Ensaios e Análises

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos em todos os ensaios e análises de laboratórios realizados na pesquisa.

Primeiramente será exposta a caracterização mineralógica do material. Em seguida serão apresentadas as análises referentes ao sistema poroso do carvão como: MEV, porosimetria de mercúrio, microtomografia e minepermeametria. Para finalizar serão relatados os resultados e análises mecânicas do carvão.

5.1. Composição Mineralógica

Os resultados da análise de difratometria indicaram que o carvão possui argilominerais pouco expansivos como a ilita. Identificou-se também a presença de quartzo, anidrita, hematita e feldspato alcalino (Figura 38).



Figura 38 - Difratograma da amostra analisada do carvão

Outro mineral importante presente no carvão em estudo é a pirita. Foi possível identificá-la no MEV da amostra polida de carvão (Figura 39). A pirita (FeS₂) formou-se em um ambiente redutor onde havia grande quantidade de ferro, que somado ao enxofre da própria madeira deu origem ao sulfeto ferroso. O carvão da camada Barro Branco é um carvão piritoso e, no que tange à perfuração do reservatório com emprego de fluido de perfuração de base aquosa, ressalta-se que a pirita quando oxidada origina a jarusita. Essa reação envolve grandes expansões, na ordem de 115%, provocando o aparecimento de fissuras e enfraquecimento da rocha.



Figura 39 - Em 1 caulinita; em 2 pirita

5.2. Sistema de Fraturas

Por meio das análises de MEV foi possível identificar a calcita e a caulinita como material de preenchimento das fraturas no carvão. A calcita é um mineral de baixa resistência e solúvel, com comportamento frágil. No carvão em estudo, a calcita se encontra como cristais individualizados, ou seja, não se encontra na forma de cimento. É importante salientar que neste caso ela é permeável, além de preservar os *cleats*, fatores favoráveis ao escoamento de fluido no reservatório. No CP 7 (figura 40) foi possível observar a calcita em uma fratura onde sua remoção ocorria com facilidade utilizando apenas a unha (Fig. 41). As análises indicam ser

a calcita de origem autigênica, formada pela precipitação do bicarbonato de cálcio.



Figura 40 - Fratura no CP 7 onde o corpo de prova quebrou





Uma maneira de se identificar a calcita é o teste de exposição ao ácido, considerando que a calcita produz efervescência em meios ácidos. Na reação $CaCO_3 + 2H^+ ---> Ca^{2+} + H_2Ou + CO_2$ (gás) o dióxido de carbono produz borbulhas ao escapar em forma de gás. Foi utilizado ácido clorídrico para provocar a reação e observou-se forte efervescência.

A caulinita é um argilomineral pouco expansivo, plástico, formado pela combinação de sílica e alumínio em um ambiente químico adequado. Diferente da calcita, ela é impermeabilizante, o que a torna desfavorável na condutividade do reservatório. Nas imagens analisadas contudo, a caulinita preencheu parcialmente as fraturas, possibilitando a passagem de fluido pelos demais espaços.



Figura 42 - MEV da seção polida da amostra de carvão. Em 1 argila; em 2, 3 e 4 calcita preenchendo fratura



Figura 43 - MEV da seção polida. Em 1, calcita preenchendo fratura; em 2, caulinitas



Figura 44 - MEV da seção polida. Em 1, calcita preenchendo fratura; em 2, caulinitas

A presença de pirita foi observada em toda a amostra, sendo comprovada pelo resultado de EDS com picos de ferro.

Em relação à geometria das fraturas, foi possível observar por meio das imagens de MEV realizadas na lâmina a ortogonalidade e conectividade dos *cleats* conforme figura 45.



Figura 45 - Fraturamento regular no carvão, geometria ortogonal dos cleats



Figura 46 - Imagem obtida no MEV mostrando preenchimento dos *cleats*, provavelmente caulinita.

5.3.

Tomografia e Microtomografia

As imagens tomográficas dos corpos de prova detectaram a conectividade do sistema de fraturas do carvão e seu preenchimento. Áreas em branco representam regiões de alta densidade, enquanto áreas escuras representam regiões de baixa densidade. Nota-se a presença dos nódulos de pirita nas regiões claras das imagens.





(b)

Figura 47 - Imagem tomográfica das amostras CP 5 em (a) e CP 7 em (b), nota-se a presença de material mais denso nos tons mais claros nas fraturas

As imagens realizadas no microtomógrafo também mostraram a presença de preenchimento nas fraturas. Mais uma vez foi possível observar a ortogonalidade dos *cleats*.



Figura 48 - Imagem obtida através do microtomógrafo com amostra irregular do carvão

5.4.

Micropermeametria

Através dos resultados dos ensaios realizados no micropermeâmetro foi possível analisar a influência da heterogeneidade do carvão no que tange ao transporte de fluido.



Figura 49 - (a) Localização dos pontos A e E sobre o nódulo de pirita; (b) Pontos onde foram realizadas as leituras

Os seguintes resultados foram encontrados:

Pontos	kg (mD)
А	0.088
В	0.487
С	5.604
D	16.72
Е	0.093
F	0.529
G	4.200
Н	0.136

Tabela 3 - Resultados do ensaio de micropermeametria

Nota-se que a leitura feita sobre o nódulo de pirita, ou seja, pontos A e E, apresentaram permeabilidade muito baixa. Os pontos C e G localizados sobre o carvão obtiveram permeabilidades muito maior que as dos demais, com exceção do ponto D que se localiza sobre uma área fraturada onde a permeabilidade encontrada foi 3 vezes maior que a do ponto C. Os pontos B, F e H estão localizados entre o nódulo de pirita e o carvão.

As análises referentes à amostra retangular apresentaram diferentes valores nos seis lados, o que mostra a importância de uma análise mais criteriosa com relação à direção de drenagem.

Pontos	kg (mD)
1	1.399
2	7.184
3	8.418
4	11.624
5	3.743
6	64.464

Tabela 4 - Resultado do ensaio de micropermeametria sobre a amostra retangular

5.5. Porosimetria por Injeção a Mercúrio

Na Tabela 5 são listadas as porosidades calculadas para cada amostra. O resultado mostra que as amostras oriundas do bloco 2 podem se tratar de material diferente ao do carvão.

Vale ressaltar que não foi considerado o fator de correção devido à compressibilidade, logo não se deve comparar quantitativamente os resultados com outras pesquisas que consideraram tal fator.

Bloco	Amostra	Porosidade %
1	А	3,71
1	В	4,00
1	С	4,59
2	D	1,38
2	Е	2,38
2	F	2,73
3	G	4,58
3	Н	4,72
3	Ι	6,45

Tabela 5 - Resultados obtidos no porosímetro de mercúrio

Os resultados são relativos aos mesoporos e macroporos, uma vez que o átomo de mercúrio não penetra nos microporos do carvão.

Através dos resultados, nota-se que as amostras pertencentes ao bloco 2 apresentam porosidades diferentes das dos demais blocos, corroborando com a possibilidade de se tratar de outro material.

5.6. Ensaios de Compressão Triaxial

Os seguintes resultados foram obtidos nos ensaios triaxiais:

СР	σ_3	σ_1	Poisson	Módulo de	Módulo de
	(MPa)	(MPa)		Elasticidade	Deformabilidade
	(1.11 u)	(1)11 (1)		(GPa)	(GPa)
01	14	58.3	0.30	5.7	4.0
02	1	18.8	0.26	4.2	2.7
03	5	36.3			5.4
04	2.5	20.2	0.48	7.0	3.5
08	5	68.7	0.09	10.0	7.4
11	10	73.8	0.09	10.0	7.4
12	20	68.6			5.1
13	14	42.1	0.34	7.4	

Tabela 6: Parâmetros elásticos e de deformabilidade obtidos nos ensaios triaxiais

Os resultados dos ensaios foram plotados em termos de p e q (figura 50) e o ajuste de reta foi feito em duas partes, uma para baixos níveis de tensões confinantes e outra para níveis de tensão maiores. Esse ajuste foi mais bem observado na envoltória de Mohr-Coulomb, apresentada no item 5.8.



Figura 50 – tensões de ruptura e ajustes de envoltória de Mohr-Coulomb

Na Figura 51 são confrontados os dados de coeficiente de *Poisson* contra módulo de elasticidade e nota-se que o CP 8 e o CP11 têm comportamento diferenciado, podendo caracterizar uma rocha distinta, de acordo com observações anteriores. Observa-se também um aumento no coeficiente de Poisson (v) do CP 4, próximo a 0,5 que é o valor máximo de v.



Figura 51 - Distribuição do coeficiente de *Poisson* contra módulo de elasticidade

Valores pequenos de v correspondem a materiais que apresentam pequenas deformações laterais quando são sujeitas a deformações longitudinais e valores de v próximos de 0,5 correspondem a materiais quase incompressíveis. Porém, vale salientar que o CP 4 (figura 53) apresentou grande quantidade de nódulos de pirita, sugerindo ser esse o motivo pelo qual o valor de v se diferenciou, uma vez que a pirita apresenta propriedades diferentes quando comparadas às do carvão. Este fato pode ser observado no gráfico abaixo, onde o comportamento da deformação axial no ciclo de carga se difere da deformação lateral, ou seja, enquanto o comportamento da deformação lateral do corpo de prova se aproxima mais do elástico, o da axial possui parcela irreversível de deformação (Figura 52)



Figura 52 - Curvas tensão-deformação do ensaio triaxial realizado no CP 4



Figura 53 - Nódulos de pirita no CP 4

Os módulos de deformabilidade foram determinados por meio do ajuste de reta tomando-se os dados dos ensaios de carregamento entre 25% e 75% das respectivas cargas de ruptura, centradas em 50% da carga de ruptura de cada ensaio conforme recomendam as normas *ASTM e ISRM*. Nota-se que os resultados

referentes ao CP 8 e ao CP 11 se diferem muito dos demais, o que reforça a hipótese de se tratar de outro material.

As imagens feitas no tomógrafo também sugeriram tratarem-se o CP 8 e o CP 11 de outra rocha (Figura 54). Nota-se grande diferença em termos de densidade sendo o CP 8 e o CP 11 muito mais densos que os demais. Os isovolumes representados em azul referem-se ao material da ordem de 4 vezes a densidade do carvão.



Figura 54 - Tomografia realizada nos corpos de prova antes do ensaio; (a) CP 5 (b) CP 6, (c) CP 8, (d) CP 11

5.6.1. Ciclos de Carregamento e Descarregamento

Os ensaios triaxiais foram feitos com tensões confinantes variando de 1 a 20 MPa. Foram executados descarregamentos e recarregamentos durante o ensaio para verificação do comportamento elástico da rocha. Em se observando um comportamento puramente elástico, as curvas de carga e descarga deverão ser coincidentes. A parcela de deformações que não é recuperada no descarregamento é chamada de plástica ou irreversível.

O que se verifica por meio dos resultados é que na fase de carregamento existem tanto deformações plásticas quanto elásticas caracterizando um comportamento elasto-plástico para o carvão (figuras 55-57). Para níveis menores de tensão confinante, as parcelas referentes às deformações plásticas na fase de carregamento axial são maiores que as observadas para tensão confinante de 14 MPa, sugerindo que à tensão confinante mais alta as fissuras das amostras sejam fechadas ainda na fase de confinamento.



Figura 55 – Ensaio triaxial realizado no CP 2 com tensão confinante de 1 MPa



Figura 56 - Ensaio triaxial realizado no CP 4 com tensão confinante de 2,5 MPa



Figura 57 - Ensaio triaxial realizado no CP 1 com tensão confinante de 14 MPa

Comparando-se as curvas obtidas, observa-se que os ciclos de carga, descarga e recarga não influenciaram o comportamento tensão x deformação do carvão. O mesmo pode ser dito com relação à deformação volumétrica (Figura 58).



Figura 58 - Comportamento deformação volumétrica-deformação axial com ciclo de carga-descarga e recarga

5.6.2. Influência da Tensão Confinante

As figuras mostram as curvas tensão-deformação plotadas no espaço deformação axial versus tensão desviadora e também as curvas correspondentes de variação volumétrica no espaço deformação axial versus deformação volumétrica, para os ensaios triaxiais.





Figura 59 - (a) Curvas tensão-deformação axial; (b) curvas deformação volumétrica-deformação axial para o carvão

Observa-se, nas curvas de variação volumétrica, a tendência de contração para níveis maiores de tensão confinante e uma forte tendência dilatante para níveis menores. Esse comportamento explica-se pelo fato de a rocha estar livre para se deslocar a baixos níveis de tensão, ocorrendo o deslizamento ao longo das fissuras. Com o aumento da tensão confinante, a expansão radial e a fissuração são impedidas, proporcionando também um ganho na resistência da rocha conforme apresentado nas curvas de variação da tensão desviadora.

Também se observou variação no modo de ruptura com o aumento da tensão confinante, uma vez que o aumento da mesma induz à formação de várias superfícies de ruptura (Figura 61).



Figura 60 - Superfície de ruptura do CP 3 com tensão confinante de 5 MPa



Figura 61 - Superfície de ruptura do CP1 com tensão confinante de 14 MPa

5.7. Ensaios Hidrostáticos

5.7.1. Ensaio Hidrostático *Bulk*

O ensaio apresentou características plásticas no ciclo de descarga-recarga, as deformações têm uma parcela irreversível considerável, conforme visto na Figura 63.

Ressalta-se o pequeno nível de deformações durante a fase estacionária de carregamento, caracterizando um comportamento mecânico quase-estático com fenômenos de fluência desprezíveis (figura 62).



Figura 62 - Carta de ensaio hidrostático



Figura 63 - Curvas de compressibilidade Bulk do carvão - amostra CP 12

A curva de deformação não apresentou nenhuma deflexão súbita, apresentando uma configuração côncava e monotonicamente crescente, não sugerindo, portanto, haver colapso de poros até a tensão confinante de 14 MPa.

5.7.2

Ensaio Hidrostático com Ciclos de Descarga-Recarga

O ensaio de compressibilidade cíclica foi executado em três diferentes níveis de tensões de confinamento: 5,14 e 25 MPa. Nos três níveis de tensão houve ciclos de descarregamento e recarregamento, sendo que no último nível, de 25 MPa, a tensão foi recarregada até 14 MPa, para que em seguida se realizasse um ensaio triaxial, conforme protocolo de ensaio da figura 64.

O ensaio apresentou parcelas consideráveis de deformações plásticas durante os carregamentos registrados nos descarregamentos totais, conforme apresentado na Tabela 8.

Ciclo	ε_v^{p} (%)
1° (5 MPa)	0,061354
2° (14 MPa)	0,092936
3° (25 MPa)	0,114831

Tabela 7 - Resultados das deformações plásticas da amostra CP13

Outro ponto importante a considerar é o fato de a amostra CP 13 mostrar-se mais rígida no início do ensaio que a amostra CP 12 quando comparado ao nível de tensão de 14 MPa. Esse resultado pode ser devido ao tamanho do corpo de prova, pois o CP 13 é menor que o CP 12, sendo mais afetado pelos efeitos de interfaces de topo e base com as placas de montagem à máquina.



Figura 64 - Carta de ensaio hidrostático cíclico realizado – amostra CP 13



Figura 65 - Curvas de compressibilidade Cíclica do carvão - amostra CP 13

O ensaio triaxial final executado com um nível de confinamento inferior ao do último ciclo de carregamento hidrostático teve o objetivo de analisar o efeito da compactação sobre a amostra e identificar a transição entre o carregamento elástico e elasto-plástico em outra trajetória de carregamento.

Durante a aplicação da tensão desviadora o material se encontra em regime elástico até atingir a superfície de fechamento (Figura 66).

Segundo a teoria da plasticidade, neste carregamento triaxial a amostra deve experimentar deformações elásticas até atingir um nível de tensão compatível à do maior carregamento experimentado, presumidamente o do confinamento hidrostático anterior. Na transição do comportamento elástico para elastoplástico espera-se observar uma saída da linearidade no comportamento tensão x deformação.



Figura 66 - Trajetória de tensões passando pela curva de fechamento

Tal fato pode ser observado quando comparados os resultados dos ensaios triaxiais do CP 1, o qual não foi submetido anteriormente a tensões maiores, e do CP 13, ambos com 14 MPa de tensão confinante. Nota-se na figura 67 que o comportamento do CP 13 durante o carregamento se aproxima mais do elástico observado no ciclo de descarregamento/recarregamento, com inclinação da reta próxima à inclinação do descarregamento-recarregamento do ensaio realizado com o CP 1.



Figura 67 - Ensaios triaxiais com tensão confinante de 14 MPa, sendo um com efeito da compactação.

Através do gráfico da Figura 64 é possível obter aproximadamente a tensão referente ao ponto onde a curva de deformação volumétrica perde a linearidade.

O conhecimento desse valor é extremamente importante para o estudo do comportamento da rocha, pois é a fronteira entre deformações reversíveis e irreversíveis.

Casagrande (1936) propôs um método gráfico para a determinação da curva de adensamento de solos via deflexão na pressão de pré-adensamento. Em mecânica dos solos, a tensão vertical correspondente ao início da reta virgem, a partir do qual o solo passa a sofrer grandes deformações, é denominada tensão de pré-adensamento.

Aplicando-se o método Casagrande, percebe-se que logo no início da curva há um trecho em que a amostra está sendo reconduzida a níveis de tensões já antes submetida e onde as deformações são relativamente pequenas. Nesse trecho a amostra está sob regime elástico.

Para determinação de σ_{vm} (tensão de pré-adensamento) pelo método Casagrande, é definido inicialmente o ponto de menor raio de curvatura, a partir do qual são traçadas duas retas, uma tangente à curva e a outra paralela ao eixo das tensões. Após determinar a bissetriz do ângulo formado por essas duas retas, prolonga-se a reta virgem até encontrar a bissetriz, sendo esse o ponto referente à σ_{vm} .

Obteve-se pelo método de Casagrande uma tensão de aproximadamente 7,5 MPa (figura 68), tensão essa próxima a encontrada anteriormente no gráfico deformação volumétrica *versus* tempo.

É importante ressaltar que os processos de identificação da transição do comportamento elastoplástico são bastante sensíveis ao método empregado.



Figura 68 - Método de Casagrande para obtenção da tensão de pré-adensamento

Outra análise feita comparando os dois ensaios de tensão confinante de 14 MPa (figura 69) é que ambas as curvas de tensão-deformação mudaram o sinal da derivada em aproximadamente 38 MPa e romperam a tensões similares. A compactação no CP 12 não influenciou na resistência do carvão, ou seja, o grau de deformação plástica aparentemente não afeta a resistência última da rocha.



Figura 69 - Curvas tensão-deformação dos ensaios com 14 MPa de tensão confinante

5.8. Critério de Ruptura de Mohr-Coulomb

O primeiro modelo de falha material dedicado a materiais friccionais e que ainda hoje tem grande aplicação é o de Mohr-Coulomb. Este modelo compara o estado de máximo cisalhamento plano com uma envoltória de falha que depende do estado de confinamento mecânico. Este modelo representa apenas o comportamento ao cisalhamento do material e peca ao representar o comportamento à tração.

O critério de Mohr-Coulomb assume que a envoltória de Mohr é definida por uma linha reta definida como:

 $\tau = \sigma t g \emptyset + c$

Onde: Ø = ângulo de atrito interno C = coesão O resultado dos ensaios revela que os diversos círculos de Mohr são coerentes na ruptura e conduzem a envoltórias de resistência não lineares. Considerando que o ângulo de atrito varia com a tensão confinante, percebe-se que para baixos níveis de tensão o ângulo de atrito é visivelmente maior.

Na Figura 70 são propostas envoltórias diferentes para os resultados baseando-se no nível de tensões.



Figura 70 - Envoltória de ruptura de acordo com o critério de Mohr-Coulomb

É possível analisar esse efeito do ângulo de atrito ϕ do carvão observando o plano de ruptura ocorrido nos corpos de prova, uma vez que a normal a esse plano, segundo o critério de Mohr-Coulomb, ocorre a $45^{\circ} + \frac{\phi}{2}$ com a direção da tensão principal maior. Encontrou-se um plano de ruptura de aproximadamente 56° para tensão confinante de 14 MPa e 66° para tensão confinante de 5 MPa (Figura 71). Esse resultado conduz a um ângulo de atrito equivalente à $\phi = 22^{\circ}$ e $\phi = 42^{\circ}$ respectivamente.



Figura 71 - (a) Plano de ruptura do CP 3 com tensão confinante de 5 MPa. (b) Plano de ruptura do CP 1 com tensão confinante de 14 MPa.

5.9.

Modelo Constitutivo Elasto-plástico de Lade-Kim

Um dos objetivos desta pesquisa é a caracterização mecânica do carvão segundo modelos constitutivos mais fidedignos à resposta mecânica do material

As curvas tensão x deformação dos ensaios mecânicos foram usados para se obter os parâmetros constitutivos do modelo elasto-plástico de Lade-Kim (1988). A Tabela 9 apresenta os parâmetros determinados e as Figuras 73-76 apresentam as curvas tensão x deformação experimentais e as do modelo de Lade-Kim com os parâmetros determinados. Observa-se uma concordância satisfatória entre as curvas de laboratório e as do modelo.

Módulos	Critério de	Critério de	Função de	Função de
Elásticos	Ruptura	Escoamento	Potencial	Endurecimento
			Plástico	
v = 0,26	$\eta = 758.578$	h = 1,41	$\mu = 2.10$	C = 9,12E-8
$K_{ur} = 13.706$	m = 1,51	$\alpha = 10$	$\Psi_2 = -2,92$	p = 2,19
n = 0,48	a = 10			
$p_a = 0,1 MPa$				

Tabela 8 - Parâmetros do modelo de Lade-Kim (Velloso, 2010)



Figura 72 - Curvas tensão-deformação – Tensão confinante de 5 MPa



Figura 73 - Curvas tensão-deformação - Tensão confinante de 14 MPa



Figura 74 - Curvas tensão-deformação - Tensão confinante de 20 MPa



Figura 75 - Curvas tensão-deformação – Ensaio hidrostático cíclico

A seguir, os modelos de Mohr-Coulomb e Lade-Kim foram plotados no mesmo gráfico e observou-se que o ajuste de retas do modelo de Mohr-Coulomb foi satisfatório. A superfície de ruptura de ambos os modelos estão em concordância.



Figura 76 - Superfícies de ruptura referentes aos modelos de Mohr-Coulom e Lade-Kim com superfície de fechamento em um ensaio hidrostático de 20 MPa

No gráfico a seguir é possível observar a tensão com que o material passa do regime elástico para o elasto-plástico em uma trajetória desviadora com tensão confinante de 14 MPa, representando o ensaio realizado na amostra CP 13.



Figura 77 - Representação gráfica da trajetória desviadora com σ_3 = 14 MPa junto às envoltórias de Lade-Kim

Obteve-se p = 18 MPa, o que representa σ_1 = 22 MPa e σ_d = 8 MPa. Esse valor se aproxima com aquele obtido anteriormente pelo método de Casagrande.