, E.; TAYLOR, J.F. **Plugging Wells with Hydrated Bentonite, Part 3: Further Lab Results**. University of Wyoming Unpublished Senior Design report, 2009.

BERGAYA, F.; LAGALY, G. Handbook of Clay Science: **Developments in Clay Science**. vol. 1, 1st edition, Elsevier, Amsterdam, 2006.

BERTUOLI, P.T.; Pizza, D.; Scienza, L.C.; Zattera, A.J. Preparation and characterization of montmorillonite modified with 3-aminopropyltriethoxysilane. **Applied Clay Science**, v. 87, p. 46-51, 2014.

BERTAGNOLLI, C. **Preparo e caracterização de argilas organofílicas para remoção de derivados do petróleo**. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Campinas, 2010.

BRINDLEY, G.W., Structural Mineralogy of Clays, **Clays and Clays Technology Bulletin** 169, 53, 1955.

BERTUOLI, P. T., PIAZZA, D., SCIENZA, L. C., & ZATTERA, A. J. Preparation and characterization of montmorillonite modified with 3-aminopropyltriethoxysilane. **Applied Clay Science**, v. 87, p. 46-51, 2014.

BIAN, X.; CUI, Y.; LI, X. Voids effect on the swelling behaviour of compacted bentonite. **Géotechnique**, v. 69, n. 7, p. 593-605, 2019.

BRITO, A.N.S.L. **Desempenho do Solo-Cimento com Incorporação de Bentonita**. Universidade Federal da Paraíba. 2018.

BUCHER, F.; MÜLLER-VONMOOS, M. Bentonite as a containment barrier for the disposal of highly radioactive wastes. **Applied Clay Science**, 4 (2): 157–177, 1989.

BULL, A. S.; LOVE, M. S. Worldwide oil and gas platform decommissioning: A review of practices and reefing options. **Ocean and Coastal Management**. V.168, p. 274-306. 2018.

BURBAUM, U.; SASS, I. Physics of adhesion of soils to solid surfaces. **Bulletin of Engineering Geology and the Environment**, Springer, v. 76, n. 3, p. 1097–1105, 2017.

CAGLAR, B., AFSIN, B., TABAK, A., EREN, E. Characterization of the cation-exchanged bentonites by XRPD, ATR, DTA/TG analyses and BET measurement. **Chemical Engineering Journal**, v. 149, p. 242-248, 2009.

CALLEGARO, R. **Obtenção e caracterização de argila organofílica a partir de Bentonita brasileira**. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2017.

CAPUTO, J. D. **Radical hermeneutics: Repetition, deconstruction, and the hermeneutic project**. Indiana University Press, 1988.

CHEN, T. J.; SANTOS, P. S.; FERREIRA, H. C.; CALIL, S. F.; ZANDONADI, A. R.; CAMPOS, L. V. Determinação da capacidade de troca de cátions e da área específica de algumas argilas e caulins cerâmicos brasileiros pelo azul de metileno e sua correlação com algumas propriedades tecnológicas. **Cerâmica**, v. 20, n. 79, p. 322-323, 1974.

CHEN, Y.; DONG, X.; ZHANG, X.; YE, W.; CUI, Y. Combined thermal and saline effects on the swelling pressure of densely compacted GMZ bentonite. **Applied Clay Science**, v. 166, p. 318-326, 2018.

CHO, J. W.; PAUL, D. R. Nylon 6 nanocomposites by melt compounding. **Polymer**, v. 42, n. 3, p. 1083-1094, 2001.

CLARK, J.; SALSBURY, B. Well Abandonment Using Highly Compressed Sodium Bentonite-An Australian Case Study. **Exploration and Production Environmental Conference**. OnePetro, 2003.

CORTEZ, R. W. de M. **Estudo da influência da energia superficial de substratos automotivos na adesão de colas e adesivos**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) - Centro de

Tecnologia, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2019.

COSTA, W. R. P. **Análise do Impacto da Adição de Sólidos às Propriedades de Emulsões Olefinicas Usadas em Fluidos de Perfuração.** Dissertação (Mestrado em Exploração Petrolífera e Mineral). Waleska Rodrigues Pontes da Costa. – UFCG/PPGEPM: Programa de Pós-Graduação em Exploração Petrolífera e Mineral. Campina Grande, p. 102, 2019.

CORRÊA, C.C., Cruz, G.F., Vaz Jr, A.S.L., Araújo, B.S.A., Silva, A.A., Rodrigues, R.A., Lomba, R.F.T., & Waldmann, A.T. A. Avaliação do potencial uso de bioglicerina como base para formulação de fluidos de perfuração aquosos para poços de petróleo e gás. **Química Nova**, v. 40, p. 378-387, 2017.

DANA, J. D. Cristalografia. **Manual de mineralogia. Tradução: Rui Ribeiro Franco. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora, 1983.**

DANIEL, D. E.; KOERNER, R. M. **Waste containment facilities: guidance for construction, quality assurance and quality control of liner and cover system.** ASCE, New York, 354 p. 1995.

DARLEY, H. C. H.; GRAY, G. R. **Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids**, Fifth Edition, Gulf Publishing Company, Houston, Texas, 1988.

DELGADO, F. Descomissionamento - Aspectos Socioeconômicos por trás das atividades de descomissionamento: Lições aprendidas do outro lado do Atlântico. **Cadernos FGV Energia**, 2022.

DÍAZ, F. R. V. Obtenção de argilas organofílicas partindo-se de argila esmectítica e sal quaternário de amônio ARQUAD 2HT-75. **43º Congresso Brasileiro de Cerâmica.** Florianópolis, 1999.

DUCATTI, V. A. **Concreto de Elevado Desempenho: Estudo da Aderência com a Armadura**. São Paulo Tese (Doutorado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 1993.

ENERGIA, F.G.V. Descomissionamento offshore no Brasil: oportunidades, desafios & soluções. **Cadernos FGV Energia**, 2021.

ENGLEHARDT, J.; WILSON, M.J.; WOODY, F. New abandonment technology new materials and placement techniques. **Exploration and Production Environmental Conference**. OnePetro, 2001.

ELLWANGER, K.; NASCIMENTO E.A.; MOHAMMADIS.F.; GALGOUL, N.S. "Regulations and Cost Estimation for the Decommissioning of a Sample Fixed Offshore Platform in Brazil". **International Journal of Civil & Enviromental Engineering**.Vol.16 No:05, 2016.

EWIS, D.; MAHMUD, N.; BENAMOR, A.; BA-ABBAD, M. M.; NASSER, M. & EL-NAAS, M. Enhanced Removal of Diesel Oil Using New Magnetic Bentonite-Based Adsorbents Combined with Different Carbon Sources. **Water, Air, & Soil Pollution**, v. 233, n. 6, p. 195, 2022.

FARIAS, B.B.; ALMEIDA, D.D.M.; OLIVEIRA, A.G.S.; BARROS, W.O.; LAGE, M.C.S.M. **Análise elementar por FRX de cerâmicas arqueológicas do litoral piauiense**. 59º Congresso Brasileiro de Química. 2017.

FONSECA, C.G.; DE CARVALHO, G.S.G.; WYPYCH, F.; DINIZ, R.; LEITÃO, A.A.; Na⁺ as a probe to structural investigation of dehydrated smectites using NMR spectra calculated by DFT. **Applied Clay Science**, v. 126, p. 132-140, 2016.

FUENKAJORN, K., DAEMEN, J.J. Sealing of boreholes in rock: An overview. In: **2nd North American Rock Mechanics Symposium**. American Rock Mechanics Association, 1996.

FURTADO, R.; BERNABÉ, P.A.; LOUREIRO, A.B.A. Descomissionamento offshore no Brasil. **Revista TN Petróleo**. 2018.

GLAZACHEVA, E. N.; USPENSKAYA, M. V.; STRELNIKOVA, I. E. Bentonite acrylic copolymers modified as effective oil absorbents. **WIT Transactions on Ecology and the Environment**, v. 196, p. 529-535, 2015.

HEDLEY, C.B.; YUAN, G.; THENG, B.K.G. Thermal analysis of montmorillonites modified with quaternary phosphonium and ammonium surfactants. **Applied Clay Science**, v. 35, pp. 180-188, 2007.

HOFFMANN JAUGE, C. A. **Caracterización hidromecánica de mezclas de pellets de bentonita. Estudio experimental y constitutivo**. Universitat Politècnica de Catalunya, 2005.

HOLL, H.; SCHEUERMANN, A. Characterisation of geomechanical properties of bentonite clay used for plug and abandonment operations of coal seam gas wells. **Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering**, v. 6, n. 2, p. 218-234, 2018.

Instituto Brasileiro de Petróleo, Gás e Biocombustíveis - IBP. **Diretrizes para Abandono de Poços**, 1ª edição. 2017.

JAMES, M.C. Using coarse ground bentonite to plug abandoned holes. **Water Well Journal**, v. 50, n. 6, p. 44- 47, 1996

KAHR, G.; MADSEN, F.T., Determination of the cation exchange capacity and the surface area of bentonite, illite and kaolinite by methylene blue adsorption. **Applied Clay Science**, v. 9, p. 327-336, 1995.

KALE, R.C.; RAVI, K. A review on the impact of thermal history on compacted bentonite in the context of nuclear waste management. **Environmental Technology & Innovation**, v. 23, p. 101728, 2021.

KELM, C.H.; FAUL, R.R. Well Abandonment - A Best Practices Approach Can Reduce Environmental Risk. In: **SPE Asia Pacific Oil and Gas Conference and Exhibition**. OnePetro, 1999.

KHALIFEH, M.; SAASEN, A. Types of Permanent Plugging Materials. In: **Introduction to Permanent Plug and Abandonment of Wells**. Springer, Cham, p. 97-136, 2020.

KOMINE, H.; YASUHARA, K.; MURAKAMI, S. Swelling characteristics of bentonites in artificial seawater. **Canadian Geotechnical Journal**, v. 46, n. 2, p. 177-189, 2009.

LACERDA, E.H.C. **Modificação de argila bentonita com pentóxido de nióbio para remediação de efluentes têxteis**. Tese de Doutorado. Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2020.

LAMBE, T.W.E WHITMAN, R.V. **Soil Mechanics**. Wiley e Sons, New York, 548 p, 1969.

LARA, S.C.; SALCEDO, F. Gelatinization and retrogradation phenomena in starch/montmorillonite nanocomposites plasticized with different glycerol/water ratios. **Carbohydrate Polymers**, v. 151, p. 206-212, 2016.

LUCENA, D.V.; AMORIM, L.V.; LIRA, H.L. Formações Reativas relacionadas à Indústria do Petróleo: Uma Breve Revisão da Literatura. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 10, n. 2, p. 50-55, 2015.

LUKIANCHUKI, J.A. **Influência do teor de bentonita na condutividade hidráulica e na resistência ao cisalhamento de um solo arenoso utilizado**

como barreira impermeabilizante. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo, 2007.

LUMMUS, J.L.; AZAR, J.J. **Drilling Fluids Optimization: A Practical Field Approach**, Oklahoma, PennWell Publishing Company, Tulsa, 1986.

LUZ, A.B.; OLIVEIRA, C.H. Rochas & minerais industriais. Argila – bentonita. **Centro de Tecnologia Mineral- CETEM-MCT**, 2008.

MADEJOVÁ, J.; BUJDÁK, J.; PETIT, S.; KOMADEL, P.; **Clay Minerals**, v. 35, n. 5, p. 739-751. 2000

MADSEN, F.T.; MÜLLER-VONMOOS, M. The swelling behaviour of clays. **Applied Clay Science**, Elsevier, v. 4, n. 2, p. 143–156, 1989.

MARKIT, I.H.S. Decommissioning of Aging Offshore Oil and Gas Facilities Increasing Significantly, with Annual Spending Rising to \$13 Billion by 2040. **Acessado em: <https://news.ihsmarkit.com/press-release/energy-power-media/decommissioning-aging-offshore-oil-and-gas-facilities-increasing-si>**, 2016.

MARSHALL, J.S.; LI, S. **Adhesive particle flow**. [S. l.]: Cambridge University Press, 2014.

MARTINS, C. F. O Descomissionamento de estruturas de produção offshore no Brasil. **Pós-graduação em Engenharia Ambiental da Universidade Federal do Espírito Santo**, 2015.

MCBRIDE, M. **Environmental Chemistry of Soils**. Oxford University Press, New York. 1994.

MENEZES, R.R.; SOUTO, P.M.; SANTANA, L.N.L.; NEVES, G.A.; KIMINAMI, R.H.G.A.; FERREIRA, H.C. Argilas Bentoníticas de Cubati, Paraíba, Brasil: Caracterização Física-Mineralógica. **Cerâmica**, v. 55, p. 163-169, 2009.

MITCHELL, J.K.; SOGA, K. **Fundamentals of Soil Behavior**, John Wiley&Sons. **Inc., New York**, v. 422, 1993.

MIURA, K. **Um Estudo sobre a Segurança Operacional na Construção e Reparo de Poços Marítimos de Petróleo**. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Petróleo). Universidade Estadual de Campinas, 2004.

MONTEIRO, P. **Cement Portland**. Berkeley: University of California, 39p, 2002.

MONTES-H, G.; DUPLAY, J.; MARTINEZ, L.; MENDOZA, C. Swelling–shrinkage kinetics of MX80 bentonite. **Applied Clay Science**, Elsevier, v. 22, n. 6, p. 279–293, 2003.

MOORE, D. M.; ROBERT C. R. **X-ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals**. Oxford University Press (OUP), 1989.

MORANDINI, T. L. C. **Solos tropicais e bentonita: análise geotécnica de misturas com ênfase na abordagem coloidal**. Programa de Pós-Graduação em Geotecnia. Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2014.

NORRFORS, K.K.; BOUBY, M.; HECK, S.; FINCK, N.; MARSAC, R.; SCHÄFER, T.; GECKEIS, H.; WOLD, S. Montmorillonite colloids: I. Characterization and stability of dispersion with different size fractions. **Applied Clay Science**. v. 114, pp. 179-189, 2015.

NORSOK Standard, **D-010: Drilling & Well Operations**. Rev. 2, Oslo, Norway, Norwegian Technology Standards Institution, 55p, 1998.

ODOM, I. Smectite clay minerals: properties and uses. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences**, The Royal Society London, v. 311, n. 1517, p. 391–409, 1984.

OGDEN, F. L., RUFF, J. F., Strength of bentonite water-well annulus seals in confined aquifers. **Journal of Irrigation and Drainage Engineering**, v. 119, n. 2, p. 242-250, 1993.

Oil & Gas UK 2016. **Decommissioning Insight Report 2016**. Disponível em: <https://oilandgasuk.co.uk/wp-content/uploads/2016/11/DecommissioningInsight-2016-Oil-Gas-UK.pdf>.

PAIVA, L.B.; MORALES, A.R.; DÍAZ, F.R.V. Argilas organofílicas: características, metodologias de preparação, compostos de intercalação e técnicas de caracterização. **Cerâmica**, v. 54, p. 213-226, 2008.

PARK, S.J.; SEO, M.K. **Interface science and composites**. Academic Press, v. 18. 2011.

PEREIRA, E. Fluido de Perfuração – O Uso de Inibidores de Argilas como Solução de Problemas em Sondagens. **Revista Águas Subterrâneas**. 2001.

PETROBRAS. **Bentonita em Grânulos (Pellets) para Operações de Abandono em Poço**. Especificação Técnica N° ET-3000.00-1210-010-PPQ-009, 2019.

PETROBRAS. COMISSÃO DE NORMAS TÉCNICAS, PETRÓLEO BRASILEIRO S.A., **N1860: Segurança nas Operações Simultâneas em Plataformas**. Rio de Janeiro, 1998.

Petroleum and Natural Gas Industries Field Testing of Drilling Fluids - ISO 10416. **Recommended Practice for Laboratory Testing of Drilling Fluids**, 2008.

PIVOVARSKI, R. G.; DAROZ, V.; LUGARINI, A.; FRANCO, A. T.; LOUREIRO, S.; WALDMANN, A. T. A.; MARTINS, A. L. **Testes de Hidratação Estáticos e Dinâmicos de Pellets de Bentonita para P&A**. Encontro Nacional de

Construção de Poços de Petróleo e Gás – ENAHPE, 74. Agosto, Serra Negra, São Paulo, Brasil, 2019.

PIVOVARSKI, R. G. **Numerical study on the use of bentonite pellets as primary material for oil and gas wells decommissioning**. Master's Degree Dissertation – Postgraduate Program in Mechanical and Materials Engineering of the Federal University of Technology of Paraná, 2022.

RODRIGUES, A. O.; RÔMULO, S.; PAZ, S. Cationic differentiation of bentonites by infrared: a study of the hydration effects of exchangeable cations. **Química Nova**, v. 44, p. 272-277, 2021.

ROMETSCH, R.; ISSLER, H. Status of the high-level nuclear waste disposal program in Switzerland. **HighLevel Nuclear Waste Disposal**, ed. H.C Burkholder, Chap. 91-99. Battelle Press, Columbus, OH, 1985.

RUIVO, F. M.; MOROOKA, C. K. Decommissioning Offshore Production Facilities. **Engineering Technology Conference on Energy**. p. 467-474, 2002.

SALLO, F. S. **Mecanismos de remoção de metais pesados em argila bentonita**. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Maringá, 2012.

SANCHEZ-MARTIN, M.J.; RODRIGUEZ-CRUZ, M.S.; ANDRADES, M.S. & SANCHES-CAMAZANO, M. Efficiency of different clay minerals modified with a cationic surfactant in the adsorption of pesticides: influence of clay type and pesticide hydrophobicity. **Applied Clay Science**, v. 31, n. 3-4, p. 216-228, 2006.

SANTAMARINA, J. C. Soil behavior at the microscale: particle forces. **Soil behavior and soft ground construction**, p. 25-56, 2003.

SAVARI, S.; WHITFILL, D. L.; KUMAR, A. Resilient lost circulation material (LCM): A significant factor in effective wellbore strengthening. **SPE deepwater drilling and completions conference**. OnePetro, 2012.

SELLIN, P.; LEUPIN, O. X. The use of clay as an engineered barrier in radioactive- waste management – a review. **Clays and Clay Minerals**, v. 61, n. 6, 477–498, 2013.

SHARMASARKAR, S.; JAYNES, W. F.; VANCE, G. F. BTEX sorption by montmorillonite organo-clays: TMPA, ADAM, HDTMA. **Water, Air, and Soil Pollution**, v. 119, 2000.

SILVA, A.R.V.; FERREIRA, H.C. Argilas bentoníticas: conceitos, estruturas, propriedades, usos industriais, reservas, produção e produtores/fornecedores nacionais e internacionais. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 3, n. 2, p. 26-35, 2008.

SILVA, D.L.; SILVA, A.R.V.; FERREIRA, H.C. Estudo da adsorção de tensoativos orgânicos em argilas bentoníticas. **Cerâmica**, v. 62, pp. 294-304, 2016.

SILVA, R. S. L.; MAINIER, F. B. Descomissionamento de sistemas de produção offshore de petróleo. **IX Congresso Nacional de Excelência em Gestão-Rio de Janeiro. Resumos**. 2008.

SHIRAZI, S.M.; WIWAT, S.; KAZAMA, H.; KUWANO, J.; SHAABAN, M.G. Salinity effect on swelling characteristics of compacted bentonite. **Environment Protection Engineering**, v. 37, pp. 65-74, 2011.

SMITH, J.A.; JAFF, P.R.; CHLOU, C.T. Effect of ten quaternary ammonium cations on tetrachloromethane sorption to clay from water. **Environment Science & Technology**, v. 24, p. 1167-1172, 1990.

SOARES, L.N. **Abandono de Poços: Levantamento de Práticas Mundiais e Recomendações para o Cenário Brasileiro**. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2017.

SOUZA SANTOS, P. **Ciência e Tecnologia de Argilas**, vol. 1, Segunda Edição. São Paulo: Editora Edgard Blücher LTDA. São Paulo, 1989

STOKES, A.W. Decommissioning costs can Be reduced. In: Offshore Technology Conference. **Offshore Technology Conference**. One Petro, 2014.

SRIDHARAN, A.; RAO, A. S.; SIVAPULLAIAH, P. V. Swelling pressure of clays. **Geotechnical Testing Journal**, ASTM International, v. 9, n. 1, p. 24–33, 1986.

SUN, D.; ZHANG, L.; LI, J.; ZHANG, B. Evaluation and prediction of the swelling pressures of GMZ bentonites saturated with saline solution. **Applied Clay Science**, v. 105, p. 207-216, 2015.

SUZUKI, S.; SOMCHAI, P.; ICHIKAWA, Y.; CHAE, B.G. In situ observations of the swelling of bentonite aggregates in NaCl solution. **Applied Clay Science**, v. 29, pp. 89–98, 2005.

TOWLER, B.F.; EHLERS, G.C. Friction factors for hydrated bentonite plugs. **SPE Rocky Mountain Regional Meeting**. One Petro, 1997.

TOWLER, B.F.; VICTOROV, H.; ZAMFIR, G.; GNAT, P. Plugging Wells with Hydrated Bentonite, Part 2: Bentonite Bars. **SPE Annual Technical Conference and Exhibition**. One Petro, 2008.

TOWLER, B.F.; FIROUZI, M.; MORTEZAPOUR, A.; HYWEL-EVANS, P.D. Plugging CSG wells with bentonite: Review and preliminary lab results. **SPE Asia Pacific Unconventional Resources Conference and Exhibition**. One Petro, 2015.

TOWLER, B.F.; FIROUZI, M.; HOLL, H.G., GANDHI, R., & THOMAS, A. Field trials of plugging oil and gas wells with hydrated bentonite. **SPE Asia Pacific Oil & Gas Conference and Exhibition**. One Petro, 2016.

TOWLER, B.F.; HYWEL-EVANS, D.; FIROUZI, M. Failure modes for hydrated bentonite plugs used in well decommissioning operations. **Applied Clay Science**, v. 184, p. 105385, 2020.

TVEIT, H.E. **Evaluation of Bentonite as an Alternative Sealing Material in Oil and Gas Wells**. Dissertação de Mestrado. Institutt for petroleumsteknologi og anvendt geofysikk, 2012.

YE, W.M.; ZHENG, Z.J.; CHEN, B.; CHEN, Y.G.; CUI, Y.J.; WANG, J. Effects of pH and temperature on the swelling pressure and hydraulic conductivity of compacted GMZ01 bentonite. **Applied Clay Science**. v. 101, pp. 192-198, 2014.

XIE, W.; GAO, Z.; PAN, W. P.; HUNTER, D.; SINGH, A. & VAIA, R. Thermal degradation chemistry of alkyl quaternary ammonium montmorillonite. **Chemistry of Materials**, v. 13, n. 9, p. 2979-2990, 2001.

XU, Z; PAN, D.; SUN, Y.; WU, W. Stability of GMZ bentonite colloids: Aggregation kinetic and reversibility study Z. **Applied Clay Science**. v.161, pp. 436-443, 2018.

XU, Z.; SUN, Y.; NIU, Z.; WEI, X.; CHEN, X.; PAN, D.; WU, W. Kinetic determination of sedimentation for GMZ bentonite colloids in aqueous solution: Effect of pH, temperature and electrolyte concentration. **Applied Clay Science**. v. 184, pp. 105393, 2020.

WHEATON, J. **Experiments in subsurface applications of bentonite in Montana**. Montana Bureau of Mines, 1994.

ZHANG, F.; YE, W.; CHEN, Y.; CHEN, B.; CUI, Y. Influences of salt solution concentration and vertical stress during saturation on the volume change behavior of compacted GMZ01 bentonite. **Engineering Geology**, v. 207, p. 48-55, 2016.

ZOSEL, A. Adhesion and tack of polymers: Influence of mechanical properties and surface tensions. **Colloid and Polymer Science**. v. 263, pp. 541-553, 1985.