

5 Metodologia e programa de ensaios de imersão

5.1. Introdução

O presente capítulo apresenta a metodologia e descreve o programa de ensaios laboratoriais realizados na PUC-Rio no âmbito desta tese. Este programa experimental teve como objetivo avaliar os efeitos da interação rocha-fluido através de ensaios de imersão, onde foram analisadas mudanças tanto nas propriedades dos folhelhos quanto nas dos fluidos. Neste capítulo, consta a apresentação do equipamento de imersão desenvolvido, a metodologia e a nomenclatura adotada para a execução dos ensaios. Além disto, está apresentada ainda a simbologia adotada para descrever os ensaios.

5.2. Descrição da metodologia adotada

Para a avaliação da interação rocha-fluido foi adotada a metodologia apresentada na Figura 72.

Pela metodologia apresentada, adotou-se as seguintes etapas: inicialmente são caracterizados os folhelhos e as soluções que fizeram parte da campanha experimental. A caracterização dos folhelhos constou de ensaios que identificaram as propriedades individuais, texturais e do espaço vazio das rochas, que foram descritos no Capítulo 3, e para os fluidos, foram realizados ensaios laboratoriais que identificaram as suas propriedades mecânicas, eletroquímicas e físico-químicas, que foram apresentadas no Capítulo 4.

A campanha de ensaios de imersão foi realizada após a caracterização detalhada dos materiais. Ao término dos ensaios, foram analisadas as alterações nas propriedades dos folhelhos e dos fluidos, e desta forma, avaliada a interação entre os folhelhos e os fluidos.

Com isto, pode-se dizer que foi adotada a seguinte metodologia:

- caracterização integrada dos folhelhos;
- caracterização integrada dos fluidos;
- realização dos ensaios de imersão;
- realização de ensaios físico-químicos com os folhelhos após a imersão;
- realização de ensaios físico-químicos com os fluidos após a imersão;
- avaliação do efeito da interação rocha-fluido nos materiais ensaiados.

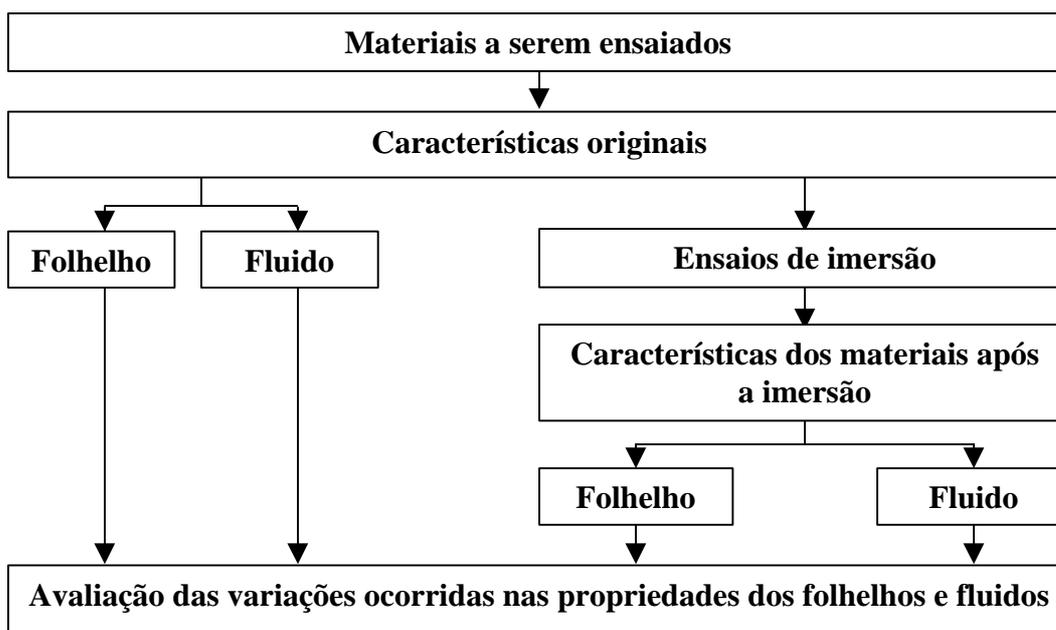


Figura 72 – Metodologia adotada para a avaliação da interação folhelho-fluido.

5.3.

Descrição do equipamento de imersão desenvolvido

Para a realização da campanha experimental foi desenvolvido, no laboratório de interação rocha-fluido da PUC-Rio, um equipamento de imersão. A Figura 73 apresenta o equipamento e a Figura 74 descreve esquematicamente os seus componentes.

Neste equipamento, os fragmentos dos folhelhos são imersos em solução dentro de um balão de fundo redondo. Este balão tem capacidade para 1 litro de solução, e possui cinco bocas esmerilhadas. Optou-se por este modelo de balão, pois as bocas seriam utilizadas para a inserção da instrumentação eletroquímica, de um funil de adição e de um condensador. O funil de adição utilizado possui

capacidade de adição de 60 ml, sendo capaz de inserir pequenos volumes de solução com precisão.



Figura 73 - Foto do equipamento de imersão desenvolvido (Rabe *et al*, 2002a).

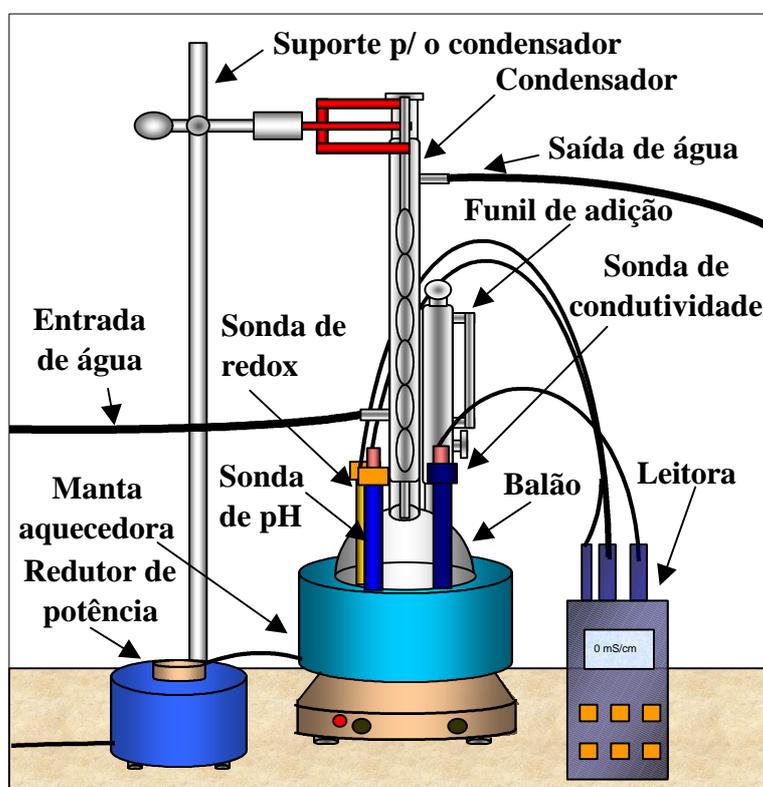


Figura 74 - Desenho esquemático do equipamento de imersão desenvolvido.

Para manter a temperatura pré-estabelecida das amostras e dos fluidos foi utilizada uma manta aquecedora fabricada pela Fisatom, classe 300 e modelo 102 (Figura 75a). Esta manta possui um sistema de agitação magnética, que foi utilizada para homogeneizar as soluções durante o aquecimento. A manta é constituída internamente por fibra de vidro, com resistências de níquel-cromo e com isolamento interno. Possui potência de 370 watts e faixa de aquecimento entre 65 e 200°C. Ela necessita em torno de 20 minutos para atingir a temperatura de 100°C e de 12 minutos para atingir a temperatura de 50°C, sendo capaz de agitar a solução entre 100 e 1000 rpm, controladas por circuito eletrônico. A agitação da solução é feita por uma barra magnética oval revestida com material plástico inerte a ataques químicos, cujas dimensões são de 10x30mm (modelo 11M).

Além disto, como a manta envolve metade do balão, ela é capaz de reduzir os gradientes térmicos que possam existir na solução, oriundos da diferença térmica existente entre o meio e a solução, além de proteger as amostras contra eventuais impactos.

Para controlar melhor a faixa de trabalho térmico da manta, utilizou-se, um redutor de potência elétrica. Ele diminui a corrente que chega à manta, fazendo com que o controle da temperatura estabelecida seja mais preciso e regular, onde a variação térmica passou de $\pm 0,4^{\circ}\text{C}$ para, no máximo, $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$. (Figura 75.b).



(a)



(b)

Figura 75 - (a) Manta aquecedora/agitadora e (b) redutor de potência.

Para evitar a perda do fluido por evaporação, utilizou-se um condensador de 30 cm de comprimento, onde o resfriamento foi realizado com água. O líquido, ao

vaporizar, encontra a parede do condensador resfriada pela água circulante, que obriga o fluido a condensar, e com isto, retornar ao sistema.

O condensador se encaixa na boca central esmerilhada do balão, enquanto que as sondas e o funil de adição se posicionam nas bocas laterais. A fixação das sondas às bocas foi executada através de borracha de silicone e vedação por graxa de silicone. Esta vedação foi realizada para se evitar a saída do vapor pelo espaço existente entre as bocas e as sondas eletroquímicas.

Como a sonda de condutividade encaixava-se perfeitamente na boca lateral do balão, não foi necessário fixar a sonda com a borracha, apenas vedar com a graxa.

5.3.1. Instrumentação do equipamento

O equipamento foi instrumentado por sondas medidoras do pH, do Eh, condutividade elétrica e salinidade. Além disso, as sondas de condutividade e pH mediam a temperatura da solução. Este controle térmico foi fundamental para constatar possíveis faltas de energia elétrica e para se verificar oscilações térmicas, evitando que gradientes térmicos venham a gerar os fenômenos de termo-osmose e a termo-difusão.

Estas sondas estavam ligadas a uma leitora e armazenadora dos dados. A leitora (Figura 76), assim como as sondas, foram fabricadas pela Wissenschaftlich-Technische Werkstätten (WTW), modelo MultiLine P3 pH/LF.



Figura 76 - Leitora dos dados eletroquímicos.

As principais vantagens deste equipamento são:

- 1 - equipamento leve (em torno de 300 g) e de fácil operação;
- 2 - condutividade elétrica, salinidade, pH, Eh e temperatura são lidos de forma rápida e acurada;
- 3 - medidores robustos à prova d'água, capazes de absorver impactos e imersíveis em soluções extremamente corrosivas e ácidas;
- 4 - capacidade de estocagem de 120 conjuntos de dados.

5.3.2.

Descrição das sondas utilizadas

5.3.2.1.

Sonda de condutividade elétrica e salinidade

A condutividade elétrica é a medida da capacidade que uma solução, um metal ou um gás possui de conduzir uma corrente elétrica. Em soluções, a corrente é gerada pela presença de cátions e ânions no meio, sendo esta conduzida por elétrons. A condutividade elétrica (σ_e) segue a lei de Ohm, sendo reciprocamente inversa da resistividade elétrica (R).

$$\sigma_e = \frac{1}{R} \quad (\text{Eq. 32})$$

Para medir a condutividade elétrica, uma voltagem é aplicada nos pares do eletrodo e a corrente que flui é medida. Durante este processo, os cátions (C^+) migram para o eletrodo negativo e os ânions (A^-) para o eletrodo positivo, e com isto, a solução atua como um condutor elétrico. A condutividade elétrica é função do comprimento (L) e da área da seção transversal (A) do condutor (Figura 77), como mostra a Equação 33:

$$\sigma_e = \frac{1}{R} \frac{L}{A} = \tilde{\alpha} \frac{A}{L} = \frac{1}{\tilde{\eta}} \frac{A}{L} \quad (\text{Eq. 33})$$

onde: A é a área do eletrodo, L é o espaço entre os eletrodos, g é a condutividade específica e r é a resistividade específica. g e r são as constantes do material, que são medidas respectivamente em S/m e $\Omega \cdot m$.

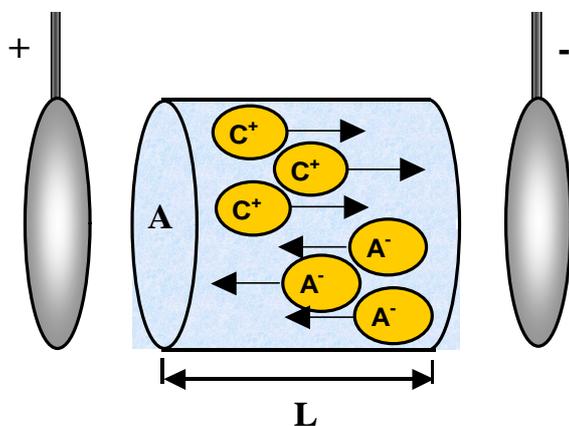


Figura 77 – Princípio físico da condutividade elétrica.

As células de medição usual de condutividade elétrica consistem de um par de eletrodos de corrente. O equipamento utilizado é constituído por dois eletrodos a mais: dois que medem a corrente e dois que medem a voltagem. A adição dos eletrodos de voltagem apresenta como principal vantagem a redução do efeito de polarização.

A polarização em uma célula de medição é causada pela aplicação de uma corrente contínua no eletrodo, que faz com que a distribuição de íons ao longo da seção transversal do eletrodo não seja uniforme. Esta distribuição variada dos íons pode ocorrer também nas interfaces sólido-líquido, devido à acumulação de cargas em elementos metálicos.

Em um campo alternado, o efeito de polarização é reduzido, pois os íons são alternadamente atraídos pelos dois eletrodos. Nele, os cátions e ânions oscilam entre os eletrodos em um ciclo de frequência conhecida, o que evita a queda de voltagem em parte das seções do eletrodo (Figura 78).

Neste equipamento, a obtenção da constante da célula de condutividade elétrica (κ) é feita através de uma solução química de calibração, que possui uma constante condutiva definida, de $0,474\text{cm}^{-1}$. A sonda de medição de condutividade elétrica (sonda TetraCon 325), além de ser constituída por quatro eletrodos, possui um sensor de temperatura. A sonda apresenta forma cilíndrica, com altura total de 12 cm e diâmetro externo de 1,53 cm (Figura 79.a).

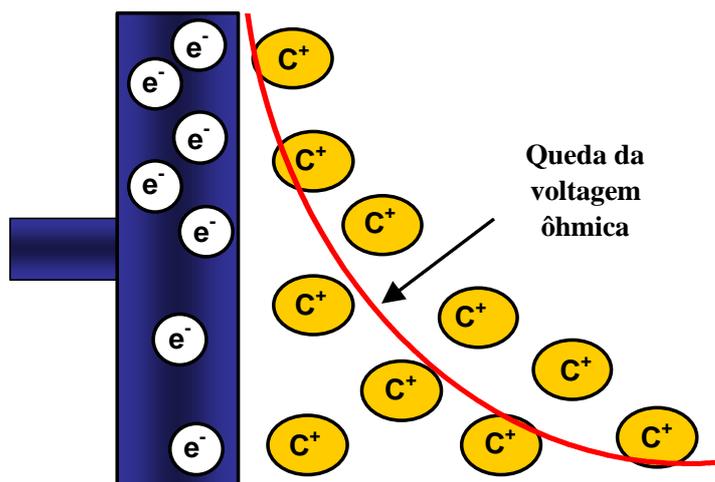


Figura 78 - Efeito indesejável da polarização em um eletrodo.

5.3.2.2. Sonda de Eh

O potencial redox mede a capacidade do ambiente de fornecer elétrons a um agente oxidante, ou em retirar elétrons de um agente redutor, da mesma forma que o pH de um ambiente mede sua capacidade de fornecer prótons a uma base ou de retirar prótons de um ácido. Dentre os vários elementos que são encontrados em diferentes estados de oxidação, são por exemplo: o ferro, manganês, o enxofre, o vanádio, o cobre, o cobalto, o nitrogênio e etc.

A estabilidade de um elemento em um estado particular de oxidação depende da mudança de energia envolvida na adição ou remoção de elétrons. Esta medição é feita pela quantificação conhecida como potencial de oxidação ou potencial redox. O potencial redox mede a capacidade do ambiente de fornecer elétrons a um agente oxidante, ou em retirar elétrons de um agente redutor, da mesma forma que o pH de um ambiente mede sua capacidade de fornecer prótons a uma base ou de retirar prótons de um ácido.

A sonda utilizada para medir o potencial redox (sonda ORP) é constituída de um eletrólito de referência de prata com membrana resistiva de 300 mohm à 25°C, para aferição e calibração e por um diafragma de vidro. A sonda apresenta forma cilíndrica, com altura total de 12,8 cm e diâmetro de 1,2 cm (Figura 79.b).

5.3.2.3. Sonda de pH

O termo pH é definido como sendo o logaritmo decimal do inverso da atividade do íon de hidrogênio:

$$pH = \log \frac{1}{a_{H^+}} = \log a_{H^+} \quad (\text{Eq. 34})$$

Na maioria dos casos, é suficiente considerar-se a atividade do íon de hidrogênio como sendo igual à concentração do íon de hidrogênio, tendo-se então:

$$pH = -\log[H^+] \quad (\text{Eq. 35})$$

onde: $[H^+]$ é a concentração de íons de hidrogênio em moles por litro (mol/L).

Um ácido pode ser definido como uma substância contendo hidrogênio e que libera íons livres de hidrogênio quando dissolvida em um meio aquoso e as propriedades características dos ácidos como sendo as propriedades do íon hidrogênio.

Base pode ser definida como sendo uma substância contendo o grupo dos hidróxidos (OH^-) que fornece OH^- quando dissolvida, e as propriedades características das bases como sendo as propriedades características do íon hidróxido.

Segundo Mason (1971), o estudo do pH apresenta-se fundamental para o controle da precipitação dos hidróxidos existentes em uma solução, para o transporte e a deposição do ferro, a solubilidade do hidróxido férrico, para o transporte da alumina e da sílica em solução. Por exemplo, a solubilidade do ferro, para o pH de 6 é 10^5 maior do que se o pH for de 8,5.

Segundo Hakanson e Jansson (1989), a solubilidade da maioria dos metais pesados aumenta com a diminuição dos pHs. A sílica e a alumina apresentam solubilidades altas para pHs elevados.

A célula de medição do pH (sonda SenTix 41) é constituída por um eletrólito de referência de prata com membrana resistiva para aferição de 300 mohm a 25°C para aferição e calibração. Possui diafragma de fibra, além de um sensor de temperatura. A sonda apresenta forma cilíndrica, com altura total de 12cm e diâmetro de 1,2 cm (Figura 79.c).

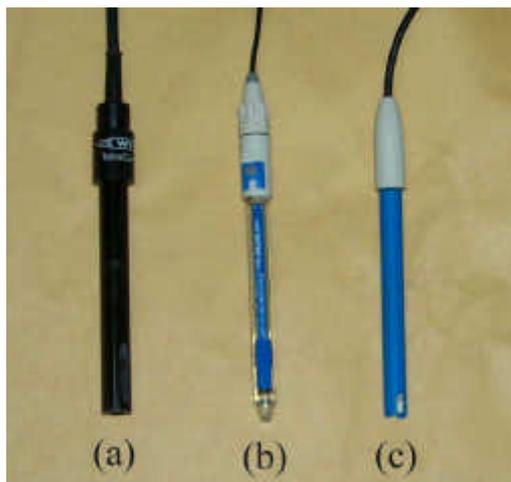


Figura 79 - Sondas utilizadas para instrumentar o equipamento de imersão: (a) condutividade elétrica, (b) Eh e (c) pH.

5.4. Vantagens do equipamento

A partir das informações descritas anteriormente, pode-se concluir que o equipamento apresenta as seguintes vantagens:

1 - Facilidade para trabalhar com altas temperaturas;

Este equipamento é capaz de realizar ensaios sob as temperaturas a que os folhelhos estão submetidos *in situ*. Ao se atingir as temperaturas geotérmicas obtém-se a velocidade real de trocas iônicas entre folhelhos e os fluidos, uma vez que a velocidade destas trocas aumenta com o incremento da temperatura, ou seja, ela funciona como um catalisador de reações químicas.

Segundo Goldschidth (1954), Mason (1971) e Krauskopf (1972), temperaturas mais altas geram o aumento da energia cinética média das moléculas, que por sua vez, induz ao crescimento do número de colisões efetivas, que produzem o aumento da velocidade das reações. Os fatores que determinam as velocidades das reações são extremamente complexos, o que torna difícil obter as expressões quantitativas genéricas para o seu aceleração.

Uma regra quantitativa útil reside em que, para a maioria das reações químicas, variações térmicas da ordem de 10°C, duplicam a velocidade das reações. Esta regra é muito limitada e aproximada, porém, ela é um indicativo da

importância de se simular as temperaturas *in situ*. Simular as temperaturas geotérmicas é importante para se obter a real velocidade com que as reações químicas entre os folhelhos e os fluidos ocorrem.

2 - Possibilidade de homogeneizar a solução;

O processo de agitação mecânica foi utilizado para manter o fluido homogeneizado. Ela possui a função de evitar gradientes químicos que podem ocorrer enquanto a temperatura da solução está aumentando, fazendo com que o fluido apresente as mesmas características físico-químicas em qualquer ponto da solução. Além disto, a agitação mecânica funciona como um catalisador mecânico das reações que ocorrem durante o aquecimento das soluções, ou seja, aceleram as reações através da quebra mecânica das moléculas.

3 – Permite o refluxo do fluido através da condensação de vapores;

O processo de refluxo foi utilizado para se evitar o aumento na concentração, ou seja, evitar alterações na relação entre a massa de soluto e o volume de solução. Isto poderia ocorrer devido à vaporização da água presente nas soluções do fluido. Caso isto ocorresse, variações nas suas propriedades ao longo do tempo poderiam gerar interpretações errôneas dos fenômenos envolvidos, como um aumento de cátions e ânions nas soluções. Além disto, este processo poderia influenciar no comportamento dos íons que, em função de sua solubilidade e concentração, poderiam precipitar.

4 - Controle dos volumes adicionados das soluções;

Através de um funil de adição graduado, foi possível controlar o volume de solução adicionado, e com isto, estabelecer uma relação folhelho/fluido constante.

5 - Sistema fechado;

Evita a entrada de partículas que estão em suspensão no ar, que iriam contaminar a solução, fazendo com que os sais presentes na solução sofressem precipitação. A precipitação dos sais altera a composição química, densidade e viscosidade dos fluidos.

6 - Equipamento instrumentado eletroquimicamente.

Este equipamento é capaz de medir propriedades eletroquímicas dos fluidos durante o transcurso dos ensaios sob condições severas de acidez e temperaturas elevadas das soluções.

5.5.

Metodologia adotada para a execução dos ensaios de imersão

Para a realização dos ensaios de imersão, foi utilizada a seguinte metodologia:

- 1°. calibração das sondas eletroquímicas;
- 2°. preparação das soluções e amostras de folhelhos;
- 3°. montagem do equipamento de imersão;
- 4°. inserção dos fluidos e rochas no equipamento;
- 5°. realização dos ensaios;
- 6°. separação dos fluidos e rochas ao final dos ensaios.

5.5.1.

Calibração das sondas

Antes da realização de cada ensaio de imersão, executou-se a calibração das sondas utilizadas. No presente trabalho, seguiram-se as recomendações feitas pelo fabricante e pela RP 13B-1 (1990) da API.

Para calibrar o equipamento, são necessárias duas soluções para a sonda de pH, uma para a sonda de redox e uma para a sonda de condutividade elétrica. Para calibrar a sonda de pH, inicialmente, lava-se a sonda com água de-ionizada, colocando-a no interior da solução de pH igual a 7,0 e após a equalização do valor, deve-se colocar a sonda na segunda solução de calibração do equipamento, referente ao pH igual a 4,01.

Para calibrar a sonda de condutividade elétrica, deve-se utilizar a solução de calibração à base de cloreto de potássio, de condutividade elétrica definida. A Figura 80 ilustra a calibração da sonda de condutividade elétrica (TetraCon 325), realizada através da imersão da sonda na solução de calibração. Já a sonda ORP é

calibrada através de uma solução de cloreto de prata. Como este equipamento realiza a compensação automática da temperatura, não é necessário calibrar as sondas na mesma temperatura na qual serão realizados os ensaios de imersão, além disto, o equipamento armazena a calibração, o que torna possível a realização de ensaios de longa duração.



Figura 80 - Execução do ensaio de calibração da sonda de condutividade elétrica.

5.5.2. Preparação dos fluidos

A preparação das soluções seguiu duas metodologias: a primeira foi utilizada para preparar os cloretos e o formiato de sódio. Ela constou da solubilização dos sais em água de-ionizada nas concentrações de 20% para o cloreto de sódio, cloreto de potássio e para o formiato de sódio e de 30% para o cloreto de cálcio.

Como os formiatos de potássio e césio já vieram de fábrica na concentração de 74%, foi necessário mudar a metodologia, onde se procedeu a diluição das soluções com água. Foram preparadas soluções com 20% de formiato de potássio e 30% de formiato de césio.

As concentrações foram iguais, no caso dos fluidos à base de sódio e de potássio, para que se pudesse comparar o efeito das diferentes soluções nos resultados. Como o cloreto de cálcio e o formiato de césio não possuem similares, tanto orgânicos quanto inorgânicos, adotou-se valores maiores, para maximizar o efeito osmótico das soluções. Ao final da preparação, foram separadas soluções para a análise de suas propriedades.

5.5.3. Preparação das amostras dos folhelhos

Para a realização dos ensaios de imersão foram utilizados folhelhos de plataforma marítima e bacias sedimentares terrestres, cujas propriedades estão descritas no Capítulo 3. As amostras oriundas das plataformas marítimas brasileiras foram previamente cortadas no Cenpes/Petrobras em serra elétrica e posteriormente torneadas para reduzir o seu diâmetro. Este procedimento foi adotado para se produzir amostras que seriam utilizadas para a execução de ensaios triaxiais (Muniz, 1998) e de difusão (Muniz *et al.*, 2002). O material excedente foi utilizado para a realização dos ensaios de imersão. No caso do folhelho da Noruega, os testemunhos já vieram de seu país de origem torneados, com diâmetro de 1,5'' (3,81cm).

Tanto os folhelhos brasileiros quanto o da Noruega vieram acondicionados em recipientes plásticos, em que os corpos de prova estavam imersos em óleo mineral, como mostra a Figura 81.a. O mesmo não aconteceu com os folhelhos oriundos das bacias sedimentares terrestres, em que as amostras foram postas na caixa de testemunho sem nenhuma preservação. Com isto, elas sofreram ressecamento devido ao processo inadequado de armazenamento e transporte. Este ressecamento gerou a fragmentação, o surgimento de fraturas e a perda do teor de umidade das amostras, o que prejudicou a sua utilização e a interpretação de seus resultados na campanha experimental. A Figura 81.b ilustra as amostras do Folhelho da Venezuela, com 4'' (10,16cm) de diâmetro, fragmentadas no interior da caixa de testemunho.

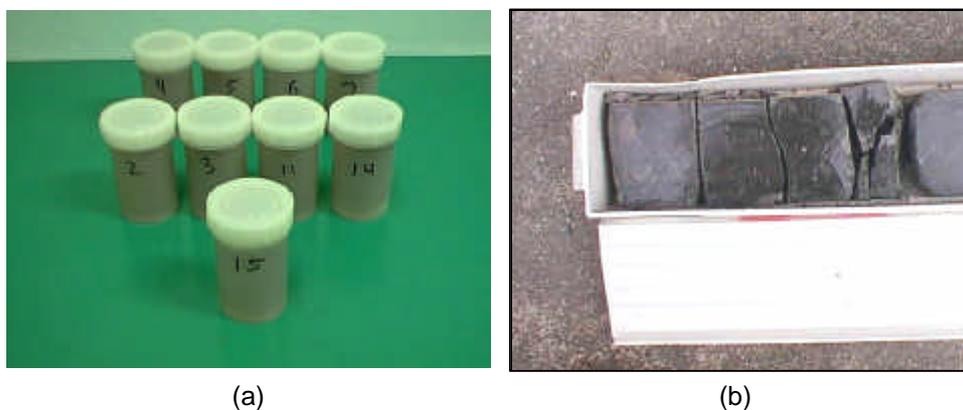


Figura 81 - (a) Amostras do folhelho da Noruega armazenadas em recipientes plásticos, preservadas em óleo mineral e (b) testemunho do folhelho da Venezuela.

Atualmente, a preservação dos folhelhos é feita através de duas técnicas: a primeira consiste em se envolver as amostras com parafina e a segunda consiste em imergir as amostras em óleo mineral.

O processo de parafinar as amostras apresenta como principais desvantagens o seu laborioso processo de execução, necessitando de equipamento para parafinar e de câmara úmida (local de execução), além de expor as amostras ao ar durante o processo de execução.

Segundo Santos (1997), o armazenamento dos folhelhos em óleo mineral é a melhor técnica de se preservar as amostras, pois seu procedimento é muito simples e não requer nenhum tipo de equipamento especial. Além disto, o contato entre o folhelho e o óleo mineral evita alterações na molhabilidade e composição química dos corpos de prova, pois ele cria um fino filme que continua a envolver toda a amostra, minimizando a perda de umidade.

Antes da realização dos ensaios de imersão, as amostras foram transferidas para beakers de vidro de capacidade de 1,5L, com o intuito de facilitar o seu manuseio, onde as mesmas permaneceram imersas em óleo mineral (Figura 82.a). Depois da retirada do material da câmara úmida, com o auxílio de uma faca de aço inoxidável, a amostra do folhelho foi fragmentada em três pedaços para que, posteriormente, fossem analisadas de forma diferenciada (um para ensaios físicos, outro para ensaios químicos e o último para ensaios texturais) e para facilitar sua entrada no equipamento, através da boca central do balão. A Figura 82.b ilustra a confecção de um corpo de prova. A moldagem também foi importante para a retirada de resíduos de óleo mineral da camada superficial da amostra e para obter o teor de umidade inicial.



Figura 82 - (a) Amostras de folhelho no interior de um becker e (b) amostra do folhelho sendo moldada em câmara úmida.

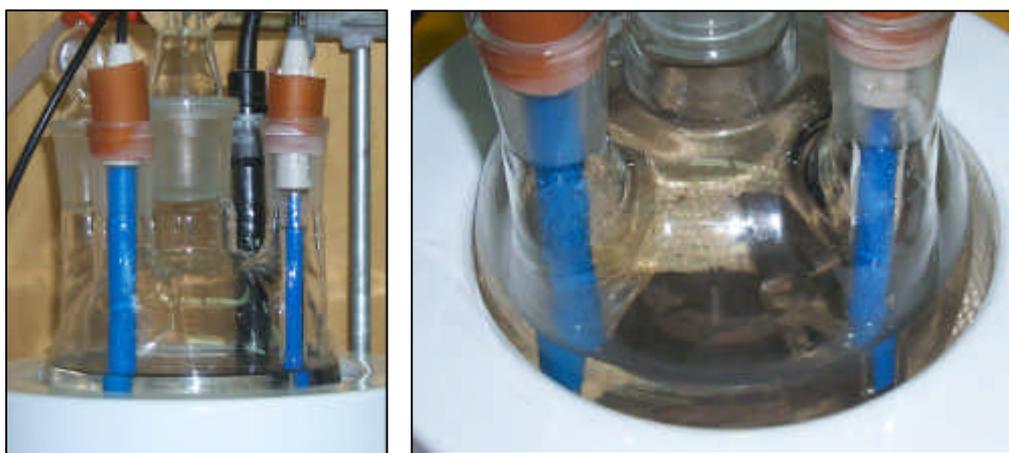
5.5.4.

Montagem do equipamento, execução dos ensaios e separação dos materiais

Inicialmente, colocam-se as sondas calibradas e o funil de adição no balão que se encontra montado sobre a manta aquecedora. Após esta etapa, adiciona-se a solução no funil e liga-se a manta aquecedora e o sistema de agitação magnética.

Ao se atingir a temperatura estabelecida de 50°C (simuladora da temperatura geotérmica dos folhelhos *in situ*), faz-se leituras dos instrumentos e coleta-se o sobrenadante para a análise físico-química. Depois, se coloca na boca central do balão as amostras moldadas de folhelhos, sendo em seguida encaixado o condensador e ligado o sistema de refrigeração por água.

Após esta etapa, retira-se o funil de adição e coloca-se uma rolha de vidro esmerilhada em seu lugar. Esta substituição é feita para que se pudesse, durante o ensaio, criar uma passagem para a entrada da pipeta para coletar o sobrenadante. Estas coletas foram realizadas uma vez ao dia, totalizando 4 coletas. A Figura 83.a ilustra as sondas e a rolha de vidro esmerilhada que foram encaixadas nas bocas laterais. Além disto, a mesma figura ilustra o condensador encaixado na boca central. A Figura 83.b apresenta as amostras de folhelhos imersas em solução durante a realização dos ensaios.



(a)

(b)

Figura 83 - (a) Visualização das sondas, da rolha de vidro esmerilhada e da base do condensador após a montagem no equipamento de imersão e (b) amostras de folhelho imersas em solução no interior do balão de fundo redondo.

A amostragem dos fluidos foi realizada através de um macro-controlador (bomba de sucção), em que pequenos volumes de solução, que corresponderam a

1,25% do volume total de fluido. Esta pequena quantidade foi obtida para se evitar alterações significativas na relação volumétrica folhelho/fluido.

No final dos ensaios, que duraram 72 horas cada, foram coletados volumes de fluidos e novamente armazenadas as amostras de folhelhos para se realizar uma análise mais completa das propriedades destes materiais. Além disto, o equipamento era desmontado para a limpeza de todas as peças e instrumentos.

Os fluidos foram colocados em coletores plásticos e os folhelhos foram novamente imersos em óleo mineral. O procedimento de limpeza constou da imersão das peças e sondas por 24 horas em solução de limpeza (detergente neutro). Após esta etapa, as peças foram imersas em solução de 20% de ácido nítrico, onde ao final, foram enxaguadas por 3 vezes com água de-ionizada.

5.6.

Nomenclatura adotada para a realização dos ensaios

Para facilitar o entendimento dos ensaios, adotou-se uma nomenclatura para os folhelhos ensaiados e foi utilizada a simbologia química para descrever os elementos químicos analisados, assim como os compostos químicos. A nomenclatura dos folhelhos e dos íons analisados estão apresentados na Tabela 34 e a nomenclatura utilizada para as soluções está apresentada na Tabela 35.

Tabela 34 - Nomenclatura dos folhelhos e íons analisados.

Folhelho	Albacora- Bacia de Campos	A	Elementos químicos analisados	Alumínio	Al
	Marlim- Bacia de Campos	B		Bário	Ba
				Cálcio	Ca
	Marlim-Sul – Bacia de Campos	B-S		Césio	Cs
				Cloreto	Cl
	Colômbia	C		Estrôncio	Sr
				Ferro	Fe
Venezuela	V	Lítio		Li	
		Magnésio		Mg	
Noruega	N	Potássio		K	
		Silício		Si	
				Sódio	Na
				Sulfato	SO ₄

Tabela 35 - Nomenclatura das soluções adotadas.

Solução	Fórmulas químicas
Água de-ionizada	H ₂ O
Cloreto de cálcio	CaCl ₂
Cloreto de potássio	KCl
Cloreto de sódio	NaCl
Formiato de cério	CsCOOH
Formiato de potássio	KCOOH
Formiato de sódio	NaCOOH

5.7.

Descrição da campanha experimental

Na Tabela 36, estão listados os ensaios de imersão realizados no laboratório de interação rocha-fluido. A campanha experimental foi dimensionada conforme o volume de amostras disponíveis. Em função da pouca quantidade de amostras, só foi possível realizar ensaios de imersão do folhelho C com água. Para os folhelhos A, B, N e V foram realizados ensaios com água de-ionizada e cloretos. Já com o folhelho B-S foi realizado ensaio de imersão com água, cloretos e formiatos, avaliando desta forma os diferentes tipos de fluidos. Além disto, foi possível realizar dois ensaios com formiato de sódio (um a 20% e outro a 30%) com o intuito de avaliar o efeito da concentração nos resultados dos ensaios de imersão.

5.8.

Descrição dos ensaios realizados após a imersão

Ao final dos ensaios de imersão foram realizados ensaios com os fluidos e com os folhelhos, com o objetivo de avaliar as alterações nas propriedades destes materiais. Para isto, foram obtidas as seguintes propriedades: teor de umidade, atividade, capacidade de troca catiônica, composição química da matriz da rocha e do fluido dos poros, textura e estrutura através de microscopia óptica e eletrônica, pH, além de uma análise visual das amostras dos folhelhos.

Em relação aos fluidos, foram analisadas variações na sua composição química, densidade, viscosidade, atividade química, sólidos dispersos e análise visual dos fluidos. Na Figura 84, encontra-se o esquema com a descrição dos ensaios realizados após a imersão.

Tabela 36 - Campanha experimental de ensaios de imersão.

Folhelho	Solução	Concentração (%)	Quantidade de ensaios
A	H ₂ O	100	1
	CaCl	20	1
	KCl	20	1
	NaCl	30	1
B	H ₂ O	100	1
	CaCl	20	1
	KCl	20	1
	NaCl	30	1
B-S	H ₂ O	100	1
	CaCl	30	1
	KCl	20	1
	NaCl	20	1
	CsCOOH	30	1
	KCOOH	20	1
	NaCOOH	20	1
		30	1
C	H ₂ O	100	1
N	H ₂ O	100	1
	CaCl	30	1
	KCl	20	1
	NaCl	20	1
V	H ₂ O	100	1
	CaCl	30	1
	KCl	20	1
	NaCl	20	1

5.9. Considerações finais

Neste capítulo, foi apresentada a campanha de ensaios de imersão realizados para o estudo da interação rocha-fluido. Nele encontra-se uma descrição detalhada do equipamento desenvolvido e dos procedimentos utilizados.

A metodologia utilizada visou garantir a preservação das amostras dos folhelhos antes dos ensaios, a calibração das sondas eletroquímicas, o controle da relação rocha-fluido durante o ensaio, além de tentar evitar a contaminação química dos materiais e do equipamento, tanto durante a execução do ensaio, quanto durante a preparação das amostras e fluidos.

Sobre a quantidade de ensaios realizados, deve-se frisar que eles foram dimensionados conforme o volume de rochas disponíveis, além de ser ter levado em consideração, o grau de preservação das amostras.

Foram apresentadas também as condições das amostras que foram ensaiadas e as técnicas normalmente utilizadas para a preservação das amostras. Destaque

foi dado à imersão das amostras em óleo mineral, pois foi a técnica adotada para preservar os corpos de prova.

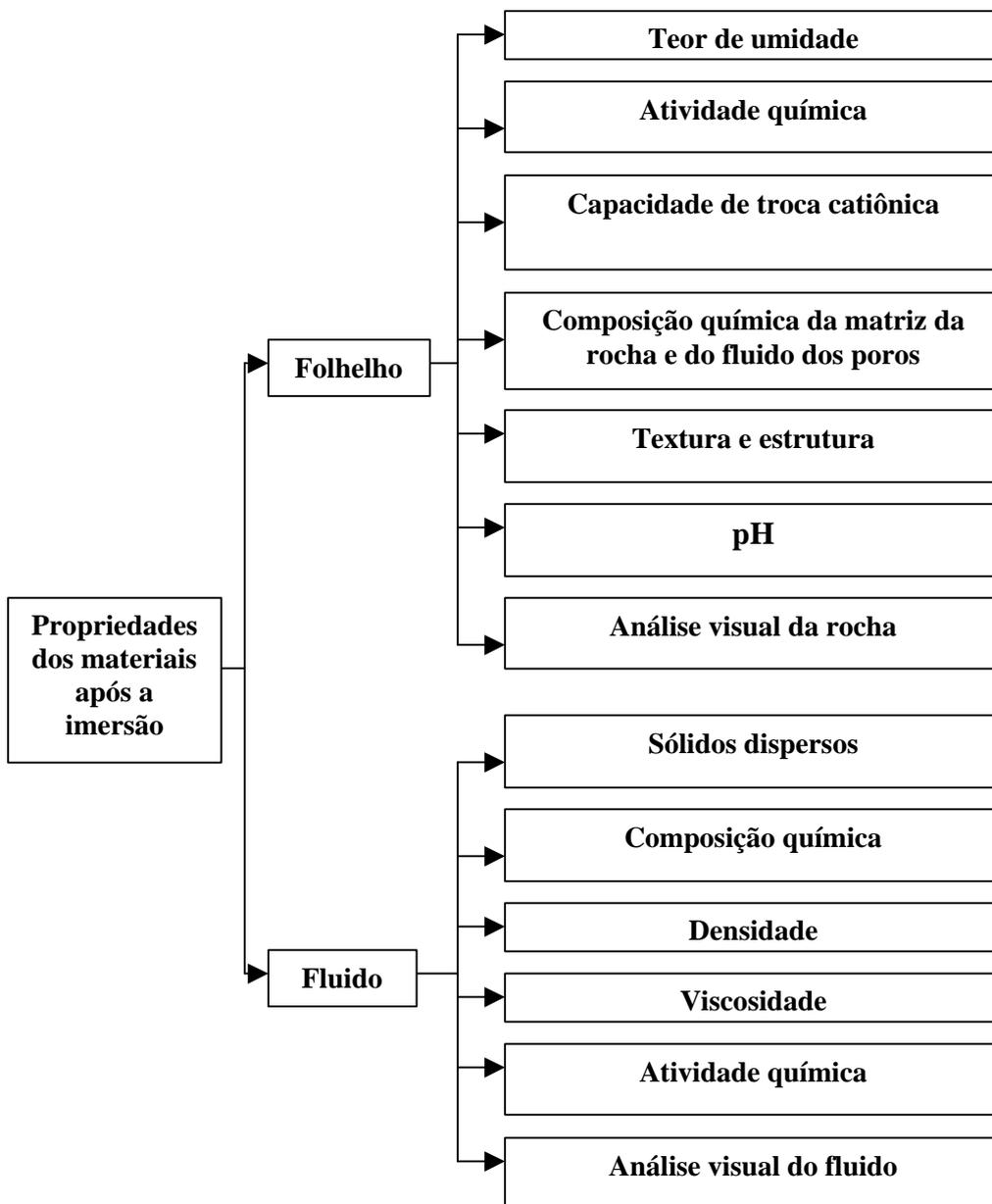


Figura 84 - Esquema dos ensaios realizados após a imersão.

Neste capítulo constou a descrição da metodologia adotada para a execução dos ensaios de imersão. O equipamento apresenta como principais vantagens a sua capacidade de trabalhar com altas temperaturas, de homogeneizar a solução antes da imersão das rochas, de possibilitar o refluxo do fluido através da condensação dos seus vapores, de controlar os volumes adicionados das soluções, além de possuir ter um sistema fechado e por ser um equipamento instrumentado eletroquimicamente.

No final do capítulo, foi apresentada detalhadamente a campanha de ensaios de imersão e dos ensaios físico-químicos realizados para avaliar o impacto da imersão nos fluidos quanto nos folhelhos. Nele constou também a descrição da nomenclatura adotada para descrever os materiais e os elementos ensaiados. Estes ensaios visaram obter quantitativamente ou qualitativamente as alterações nas propriedades físico-químicas dos materiais.