



## CARACTERIZAÇÃO DE SISTEMAS MICROEMULSIONADOS FORMULADOS COM TENSOATIVO DE ORIGEM VEGETAL: POTENCIALIDADES PARA RECUPERAÇÃO AVANÇADA DE PETRÓLEO

Verena F. B. Santos<sup>1</sup>; Adriana V. Santos<sup>1,2,3</sup>; Pamela D. Rodrigues<sup>1</sup>; Flávia C. C. Santos<sup>1</sup>;  
George Simonelli<sup>1</sup>; Luiz C. L. Santos<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup>Laboratório de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (PGBio), Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química (PPEQ), Universidade Federal da Bahia (UFBA) - Salvador/BA

<sup>2</sup>Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Bahia - campus de Lauro de Freitas/BA

<sup>3</sup>Universidade Federal da Bahia, Instituto de Geociências, Programa de Pós-Graduação em Geoquímica: Petróleo e Meio Ambiente (POSPETRO) - Salvador/BA  
verena.filgueiras@ufba.br

**Palavras-Chave:** microemulsão, tensoativo verde, EOR.

### Introdução

Os campos de petróleo em exploração estão entrando em uma fase de declínio na produção, enquanto simultaneamente ocorre um aumento significativo na demanda global por energia. Esse aumento é impulsionado pelo crescimento econômico em países em desenvolvimento e pelos avanços industriais (Almahfood; Bai, 2018). A busca por novos campos se torna desafiadora e, em alguns casos, economicamente inviável.

Tradicionalmente, os métodos convencionais de produção de petróleo aproveitam a pressão natural do reservatório para liberar o óleo de forma primária, seguida pela injeção de água ou gases para aumentar a recuperação (Paryoto *et al.*, 2023). No entanto, uma quantidade significativa de óleo permanece nos poros das rochas após essas etapas iniciais. É nesse contexto que as técnicas de recuperação avançada (EOR, em inglês, *Enhanced Oil Recovery*) ganham relevância, oferecendo métodos para mobilizar e liberar esse óleo residual (Hon *et al.*, 2022). Dentre os métodos primordiais estão a recuperação térmica, química, miscível, polimérica e microbiana (Zhu *et al.*, 2022). Dentre o conjunto dos métodos químicos, as microemulsões, fundamentadas em tensoativos, têm despertado considerável interesse nos últimos anos, sendo consideradas uma escolha sábia na literatura (Mariyate; Bera, 2022).

Na EOR, a inundação com tensoativos ou com microemulsões é um dos métodos mais favoráveis em que ocorre a redução da tensão interfacial, deslocando o petróleo preso no reservatório. O uso de tensoativos em grandes quantidades pode tornar o processo caro. A microemulsão caracterizada pela composição ótima de tensoativo, cotensoativo, fase aquosa e fase oleosa pode alcançar propriedades físico-químicas favoráveis. Isso resulta na redução do custo geral da EOR (Spildo *et al.*, 2014). No entanto, além desses desafios, a estabilidade das formulações de microemulsão sob diversas condições operacionais emerge como um fator crucial para processos bem-sucedidos de EOR. Especificamente, manter a estabilidade da microemulsão em temperaturas elevadas, como a temperatura operacional comum de 60 °C encontrada em reservatórios de petróleo, representa uma barreira significativa (Nazar; Shah; Khosa, 2011). As formulações de microemulsão devem permanecer visualmente translúcidas e isotrópicas mesmo sob estas condições térmicas desafiadoras.

Microemulsões (MEs) são dispersões isotrópicas e termodinamicamente estáveis, formuladas a partir de quatro componentes essenciais: uma substância polar (fase aquosa),

uma substância apolar (fase oleosa), um tensoativo e, frequentemente, um cotensoativo (Mariyate; Bera, 2022; Fanun, 2012). Seu papel fundamental na melhoria da recuperação de petróleo reside na redução da tensão superficial entre o óleo e a água, na modificação da molhabilidade da rocha e na diminuição do ângulo de contato (Hama *et al.*, 2023). Essas ações visam liberar uma maior quantidade de óleo residual do reservatório. As microemulsões podem ser formadas *in situ*, ou seja, dentro do reservatório, ou ainda, *ex situ*, antes de serem injetadas. A formulação *ex situ* permite um controle mais preciso da formulação e da concentração dos componentes (Nguele *et al.*, 2017).

Este estudo visa desenvolver e avaliar novos sistemas de microemulsão para EOR, utilizando tensoativo de origem vegetal. O presente estudo investigou as propriedades físico-químicas de novos sistemas microemulsionados *ex situ* e monofásicos sintetizados com tensoativo proveniente do óleo de coco, álcool isopropílico, como cotensoativo, óleo de pinho e água destilada para o propósito de recuperação avançada de petróleo. Ao investigar o comportamento destas microemulsões, procuramos estudar a sua aplicabilidade em processos EOR, contribuindo em última análise para estratégias de recuperação de petróleo mais eficientes.

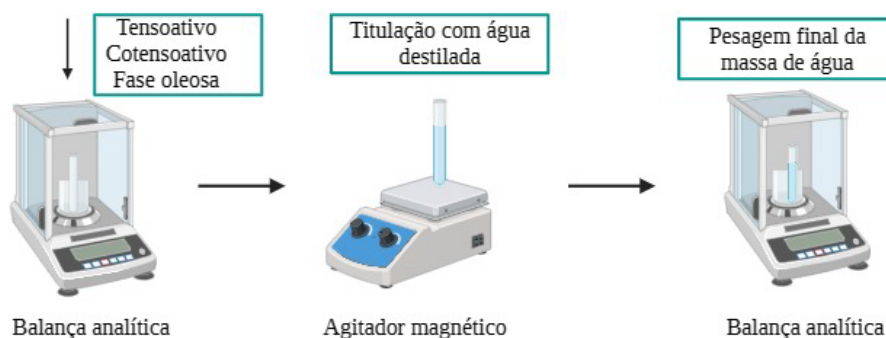
## Material e Métodos

### Formação *ex situ* das microemulsões

O tensoativo utilizado nos experimentos foi sintetizado pela reação de saponificação do óleo vegetal de coco, conforme metodologia sugerida por Mascarenhas *et al.* (2022).

Os diagramas pseudoternários foram elaborados utilizando o método de titulação mássica, no qual quantidades determinadas de tensoativo de óleo saponificado de coco (T), álcool isopropílico (Vetec) como cotensoativo (C) e óleo de pinho como fase oleosa (F.O.) são introduzidas em um tubo de ensaio, previamente pesado. O agente titulante será a fase aquosa (F.A.), a água destilada, adicionada gradualmente até que a solução presente no tubo passe de uma aparência turva para uma transparência. Em seguida, a massa total do sistema será medida novamente, permitindo a quantificação da massa da fase aquosa adicionada durante o processo (Souza *et al.*, 2018; Silva *et al.*, 2020). Foi utilizada a razão cotensoativo/tensoativo (C/T) igual a 10 e massa inicial do sistema igual a 2 g. Esta etapa pode ser visualizada na Figura 1.

**Figura 1** – Esquema das etapas da titulação com água destilada para formulação das microemulsões.



**Fonte:** Elaborado pelos autores.

A maior região de microemulsão foi avaliada a partir do diagrama pseudoternário e foram escolhidos pontos para a caracterização físico-química. Foram realizados testes com o

intuito de confirmar que o sistema utilizado se trata de uma microemulsão e que apresente características desejáveis para aplicação em EOR.

### Medições das propriedades físico-químicas das microemulsões

Os equipamentos utilizados para o desenvolvimento deste estudo foram: agitador magnético (IKA C-MAG HS), balança analítica (Shimadzu AU220) e estufa de secagem (Tecnal TE 393/2).

Para a caracterização das microemulsões foram utilizados o condutivímetro (Tecnal TEC-4MP), refratômetro (Anton Paar Abbe Mat RXA), viscosímetro (Anton Paar) e pHmetro (MS Tecnopon). A Tensiometria foi utilizada para a determinação da tensão superficial das microemulsões MEOP11, MEOP12 e MEOP13. As medidas superficiais foram realizadas em um tensiômetro DataPhysics®, modelo OCA 15 plus, através do método gota pendente. O método da gota pendente baseia-se na geração de uma gota bem formada, seu registro óptico e a avaliação do seu contorno.

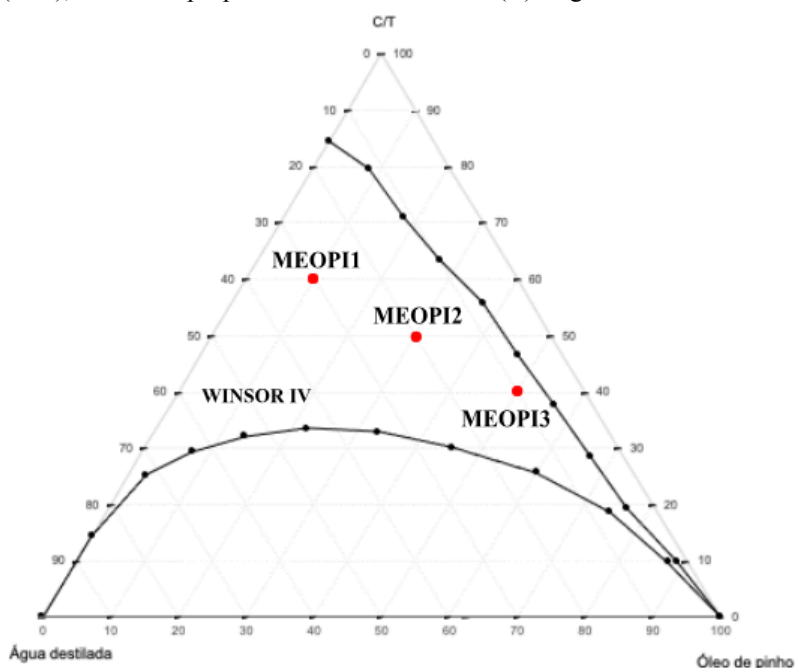
As análises foram realizadas na temperatura de 60 °C (temperatura de reservatório) e em triplicata para avaliar a reprodutibilidade dos resultados.

### Resultados e Discussão

#### Diagrama de fase pseudoternário

A região de Winsor IV para as microemulsões formuladas com tensoativo de óleo saponificado de coco (T), álcool isopropílico (Vetec) como cotensoativo (C), óleo de pinho como fase oleosa (F.O.) e água destilada como fase aquosa (F.A.) apresentou uma ampla área. A Figura 2 exibe o diagrama de fase pseudoternário correspondente aos resultados deste estudo.

**Figura 2** – Diagrama de fase utilizando óleo saponificado de coco como tensoativo, C/T = 10, óleo de pinho como fase oleosa (F.O.), álcool isopropílico como cotensoativo (C) e água destilada como fase aquosa (F.A.).



Fonte: Elaborado pelos autores.

Os pontos MEOP11, MEOP12 e MEOP13 foram selecionados para o estudo, pois estão localizados dentro da região Winsor IV, região monofásica e delimitada no diagrama (Figura 2), e representam, respectivamente, microemulsões mais aquosas, intermediárias e mais oleosas. Essas formulações já se mostraram úteis para remediação de sedimentos contaminados com petróleo, comprovando a eficácia do tensoativo aniônico (Santos *et al.*, 2024).

A Tabela 1 mostra a composição mássica dos pontos MEOP11, MEOP12 e MEOP13 escolhidos.

**Tabela 1** – Tabela da composição mássica das microemulsões MEOP11, MEOP12 e MEOP13.

Pontos	C/T (%)	Fase aquosa (%)	Fase oleosa (%)
MEOP11	60	30	10
MEOP12	50	20	30
MEOP13	40	10	50

**Fonte:** Elaborado pelos autores

Na Figura 3 é possível observar as características visuais das microemulsões selecionadas para o estudo.

**Figura 3** - Imagem da característica visual das formulações das microemulsões MEOP11, MEOP12 e MEOP13.



**Fonte:** Elaborado pelos autores.

### Caracterização físico-químicas das microemulsões

Os sistemas microemulsionados foram submetidos a testes de viscosidade, massa específica, índice de refração, condutividade, pH e tensão superficial, para analisar seu comportamento. Os resultados das caracterizações físico-químicas estão disponíveis na Tabela 2.

A viscosidade da microemulsão é determinada por meio de experimentos para cada formulação única de água, óleo, tensoativo e cotensoativo, já que não há nenhum modelo analítico que possa prever esse comportamento (Walker *et al.*, 2012). O ponto de microemulsão MEOP13 possui a maior concentração de óleo, o que resulta em viscosidade mais elevada neste ponto. Aumentando a viscosidade da ME, diminui a razão de mobilidade e aumenta a eficiência de varrido. Consequentemente, deve aumentar a recuperação de óleo.

Isso ocorre devido à interação das gotículas da microemulsão com as moléculas do petróleo, causando redução da tensão interfacial e das forças coesivas (Kaushik *et al.*, 2024).

Conforme os dados da Tabela 2, a condutividade elétrica está em concordância com a composição dos sistemas. A relação entre a condutividade elétrica e o aumento da fase aquosa é clara, pois a condutividade elétrica aumenta proporcionalmente com o aumento dessa fase.

**Tabela 2** – Tabela dos resultados da caracterização físico-química da viscosidade, massa específica, índice de refração, condutividade, pH e tensão superficial das microemulsões a 60°C.

Pontos	Viscosidade dinâmica (cP)	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	Índice de refração	Condutividade (μS/cm)	pH	Tensão superficial (mN/m)
MEOP11	1,364 ± 0,002	0,8498 ± 0,0003	1,366 ± 0,003	2371 ± 34	8,97 ± 0,07	22,9 ± 0,3
MEOP12	1,54 ± 0,02	0,8494 ± 0,0002	1,376 ± 0,002	971 ± 32	8,68 ± 0,02	24,4 ± 0,1
MEOP13	1,647 ± 0,002	0,8499 ± 0,0002	1,425 ± 0,005	144 ± 2	8,80 ± 0,03	23,8 ± 0,6

**Fonte:** Elaborado pelos autores.

A similaridade nos índices de refração das amostras, juntamente com sua proximidade aos valores da água destilada, sugere que as microemulsões são isotrópicas e transparentes (Amiri-Rigi; Abbasi, 2020).

A tensão superficial das microemulsões formuladas foi observada como sendo inferior à da água (66,18 mN/m, a 60 °C). Portanto, é plausível inferir que a menor tensão superficial observada nos pontos MEOP11, MEOP12 e MEOP13 possa facilitar o escoamento do petróleo no meio poroso, potencialmente resultando na recuperação de uma quantidade adicional de óleo.

Estudos recentes, como os conduzidos por Ferreira *et al.* (2018) e Santos *et al.* (2023), evidenciam o potencial das microemulsões tanto para a recuperação avançada de petróleo quanto para a remediação de áreas impactadas por esse recurso. No estudo de Ferreira *et al.* (2018), foram utilizados tensoativos não iônicos comerciais, como DBB-7107 e DBB-7191, o que pode significar desvantagens em termos ambientais, como alta toxicidade e biodegradabilidade limitada. No entanto, a substituição da água por glicerina neste trabalho revelou-se promissora ao aumentar a viscosidade da microemulsão, o que proporcionou uma maior afinidade entre o petróleo e os hidrocarbonetos presentes na glicerina. Essa melhoria resultou em um fator de recuperação de 49% para o óleo residual. Em Santos *et al.* (2023), demonstrou-se que as microemulsões compostas com maior porção de óleo de pinho apresentaram maior afinidade com o contaminante hidrofóbico, solubilizando-o mais facilmente, e conseqüentemente, obtendo uma eficiência de remoção maior. Esses estudos ressaltam a importância de pesquisas adicionais sobre viscosidade e eficiência de recuperação nessas novas formulações, especialmente para óleos parafínicos e pesados, encontrados na Bacia do Recôncavo. Portanto, futuros esforços de pesquisa devem se concentrar na elucidação dos mecanismos subjacentes a essas melhorias e na otimização dessas formulações para aplicações de recuperação avançada de petróleo.

## Conclusões

Por meio de diversas técnicas, foi realizada a caracterização físico-química do sistema microemulsionado em análise. As formulações mantiveram-se visualmente translúcidas, constituindo um sistema isotrópico de fase única e estável diante da temperatura de 60 °C. Além disso, os pontos MEOP11, MEOP12 e MEOP13 apresentaram valores de tensão



superficial menores que o da água, indicando uma futura facilitação do escoamento do petróleo no meio poroso. Dessa forma, este estudo demonstrou a viabilidade de desenvolver novos sistemas de microemulsão utilizando tensoativos de origem vegetal, indicando potenciais aplicações futuras dessas formulações como método avançado de recuperação de petróleo.

## Agradecimentos

Ao Programa de Recursos Humanos da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (PRH/ANP – PRH36/UFBA), suportado com recursos provenientes do investimento de empresas petrolíferas qualificadas na Cláusula de PD&I da Resolução ANP nº 50/2015. Agradecemos, também, ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq. O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

## Referências

ALMAHFOOD, M.;BAI, B. The synergistic effects of nanoparticle-surfactant nanofluids in EOR applications. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 171, p. 196-210, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.07.030>

AMIRI-RIGI, A.; ABBASI, S. Lycopene microemulsion storability: monitoring color and rheological properties. **International Nano Letters**, v. 10, n. 2, p. 119-129, 2020. <https://doi.org/10.1007/s40089-020-00301-1>

FANUN, M. Microemulsions as delivery systems. **Current Opinion in Colloid Interface Science**, v. 17, n. 5, p. 306–313, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.cocis.2012.06.001>

FERREIRA, G. *et al.* Novel glycerin-based microemulsion formulation for enhanced oil recovery. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 167, pág. 678-681, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.04.048>

SANTOS, V. F. B. *et al.* Formulação de agentes de limpeza ecologicamente correto visando a remediação de areia de praia. In: Congresso Brasileiro De Engenharia Química, v. 24., 2023, ISSN: 2178-5600, Salvador. Anais (on-line). Campinas: Galoá, 2023. Disponível em: <https://proceedings.science/p/171182?lang=pt-br>. Acesso em: 28 mar. 2024.

HAMA, S. M. *et al.* Review of the Application of Natural Surfactants in Enhanced Oil Recovery: State-of-the-Art and Perspectives. **Energy Fuels**, v. 37, p. 10061–10086, 2023. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.3c01347>

HON, V. Y. *et al.* Microemulsion interface model for chemical enhanced oil recovery design. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 212, p. 110279, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2022.110279>

KAUSHIK, A. *et al.* Formation and characterization of nanoparticle assisted surfactant stabilized oil-in-water nanoemulsions for application in enhanced oil recovery. **Fuel**, v. 359, pág. 130500, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2023.130500>

MARIYATE, J.; BERA, A. A critical review on selection of microemulsions or nanoemulsions for enhanced oil recovery. **Journal of Molecular Liquids**, v. 353, p. 118791, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2022.118791>

MASCARENHAS, N. O. *et al.* Production optimization and evaluation of thermal stability of palm oil biodiesel produced using a natural coconut oil based surfactant. Biomass Conversion and Biorefinery, **Springer**, p. 1–18, 2022. <https://doi.org/10.1007/s13399-022-03102-y>

NAZAR, M. F.; SHAH, S. S.; KHOSA, M. A. Microemulsions in enhanced oil recovery: a review. **Petroleum science and technology**, v. 29, n. 13, p. 1353-1365, 2011. <https://doi.org/10.1080/10916460903502514>





NGUELE, R. *et al.* Interactions between formation rock and petroleum fluids during microemulsion flooding and alteration of heavy oil recovery performance. **Energy & Fuels**, v. 31, n. 1, p. 255-270, 2017. <https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.6b02216>

PARYOTO, S. *et al.* Synergy of surfactant mixtures and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles for Enhanced oil recovery (EOR). **Inorganic Chemistry Communications**, v. 155, p. 111125, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2023.111125>

SILVA, D. C. *et al.* Novel produced water treatment using microemulsion systems to remove oil contents. **Journal of Water Process Engineering**, v. 33, p. 1-7, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2019.101006>

SOUZA, D. R. Q. A. S. *et al.* Preparação de sistemas microemulsionados a partir de tensoativos de origem vegetal para aplicação na quebra de emulsões de petróleo. In: III Congresso Nacional de Engenharia de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis - CONEPETRO. v. 1, 2018, ISSN 2446-8339. Anais (on-line). Disponível em: [https://editorarealize.com.br/revistas/conepetro/trabalhos/TRABALHO\\_EV104\\_MD4\\_SA111\\_ID455\\_09072018230404.pdf](https://editorarealize.com.br/revistas/conepetro/trabalhos/TRABALHO_EV104_MD4_SA111_ID455_09072018230404.pdf). Acesso em 28 ago. 2023.

SPIILDO, K. *et al.* A strategy for low cost, effective surfactant injection. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 117, p. 8-14, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2014.03.006>

WALKER, D. L. *et al.* The Impact of Microemulsion Viscosity on Oil Recovery. Paper presented at the SPE Improved Oil Recovery Symposium, Tulsa, Oklahoma, USA, 2012. <https://doi.org/10.2118/1>

ZHU, T. *et al.* Advances of microemulsion and its applications for improved oil recovery. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 299, p. 102527, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2021.102527>