

4 Materiais e Métodos

4.1. Considerações Iniciais

O programa experimental estabelecido tem como objetivo principal caracterizar o carvão e obter os parâmetros de deformabilidade e resistência do material.

Além dos ensaios mecânicos, foram realizadas análises de microscopia eletrônica de varredura, porosimetria de injeção a mercúrio, imagens no tomógrafo e microtomógrafo, e ensaios de permeabilidade utilizando micropermeâmetro.

As etapas do programa experimental proposto são detalhadamente descritas nesse capítulo, bem como a descrição dos materiais utilizados na pesquisa, os métodos utilizados na preparação das amostras, detalhes de execução e equipamentos utilizados nos ensaios.

Os ensaios triaxiais deste programa experimental foram realizados no Laboratório de Mecânica das Rochas do CENPES- Petrobras.

4.2. Origem do Carvão Ensaiado

As atividades práticas apresentadas neste trabalho tiveram como fonte de informações e materiais para ensaios em laboratório a Mina de Verdinho da Carbonífera Criciúma, localizada no Município de Verdinho – SC.

Encontra-se em exploração nessa mina a camada de carvão Barro Branco da Formação Rio Bonito, com *rank* ASTM de um carvão betuminoso médio volátil.

A coleta de amostras foi feita manualmente em frente de lavra ativa a aproximadamente 200 m de profundidade com talhadeira e marreta e estocadas em filmes plásticos. Esses locais estão indicados na figura 21.

Em visita realizada ao local, entendeu-se que o forro seria a melhor opção de estudo devido à sua maior homogeneidade frente às outras divisões da camada Barro Branco.

Inicialmente foram enviados três blocos de carvão denominados de amostras 1, 2 e 3. Durante a preparação das amostras, percebeu-se que o bloco 2 apresentava características diferentes em relação aos outros blocos, sugerindo ser outro tipo de material. Tal observação foi corroborada diante dos resultados dos ensaios triaxiais. Segundo informações da equipe de geologia da mina, por meio de análise visual, acredita-se que o bloco 2 seja siltito carbonoso, porém não foi possível realizar análises específicas para caracterizar a rocha.

Diante de tal cenário, houve necessidade do envio de um quarto bloco de carvão para conclusão dos estudos.



Figura 19 – Visita à Mina de Verdinho localizada no município de mesmo nome da Carbonífera Criciúma.



Figura 20 – Camada Barro Branco

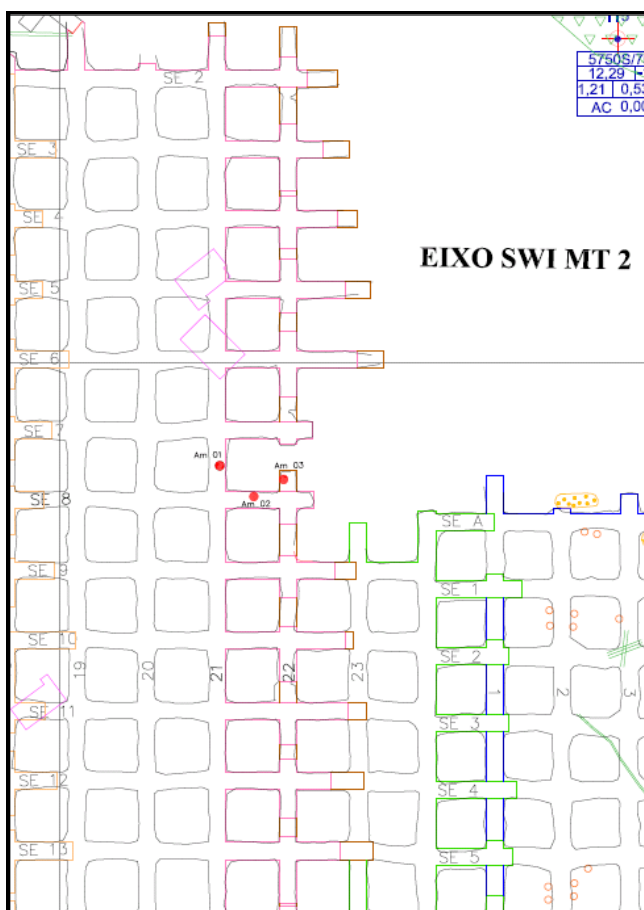


Figura 21 - Mapa de localização das amostras de Mineira II Verdinho, Eixo SWI – CMT2. Amostrado o forro do pilar da galeria SE 8 travessão TR 21/22 em um total de 3 amostras

A amostra 1 foi coletada da galeria SE 8 Travessão TR 21 ESWI (CMT2) com a seguinte descrição: camada de carvão Barro Branco com altura de 1,84 m

de camada total subdividida em forro, quadração (destacada a veia denominada de coringa), siltito barro branco e banco. Ressalta-se que o forro não apresenta quantidades relevantes de estéril nesse ponto e é bastante piritoso.

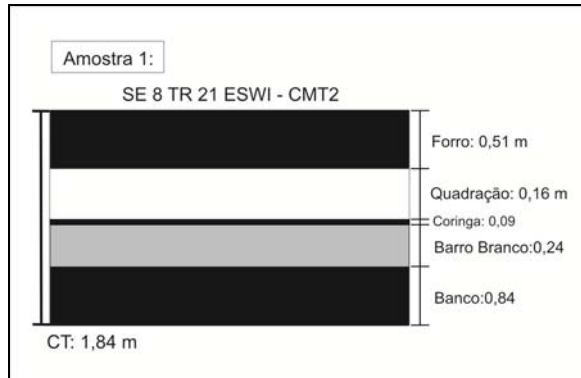


Figura 22 - Croqui referente à amostra 1

A amostra 2 foi coletada da galeria SE 8 Travessão TR 21/22 ESWI (CMT2) com a seguinte descrição: camada de carvão Barro Branco com altura de 2,00 m de camada total, subdividida em forro, quadração (destacada a veia denominada de coringa), siltito barro branco e banco. Ressalta-se que o forro apresenta lentes de siltito carbonoso nesse ponto e é bastante piritoso.

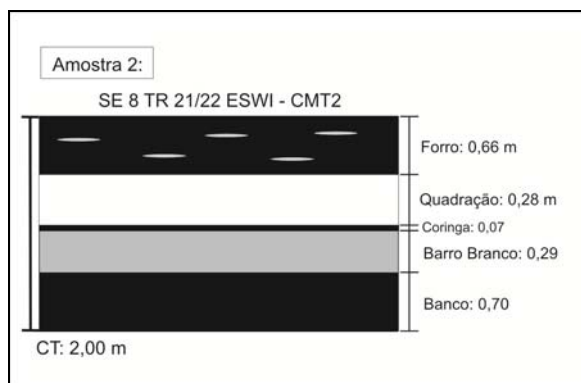


Figura 23 - Croqui referente à amostra 2

A amostra 3 foi coletada da galeria SE 8 Travessão TR 22 ESWI (CMT2) com a seguinte descrição: camada de carvão Barro Branco com altura de 1,95 m de camada total, subdividida em arenito realçado do teto imediato, forro, quadração (destacada a veia denominada de coringa), siltito barro branco e banco. Ressalta-se que o forro é piritoso nesse ponto.

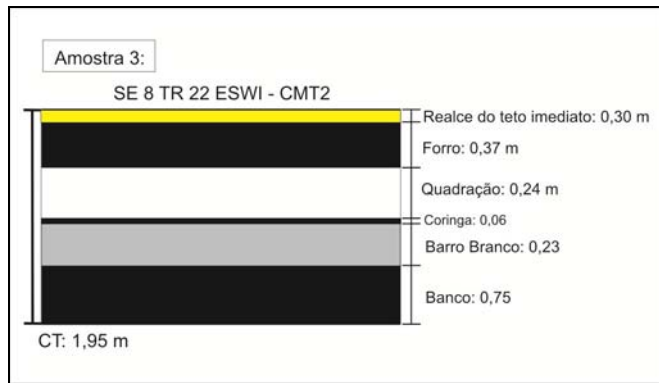


Figura 24 - Croqui referente à amostra 3

A amostra 4 foi coletada da Galeria SE 13 Travessão TR 31 ESEII (CMT2) com a seguinte descrição: camada de carvão Barro Branco com altura de 1,90 m de camada total, subdividida em: forro, quadração (destacada a veia denominada de coringa), siltito barro branco e banco. Forro piritoso nesse ponto.



Figura 25 - Croqui referente à amostra 4

4.3 Caracterização Mineralógica

A identificação dos minerais presentes no carvão estudado foi obtida via difração de raio X sob a forma de amostra total (método do pó), onde a amostra é pulverizada e desorientada de forma a se obter o maior número possível de reflexões (picos). A amostra é seca sempre em temperatura inferior a 60⁰ C para que os argilominerais não percam água de sua estrutura.

Na amostra em pó cerca de aproximadamente 1 g do material pulverizado ou desagregado é depositado em um sulco na lâmina de vidro procurando-se

observar a desorientação das partículas, onde todos os minerais ou estruturas cristalinas são analisados.

Vale ressaltar que o método dificilmente identifica estruturas cristalinas que ocorram em quantidades inferiores a 3 - 5% na amostra analisada.

Para realização do ensaio de difratometria foi utilizado um difratômetro Siemens – Bruker AXD D5000. Este equipamento pertence ao Laboratório de Difração de Raio X do Instituto de Geociências da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

4.4 Estrutura Porosa do Carvão

Tendo em vista a grande importância da estrutura porosa do carvão no êxito da exploração do reservatório, foram realizadas diferentes análises com objetivo de obtenção de dados como: porosidade, sistemas de *cleats* e material de preenchimento das fraturas.

4.4.1 Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Foram realizadas duas análises de microscopia eletrônica de varredura: uma em lâmina delgada e outra em uma amostra retangular de seção polida. O objetivo, além de obter a composição mineralógica das amostras foi analisar o sistema de *cleats* no carvão assim como o material cimentante presente nas fraturas.

A técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite observar as amostras com grande aumento e resolução das imagens, possibilitando a descrição direta da laminação, textura, orientação e superfície dos minerais. Esta técnica é possível acoplar o analisador EDS (“*Energy Disperse Spectrometry*”) que identifica a constituição química do material em pontos selecionados da amostra.

4.4.1.1. Lâmina Delgada

A lâmina foi confeccionada pelo técnico Tarcísio Raimundo do Instituto de Geociência da UFRJ.

Primeiramente foram produzidas fotografias no Laboratório de Processamento Digital de Imagens (LDPI) pertencente ao Departamento de Engenharia dos Materiais da PUC-Rio.

A análise de MEV foi realizada no Laboratório de Microscopia Eletrônica pertencente ao mesmo departamento, utilizando o Digital Scanning Microscope – Modelo DSM 960 – Marca Zeiss, operando em alto vácuo a 20 kV.

4.4.1.2 Amostra Retangular de Seção Polida

Foi realizada microscopia eletrônica em duas amostras retangulares de carvão de seções polidas pertencentes ao bloco 3. Tais amostras foram analisadas ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) JEOL JSM 6460-LV, em imagens por elétrons retroespalhados, operando em alto vácuo a 15 kV e com distância de trabalho de 10 mm. As microanálises foram realizadas pelo Sistema SIX da Thermo-Noran acoplado ao MEV no Laboratório de Microscopia Eletrônica do CENPES.

4.4.2. Microtomógrafo

Foram realizadas análises no microtomógrafo modelo SkyScan 1173, pertencente ao Laboratório de Geologia Sedimentar, no Instituto de Geociências da UFRJ.

4.4.3 Porosimetria por Injeção a Mercúrio

A fim de se obter a distribuição de tamanhos de poros do carvão, utilizou-se a técnica de porosimetria por injeção de mercúrio.

A técnica consiste na intrusão de mercúrio que determina a distribuição de volume de poros acessíveis a uma determinada pressão. Quanto maior a pressão, menor será a abertura mínima de poro a que o mercúrio tem acesso.

Neste trabalho a seguinte nomenclatura da IUPAC (International Union of Purê and Applied Chemistry) referente aos tamanhos de poros foi considerada:

Nome	IUPAC
Macroporos	> 50 nm
Mesoporos	2 – 50 nm
Microporos	0,4 – 2 nm

Vale ressaltar que no carvão apenas é calculada a distribuição de macroporos e mesoporos devido ao tamanho do átomo de mercúrio inacessível aos microporos.

Não foi considerado nesse trabalho um fator de correção devido à compressibilidade. Resultados apresentados por Toda e Toyoda (1972) indicaram que o crescimento de poros em pressões acima de 10 MPa é devido inteiramente à compressibilidade do carvão.

Foram analisadas amostras irregulares oriundas dos três blocos.



Figura 26 – Fotos das amostras oriundas do bloco 1

A técnica consiste na intrusão de mercúrio que determina a distribuição de volume de poros acessíveis a uma determinada pressão. Quanto maior a pressão, menor será a abertura mínima de poro a que o mercúrio tem acesso.

O equipamento utilizado na análise é um Micromeritics AutoPore IV 9500 com quatro portas de baixa pressão (para pontos da análise abaixo da pressão atmosférica) e duas portas de altas pressão para pressões até 60000psi.

O volume total (bulk) da amostra é obtido subtraindo-se do volume do penetrômetro (conhecido) o volume de mercúrio injetado até o primeiro ponto de pressão. Este primeiro ponto de pressão é escolhido de modo que o mercúrio seja capaz de amoldar-se às irregularidades superficiais da amostra sem penetrar em nenhum poro.

A porosidade da amostra é obtida dividindo-se o volume de mercúrio deslocado até 60.000 psi pelo volume total (bulk) da amostra.

A curva de distribuição de diâmetros de gargantas de poros é obtida empregando-se a equação de Laplace (Eq. 1)

$$PC = \frac{2 * \sigma * \cos \theta}{r} * 1450.377 \quad \therefore \quad D = 2 * \left(\frac{2 * \sigma * \cos \theta}{PC} \right) * 1450.377 \quad (1)$$

Sendo:

PC	Pressão capilar [psi]
σ	Tensão superficial [dina/cm]; para o Hg, 480 dina/cm
θ	Ângulo de contato [graus]; para o sistema Hg/ar/sólido, 140°
r	Raio de garganta de poros [angstroms]
D	Diâmetro de garganta de poros [angstroms]

4.4.4 Micropermeametria

Os ensaios de micropermeametria tiveram como principal objetivo analisar a heterogeneidade e anisotropia da permeabilidade no carvão, realizando o ensaio em diferentes direções.

O equipamento utilizado foi um micropermeâmetro modelo Mineperm-100 da *ResLab* pertencente ao laboratório de testemunhos do CENPES. O equipamento utiliza o gás nitrogênio.

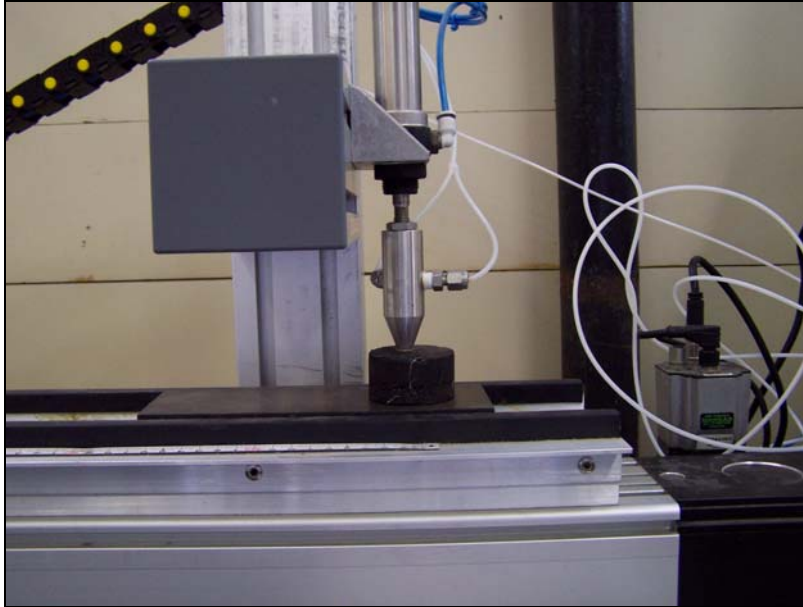


Figura 27 - Micropermeâmetro modelo Mineperm-100

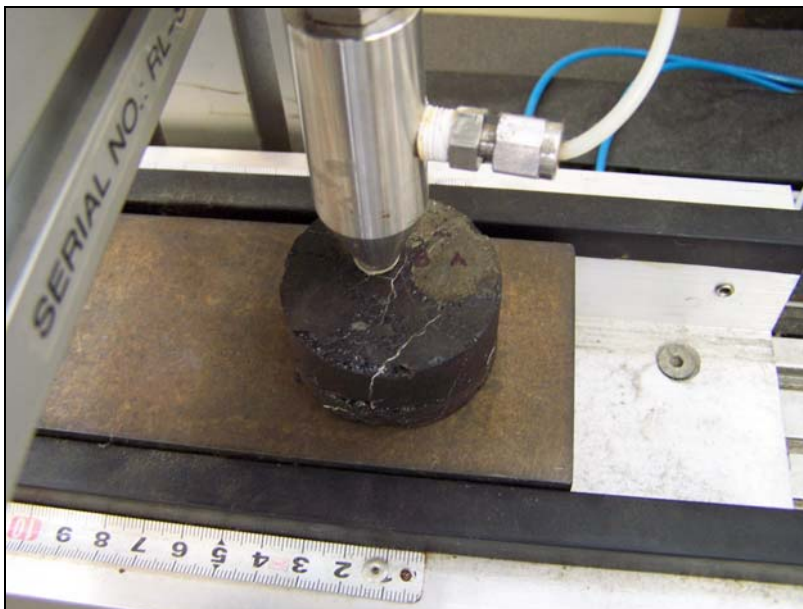


Figura 28 - Micropermeâmetro

Para a análise da heterogeneidade foi utilizado o CP 01 A e para análise da anisotropia, utilizou-se amostra retirada do bloco 3, sendo a mesma faceada no formato de um cubo. Foram realizadas quatro leituras em cada face. Quando se

registrava um valor discrepante dos demais da mesma face, repetia-se o ensaio, a fim de que as quatro leituras fossem coerentes entre si.



Figura 29 – Amostra utilizada para análise de permeabilidade nas seis arestas.

4.5. Caracterização Mecânica

De forma a cumprir com os objetivos propostos, foram realizados oito ensaios de resistência triaxial, um ensaio de resistência compressiva uniaxial, quatro ensaios brasileiros e dois ensaios de compressibilidade nas amostras.

Todos os corpos de prova foram ensaiados secos. As amostras foram colocadas na estufa a 60°C por 24 horas de modo a retirar a água livre.

A tabela apresenta um resumo dos ensaios realizados:

Tabela 1 - Ensaio realizados nos corpos de prova

CP	Ensaio	Confinante (MPa)
01	Triaxial com descarregamento	14
02	Triaxial com descarregamento	1
03	Triaxial sem descarregamento	5
04	Triaxial com descarregamento	2,5

06	Uniaxial	-
08	Triaxial com descarregamento	5
11	Triaxial com descarregamento	10
12	Hidrostático	14
	Triaxial sem descarregamento	20
13	Hidrostático Cíclico	5, 14 e 25
	Triaxial sem descarregamento	14
14	Brasileiro	-
15	Brasileiro	-
16	Brasileiro	-
17	Brasileiro	-

4.5.1. Preparação dos corpos de prova

Os corpos de prova do presente trabalho foram preparados no Laboratório de Preparação de amostras do CENPES, pelo técnico Júlio César Beltrami.

A preparação tem início com cortes no carvão formando cubos e em seguida envoltos em uma fita adesiva. Essa fita visava evitar a propagação das fraturas.



Figura 30 – Amostra referente ao bloco 3 de carvão



Figura 31 - Fita adesiva para evitar a propagação de fissuras na amostra

Com topo e base acertados de forma a ficarem paralelos, a amostra foi fixada a um torno mecânico e utilizou-se disco diamantado acoplado a uma retífica de suporte.

Colocou-se o corpo de prova pronto em um tubo de PVC para realizar o faceamento do topo e da base. A proporção dimensional dos corpos de prova atende aos requisitos das normas ASTM 4543 e ASTM D 2664.



Figura 32 – Faceamento do topo e base do corpo de prova

Os corpos de prova foram confeccionados perpendiculares ao plano de acamamento da amostra.

No total foram preparados 13 corpos de prova com finalidade para ensaios triaxiais e quatro corpos de prova para ensaio brasileiro, cujas fotos são apresentadas no Anexo A. A tabela 2 apresenta as dimensões e massa específica de cada amostra

Tabela 2 – Características dos corpos de prova preparados

BLOCO	CP	DIÂMETRO (mm)	ALTURA (mm)	Massa Específica Seco (g/cm ³)
01			102	1,78
	01 A	52	25	
	02	51	01	51
	03	51	102	1,82
	04	51	108	1,86
03	05	Amostra quebrada		
	06	51	103	1,43
02	07	Amostra quebrada		
	08	51	104	2,17
	09	38	81	-
	10	38	81	-
	11	50	103	2,12
04	12	51	101	1,71
	13	39	80	1,73
	14	51	26	-
	15	51	56	-
	16	51	26	-
	17	51	26	-

4.5.2 Tomografia

Foram realizadas imagens de tomografia nos corpos de prova antes de serem ensaiados. Como o bloco 4 foi enviado posteriormente, os corpos de prova 12 e 13 não foram tomografados, pois não foi possível a utilização do tomógrafo no período correspondente.

O equipamento utilizado foi o tomógrafo médico da marca GE modelo Brightspeed-16 canais, instalado no Laboratório de Tomografia Computadorizada de Raio X do CENPES..

As imagens tomográficas estão apresentadas no Anexo B.

4.5.3. Equipamento

Os ensaios foram realizados no laboratório de mecânica de rochas do CENPES/PDP/TEP. Foi utilizada a máquina de ensaios traixiais MTS-815, com capacidade de 270 tf de carga axial, 12.000 psi (80 MPa) e de pressão confinante e pressão de poros e de temperatura até 200°C. O equipamento e a instrumentação permitem ensaios em amostras com diâmetro variando de 1 até 4 polegadas. O extensômetro lateral utilizado é da própria MTS com range de atuação +/- 8 mm e o axial com range de atuação de +/- 5 mm.

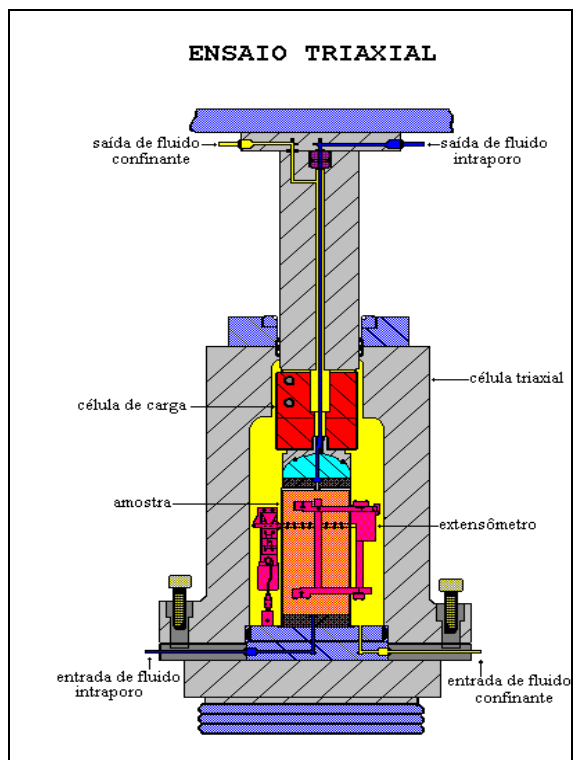


Figura 33 - Esquema da célula triaxial utilizada



Figura 34 - Foto do sistema de teste geomecânico MTS 815



Figura 35 – Preparação dos extensômetros axial e lateral em corpo de prova a ensaiar

4.5.4. Ensaio Triaxiais

Os ensaios triaxiais são comuns às atividades de mecânica de rochas e estão sujeitos à normatização. Existem pelo menos duas instituições importantes que recomendam procedimentos para ensaios triaxiais:

- ISRM – International Society of Rock Mechanics;
- ASTM – American Society for Testing and Materials.

A normatização escolhida para guiar os ensaios triaxiais foi a da ASTM. A norma específica para ensaios triaxiais é a ASTM D 2664, intitulada “Standart test for Triaxial Compressive Strength of Undrained Rock Core Specimens Without Pore Pressure Measurement”.

O item 9 da norma recomenda que as taxas de carregamento devam ser escolhidas de forma que o ensaio à compressão simples de um corpo de prova similar atinja a falha em 2 a 15 minutos de ensaio. Como a disponibilidade de amostras foi limitada, optou-se por não realizar o ensaio à compressão simples para calibração e por fazer um ensaio triaxial com 5 MPa de confinamento, e a partir do resultado definir as taxas de carregamento de acordo com as propriedades estimadas por correlação, utilizando o critério de Mohr-Coulomb. Utilizando um ângulo de atrito de aproximadamente 20° obteve-se uma resistência à compressão simples de aproximadamente 26 MPa. Estimando a duração em 10 minutos, a taxa de carregamento utilizada foi de 2,6 MPa/min.

Optou-se pela execução dos ensaios triaxiais utilizando controle de tensão axial para que pudesse ser feito descarregamento a fim de se obter os módulos elásticos do material. A proposta inicial seria realizar alguns ensaios com controle de deslocamento e avaliar propriedades de pós-pico, porém o número de corpos de prova não foi suficiente para a execução dos mesmos.

Para atender ao item 10 e à nota 7 a campanha de ensaios foi realizada em nove corpos de prova.

4.5.5. Ensaio Hidrostáticos

Essa etapa do programa experimental foi desenvolvida com a finalidade de se obter os parâmetros de compressibilidade, tendo sido realizados os seguintes ensaios:

- Ensaio Hidrostático *Bulk*: ensaio com aumento de pressão de confinamento mecânico da rocha sem alteração na pressão de poros, nos quais se observa a variação de volume total da mesma. Estes ensaios conduzem ao parâmetro de compressibilidade C_{bc} de Zimmerman, inverso da rigidez *Bulk* da rocha K_b .
- Ensaio Hidrostático cíclico com carregamento triaxial final: este ensaio foi desenvolvido no CENPES e não consta nas normas ASTM ou ISRM. O ensaio tem o intuito de medir a evolução das deformações irreversíveis que a rocha apresenta em ciclos de carregamento e descarregamento em níveis de tensões confinantes crescentes e são importantes para caracterizar o comportamento da rocha em níveis elevados de tensões efetivas. Nestas condições a rocha deve apresentar comportamento plástico acentuado. O ensaio triaxial final tem o objetivo de identificar a transição entre o carregamento elástico e elastoplástico em uma trajetória de tensões desviatória, informação importante para o mapeamento da forma da envoltória de plastificação à compressão.

Os protocolos de ensaios propostos para as compressibilidades *Bulk* e compressibilidade cíclica são apresentados nas Figuras 36 e 37.

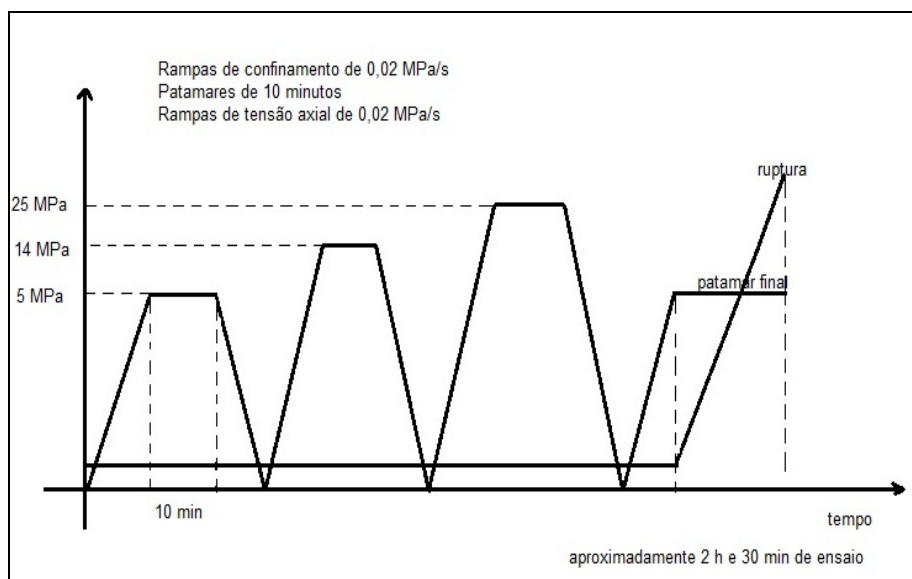


Figura 36 - Protocolo de ensaio proposto para ensaio hidrostático cíclico com ensaio triaxial final

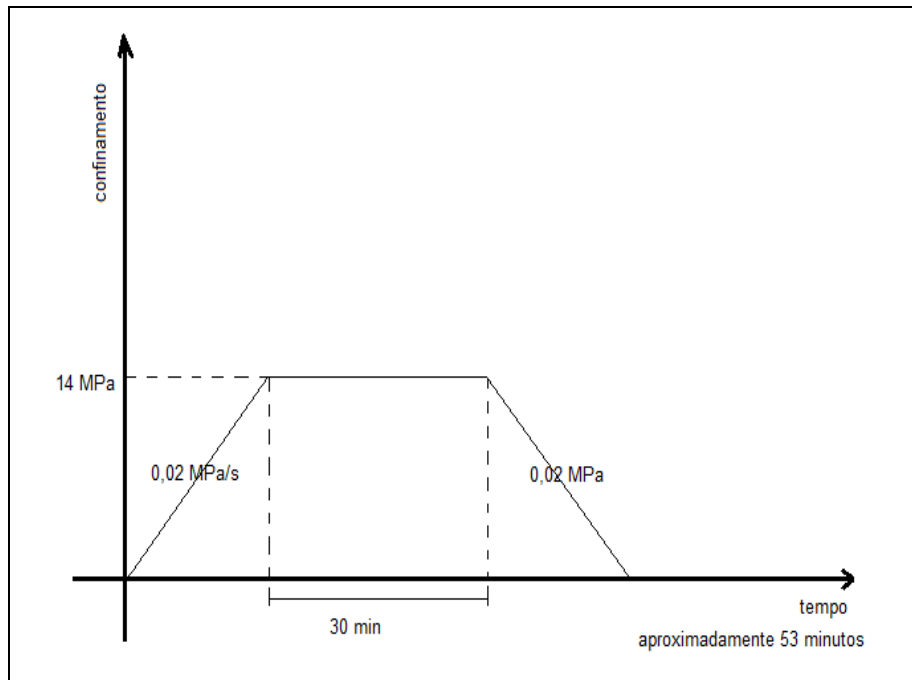


Figura 37 - Protocolo de ensaio proposto para o ensaio hidrostático

4.5.6. Ensaio de Compressão Uniaxial

Devido à indisponibilidade de amostras, foi realizado apenas um ensaio uniaxial. Não se recomenda o emprego de taxas diferentes para ensaios uniaxiais e triaxiais, porém o ensaio uniaxial realizado foi executado com controle de deslocamento lateral devido à fragilidade do material e à escassez de amostras. A taxa utilizada foi de $0,000160 \text{ mm/s}$, o que ocasionou um tempo além do recomendado pela ASTM de ensaio.

O ensaio uniaxial foi realizado sem ciclo de descarregamento e recarregamento.

4.5.7. Ensaio Brasileiro

Foram realizados ensaios brasileiros ou ensaio de tração indireta em quatro amostras. Seguindo recomendações da ISRM os ensaios tiveram duração de 15 a 30 segundos. A taxa adotada foi de $0,15 \text{ kN/s}$.