

4

Descrição dos Equipamentos e da Metodologia de Ensaios

4.1.

Introdução

Muniz (2003) desenvolveu um equipamento chamado célula de difusão, baseado no equipamento original desenvolvido por van Oort (2004). Este equipamento é capaz de simular a interação físico-química entre rochas argilosas (folhelhos) e os fluidos de perfuração (base água ou base óleo). No ensaio, a rocha é submetida a gradientes químicos e hidráulicos em um campo de tensões similares às condições *in situ*. Mediante esta simulação, os parâmetros de transporte de massa como a permeabilidade, a eficiência de membrana (coeficiente de reflexão) e o coeficiente de difusão iônica são determinados.

Os ensaios realizados nesta célula de difusão são de longa duração e o LIRF (Laboratório de Interação Rocha-Fluido da GTEP) só contava com uma, o que dificultava a realização de um maior número de ensaios. Desta forma, GTEP (Grupo de Tecnologia e Engenharia do Petróleo) projetou e construiu quatro novas células de difusão que trabalharão em paralelo com a célula de difusão original; possibilitando, a realização de ensaios simultâneos, otimizando tempos e resultados.

Com o implemento das novas células de difusão, aumentaram consideravelmente o número de válvulas, e o manuseio do equipamento no transcorrer do ensaio se tornou mais complexo. Um dos objetivos específicos desta dissertação é desenvolver a metodologia para ser utilizada no transcorrer de ensaios simultâneos baseados na metodologia original (Muniz, 2003).

No presente capítulo, inicialmente se descreve os principais acessórios e equipamentos que formam parte das células de difusão. Seguidamente se apresenta a metodologia usada na calibração dos transdutores de pressão. Na sequência, se descreve a metodologia e as fases de ensaio, onde se inclui breves

conceitos teóricos necessários para o entendimento de cada fase e os procedimentos a seguir no manuseio do equipamento.

Ao final de cada ensaio nas células de difusão se optou por retirar o corpo de prova e avaliar a sua resistência a tração indireta mediante o ensaio brasileiro, para o qual, neste capítulo também se apresenta a metodologia seguida. No final do presente capítulo, descreve-se a metodologia usada nas análises dos resultados experimentais.

4.2. Equipamentos e Acessórios Utilizados

A célula de difusão desenvolvida por Muniz (2003) ensaia amostras de 3,81 ou 50,8mm de diâmetro e altura de 30,0mm e podem ser submetidas a pressões confinantes de até 30MPa. A célula de carga usada para medir a força axial apóia-se sobre o cabeçote superior e todo o conjunto é submetido a uma pressão confinante. Na base da célula de difusão, encontram-se três canais que são destinados à medição de poropressão. A Figura 4.1 apresenta o desenho esquemático da célula de difusão desenvolvida.

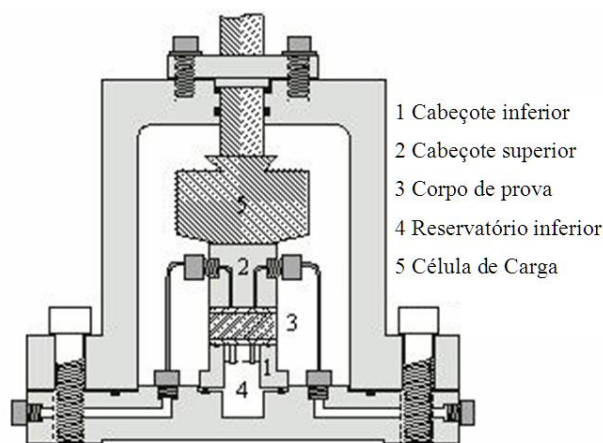


Figura 4.1 – Esquema da célula de difusão desenvolvida por Muniz (2003).

As quatro novas células foram projetadas eliminando a célula de carga que permitia a medição de força axial e a execução de ensaios anisotrópicos. Desta forma, as novas células foram projetadas unicamente para ensaios com aplicação

de carregamento isotrópicos. Estas modificações feitas reduziram consideravelmente o peso da tampa da célula passando dos 20kgf para 7,3kgf, facilitando assim o manuseio pelos técnicos do laboratório.

Os corpos de prova para estas novas células apresentam altura de aproximadamente 15mm e diâmetro de 38,1mm.

A Figura 4.2 apresenta uma foto da célula de difusão desenvolvida antes da montagem na bancada que serve de apoio para as células. A câmara confinante foi projetada para suportar pressões internas de até 35MPa.



Figura 4.2 – Nova célula de difusão do LIRF-GTEP para ensaios isotrópicos.

Em um ensaio simultâneo, cada uma das células pode funcionar e ser monitorada independentemente. O projeto do equipamento e o programa computacional elaborado em Labview permitem esta função.

A aplicação de pressão confinante é realizada por meio de um injetor de pressão tipo GDS (Figura 4.3), com capacidade de aplicar pressão até 32MPa. A aplicação de contrapressão no topo e base do corpo de prova nas etapas de saturação e adensamento é feita por outro GDS, também com a mesma capacidade de aplicar pressão até 32MPa, sendo que o fluido de injeção é água desareada.

O GDS controla a quantidade de fluido (água ou óleo) que entra e sai mantendo fixo o nível de pressão especificada, por longos períodos de tempo.



Figura 4.3 – Aplicador de pressão confinante GDS de 32 MPa.

De forma a medir as pressões aplicadas, utilizam-se cinco transdutores de pressão (Figura 4.4) em cada célula. Estes transdutores monitoram a pressão confinante (P. Confinante), a pressão no reservatório que armazena os fluidos (interface), e as pressões no reservatório inferior e superior chamadas aqui de PP. Base e PP. Topo, respectivamente. Dois transdutores monitoram a pressão no reservatório superior, sendo um colocado na entrada (PP. Topo Entrada) e outro na saída da câmara. (PP. Topo Saída) com a finalidade de ter maior controle das pressões que ingressam e saem do topo do corpo de prova. A leitura do transdutor localizado na interface serve somente como referência para a pressurização e despressurização da interface. Todos os transdutores podem medir as pressões até aproximadamente 21MPa (3000psi), que é o limite de trabalho destes.



Figura 4.4 – Transdutores de pressão na célula de difusão.

O circuito de aplicação de pressão no topo é constituído basicamente pela bomba “Waters” (Figura 4.5) e por uma válvula de alívio. Atualmente se conta com duas bombas, uma delas aplica pressão em três células e a outra em duas. A

bomba da marca “Waters” é uma bomba de vazão constante capaz de imprimir no sistema vazões que variam de 0,001 a 10 ml/min, e aplicar pressões de até 42MPa (6000psi). A pressão na linha de circulação é mantida através do uso de uma válvula de alívio da marca “Swagelok” (Figura 4.6) cuja faixa de trabalho pode ser alterada em função da troca de uma mola interna. Desta forma, a pressão no topo do corpo de prova é aplicada impondo-se uma vazão constante na bomba “Waters” e regulando-se a válvula de alívio para a pressão desejada ao longo do ensaio.



Figura 4.5 – Bomba “Waters”.

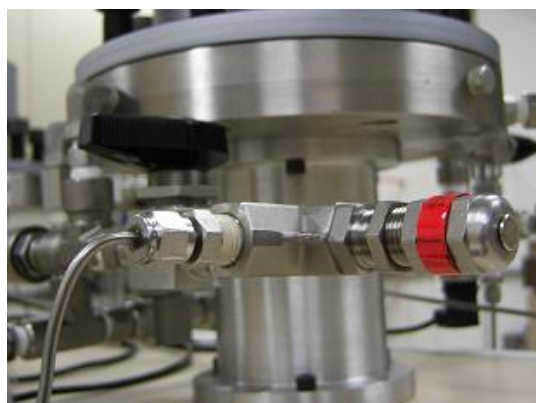


Figura 4.6 – Válvula de alívio “Swagelok”.

A bomba “Waters” só pode trabalhar com água pura e para armazenamento e introdução de outros tipos de fluido (salinos ou base óleo) no sistema, foram desenvolvidas cinco interfaces (usinadas com aço inox 316L) tipo pistão para as cinco células de difusão com capacidade de 1,3l de fluido. As interfaces foram projetadas para suportar pressões de até 35MPa (5000psi). A separação dos fluidos é alcançada por meio de um pistão de teflon com anel de borracha nitrílica

(“o’ring”), de forma a impedir que os diferentes fluidos presentes nestes dois reservatórios entrem em contato e se misturem. A Figura 4.7 apresenta uma foto da interface desenvolvida e um esquema do seu funcionamento.

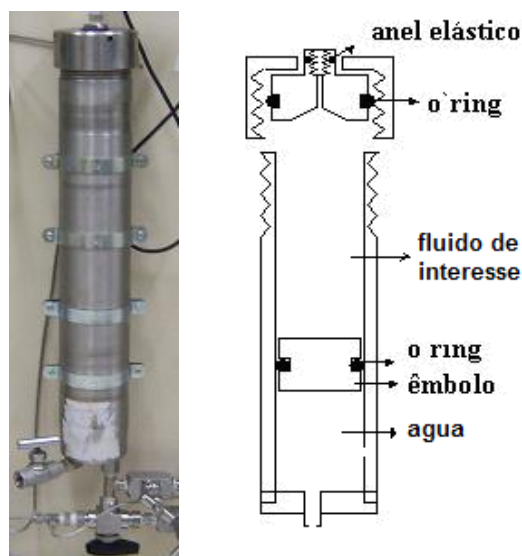


Figura 4.7 – Nova interface tipo pistão – esquema ao lado.

A Figura 4.8 apresenta uma foto com os cabeçotes inferior (à direita) e superior (à esquerda) utilizados nos ensaios. A conexão do cabeçote superior à base da célula de difusão é realizado por meio de dois engates rápido tipo miniatura. O cabeçote inferior possui furos e sulcos profundos objetivando maximizar a área de contato entre o fluido e o corpo de prova. Entretanto, esta configuração propicia a extrusão do corpo de prova, pelo que é necessária a utilização de um disco poroso de aço inox em cima deste cabeçote. O cabeçote superior é maciço e foi projetado de tal forma que o fluxo no topo do corpo de prova se dê obrigatoriamente pelo dreno constituída de tela metálica e geotêxtil (bidim) que é instalado entre o cabeçote e o corpo de prova. Esta configuração garante que o fluido utilizado entre em contato com toda a face superior do corpo de prova.

Na Figura 4.9 se apresenta uma foto com as quatro novas células desenvolvidas no LIRF-GTEP junto à célula desenvolvida por Muniz (2003). Estas 5 células podem trabalhar simultaneamente, uma independente da outra; as configurações das válvulas e do sistema de aquisição de dados dão essa característica versátil aos equipamentos. Todo o sistema de aquisição de dados

está constituído por equipamentos e “software” (Labview) da National Instruments.



Figura 4.8 – Cabeçote superior (esquerda) e inferior (direita).



Figura 4.9 – Vista geral das cinco células de difusão.

4.3. Metodologia de Ensaios nas Células de Difusão

A metodologia a seguir foi confeccionada progressivamente a partir das campanhas de ensaios realizados, e foi sendo aprimorada com a solução dos problemas que surgiam no transcorrer do ensaio.

4.3.1. Considerações Gerais

Antes de realizar uma campanha de ensaios é necessário primeiro especificar o nível de tensões de confinamento, o tipo de fluido a ser usado (solução salina e concentração) e os parâmetros que precisam ser obtidos em cada célula. É importante também especificar uma temperatura do ambiente de ensaio no ar condicionado, a qual terá que ser mantida durante todo transcorrer de ensaio.

Para a descrição da metodologia é necessário inicialmente conhecer as válvulas principais que são manipuladas no transcorrer do ensaio. A Figura 4.10 apresenta a vista frontal e posterior da célula, indicando-se as válvulas que a compõem, descritas a seguir:

- Válvula da pressão confinante (Figura 4.10a). É de tipo esfera simples que comunica e controla a pressão de óleo imposta pelo GDS, ou pelo injetor de pressão manual.
- Válvula de alívio (Figura 4.10b). Esta mantém a pressão na linha de circulação, cuja faixa de trabalho pode ser alterada em função da troca de uma mola interna.
- Válvula de drenagem ou topo saída (Figura 4.10b). É uma válvula simples tipo esfera que comunica a pressão do topo do corpo de prova com a válvula de alívio.
- Válvula da base (Figuras 4.10a e 4.10b). É de tipo esfera simples que isola as pressões geradas na base de corpo de prova. Esta válvula é completamente fechada nas fases de transmissão de pressão e difusão de íons.
- Válvula de topo ou topo entrada (Figura 4.10a). É de tipo esfera com três vias que comunica as pressões impostas pelo GDS de água ou pela bomba “Waters” com o topo do corpo de prova. Esta válvula pode controlar a entrada de água (fase de transmissão de pressão) ou a entrada de solução salina que vem da interface (fase de difusão de íons);
- A válvula de suspiro (Figura 4.10b) é uma válvula que comunica o óleo da pressão confinante com o meio externo. Esta válvula deve

estar fechada para imprimir pressão com o GDS, ou aberta para desmontar o ensaio, obviamente depois de despressurizar a célula.

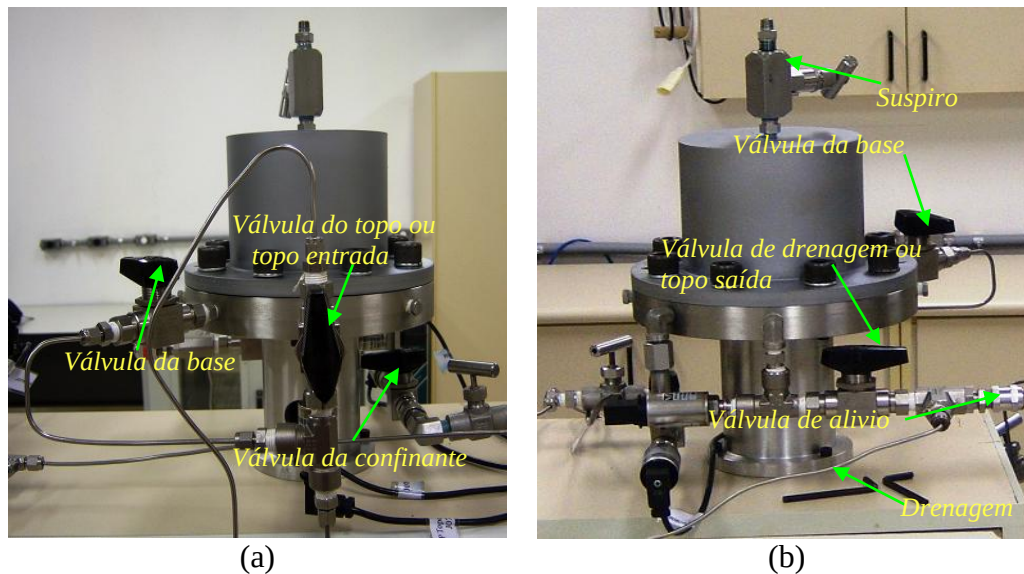


Figura 4.10 – Válvulas da célula de difusão: a) Vista traseira b) Vista dianteira.

4.3.2. Montagem do Ensaio

É recomendável limpar os circuitos de cada célula antes de começar o ensaio circulando água pura aplicada pela bomba “Waters” (vazão de 1 a 3 ml/min) pelas linhas do cabeçote superior e reservatório inferior.

A montagem de ensaio é muito delicada e requer rapidez, pois uma prolongada exposição do folhelho ao ar pode ocasionar excessiva perda de saturação por evaporação além de provocar fissuramentos pelo ressecamento. Então para se evitar este tipo de problema recomenda-se retirar o corpo de prova do óleo mineral onde é normalmente armazenado somente após todo o sistema estar devidamente preparado e testado. A retirada dos corpos de prova e a montagem em cada célula precisam ser de forma progressiva. Feita a primeira montagem completa, isto é, com a câmara confinante fechada, prossegue-se com a retirada do seguinte corpo de prova e com a montagem na seguinte célula.

Numa campanha de ensaio, deve ser realizado o procedimento sequencial esquematizado na Figura 4.11. Maiores detalhes da montagem dos corpos de prova podem ser consultados em Muniz (2003) e Duarte (2005).

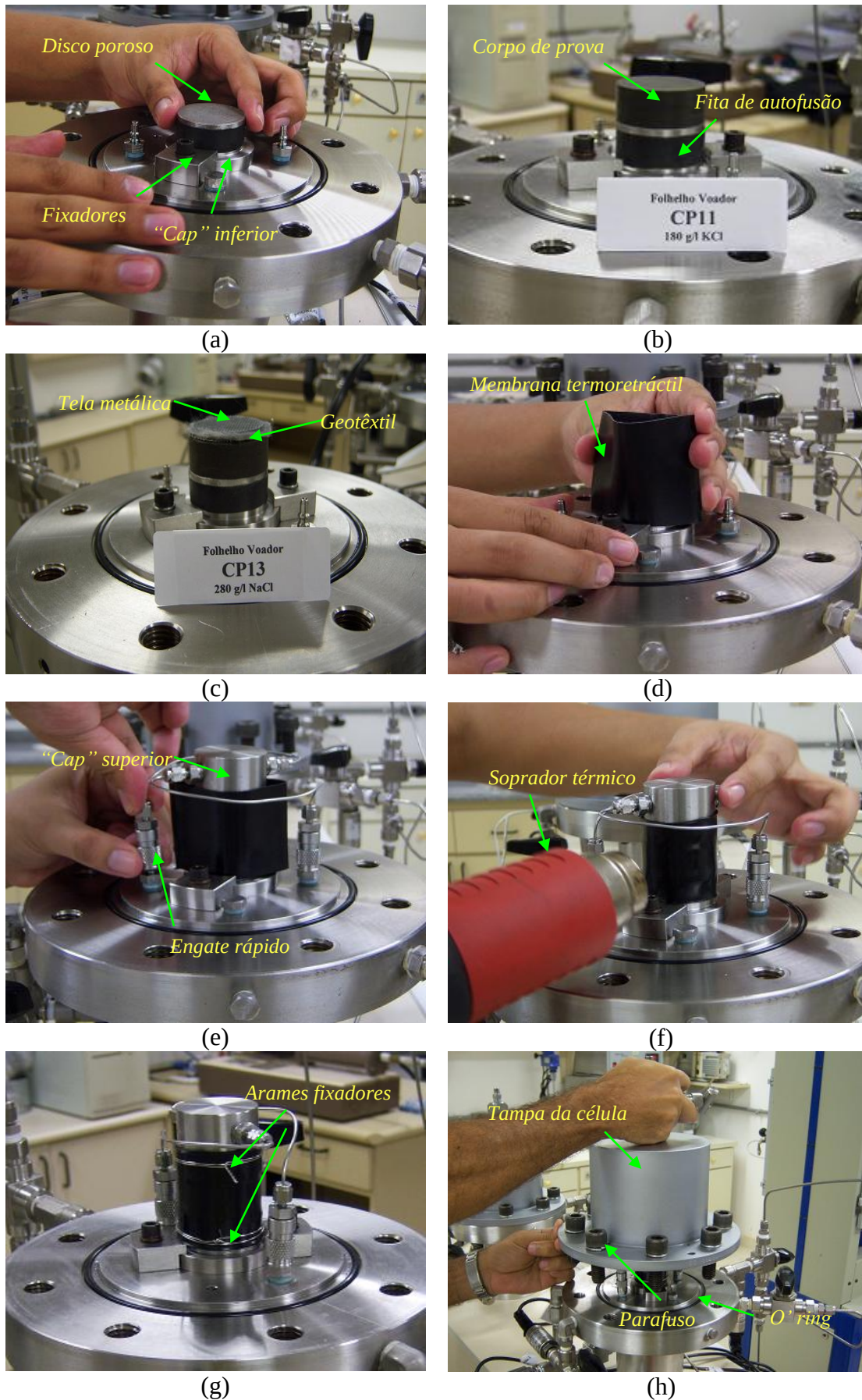


Figura 4.11 – Etapas de montagem do ensaio. (Modificado de Muniz, 2003).

4.3.3.

Fases do Ensaio nas Células de Difusão

Antes dos corpos de prova selecionados serem ensaiados, são necessários os cálculos dos índices físicos iniciais. As dimensões e massa (W) são determinadas e a umidade natural (w) estimada, secando a amostra por um período de 24h a 105°C.

O ensaio de difusão é constituído por 4 fases ou etapas: saturação, adensamento, transmissão de pressão e difusão de íons. Na descrição destas fases se incluem conceitos básicos e a metodologia a seguir no manuseio do equipamento.

4.3.3.1.

Fase de Saturação do Corpo de Prova

A completa saturação ou um alto grau de saturação da amostra é de fundamental importância para uniformizar as propriedades medidas. Além do emprego do princípio das tensões efetivas, a saturação total permite obter medidas reais da variação de poro-pressão ao longo do ensaio.

Vários métodos de saturação de rochas têm sido sugeridos, tais como, imersão em câmara de vácuo e saturação por ascensão capilar (Schmitt et al., 1994), fluxo de água sob pressão (Forsans & Schmitt, 1994), equilíbrio em atmosfera controlada (Steiger & Leung, 1991), câmara de rehidratação (Remvik, 1993), os quais podem ser associados aos métodos utilizados em mecânica dos solos (Head, 1986). O método de saturação por aplicação de contrapressão é o método mais utilizado e escolhido como parte da metodologia neste trabalho. Neste processo a aplicação de acréscimos de pressão confinante é acompanhada por iguais acréscimos de contrapressão, de forma que a tensão efetiva seja constante, reduzindo a deformação do corpo de prova. Esta técnica, além de saturar o corpo de prova, dissolve bolhas de ar que possam existir entre a amostra e o geotextil (“bidim”) e nas linhas de contrapressão.

Para a verificação do grau de saturação do corpo de prova, utiliza-se o parâmetro B de Skempton (1954) dado pela equação 4.1. Monitora-se o acréscimo de poropressão devido ao aumento da pressão de confinamento sob condições não

drenadas. Tipicamente, o valor de B é igual a 1,0 para amostras completamente saturadas. Valores de B menores que a unidade são indicadores de saturação parcial, ou ainda, de saturação completa, porém, de materiais muito rígidos. O valor deste parâmetro para rochas (neste caso o folhelho), dificilmente é igual a 1, como poderá ser visto mais adiante nos ensaios realizados.

$$B = \frac{\Delta u}{\Delta \sigma_{conf}} \quad (4.1)$$

Onde;

Δu = variação da poropressão sob condições não drenadas;

$\Delta \sigma_{conf}$ = variação da pressão confinante.

O número de estágios necessários para saturar a amostra depende do material ensaiado e da tensão efetiva aplicada, ficando o controle destes ao critério da sensibilidade do pesquisador encarregado do ensaio. Os acréscimos de pressão confinante e contrapressão serão os mesmos, para garantir que a tensão efetiva atuante no corpo de prova para cada estágio se mantenha constante.

Os passos a seguir são apresentados, lembrando que as válvulas de drenagem estarão fechadas durante toda esta etapa.

1. Para o primeiro estágio, aplicar o valor estabelecido de pressão confinante inicial mediante o GDS de óleo. As pressões serão distribuídas abrindo-se sequencialmente as válvulas da pressão confinante para cada célula; estas válvulas ficarão abertas durante toda esta etapa;
2. Utilizando os GDS de água, aplicar a contrapressão inicial especificada. A pressão na interface de cada célula aumentará de valor. Quando este valor for o indicado, abrir as válvulas da base e topo para que as contrapressões ingressem no corpo de prova;
3. Após um período de aproximadamente 30 minutos, quando a pressão confinante e a contrapressão aplicada estão atuando nos corpos de prova, fechar as válvulas de topo e base;
4. Fazer a primeira leitura da pressão confinante e das pressões da base e topo de cada uma das células, para estimativa do parâmetro B;

5. Aplicar o acréscimo de pressão confinante e após 20min quando as pressões já estiverem estabilizadas, fazer as leituras finais da pressão confinante e das pressões da base e topo;
6. Tendo as leituras finais e iniciais, determina-se o valor do parâmetro B do primeiro estágio para cada corpo de prova, utilizando a equação 4.1;
7. Depois de feitas as leituras, estando as válvulas de topo e base fechadas, utilizando os GDS de água, aplicar o acréscimo de contrapressão. As pressões das interfaces começarão a aumentar; no momento que estas pressões chegam ao valor indicado, seqüencialmente as válvulas de topo e base serão abertas para que as pressões ingressem no corpo de prova; deixar atuar esta contrapressão por meia hora;
8. Fechar as válvulas de base e topo de cada célula e fazer as leituras iniciais do segundo estágio;
9. Aplicar novamente o acréscimo de pressão confinante e após 20min, quando as pressões alcançarem o valor especificado e estiverem estabilizadas, fazer as leituras finais de pressão confinante e da pressão no topo e base do corpo de prova.
10. Tendo as leituras iniciais e finais, calcula-se o parâmetro B do segundo estágio;
11. O valor do parâmetro B aumentará em cada estágio, isto significa que o aumenta o grau de saturação do corpo de prova. Para os próximos estágios repetir os passos 8, 9, 10 e 11.

Esta fase acaba quando o valor do parâmetro B atingir um valor próximo a 1 ou quando o valor se mantiver constante em dois estágios consecutivos.

4.3.3.2.

Fase de Adensamento do Corpo de Prova

Finalizada a saturação dos corpos de prova, inicia-se a fase de adensamento que tem como objetivo dissipar todo excesso de poropressão gerado devido ao restabelecimento das tensões sob as quais o ensaio será executado. A válvula de

drenagem é aberta para o sistema de contrapressão, desta forma, o excesso de poropressão se reduz gradualmente até o valor da contrapressão aplicada. A dissipação de poropressão implica em redução de volume e aumento de tensão efetiva, que depois do adensamento será igual à diferença entre a pressão confinante e a contrapressão aplicada (pressão na base e no topo de corpo de prova).

Esta fase se prolonga até que 95% do excesso de poropressão sejam dissipados ou não existam mais deformações no corpo de prova. Muniz (2003) nos ensaios realizados no folhelho B-S verificou-se que a etapa de adensamento pode ser encerrada após um período de aproximadamente 18h, entretanto em ensaios realizados com outros materiais o autor recomendou um período mínimo de 24h para uma completa dissipação de poropressão.

As tensões sob as quais o corpo de prova irá se adensar dependem da sensibilidade do pesquisador encarregado do ensaio. Na fase de adensamento nesta dissertação, os corpos de prova foram submetido à pressão confinante de 14 MPa (P.Confinante) e uma contrapressão de 4 MPa (PP. Topo e PP. Base). Esta fase transcorreu por períodos de tempo não inferiores a 20h.

Os procedimentos adotados para se executar esta fase com as válvulas de topo e base aberta para o sistema de aplicação de contrapressão (drenagem do excesso de poropressão) são os seguintes:

1. Fechar as válvulas da base e topo do corpo de prova.
2. Com as válvulas de pressão confinante abertas, utilizando o GDS de óleo, aplicar gradualmente pressão em estágios de 1000kPa, até chegar à pressão confinante especificada para o adensamento; observar o aumento da poropressão (no topo e base do corpo de prova). A diferença entre esta poropressão e a contrapressão especificada, é o excesso de poropressão a ser dissipado durante a fase de adensamento;
3. Quando a pressão confinante atingir o seu valor, enviar pelo GDS de água uma contrapressão próxima ao valor de excesso de poropressão gerada; a pressão na interface aumentará até esse valor.
4. Abrir as válvulas da base e topo. Enviar pelo GDS de água estágios de contrapressão gradualmente menores até atingir a poropressão especificada do adensamento; isto com a finalidade de não impor

quedas bruscas de pressão no corpo de prova, o qual poderia gerar trincamentos ou fissuramentos e como consequência a medição de parâmetros não representativos nas seguintes etapas.

4.3.3.3.

Fase de Transmissão de Pressão do Corpo de Prova

Com o término da etapa de adensamento, ou seja, quando as poropressões e deformações do corpo de prova se estabilizam, dá-se início à etapa de transmissão de pressão.

Nesta etapa, pode-se estimar o coeficiente de permeabilidade, além de avaliar o tempo que o corpo de prova necessita para uma total transmissão de pressão devido a um gradiente de pressão hidráulica imposto no topo e na base do corpo de prova; em outras palavras, levando às condições de poço, simular o tempo para que a pressão hidráulica gerada pelo fluido de perfuração seja totalmente transmitida à parede de poço desde o momento que o maciço entre em contato com o fluido.

Esta fase consiste em aumentar a pressão no reservatório superior (topo do corpo de prova) e monitorar o crescimento de pressão no reservatório inferior (base do corpo de prova). Isto acontece da seguinte maneira: ao aplicar-se uma pressão maior no topo do corpo de prova, o reservatório da base, com uma pressão menor, tende a se equalizar com a pressão do topo. O topo do corpo de prova, apresentando uma pressão maior, força o reservatório inferior a gradativamente aumentar sua pressão, pois a água sob pressão começa a migrar do topo para a base. O tempo necessário para que a pressão na base atinja o valor da pressão do topo depende da permeabilidade e da compressibilidade do corpo de prova.

Na campanha de ensaios realizados nesta dissertação, adotou-se como pressão no reservatório superior (PP. Topo) o valor de 12MPa e como pressão no reservatório inferior (PP. Base) o valor de 4MPa. Em outras palavras, as pressões PP. Topo especificadas no adensamento foram gradualmente incrementadas até 12MPa, isto para garantir que a base do corpo de prova não experimente mudanças bruscas de pressão, e como mencionado anteriormente prevenir a geração de fissuras ou trincas.

Nesta fase são adotados os seguintes procedimentos:

1. Para começar esta nova fase é necessário fechar as válvulas de topo e base. Fechando as válvulas da base, se garante isolar a pressão do reservatório inferior.
2. Ligar as duas bombas “Waters” e utilizando água como fluido de circulação, enviar pressão com uma vazão de 2ml/min; o objetivo é pressurizar as linhas provenientes das duas bombas, porém as interfaces serão também gradualmente pressurizadas;
3. Quando as pressões da interface atingirem as contrapressões (PP. Topo e Base) especificadas no adensamento, mudar a vazão da bomba para 1ml/min e seguidamente, abrir as válvulas de topo entrada de todas as células (no sentido anti-horário). Progressivamente as pressões de topo irão se incrementando até o valor especificado, a válvula de drenagem será aberta e a mola da válvula de alívio calibrada para esta pressão;
4. Monitorar o incremento de pressão da base (PP. Base), ao longo do ensaio pelo transdutor de pressão do reservatório inferior;
5. Finalizar a fase, quando a pressão da base do corpo de prova atingir a pressão no topo do mesmo; porém, dependendo do tipo de folhelho ou de corpo de prova, o ensaio terminará em tempos diferentes para cada célula.

Com base na curva de crescimento de pressão da base pode-se estimar o coeficiente de permeabilidade através do programa FPORO, especialmente desenvolvido para este fim (Frydman & Fontoura, 1999); este procedimento será descrito no item 4.6.2.

4.3.3.4.

Fase de Difusão de Íons do Corpo de Prova

Esta fase tem como objetivo simular a interação físico-química do folhelho em contato com os fluidos de perfuração base água, impondo condições de pressão in-situ.

Em ausência de uma gradiente de pressão hidráulica (final da transmissão de pressão), o movimento de água para dentro ou fora dos folhelhos é principalmente governado pela gradiente de concentração química existente entre o folhelho e o fluido de perfuração. No entanto a pressão osmótica gerada entre estes é grandemente influenciada pelo fluxo de íons para dentro ou fora do folhelho devido à mesma diferença de concentração química. Neste contexto, parâmetros de transporte de massa, como a eficiência de membrana e o coeficiente de difusão dos íons contidos nos fluidos de perfuração, são indispensáveis na avaliação de um projeto de estabilidade de poços.

No ensaio, quando a pressão do reservatório da base atingir ao do topo e se mantiver estável (final da anterior fase), dá-se início a esta etapa. Mantêm-se as pressões nos reservatórios e substitui-se o fluido do reservatório superior (topo do corpo de prova) pelo fluido de interesse para o ensaio. Quando se introduz um gradiente de concentração química, mantendo-se o gradiente de pressão hidráulica constante, provoca-se o surgimento de um fluxo osmótico que fará com que a água do reservatório inferior (baixa concentração) se transporte para o reservatório superior (alta concentração), reduzindo gradualmente a pressão no reservatório inferior. Devido ao gradiente de concentração imposto, o fenômeno de difusão de íons também será observado no transporte dos íons do reservatório superior para o inferior, resultando num aumento da concentração no reservatório inferior ao longo do ensaio. Esta variação de pressão na base do corpo de prova (PP. Base) pode ser monitorada pelo transdutor de pressão localizada no reservatório inferior.

O início desta etapa é independente em cada célula e será em função do término da etapa de transmissão de pressão em cada uma delas.

A seguir são apresentados os procedimentos para pressurização da interface e início da fase de difusão de íons:

1. Isolar as células que ainda se encontram na etapa de transmissão de pressão, isto se consegue fechando as válvulas de topo e drenagem. As válvulas das bases continuam fechadas da fase anterior;
2. Abrir a tampa da interface e colocar o fluido de interesse, em seguida, fechá-la para começar a pressurização.
3. A pressurização da interface e início da fase de difusão de íons será feito sequencialmente em cada uma das células que estão aptas para

começarem esta fase, então se sugere isolar também as células que ainda não serão manipuladas;

4. Enviar pela bomba Waters uma vazão de 2 a 5ml/min para iniciar a pressurização da interface. O processo de pressurização continuará até o transdutor da interface se aproximar ao valor da pressão do topo, nesse momento é quando as válvulas de topo serão abertas para interface (sentido horário). Deste modo se garante que a substituição do fluido não provoque quedas bruscas de pressão no topo, o que poderia acontecer se a válvula de topo estivesse aberta sem antes pressurizar a interface;
5. No momento que se observe um ligeiro incremento de pressão no topo do corpo de prova, abrir a válvula de drenagem, para garantir a constante circulação da solução imprimindo uma pressão constante; se fosse necessário, calibrar a válvula de alívio;
6. Terminado a substituição de fluido da primeira célula, isolar esta, e começar com a seguinte interface, seguindo os passos 3, 4 e 5, até terminar com todas as células ensaiadas;
7. Encerrar esta etapa quando a diferença entre a pressão na base (PP. Base) e a pressão no topo (PP. Topo) se mantiver constante, em outras palavras, quando a base do corpo de prova não experimente quedas de pressão e se manter constante no tempo. Obviamente o encerramento do ensaio em cada célula acontecerá em tempos diferentes.

Ao final dos ensaios, retiram-se os corpos de prova das células, determinam-se suas dimensões e massa, necessários para o cálculo dos índices físicos finais e, em seguida, encaminha-se o mesmo para avaliação da sua resistência à tração por meio do ensaio brasileiro.

O fluido presente no reservatório inferior é coletado e encaminhado para realização de análises químicas necessárias para determinação dos íons presentes no mesmo. A quantificação do Cl^- é realizada através da titulação por nitrato de prata no próprio LIRF. A análise dos cátions é realizada por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES) ou Absorção Atômica por Chama (AA-C). Esta análise destina-se a determinar a quantidade de íons que por difusão foram transportados da solução imposta no topo do corpo de

prova até o reservatório da base, a partir do começo desta etapa até o final do ensaio.

4.4.

Ensaio de Tração Indireta (Ensaio Brasileiro)

Segundo Hsu *et al.* (2002), os ensaios brasileiros, como uma medida da resistência a tração, são comumente avaliados em rochas duras, onde se o critério de falha de Griffith (baseado na teoria de elasticidade) é usado. No entanto, para rochas brandas, como os folhelhos, a teoria de uma ruptura frágil, usada para obter a resistência à tração mediante este ensaio, pode não ser válida. Por tal razão, os autores sugerem que os resultados têm que ser aplicados com precaução.

Os ensaios brasileiros realizados foram seguindo a norma internacional da ASTM (D3967-05) – American Society for Testing and Materials; e as recomendações da ISRM (1978) – International Society for Rock Mechanics.

Em razão da dificuldade de se conseguir corpos de prova de folhelhos para realização de ensaios, estabeleceu-se como procedimento padrão a realização do Ensaio Brasileiro em todos os corpos de prova utilizados nos ensaios de difusão. As dimensões dos corpos de prova do ensaio de difusão são as mesmas necessárias para realização deste ensaio.

Utiliza-se um cabeçote inferior e rótula para reduzir a distância entre a base da prensa e a viga de reação e centralizar a força axial. Além disto, um mordente curvo é utilizado para alocar o corpo de prova que é em forma de disco possuindo a razão altura/diâmetro igual a 0,5. A Figura 4.12 apresenta uma foto de um corpo de prova devidamente instalado para início do Ensaio Brasileiro. O ensaio deve ser realizado numa velocidade tal que a ruptura primária ocorra no intervalo de tempo entre 1 e 10min. Nos ensaios da presente dissertação, foi adotada uma velocidade de deslocamento de 0,1mm/min. No intuito de reduzir o atrito e a conseqüente concentração de tensões, nos contatos corpo de prova/mordentes foi inserida uma fita adesiva inelástica.

Para realizar o ensaio, primeiramente, deve-se iniciar o programa de aquisição de dados e controle da prensa HD40t. Nomeia-se o corpo de prova, e, em seguida, são inseridos os dados do mesmo como diâmetro e altura (o valor da

área é calculado diretamente pelo “software”). Feito isso, posiciona-se corretamente o corpo de prova na base da prensa, aplica-se uma pré-carga (força inicial F_i) e, finalmente, dá-se o incremento da força axial até a ruptura do corpo de prova. Para calcular a resistência à tração do corpo de prova utiliza-se a equação 4.2:

$$\sigma_T = \frac{2P}{\pi DH} \quad (4.2)$$

Em que:

σ_T = resistência à tração (kPa);

P = força na prensa (kN);

H = altura do corpo de prova (m);

D = diâmetro do corpo de prova (m).

Encerrado o Ensaio Brasileiro, fragmenta-se o corpo de prova para determinação da umidade final e posterior cálculo dos índices físicos finais. Estes resultados serão comparados com os índices físicos iniciais obtidos antes dos corpos de prova serem ensaiados dentro da célula de difusão.

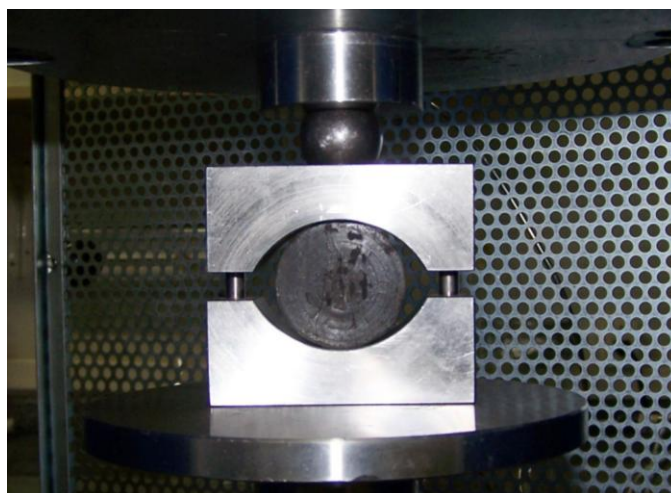


Figura 4.12 – Montagem utilizada para realização do Ensaio Brasileiro.

4.5. Análises dos Resultados Experimentais

Após o término dos ensaios na célula de difusão, os resultados obtidos precisam ser analisados.

A seguir é apresentada a metodologia utilizada na obtenção do coeficiente de reflexão experimental (α_{exp}). Na sequência, apresenta-se a descrição da metodologia utilizada na retroanálise dos resultados experimentais mediante o uso do programa computacional FPORO. Este programa é necessário para a obtenção do coeficiente de permeabilidade, do coeficiente de reflexão numérico (α_{num}), da tortuosidade (τ) e do coeficiente de difusão efetivo (D_e).

4.5.1.

Obtenção do Coeficiente de Reflexão Experimental (α_{exp})

Com o objetivo de verificar o valor do coeficiente de reflexão obtido futuramente pela análise numérica (α_{num}), a metodologia proposta por van Oort *et al.* (1995), Tan *et al.* (2002), Ewy & Stankovich (2002) e Al-Bazali (2005) para a obtenção do coeficiente de reflexão experimental (α_{exp}) (equação 2.4) foi utilizada.

A pressão osmótica experimental (ΔP_{osm}) é obtida ao final da etapa de difusão de íons, sendo igual à diferença da pressão do topo do corpo de prova em relação à pressão da base quando esta permanecer constante.

Considerando a configuração do equipamento e a metodologia de ensaio adotada que utiliza água no reservatório inferior, a A_{fh} da equação 2.2 é considerada como sendo a atividade química da água ($A_{\text{agua}}=1$); por conseguinte, essa equação pode ser reformulada como apresentada na equação 4.3.

$$\Pi = \frac{RT}{V_w} \ln(A_f) \quad (4.3)$$

Onde Π é a pressão osmótica teórica gerada pelo fluido de perfuração, R é a constante universal dos gases (0,082 l.atm / mol.K); T a temperatura do ensaio (K); V_w o volume molar parcial da água (0,018 l / mol) e A_f a atividade química da solução salina utilizada.

A atividade química de uma solução é a razão entre a pressão de vapor da água medida nesta solução e a pressão de vapor da água pura, e é numericamente igual à umidade relativa do ar em uma câmara fechada contendo esta solução (Chenevert, 1970, 1990). Dessa forma, Rabe (2003) sugere uma metodologia baseada na proposta de Chenevert (1990), onde as medidas de atividade química

podem ser realizadas por meio de um termo-higrômetro. Em tal sentido, para determinar a atividade química da solução salina utilizada, realizaram-se ensaios onde esta é colocada em uma câmara fechada (erlenmeyer) e a umidade relativa do ar neste ambiente é determinada por meio de um termohigrômetro (Figura 4.13). A temperatura necessária na equação 4.3 é monitorada no transcorrer deste ensaio.



Figura 4.13 – Ensaio para obter a atividade química da solução (Rabe, 2003).

4.5.2.

Retroanálise dos Resultados Experimentais: Programa FPORO.

O programa FPORO desenvolvido por Frydman e Fontoura (1999), baseia-se no método dos elementos finitos e considera as equações básicas de fluxo de água e íons devido a gradientes hidráulicos e químicos, chegando a uma formulação que acopla os efeitos químicos, hidráulicos e mecânicos.

Em princípio, os testes descritos por van Oort (1994) e van Oort *et al.* (1996), utilizados como base para a avaliação do FPORO comprovaram a coerência das curvas de transmissão de pressão e difusão de íons geradas pela modelagem com este programa (Frydman e Fontoura, 1999, 2001). Muniz (2003), através de ensaios laboratoriais usando uma célula de difusão, destinados ao estudo dos mecanismos de transporte de massa em folhelhos, validou também a modelagem que o programa considera.

O programa FPORO permite diferentes modos de análise, nos quais se incluem a análise transiente e a análise físico-química (incluindo o transporte de soluto).

Na etapa de transmissão de pressão, o ajuste numérico dos dados experimentais, pode fornecer uma estimativa do coeficiente de permeabilidade dos corpos de prova. Para isto, a análise transiente é adotada considerando-se o material isotrópico, necessitando-se assim, somente do módulo de elasticidade (E) e do coeficiente de Poisson (ν). Desta forma, executa-se o programa com diferentes valores para o coeficiente de permeabilidade até que a curva de crescimento de pressão na base seja similar à observada experimentalmente.

Na etapa de difusão de íons, no ajuste numérico dos dados experimentais utiliza-se a análise físico-química; assim, fixa-se o coeficiente de permeabilidade obtido na análise anterior, e adotam-se valores para o coeficiente de reflexão (α_{num}) de forma que a curva numérica coincida com a curva de queda de pressão da base. Seguidamente adotam-se valores da tortuosidade (τ) de forma que o valor da concentração final estimada pelo programa coincida com o valor da concentração obtida mediante a análise química do fluido do reservatório inferior ao final do ensaio. O coeficiente de difusão efetivo (D_e) é calculado a partir da tortuosidade (τ) e do coeficiente de difusão molecular livre da solução (D_o). Assim a equação 4.4 (Shackelford and Rowe 1997) define a D_e como sendo:

$$D_e = D_o \tau \quad (4.4)$$

Como pode ser observado o coeficiente de difusão efetivo é diretamente proporcional ao valor da tortuosidade. Segundo, Shackelford and Rowe (1997), o valor da tortuosidade apresenta valores variando entre 0,1 a 0,4 para solos de sedimentos muito finos, por conseguinte os valores do coeficiente de difusão efetiva são menores que os valores do coeficiente de difusão molecular livre da solução.

Para a análise físico-química, é necessário introduzir no programa parâmetros básicos das soluções utilizadas, como por exemplo, o peso molecular do solvente (PM_w) e soluto (PM_s) em Kg/mol, o coeficiente de difusão molecular livre da solução (D_o) em m^2/s , a dispersividade longitudinal (α_L), a dispersividade transversal (α_T) e a viscosidade dinâmica da solução salina (η) em Pa.s. As dispersividades, longitudinal e transversal são adimensionais e representam o

acréscimo do soluto se espalhando paralela e perpendicularmente ao fluxo da solução.

Maiores informações sobre o programa FPORO podem ser obtidas em Frydman & Fontoura (2001), Araújo (2002), Garcia (2003) e Pastor (2001).