



# 2º CONGRESSO BRASILEIRO DE P&D EM PETRÓLEO & GÁS

## CARACTERIZAÇÃO INTEGRADA DE UM FOLHELHO DA COLÔMBIA

Claudio Rabe<sup>1</sup>, Sérgio A. B. da Fontoura<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Doutorando, Depart. de Eng. Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rua Marquês de São Vicente 225, Gávea, Rio de Janeiro, rabe@civ.puc-rio.br

<sup>2</sup> Professor Associado, Depart. de Eng. Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rua Marquês de São Vicente 225, Gávea, Rio de Janeiro, fontoura@civ.puc-rio.br

**Resumo** – A instabilidade de poços pode causar sérios problemas durante as operações de perfuração e completção, levando a incidentes que aumentam o tempo de perfuração e os custos de perfuração. Estes problemas tendem a ser mais severos em formações de folhelhos, que são mais suscetíveis devido a mecanismos adicionais de instabilidade que surgem quando os mesmos interagem com os fluidos de perfuração.

Para um maior entendimento dos fenômenos de interação entre a rocha e o fluido de perfuração é necessário, primeiramente, que se tenha uma descrição completa destas rochas, tanto do ponto de vista de seus constituintes individuais quanto da sua microestrutura. O presente artigo descreve uma metodologia integrada para caracterizar um folhelho do ponto de vista de engenharia. Um folhelho oriundo de uma bacia sedimentar terrestre da Colômbia foi usado no presente trabalho.

A metodologia proposta inclui a realização de ensaios de laboratório para caracterizar os constituintes individuais do folhelho, isto é, partículas sólidas e fluido dos poros, e para descrever a microestrutura da rocha. O artigo sugere que outros elementos, além dos argilominerais, devem ser também analisados para se estimar o potencial de reatividade de folhelhos. O resultados dos ensaios indicam que o folhelho estudado apresenta baixo potencial de reatividade quando em contato com fluidos de perfuração base água.

Palavras-Chave: ensaios de laboratório; folhelhos; caracterização integrada.

**Abstract** – Wellbore instability issues can cause serious problems in drilling and completion operations, leading to lost time incidents and increased well costs. These problems tend to be most severe in shale formations, which are also susceptible to additional destabilizing mechanisms when they interact with drilling fluids.

In order to understand the complex elements of such an interaction, it is necessary a complete description of shales including both its individual constituents and its microstructure. This paper describes an integrated methodology to characterize shales from an engineering point of view. Shale from onshore sedimentary basin of Colombia was used throughout the study.

The proposed methodology includes laboratory tests designed to characterize the rock individual constituents, i.e., solid particles and pore fluid, and to describe the rock microstructure. The paper suggests that other elements besides simply the characteristics of the clay minerals should be considered when evaluating the potential of reactivity of shales. The test results indicated a low potential of reactivity when in contact with water drilling fluids.

Keywords: laboratory tests, shales, integrated characterization.

## 1. Introdução

Folhelhos são rochas sedimentares argilosas comumente encontradas durante a perfuração de poços de óleo e gás, representando mais de 75% das formações perfuradas e sendo responsáveis por grande parte dos problemas de instabilidade de poços de petróleo.

Os primeiros estudos sobre os folhelhos propunham modelos, em que, a partir de classificações, se pudesse entender os problemas de interação mecânica (Steiger e Leung, 1992) e físico-química (Bol, 1996; Rabe e da Fontoura 2002a) entre o folhelho e o fluido de perfuração. Entretanto, apesar da grande soma de recursos investidos nestes estudos, muitos dos resultados são de difícil interpretação e comparações entre estes resultados são dificultadas pela falta de um procedimento padrão aceito pela comunidade técnico-científica para descrever os folhelhos.

A descrição dos constituintes individuais dos folhelhos e suas relações com algumas das características dos folhelhos têm sido objeto de estudos na última década, em particular junto à indústria do petróleo (Perez, 1997; da Fontoura et al., 2002a). Dentre as características dos constituintes individuais podemos citar a distribuição granulométrica das partículas, mineralogia e capacidade de troca catiônica dos argilominerais.

Além dos constituintes individuais, o arranjo estrutural dos folhelhos desempenha um papel importante no comportamento destas rochas. Este arranjo estrutural possui um caráter geométrico, que descreve a forma como os grãos estão uns em relação aos outros e o espaço poroso entre eles, e um caráter físico, que descreve as forças que mantêm as partículas unidas. Em particular, o espaço poroso é de grande importância para definir o transporte de massa através destas rochas tanto pelas dimensões dos poros como pela superfície específica dos canais definidos pelos poros.

O objetivo do presente artigo é descrever os ensaios que podem ser utilizados para caracterizar folhelhos do ponto de vista da engenharia de perfuração (da Fontoura et al., 2002a; Rabe e da Fontoura, 2002b). Neste trabalho serão apresentados os ensaios de caracterização de folhelhos propostos tendo como base o postulado que trata o folhelho como um sistema que, para ser descrito, necessita da definição dos componentes individuais e das propriedades da microestrutura destas rochas.

## 2. Descrição dos Constituintes Individuais do Folhelho

A caracterização dos constituintes individuais do folhelho de interesse para um entendimento sobre o tipo de rocha é obtida através das seguintes propriedades-índices: análise granulométrica, composição mineralógica, capacidade de troca catiônica, índices físicos, pH, atividade química, além dos teores de matéria orgânica, carbonatos e sulfatos.

As amostras do folhelho ensaiado foram retiradas de poços perfurados na plataforma terrestre colombiana. As amostras deste folhelho, por falta de armazenamento adequado, sofreram ressecamento durante a etapa de transporte, o que influenciou em alguns de seus índices físicos.

### 2.1. Análise Granulométrica

A análise granulométrica visou quantificar e classificar os constituintes individuais das rochas. A metodologia utilizada para classificar os finos (silte e argila) foi a da sedimentação, onde os ensaios seguem as recomendações da ASTM. A classificação dos constituintes seguiu a escala granulométrica de Wentworth.

Na Tabela 1 encontram-se os resultados dos ensaios de granulometria do folhelho ensaiado. Os resultados indicam uma predominância da fração silte e uma pequena fração argila.

Tabela 1. Composição granulométrica do folhelho da Colômbia.

Areia (%)	Silte (%)	Argila (%)
31	55	14

### 2.2. Composição Mineralógica

A identificação dos minerais presentes no folhelho estudado foi obtida através de métodos de difração de Raios-X (Brown e Brindley, 1980). Os difratogramas correspondentes à mineralogia total foram obtidos em pó não-orientado. Para a identificação dos minerais presentes na fração fina, as amostras foram desagregadas através de um ultra-som de ponta, e posteriormente centrifugadas, com o intuito de separar o material inferior à fração granulométrica de 2µm. Da pasta resultante foram preparadas lâminas orientadas, seguindo o método do esfregaço. A análise semi-quantitativa dos minerais presentes exige o conhecimento da composição química do folhelho e da perda ao fogo.

Para realizar a análise semiquantitativa, necessitou-se conhecer também a composição química dos constituintes das formações. Ela foi obtida através das quantidades dos óxidos presentes nas rochas argilosas através da técnica da fluorescência de Raios-X. A fusão para a determinação dos óxidos foi feita com tetraborato de lítio, com exceção do óxido de bário, que foi obtido por pó prensado. Para a realização dos ensaios, foram necessários 30 gramas de cada material. No laboratório, o material foi seco a 180°C, sendo em seguida, britado a 2mm, quarteado e pulverizado em Gral de Ágata a 150 mesh. A perda ao fogo, que engloba H<sub>2</sub>O, S e o CO<sub>2</sub>, foi realizada por calcinação à 1000°C até se obter a constância de peso. A precisão do ensaio, para os óxidos SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, K<sub>2</sub>O, MnO, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi de 0,01% e o limite inferior para Na<sub>2</sub>O, MgO foi de 0,1%. A partir da junção dos resultados da

mineralogia com a composição química (Tabela 2) foi possível obter a análise semiquantitativa do folhelho estudado (Tabela 3).

Os resultados indicam um potencial de reatividade baixo, tanto pelo teor de argila baixo quanto pelo baixo teor de argilominerais expansivos, onde foi constatado um teor de esmectita baixo. A análise química indicou um teor alto de feldspato, confirmando o valor elevado da fração silte.

Tabela 2. Composição química do folhelho da Colômbia (% em peso).

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Perda ao fogo	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O
56,9	21,5	0,52	7,12	7,5	2,6
MgO	Na <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MnO	BaO
1,7	0,61	0,91	0,15	0,11	0,0742

Tabela 3. Composição mineralógica do folhelho da Colômbia.

Quartzo (%)	Feldspato (%)	Caulinita (%)	Plagioclásio (%)	Ilita/esmectita (%)	Pirita (%)
44	29	9	8	8	2

### 2.3. Teor de Matéria Orgânica, Carbonatos e Sulfatos

O teor de carbono orgânico representa a concentração da fração húmica presente nos folhelhos, correspondendo às partículas orgânicas menores que 0,1µm, de cargas negativas e que se apresentam fortemente aderidas nas superfícies dos minerais. A presença de carbono orgânico em rochas sedimentares está ligada à presença de carboidratos, proteínas, gorduras, resinas, parafinas e carvão (Perez, 1997). A matéria orgânica foi obtida pelo método da perda por aquecimento, onde a amostra foi seca em uma mufla a 400°C durante 5 horas.

Os carbonatos, agentes cimentantes da rocha, foram obtidos por acidimetria com H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> em presença da fenolftaleína como indicador e os sulfatos por precipitação em presença de cloreto de bário (BaCl<sub>2</sub>) e determinação gravimétrica. Na Tabela 4 encontram-se os resultados dos ensaios para a quantificação do teor de matéria orgânica, carbonatos e sulfatos.

Tabela 4. Teor de matéria orgânica, carbonatos e sulfatos.

Matéria orgânica (%)	Carbonatos (%)	Sulfatos (%)
0,54	1,7	1,21

Os resultados mostram que o percentual em peso de carbono orgânico não é expressivo podendo classifica-lo, segundo Pettijohn (1975), como folhelho não orgânico. Em relação ao teor de carbonatos, o folhelho pode ser classificado como comum, pois seu teor de carbonato é inferior a 20%. O folhelho apresentou-se também com baixo teor de sulfatos.

### 2.4. Capacidade de Troca Catiônica e Propriedades Físicas

A capacidade de troca catiônica é definida como o excesso de contra-íons na zona adjacente à superfície carregada de partículas coloidais. Ela depende das condições ambientais e dos argilominerais, devido a alguns fatores como: desequilíbrio iônico gerado por substituições isomórficas; ligações químicas partidas dos íons superficiais do cristal e substituição iônica das hidroxilas, que tendem a reter cátions em suas superfícies. Os ensaios de troca catiônica foram realizados pela técnica do acetato de amônio (Brower et al., 1952; da Fontoura et al., 2002b).

Os resultados de CTC, presentes na Tabela 5, apresentam-se baixos, onde o cátion mais intercambiável é o sódio. Este CTC baixo é um forte indicador de que este folhelho não tem facilidade de trocar íons, que o classifica como de potencial de reatividade baixo.

Tabela 5. Capacidade de troca catiônica (CTC) e cátions intercambiáveis do folhelho da Colômbia.

CTC (meq/100g)	Cátions intercambiáveis (meq/100g)					
	Na <sup>+</sup>	Mg <sup>++</sup>	Sr <sup>++</sup>	Ca <sup>++</sup>	Ba <sup>+</sup>	K <sup>+</sup>
10,90	6,2	0,62	0,02	2,1	0,06	1,9

A determinação do teor de umidade foi obtida pela secagem das amostras à 105° C por um período de 24 horas como recomenda a ISRM e a densidade específica dos grãos da rocha foi determinada através do ensaio com o picnômetro, como preconiza a ABNT. Os índices físicos foram obtidos através de expressões clássicas da mecânica dos solos (Lambe e Whitman, 1979). Os resultados apresentados na Tabela 6 indicam que o folhelho apresenta porosidade alta e teor de umidade baixo. Além disto, pode-se observar que a amostra não se encontra saturada, o que indica que as amostras sofreram perda da umidade nativa durante a recuperação dos testemunhos e posterior armazenamento.

Tabela 6. Propriedades físicas do folhelho da Colômbia.

Teor de umidade (%)	Densidade dos grãos	Grau de saturação (%)	Índice de vazios	Porosidade (%)
4,9	2,69	41	0,32	24,2

### 2.5. pH e Atividade Química do Folhelho

A medição do pH foi realizada através de um peagâmetro digital. Foram utilizadas 10ml de rocha previamente destorroada e passada na #40. Este material foi misturado em uma solução de 25ml de água destilada, em que a correção final do pH da solução foi realizada com a adição de hidróxido de sódio, até que o pH atingisse a neutralidade. A leitura foi realizada uma hora após a homogeneização do material sólido em solução.

A atividade química de um folhelho é obtida através de correlações com a umidade relativa de atmosferas saturadas. Chenevert e Osisanya (1989) consideram que a atividade química é igual a umidade relativa de uma solução, através de co-relações obtidas por variações de fugacidades das soluções (coordenada termodinâmica mediante a qual se exprime em forma conveniente o potencial químico de substâncias líquidas ou gasosas, puras ou em solução), daí a possibilidade de se utilizar um termo-higrômetro para medir esta propriedade (Eq. 1). A atividade química tem sido utilizada como um parâmetro indicador da direção do fluxo de água entre o folhelho e o fluido de perfuração e para a obtenção da pressão osmótica de fluidos e de rochas.

$$\text{Atividade química (fração)} = \text{umidade relativa (\%)} / 100 \quad (1)$$

Para a realização dos ensaios com os folhelhos, foi desenvolvido um equipamento em que um termo-higrômetro foi inserido no interior de um erlenmeyer com capacidade de 150 ml. Foram utilizadas cerca de 30 gramas de folhelhos, oriundas de sobras do processo de moldagem dos corpos de prova utilizados nos ensaios de imersão (Rabe et al., 2002). Os resultados do pH e da atividade química do folhelho da Colômbia em função da temperatura estão presentes na Tabela 7. Eles indicam que o folhelho é levemente alcalino e que o folhelho apresenta baixa atividade química à temperatura ambiente. Esta baixa atividade química pode ser um indicador do baixo grau de saturação das amostras (Schmitt et al., 1994), uma vez que a perda de umidade induz a redução da umidade relativa no interior do erlenmeyer.

Tabela 7. pH e atividade química do folhelho da Colômbia.

pH	Atividade química do folhelho (%)	Temperatura de realização dos ensaios (°C)
7,12	0,731	21,7

## 3. Descrição da Microestrutura do Folhelho

O estudo da microestrutura da rocha, que pretende descrever o arranjo dos constituintes individuais, foi realizado através de microscopia eletrônica de varredura, e o arranjo dos poros, por porosimetria de mercúrio.

### 3.1. Microscopia Eletrônica de Varredura

A observação da estrutura, a nível microscópico, através de microscopia eletrônica, visa obter o arranjo dos grãos e a identificação de alguns componentes presentes no folhelho. Para a realização dos ensaios, utilizou-se o modelo DSM-960 da Zeiss, com capacidade de ampliação de até 50000 vezes. Na Figura 1 (esquerda), encontra-se a estrutura do folhelho da Colômbia, onde a rocha apresenta uma textura fina e homogênea devido à distribuição regular de argilominerais por toda a amostra. Foi constatada também uma fissilidade marcante em suas amostras. Na Figura 1 (direita) identificou-se a presença de grãos de quartzo, caulinita e piritita.

### 3.2. Porosimetria por injeção de mercúrio.

Uma das partes integrantes da caracterização da microestrutura de folhelhos é a definição da geometria dos espaços vazios. A porosimetria por injeção de mercúrio é uma técnica utilizada para estudar a geometria dos poros interconectáveis de um material poroso (Schmitt et al., 1994). Este tipo de estudo foi feito com base na técnica introduzida por Ritter e Drake (1945). O instrumento utilizado foi um porosímetro modelo 9220 Autopore III do núcleo de catalisadores do CENPES. O equipamento é capaz de injetar mercúrio até pressões em torno de 400MPa (Rabe e da Fontoura, 2002a).

Na Tabela 8 estão apresentados os valores da mediana do diâmetro dos poros ( $D_{50}$ ), a percentagem de poros menores que 100 Å, a porosidade interconectada e o teor de umidade obtida através da porosimetria. A metodologia utilizada para a realização dos ensaios de porosimetria por injeção de mercúrio em folhelhos está apresentada em Rabe e da Fontoura (2002b).

O folhelho estudado apresenta em sua grande maioria, medianas da ordem de  $10^2$  Å, que são considerados mesoporos, e percentagens médias de diâmetros inferiores a  $10^2$  Å (cerca de 47,3%). A porosidade interconectada

apresentou valor de 6,6%, valor 72,7% menor que a porosidade total. Esta diferença pode ser atribuída a cimentação por carbonato de cálcio, que reduz a interconectividade existente entre os poros. A umidade obtida pela porosimetria, que foi de 2,7%, apresentou-se 44,7% menor que a obtida através da perda por aquecimento. Isto se deve a saturação das amostras por mercúrio no porosímetro.

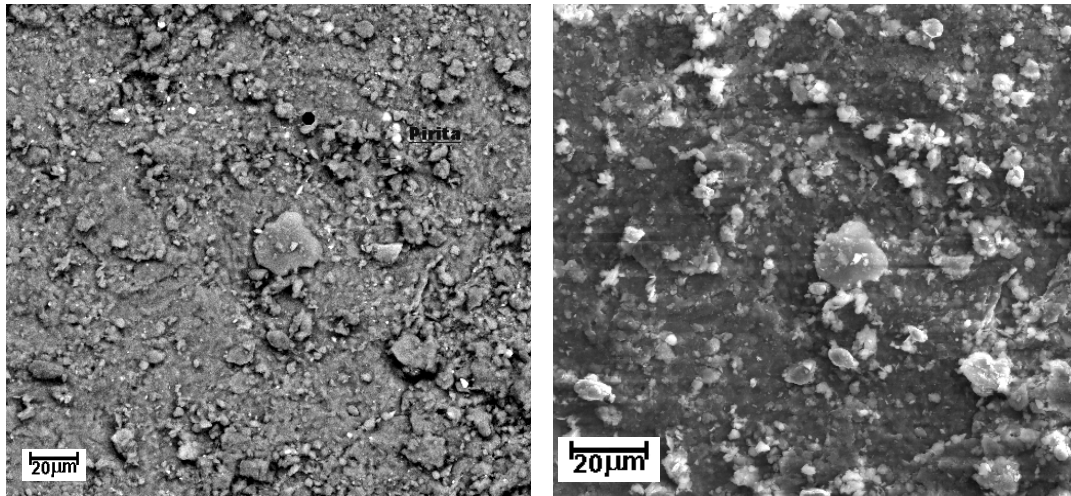


Figura 1 - Folhelho da Colômbia - (a) Estrutura fina e homogênea e (b) presença de quartzo, caulinita e pirita.

Tabela 8. Propriedades do folhelho da Colômbia obtidas através da porosimetria de injeção de mercúrio.

D <sub>50</sub> total (Å)	112
Porosidade interconectada (%)	6,6
Teor de umidade obtida através da porosimetria (%)	2,7

#### 4. Conclusões

A partir dos resultados da caracterização dos constituintes individuais, pôde-se classificar o folhelho como siltoso, não orgânico e com baixos teores de argilominerais, sulfatos e carbonatos. Análise mineralógica indicou a presença de caulinita e de illita/esmectita, argilominerais pouco reativos e pouco expansivos. A composição mineralógica também indicou a presença de feldspato, plagioclásio e pirita. As propriedades físicas indicaram que o folhelho apresenta porosidade alta, teor de umidade e grau de saturação baixos. Este folhelho apresenta capacidade de troca catiônica baixa, possuindo, como cátion mais intercambiável, o sódio. O folhelho da Colômbia apresentou-se também, levemente alcalino e com atividade química baixa. Esta baixa atividade química está relacionada ao baixo grau de saturação deste folhelho, onde, a perda de umidade dentro do erlenmeyer influenciou os resultados.

A análise da microestrutura mostrou-se elucidativa para o estudo da determinação do arranjo dos grãos. O estudo feito a partir de microscopia eletrônica, indicou a presença de minerais de argila espalhados por toda a amostra, o que confere uma estrutura fina e homogênea ao folhelho. A microscopia eletrônica confirmou a presença de quartzo, caulinita e pirita. Os ensaios de porosimetria indicaram que o folhelho estudado apresenta poros de diâmetros médios, com porcentagem de microporos da ordem de 47,3%. A porosidade interconectada apresentou valor de 6,6%, valor 72,7% menor que a porosidade total. Esta diferença pode ser atribuída à cimentação por carbonato de cálcio, que reduz a interconectividade existente entre os poros. A umidade obtida pela porosimetria, que foi de 2,7%, apresentou-se 44,7% menor que a obtida através da perda por aquecimento. Isto se deve à saturação das amostras por mercúrio no porosímetro.

Este conjunto de resultados, tanto de seus constituintes individuais quanto estruturais, indica que o folhelho estudado apresenta potencial de reatividade baixo frente aos fluidos de perfuração, tanto pela presença de elementos pouco reativos, quanto por fatores estruturais da rocha, como a distribuição regular destes compostos não reativos, quanto pela porosidade interconectada baixa deste folhelho.

#### 5. Agradecimentos

Os autores agradecem à Petrobras/Cenpes pelo suporte financeiro e pelo apoio tecnológico no uso de suas instalações laboratoriais. Agradecimentos são extensivos ao Conselho Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento Tecnológico (CNPq) e à Agência Nacional do Petróleo (ANP) através do Programa de Recursos Humanos, pelo suporte

financeiro através de bolsas de estudo e aos membros do Laboratório de Interação Rocha-Fluido do GTEP/PUC-Rio, pelo auxílio técnico.

## 6. Referências

- BOL, G. M. The effect of various polymers and salts on borehole and cutting stability in water-base shale drilling fluids, *Society of Petroleum Engineers*, Paper SPE 14802, p. 134-154, 1986.
- BROWER, C. N., REITMEIR, R.F., FIREMAN, M. Exchangeable cation analysis of saline and alkaline soil, *Soil Science*, s.1, p. 251-261, 1952.
- BROWN, G., BRINDLEY, G. W. *X-Ray diffraction procedure for clay mineral identification*, Brindley, G. W., Brown, G., Mineralogical Society, Londres, p. 249-303, 1980.
- CHENEVERT, M.E., OSISANYA, S. O. Shale/Mud inhibition defined with rig-site methods, *Society of Petroleum Engineers*, paper SPE 23978, Sept., p. 261-268, 1989.
- DA FONTOURA, S. A. B, RABE, C., LOMBA, R. T. L. Characterization of shales for drilling purposes, *Society of Petroleum Engineers*, Paper SPE/ISRM 76705, Proc. of SPE/ISRM Rock Mechanics Conference, Irving, Texas, 20-23 October, p. 164-172, 2002a.
- DA FONTOURA, S. A. B, RABE, PEREZ, R. C., LOMBA, R. T. L. Caracterização de folhelhos para fins de perfuração, *Anais do III Simpósio Brasileiro de Mecânica das Rochas*, 20 a 24 de outubro, São Paulo, p. 42-50, 2002b.
- LAMBE, T. W., WHITMAN, R. V. *Soil Mechanics*, New York, John Wiley and Sons, 1979.
- PETTIJOHN, F. J. *Sedimentary rocks*, 3<sup>rd</sup> Edition, Harper & Bros. Press, New York, 1975.
- PEREZ, R.C., *Caracterização e Reatividade de Folhelhos*, Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Civil, PUC-Rio, 1997.
- RABE, C., DA FONTOURA, S. A. B., Efeito de sais inorgânicos nas propriedades físico-químicas de folhelhos, *Anais do XLI Congresso Brasileiro de Geologia*, João Pessoa, 15 a 20 de Setembro, p.673, 2002a.
- RABE, C., DA FONTOURA, S. A. B., Determinação dos diâmetros dos poros de folhelho através da técnica de injeção de mercúrio, *Anais do 10º Congresso Brasileiro de Geologia de Engenharia e Ambiental*, Ouro Preto, 25 a 28 de Agosto, p. 78-85, 2002b.
- RABE, C., DA FONTOURA, S. A. B., ANTUNES, F. S. Experimental study of interaction shale-fluid through immersion tests, *Revista Engenharia Térmica*, nº 2, pp. 22-28, 2002.
- RITTER, H. L., DRAKE, S. Pore-size distribution in porous materials, *Ind. Eng. Chem. Analysis*, s.1, nº 17, p. 782-791, 1945.
- SCHMITT, L., FORSANS, T., SANTARELLI, F. J. Shale testing and capillary phenomena, *Int. J. Rock Mech. Min. Sci. & Geomech.*, vol. 31(5), p. 411-427, 1994.
- STEIGER, R. P., LEUNG, P. K. Quantitative determination of the mechanical properties of shales, *Society of Petroleum Engineers*, paper 18024, Sept., p. 181-185, 1992.