

4 Métodos

4.1. Considerações Iniciais

O programa experimental estabelecido tem o objetivo de caracterizar o travertino (carbonato), com fim de determinar parâmetros de porosidade, resistência e deformação do material.

Na presente pesquisa foram realizadas análises de petrografia, fluorescência de raios-X, análises da química elementar, difração de raios-X, microscopia eletrônica de varredura, imagens no micro - tomógrafo e ensaios mecânicos.

Neste capítulo são descritas as etapas do programa experimental, os métodos usados na preparação das amostras, detalhes de execução e equipamentos utilizados nos ensaios.

4.2. Caracterização Química

A caracterização química foi efetuada por fluorescência de raios-X e a análise de química elementar. Ambas as análises foram feitas pelo método do pó, para o qual se utilizaram pedaços de rocha amostrados de pontos diferentes do bloco. As amostras foram pulverizadas e passadas pela peneira # 200, aproximadamente (5) cinco gramas de cada amostra (M1, M2, M3) foram usadas em cada ensaio.

4.2.1. Fluorescência de Raios-X (XRF)

As análises de fluorescência de raios-X foram realizadas no laboratório de fluorescência de raios-X do Departamento de Química da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), sendo utilizado um espectrômetro de fluorescência de raios-X por energia dispersiva 800 HS da marca Shimadzu

(Figura 4.1), Os dados obtidos foram processados pelo programa EDX de identificação de espectros.



Figura 4.1 Espectrômetro de Fluorescência de Raios X por Energia Dispersiva 800 HS Shimadzu da PUC- Rio.

4.2.2. Análise da Química Elementar (EA)

A análise de química elementar foi efetuada no laboratório de Laboratório de Análise e Caracterização Química (LACQ) do Departamento de Química da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), sendo utilizado um analisador elementar EA 1112 - LCPB008 da marca Thermo Eléctron (Figura 4.2).



Figura 4.2 Analisador elementar EA 1112 Thermo Eléctron, PUC – Rio.

4.3. Caraterização Mineralógica

A caracterização mineralógica foi realizada mediante difração de raios-X, esta análise foi realizado no laboratório de difração de raios-X do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia (DCMM) da PUC-Rio.

O equipamento utilizado foi o difratômetro D8 Discover da Bruker (Figura 4.3). O equipamento tem uma fenda de divergência com abertura de 0,6 mm, e uma fenda para o detector com abertura de 9 mm. Este equipamento permite fazer leituras do ângulo de difração (2θ) desde 0° até 90° .

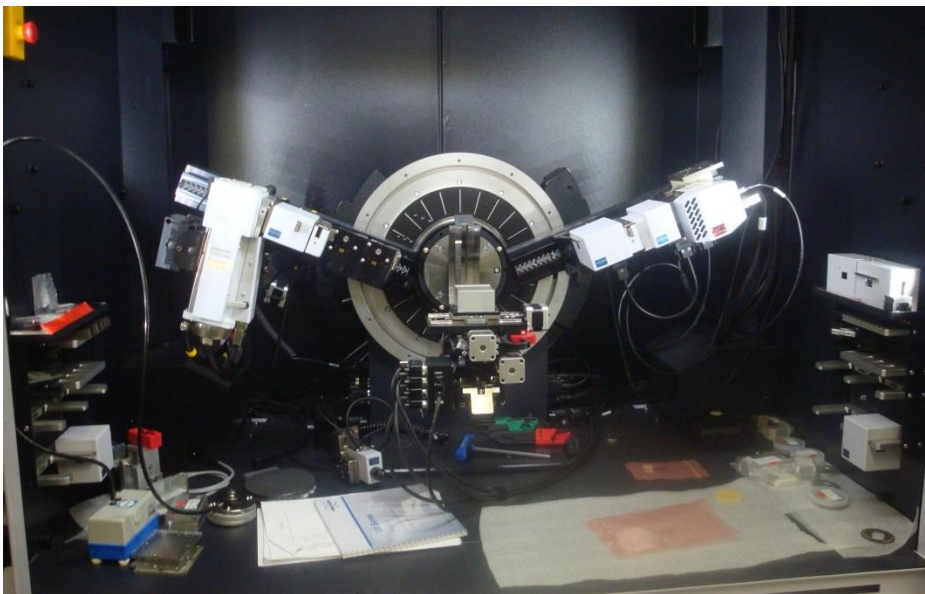


Figura 4.3 Vista do interior do difratômetro D8 DISCOVER BRUKER da PUC-Rio.

O ensaio foi realizado pelo método do pó. Neste sentido os trechos representativos da rocha foram moídos e passados pela peneira #200. Depois o pó foi moldado na porta-amostra e levada ao difratômetro onde a amostra foi irradiada com raios-X. As leituras do ângulo de difração (2θ) foram feitas desde 2° até 70° com um passo de $0,02^\circ$. Os resultados foram analisados no programa Diffrac.Eva v3 no DCMM.

4.4. Caracterização Petrológica

A caracterização petrológica desenvolvida na presente pesquisa foi levada a cabo em diversas amostras. O seu procedimento é descrito a seguir.

4.4.1. Preparação das Lâminas Delgadas

Neste trabalho foram empregadas lâminas delgadas (08) elaboradas no Laboratório de Laminação do Departamento de Geologia da UFRJ pelo técnico Tarcísio R. de Abreu. Elas foram retiradas de zonas representativas dos corpos de prova em direção perpendicular e paralela aos planos de acamamento (Figura 4.4).

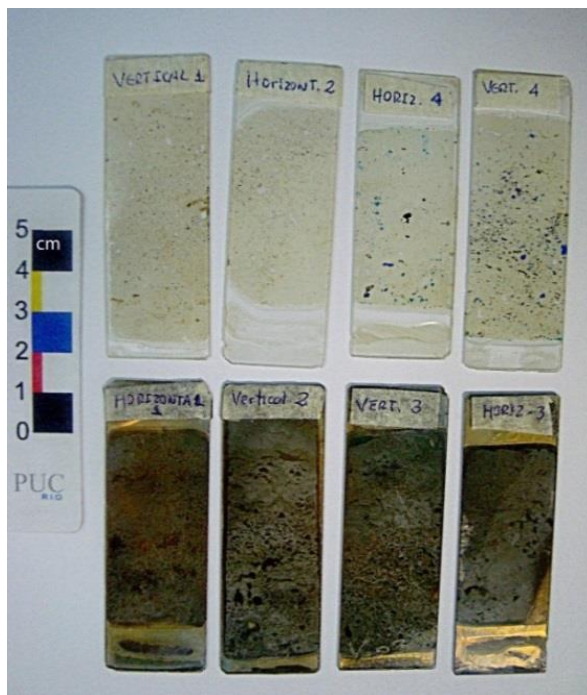


Figura 4.4 Lâminas delgadas do travertino, direções paralela e transversal à deposição.

A rocha foi submersa em azul-de-metileno ($C_{16}H_{18}ClN_3S$) para melhorar o contraste entre o poro e a rocha, colada em uma lâmina de vidro usando a resina epoxy Araldite ($C_{13}H_{18}O_2$) e endurecedor (trietilenotetramina – $C_6H_{18}N_4$), e finalmente polida até atingir a uma espessura de aproximadamente 30 μm .

4.4.2. Análise Petrográfico

Esta análise foi dividida em análises macroscópica e microscópica, se usaram amostras de mão de rocha e lâminas delgadas, respectivamente. Procurou-se reconhecer a presença de minerais principais e secundários, cor, textura e estrutura da rocha assim como a geometria dos poros, sua distribuição, densidade e conectividade.

Esta análise foi realizada no Laboratório de Geotecnia do Departamento de Engenharia Civil da PUC-Rio, e de Mineralogia do Departamento de Geologia da UERJ, tendo sido usado ácido clorídrico, um canivete, uma lupa de bolso (análise macroscópico), uma lupa de mesa Tecnival da Biosystem, um microscópio da marca Zeiss e modelo Axioskop (Figura 4.5) com aumento máximo de 50x. Os dois microscópios acoplados com câmeras digitais (análise microscópica).



Figura 4.5 Lupa de mesa e microscópio óptico usados na caracterização petrológica.

Parte da análise petrológica foi feita por microscopia eletrônica de varredura com fim de reconhecer a micro textura da rocha, examinar a presença de cimento entre os grãos e algum material preenchendo os poros. Esta análise foi realizada examinando as lâminas delgadas e amostras de mão, o equipamento usado é descrito na subseção 4.5.2.



Figura 4.6 Amostras de mão metalizados em ouro prontas para ser usadas no MEV.

4.5. Caracterização da Estrutura Porosa

Para caracterizar a estrutura porosa foram realizadas análises com microscopia eletrônica de varredura com fim de determinar os tipos de poros, a interconexão, geometria, distribuição e densidade dos microporos na rocha. Além disso, imagens de Micro-Tomografia computadorizada de Raios-X foram usadas para observar a estrutura porosa no interior da rocha.

Para estas análises foram usadas lâminas delgadas, pedaços de rocha e preparados corpos de prova do travertino (cilíndricos e cúbicos).

4.5.1. Preparação dos Corpos de Prova

Os corpos de prova (CP) foram elaborados no laboratório de amostragem e laminação do Departamento de Geologia da UFRJ pelos técnicos Tarciso, Sidney e Osório. Foram confeccionados corpos de prova cilíndricos (14) e cúbicos (11) do travertino Romano (Figura 4.7, Figura 4.8). O eixo vertical de cada CP é perpendicular ao plano de deposição, o qual foi identificado a olho nu.

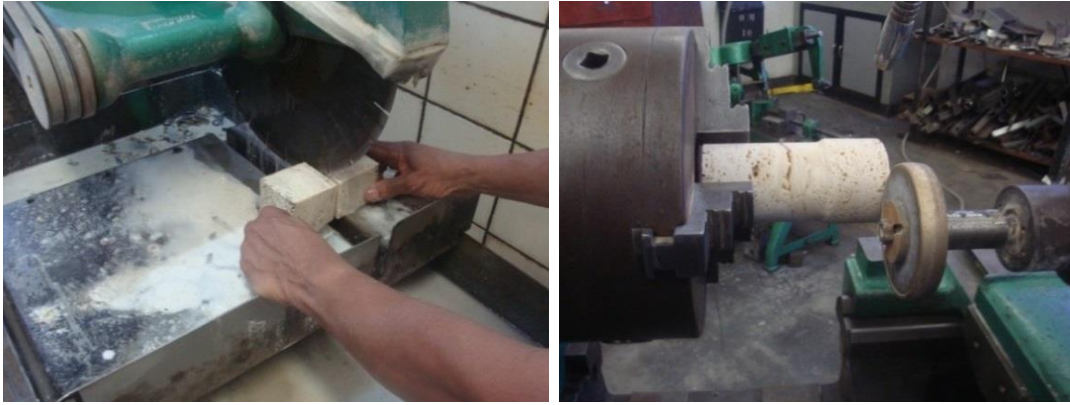


Figura 4.7 Preparação dos corpos de prova cilíndricos e cúbicos.

Os corpos cilíndricos foram obtidos por perfuração rotativa, onde as dimensões finais após a retificação em torno de rebole foram de 50 mm de diâmetro e 103 mm de comprimento, $H/D \approx 2$ (ASTM 7012-13). Os corpos de prova cúbicos foram obtidos por corte e retificados até as dimensões de 50,8 mm (2") de aresta.

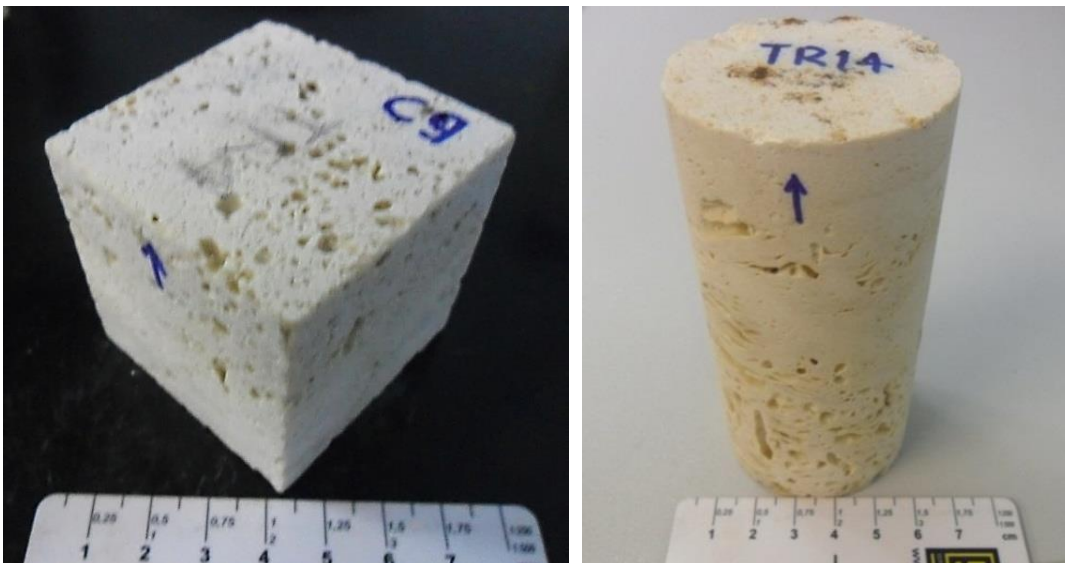


Figura 4.8 Corpos de prova Cúbico e cilíndrico retificados.

Todos os CP foram sinalizados no topo com a finalidade de terem uma única orientação do ensaio e possibilitar a sua identificação no processamento dos resultados, no caso dos cilindros foi usada a simbologia TR_i ($i=1,2,3...14$) e no caso dos corpos cúbicos C_i ($i=1, 2, 3, \dots, 11$).

4.5.2. Análise com Microscópio Eletrônico de Varredura

Esta análise foi efetuada no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia (DCMM) da Pontifícia Universidade Católica de Rio de Janeiro (PUC-Rio). Sendo usado o Microscópio Eletrônico de Varredura da marca Thermo Scientific, Jeol JSM – 6610, operando com uma voltagem entre 15,0 kv e 20,0 kv.

Foram examinadas (4) quatro lâminas delgadas (vertical 2, vertical 3, horizontal 1, horizontal 3), assim como pedaços de rochas (Figura 4.6), as quais foram metalizadas com ouro no metalizador SDC 050 da marca Balzers antes de colocadas na câmara de vácuo do MEV para sua análise.

As principais vantagens do MEV são a produção de imagens nítidas com um aumento de até 300.000 X e uma rápida determinação elementar realizada pelo EDS, gerenciados pelos programas JOEL Scanning Eléctron Microscope e NSS Spectral Imaging v2.2, respectivamente.

4.5.3. Micro-tomografia Computadorizada de Raios-X

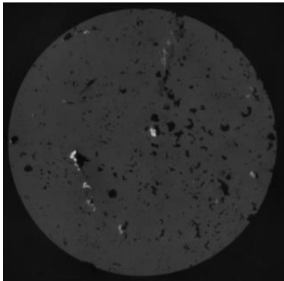
Esta técnica não destrutiva permite obter imagens do interior do material, com a possibilidade de gerar imagens tridimensionais com certo nível de resolução. Estas imagens também podem ser usadas para obter propriedades do material, como por exemplo, a porosidade.

No presente estudo a micro–tomografia computadorizada de raios-X (micro CT) foi efetuada no laboratório de Tomografia Computadorizada de Raios-X da PETROBRAS /CENPES, sendo aplicada a corpos de prova cúbicos e cilíndricos de travertino.

As imagens de micro CT foram obtidas em um micro-tomógrafo industrial V Tome XL300 da marca GE/Phoenix (Figura 4.9) com resolução de 40 µm para os CP cúbicos e 60 µm para os CP cilíndricos. As imagens reconstruídas foram processadas com o programa Phoenix datos|x 2.0 rec, os volumes 3D foram visualizados com os programas Mimics 16.0 e Avizo Fire 8.0, sendo usado o filtro Non-Local Means para melhorar a visualização entre a fase rocha e fase poro e reduzir o efeito ruído existente nas imagens.

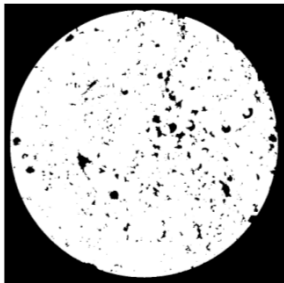
No processamento para obter a porosidade foi usado o programa Image J, e a rotina estabelecida no programa é detalhada na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 Processamento das imagens de micro CT para determinar a porosidade usando o programa Image J.



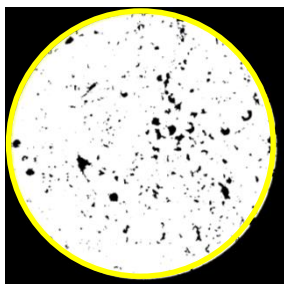
Abrir a imagem original, logo converter esta é uma imagem de 8 bit. Isto usando a sequência de comandos: *Menu - Image – Type – 8-bit.*

Para melhorar a nitidez da imagem foi usado o filtro *unsharp mask.*

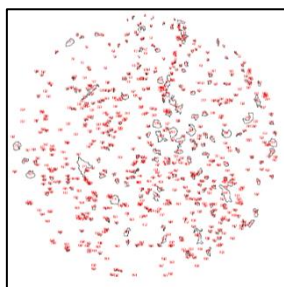


Separar a fase poro (preto) da fase sólida (branco) através do processo Make Binary. Isto usando a sequência de comandos: *Menu - Process – Binary – make Binary.*

A presença de ruído no interior dos poros foi removido usando o filtro *remove outliers.*



A área a analisar é escolhida na imagem, desenhando o elemento geométrico de acordo com a forma da área de estudo.



Efetuar a Análise de partícula para determinar a porcentagem da área que é poro. Isto usando a sequência de comandos: *Menu - Anaylize – Analyze particles.*



Figura 4.9 Micro – tomógrafo V Tome x L300 da marca GE/Phoenix (PETROBRAS/CENPES).

4.6. Determinação de Índices Físicos

A metodologia empregada foi a recomendada pela ISRM (Franklin *et al.*, 2007), este ensaio foi realizado no Laboratório de Geotecnia do Departamento de Engenharia Civil da PUC-Rio.

Para este ensaio se usaram os CP cúbicos e cilíndricos, os quais foram submersos em água dentro de um dessecador e auxiliados com uma bomba de vácuo por uma hora com períodos de agitação para tirar o ar aprisionado na rocha.

Em seguida os CP foram retirados e pesados, sendo cobertos com uma membrana para manter a água contida nos poros maiores, a massa saturada (M_{sat}) foi registrada retirando a massa da membrana.

Posteriormente os CP foram colocados na estufa a 110 °C até que a leitura da massa seca (M_{seca}) fosse constante.

Seu volume (V) foi calculado com o produto da área da base por altura média de cada um dos CP.

Com estes dados foram calculados os índices (4.1), (4.2), (4.3), de acordo ao método sugerido pela ISRM.

$$\text{Porosidade aparente (\%)} = \frac{M_{sat} - M_{seca}}{V} \times 100 \quad (4.1)$$

$$\text{Massa específica aparente seca} = \frac{M_{seca}}{V} \quad (4.2)$$

$$\text{Massa específica aparente saturada} = \frac{M_{sat}}{V} \quad (4.3)$$

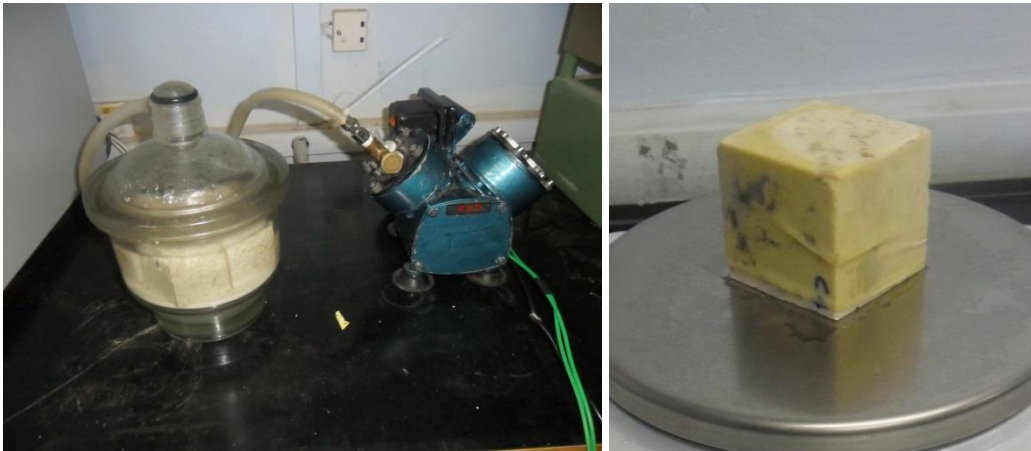


Figura 4.10 (a) Saturação do corpo de prova, (b) corpo de prova sendo pesado com membrana.

4.7. Caracterização da Resistência Mecânica

Com objetivo de realizar a caracterização da resistência mecânica foi usada uma célula triaxial cilíndrica autoportante para ensaios triaxiais axissimétricos ($\sigma_2 = \sigma_3$), a qual foi desenvolvida pelo fabricante de equipamentos Martins & Campelo Ltda., vale ressaltar que o equipamento não se encontra em sua versão final, restando ainda adaptar sistemas de fluxo e aquecimento de óleo.

Os ensaios foram realizados em Belo Horizonte - Minas Gerais nas instalações da firma Martins & Campelo Ltda. Para estes ensaios foram usados apenas CP cilíndricos, tendo sido realizados cinco (5) ensaios de compressão uniaxial e seis (6) ensaios de compressão triaxial axissimétricos.

4.7.1. Equipamentos

Nesta seção são descritos os diferentes equipamentos e componentes utilizados nos ensaios de resistência mecânica. Estes foram desenvolvidos no escopo do projeto de pesquisa “Desenvolvimento e procedimentos numéricos e experimentais para análise e previsão do comportamento de reservatórios estruturalmente complexos”, localizado no programa de Redes Temáticas da Petrobras.

4.7.1.1. Célula Triaxial

Foi usada uma célula autoportante de alta rigidez ($K = 2 \text{ MN/mm}$) tipo monobloco com atuador hidráulico e cap's cambiáveis para dimensões de CP de 2", 3" e 4". A célula tem 900 mm de altura e diâmetro exterior de 500 mm, com peso aproximado de 900 kgf. Construída para ensaios geotécnicos laboratoriais em CP de rocha, a qual é composta pelas seguintes peças:

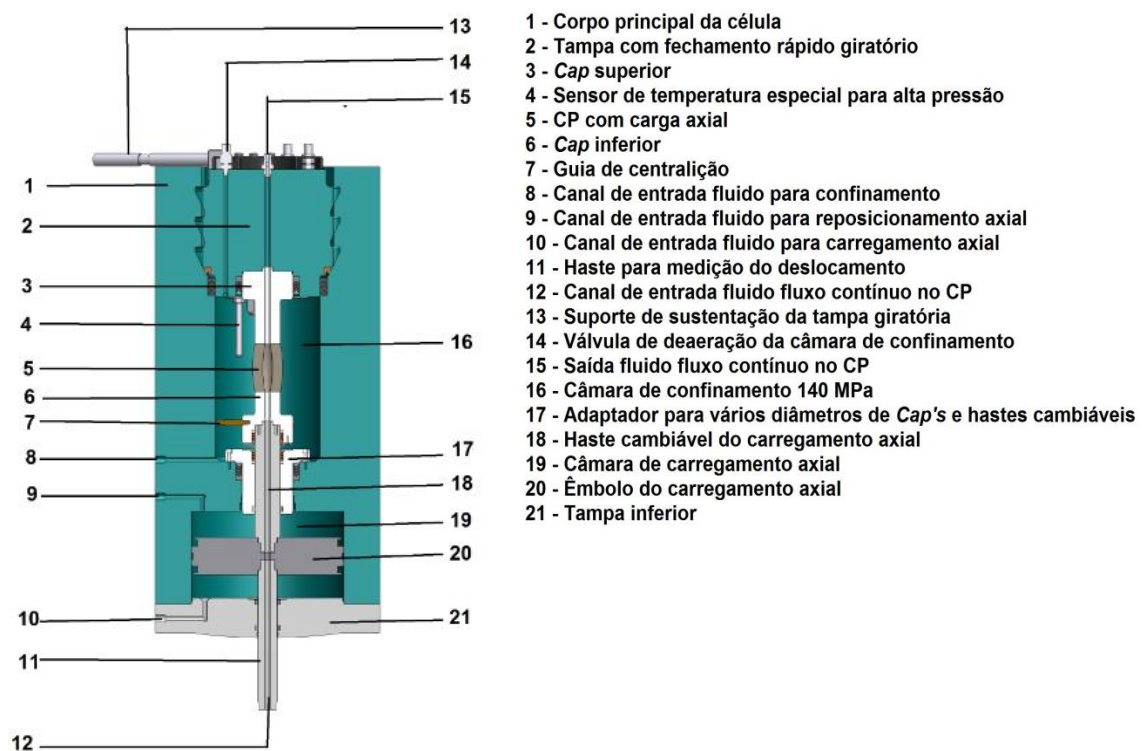


Figura 4.11 célula triaxial fechada sem instrumentação no corpo de prova, mostrando os componentes do corpo principal e tampa.

- a) O corpo principal da célula fabricada em aço SAE 4340 de alta resistência mecânica, que contém a câmara de confinamento e o sistema de carregamento axial dinâmico (Figura 4.11).

A câmara de confinamento ocupa os dois terços superiores do corpo da célula. Composto pelo vaso de pressão de confinamento, com diâmetro interno de 180 mm, diâmetro externo de 380 mm e altura 450 mm, com cames radiais (negativo, positivo) para afiação rápida da tampa do confinamento e de reação do carregamento dinâmico. Apresenta também uma

alta rigidez mecânica e capacidade para carregamento axial até 2,5 MN e pressão de confinamento radial até 20.000 psi (140 MPa), além disso, contém os canais para entrada do fluido de confinamento e reposicionamento axial. A vedação é garantida por gaxetas em viton.

A unidade de carregamento axial dinâmico, localizado na parte inferior do corpo principal da célula, tem uma capacidade de aplicação de força até 2,5MN (250.000 kgf), com curso útil de deslocamento axial de 60 mm, e permite a troca dos cap's para dimensões de CP de 2", 3" e 4".

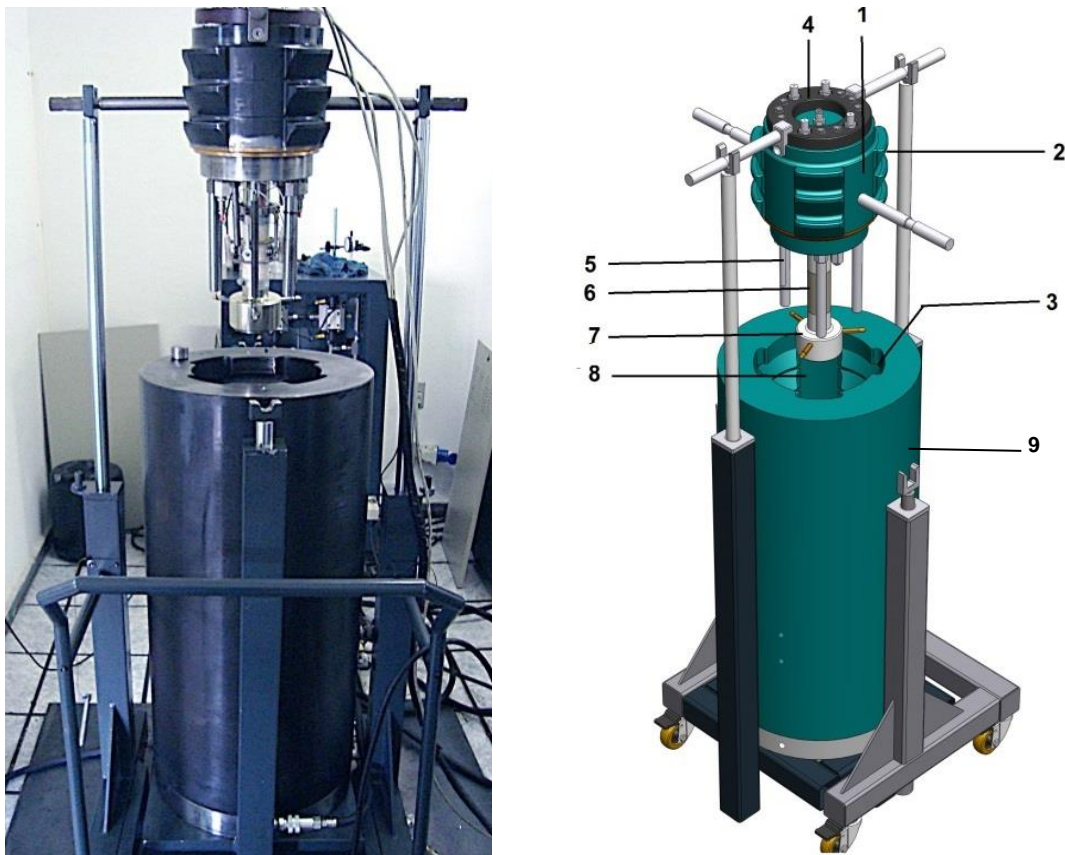


Figura 4.12 Esquema da célula triaxial aberta, mostrando seus componentes principais, 1. Corpo principal da tampa com fechamento rápido, 2. Came positivo de travamento rápido, 3. Came negativo de travamento rápido, 4. Conjunto de conectores elétricos e conexões hidráulicas, 5. Resistências para o aquecimento do fluido de confinamento, 6. Corpo de prova, 7. Cap inferior com três hastes de centralização, 8. Haste de carregamento axial, 9. Corpo principal da Célula triaxial.

b) A tampa é vista na Figura 4.11 e Figura 4.12, esta é roscada no corpo principal da célula pelo sistema de fechamento rápido e travamento radial por cames. A tampa tem a base de apoio para o cap, onde é montado o corpo de prova instrumentado com os sensores de deslocamento. Além disso, contém

os orifícios para os conectores elétricos (penetradores elétricos) do sistema de extensometria interna e outros, válvula de deaeração (sangria) da câmara de confinamento, resistências para o aquecimento do fluido de confinamento e conexões para o fluxo axial.

4.7.1.2. Sistema de Carregamento Axial e Confinamento

O carregamento axial foi fornecido por um Pressurizador Servo Controlado para carregamento axial de 280 tf (2,8MN) fornecendo uma tensão máxima sobre o corpo de prova de 1400 MPa, no caso do corpo de prova de 2” de diâmetro.

Este pressurizador é composto por um “Booster” com capacidade volumétrica de 4000 ml e pressão até 350 bar, Vazão de 0,01 a 400 ml/min, ciclo funcional finito com reposicionamento automático programável via PC. O conjunto conversor de torque tem rendimento melhor que 95% (Figura 4.13).

Neste caso é instrumentado com um transdutor de pressão tipo piezo-resistivo de 350 bares, com sensibilidade de 0,005% FE/Volt., com uma Exatidão de 0,1% FE BSL (combinando não linearidade, histerese e repetibilidade).

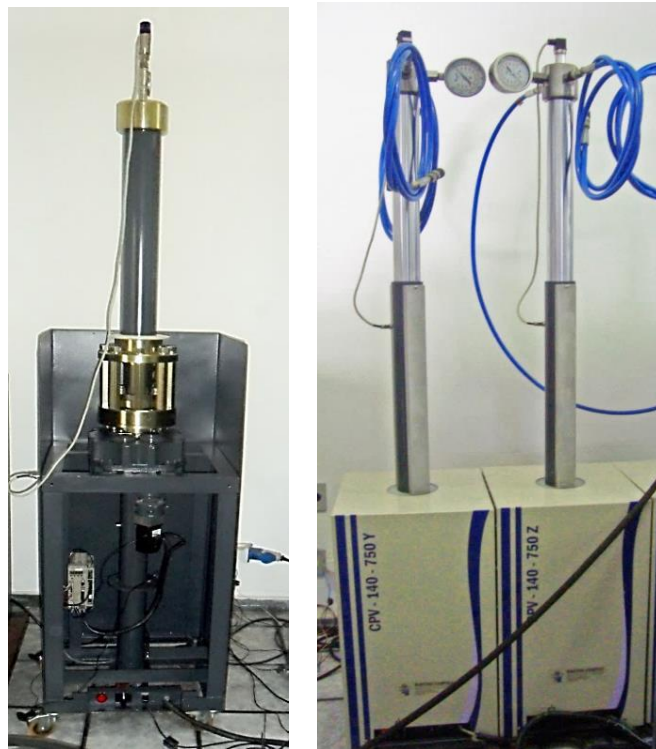


Figura 4.13 Pressurizadores para o carregamento axial (esquerda) e lateral (direita)

O carregamento lateral, ou confinamento, foi fornecido por dois Pressurizadores Servo Controlados e conectados em série, fornecendo uma tensão de confinamento máxima de 140 MPa, cada um composto por um “Booster” com capacidade volumétrica de 300 ml e pressão até 1400 bar (140MPa), Vazão de 0,01 a 20 ml/min, ciclo funcional finito com reposicionamento automático programável via computador, o conjunto de conversor de torque tem rendimento melhor que 95% (Figura 4.13).

Cada um é instrumentado com um transdutor de pressão do tipo piezo-resistivo de 1400 bares, com sensibilidade de 0,005% FE/Volt., tem uma exatidão de 0,1% FE BSL (combinando não linearidade, histerese e repetibilidade).

4.7.1.3. Medidores de Deformação

Para medir o deslocamento axial e radial foram usados extensômetros resistivos tipo pórtico (clip-gages, Figura 4.14), construídos e calibrados no Laboratório de Estruturas do Departamento de Engenharia Civil da PUC-Rio, estruturados segundo o princípio da ponte de Wheatstone completa, sendo ligados à unidade de controle e monitoração.



Figura 4.14 Corpo de prova instrumentado com Clip gage de deslocamento radial e axial.

Os clip gages axiais foram instalados entre o 25 e 75 % do comprimento ao CP e o clip gage do deslocamento radial foi montado na metade do CP a fim de evitar os efeitos de bordo (Fairhurst & Hudson, 1999; Jaeger, 2007). Na Tabela 4.2 são apresentadas as especificações técnicas destes extensômetros, e na Figura 4.15 são mostradas a curvas de calibração dos mesmos.

Tabela 4.2 Especificações técnicas dos extensômetros axial e radial.

Extensômetros	Resolução	Sensibilidade	Capacidade
Clip gage 1	0,0001 mm	0,0003 mV/mm	± 2,5 mm
Clip gage 2	0,0001 mm	0,0004 mV/mm	± 2,5 mm
Clip Radial	0,0001 mm	0,0003 mV/mm	± 6,0 mm

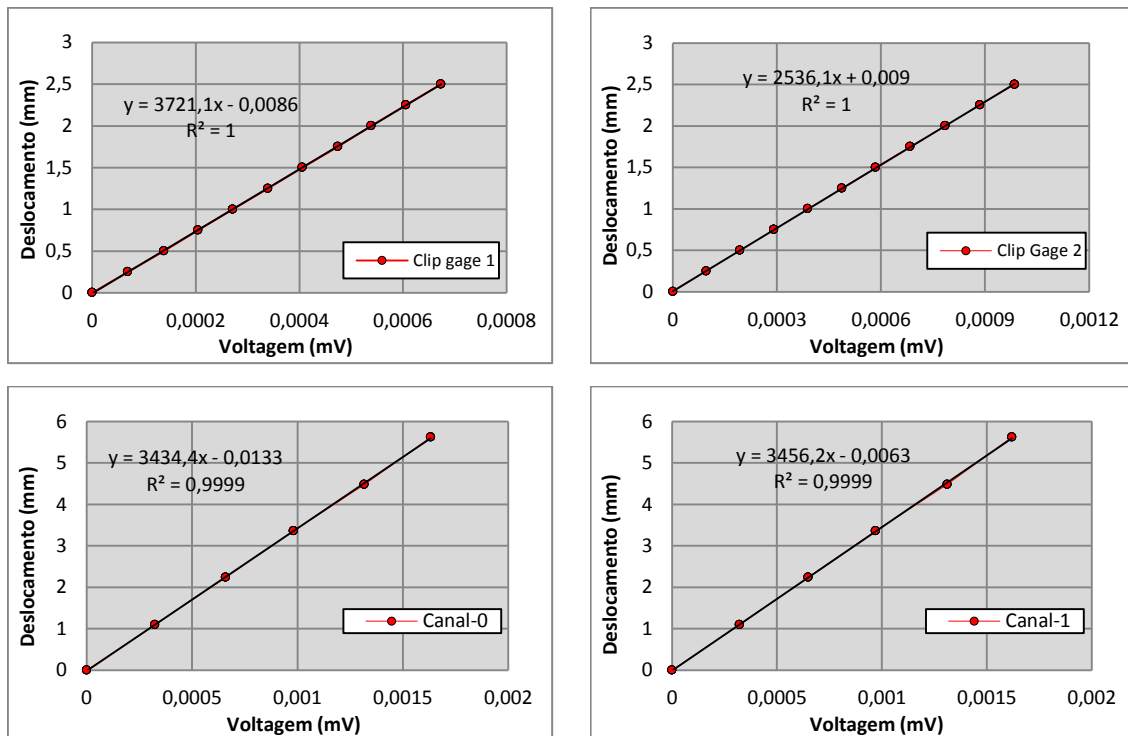


Figura 4.15 Curvas de calibração dos clip gage de deslocamento axial e radial (canal-0 e canal-1) usados nos ensaios.

4.7.1.4.

Unidade Eletro-hidráulica com *Skid* para Preparação e Locomoção da Tampa e Corpo de Prova

Esta unidade eletro-hidráulica (Figura 4.16) é usada em diferentes procedimentos antes e depois da execução do ensaio, como a aproximação do

pistão de carregamento axial ao corpo de prova, preenchimento e esvaziamento da câmara de confinamento.

Além disso, a unidade eletro-hidráulica auxilia o *Skid de locomoção* controlando o movimento de subida e descida da tampa, extração ou inserção da tampa do corpo principal da célula triaxial.



Figura 4.16 Unidade eletro-hidráulica (esquerda) e skid com a tampa da Célula triaxial (direita).

4.7.1.5. Software e Unidade de Controle e Monitoração

O *Software* e a unidade de controle e monitoramento (Figura 4.17) são responsáveis pelo controle da pressão, vazão e deformação dos ensaios a serem realizados e monitoração completa dos instrumentos de medição usados durante o ensaio. Garantem ainda o cadastramento das principais características do testemunho e das instruções para procedimentos durante o ensaio, o traçado de gráficos em tempo real com escolha das ordenadas e abscissas e o armazenamento completo de todos os dados e exportação dos mesmos.

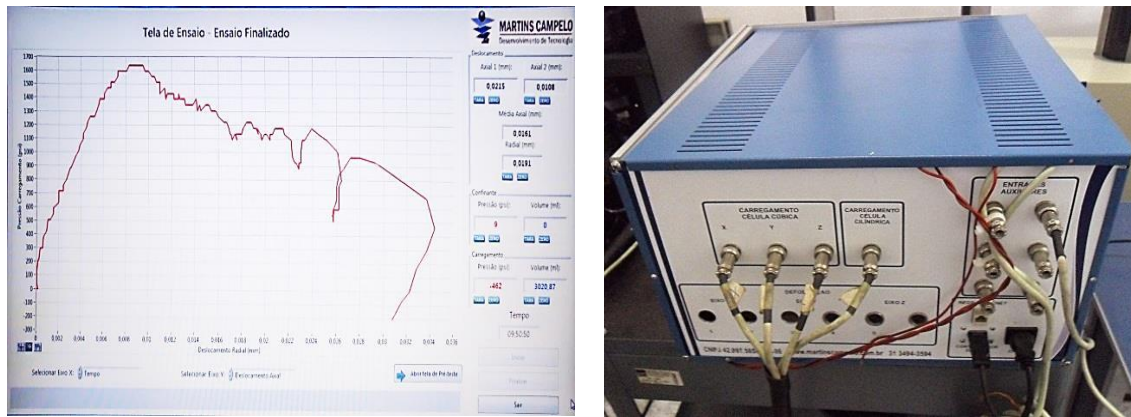


Figura 4.17 Tela do software e Unidade de controle e monitoração.

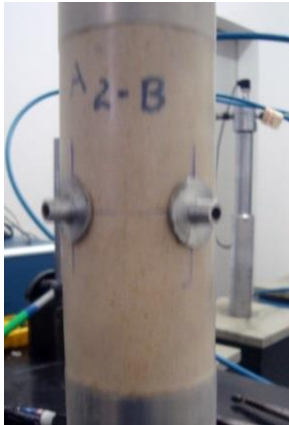
4.7.2. Ensaios Uniaxiais e Triaxiais

Os ensaios uniaxiais e triaxiais são muito importantes nos estudos do comportamento mecânico das rochas, e seus procedimentos são normalizados tanto pela ASTM como pela ISRM.

No presente trabalho foram adotadas as recomendações e cálculos estabelecidos na norma ASTM 7012-13, mas alguns parâmetros como a taxa de deslocamento foram escolhidos dependendo do tipo de rocha com fim de obter o melhor desempenho do equipamento. Assim mesmo foi estabelecido um procedimento padrão para o desenvolvimento de cada um dos ensaios o qual é detalhado na Tabela 4.3

No caso de rochas alteradas ou de baixa resistência é importante o cuidado durante a aproximação do pistão de carregamento axial, já que pode romper o corpo de prova antes do início do ensaio. Por isso, verificar o correto funcionamento do sistema de controle e registro das deformações é vital, porque eles permitem determinar se o corpo de prova se encontra encostado com o pistão de carregamento axial.

Tabela 4.3 Procedimento estabelecido para a montagem do corpo de prova e a preparação da célula triaxial para os ensaios uniaxiais e triaxiais.



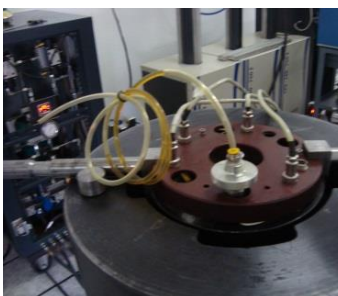
- Determinação da altura e diâmetro do CP usando o paquímetro;
- O CP é envolvido por uma membrana flexível termo-retráctil a qual tem que ser colocada junto com os cap's e os o'rings, evitando que a membrana forme bolsões de ar na sua superfície. Antes de selar o CP com o cap superior deve-se inserir o clip gage de deslocamento radial, para sua posterior montagem;
- O CP deve ficar selado pelas abraçadeiras colocadas sobre os o'rings;
- Os quatro suportes do clip gage de deslocamento radial são colados sobre a membrana, e alinhados no centro do CP com um espaçamento um do outro de 90°. Foi usada para a colagem uma cola de secagem rápida Loctite;



- Procede-se à instalação dos clip gage de deslocamento radial e axial, colocados no meio dos CP;
- O conjunto corpo de prova – cap's e sensores é montado na tampa da célula triaxial;
- A descrição e as dimensões do CP são introduzidas no *software*, sendo elaborados os scripts ou instruções para procedimentos durante o ensaio;
- Os clip gage são testados antes de colocar a tampa, e é registrada a abertura dos clip gages axiais;



- A tampa é girada para baixo, alinhada, colocada dentro do corpo principal da célula triaxial e fechada. A tampa tem que ficar sempre alinhada com fim de evitar que as guias do cap superior batam nas paredes da câmara de confinamento e entortem o CP;
- O pistão de carregamento axial é aproximado cuidadosamente usando a unidade eletro - hidráulica até encostar-se ao CP. Para este procedimento pode-se usar como referência a altura máxima que a placa do pistão axial (h_p) pode ser elevada, a qual pode ser calculada para cada CP usando a seguinte relação $h_p = 153 - h$, onde h é a altura do CP a ensaiar. É importante também observar as variações nas leituras, tanto do deslocamento radial e axial como do transdutor de pressão. Uma variação monótona crescente nas leituras indicaria que o pistão axial está encostado no CP e aplicando uma certa variação do carregamento;
- Todas as leituras na tela do computador são zeradas e se pode dar início ao ensaio uniaxial.



- No caso do ensaio triaxial, é conectada a mangueira de pressão da unidade eletro-hidráulica para preencher com óleo a câmara de confinamento, deixando sair o ar pela válvula de purga localizada na tampa da célula triaxial;
- Fecha-se a válvula de purga e conectam-se as mangueiras dos pressurizadores de pressão lateral;
- Todas as leituras na tela do computador são zeradas e pode-se iniciar o ensaio triaxial.

4.7.2.1. Ensaio Uniaxiais

Foram realizados cinco (5) ensaios uniaxiais como se mostra na Tabela 4.4. Todos eles foram realizados seguindo a normativa ASTM 7012-13, método C, e configurados na célula triaxial, o seja sem confinamento. Foi empregado o controle de deslocamento radial, com a finalidade de obter a curva completa tensão – deformação (Jaeger *et al.*, 2007), sendo efetuados com taxas de 0,008 – 0,009 mm/min.

4.7.2.2. Ensaio Triaxiais

Foram realizados seis (6) ensaios de compressão triaxial axissimétricos. A norma escolhida para estes ensaios foi a ASTM 7012-13, método A.

A metodologia empregada foi a descrita anteriormente na Tabela 4.3, com diferença que os poros superficiais dos corpos de prova usados nos ensaios foram preenchidos com massa corrida, a qual foi uma sugestão do eng. Francisco Ferreira, e empregada com fim que a tensão confinante não perfure a membrana pelos poros permitindo que o óleo inunde o corpo de prova.

Os ensaios triaxiais foram divididos em três etapas. A primeira consistiu em um carregamento hidrostático até ao valor da tensão de confinamento desejado para o ensaio, sendo efetuada com controle de carregamento a uma taxa de 74 psi/min ($\approx 0,5$ Mpa/min).

A segunda etapa foi um período de estabilização de 5 minutos, que permite equalizar as tensões aplicadas no carregamento hidrostático antes do início da etapa seguinte.

A terceira etapa consistiu na aplicação de uma tensão desviadora até após da ruptura, a qual foi efetuada com controle de deslocamento radial com uma taxa de 0,009 mm/min, que foi a taxa para a qual o equipamento mostrou melhor desempenho.

Na Tabela 4.4 são mostrados os ensaios realizados em cada um dos corpos de prova com suas respectivas taxas de carregamento e deslocamento e as tensões confinantes aplicadas.

Tabela 4.4 Distribuição do tipo de ensaio, tensão confinante e taxa de carregamento a ser aplicado em cada um dos corpos de prova.

CP	Tipo de ensaio	Tensão confinante MPa (psi)	Taxa	
			Carregamento Hidrostático psi/min	Deslocamento Radial mm/min
TR 01	Uniaxial	-	-	0,008
TR 02	Uniaxial	-	-	0,009
TR03	Uniaxial	-	-	0,009
TR 04	Triaxial	4,1 (600)	74	0,009
TR 05	Triaxial	6,9 (1000)	74	0,009
TR 06	Triaxial	4,1 (600)	74	0,009
TR 07	Triaxial	2,7 (400)	74	0,009
TR 08	Triaxial	5,5 (800)	74	0,009
TR 09	Uniaxial	-	-	0,008
TR 12	Triaxial	8,3 (1200)	74	0,009
TR 13	Uniaxial	-	-	0,008