3 Preparo de amostras

Com o objetivo de realizar os experimentos com laser foram preparados corpos de prova com amostras de carbonato, pasta de cimento e aço/cimento/carbonato.

3.1. Carbonato

3.1.1. Matéria Prima

Para os experimentos descritos no presente documento foram utilizadas duas amostras de carbonato: Travertino e Bege Bahia.

O carbonato Travertino nas dimensões 13 x 13 x 2 cm foi selecionado para simular a rocha reservatório no experimento representando o ambiente de canhoneio em poço revestido. O preparo da amostra com aço-cimento-carbonato é descrito no item 3.3.2., a matéria prima foi fornecida pela empresa LC Mármores e Granitos.

O carbonato Bege Bahia foi selecionado para simular a rocha carbonática do reservatório em cenário de poço aberto, visando a criação de túneis através da formação, nos ensaios de laboratório, tendo sido a matéria prima fornecida pela empresa Bege Bahia Rio.

3.1.2. Usinagem para preparação de amostras com Carbonato Bege Bahia

Nos experimentos foram utilizadas amostras cúbicas de carbonato Bege Bahia nas dimensões 10x10x10 cm (Figura 10) e 5x5x5 cm (Figura 11). As amostras cúbicas apresentando 10 cm de lado foram usinadas na mineradora. As amostras cúbicas de 5 cm lado foram obtidas por meio de corte das amostras de 10 cm de lado no Laboratório de Rochas do CENPES.



Figura 10 – Amostra de carbonato Bege Bahia dimensões 10x10x10 cm Fonte: O autor (2013).

Foram produzidos 8 cubos de 5cm de lado. Destes apenas quatro foram selecionados para os experimentos. Os cubos foram identificados na sequência; 1,2,3,5.



Figura 11 – Amostra de carbonato Bege Bahia dimensões 5x5x5cm Fonte: O autor (2013).

Para o preparo das amostras cilíndricas, um cubo de carbonato Bege Bahia de 10 cm de lado foi perfurado por uma perfuratriz apropriada, no laboratório de rochas do CENPES, produzindo quatro cilindros de aproximadamente 88 mm de comprimento, com diâmetro aproximado de 38 mm. Os cilindros foram identificados na sequência; BB1, BB2, BB3 e BB4 (Figura 12).



Figura 12 – Amostras cilíndricas de carbonato Bege Bahia Fonte: O autor (2013).

3.2. Cimento

3.2.1. Matéria Prima

O cimento Portland classe G, que é utilizado nas operações de cimentação de poços de petróleo, foi fornecido pela Petrobras através do laboratório de cimentação do Centro de Pesquisas e Desenvolvimento (CENPES) situado na Ilha do Fundão na cidade do Rio de Janeiro, Brasil.

3.2.2. Preparo dos Cubos

Foram preparadas amostras constituídas por pastas de cimento curadas. Foram utilizadas duas formulações:

- Pasta básica, também denominada pasta pura constituída por cimento e água e aditivo antiespumante. A massa específica resultante é 1,9 g/cm3 (15,8 lb/gal). A composição é descrita na tabela 2. Essa formulação será denominada CIM 040/13.
- Pasta de cimento típica utilizada na cimentação frente ao carbonato nos campos do Pré-sal. A composição não será descrita por questões de confidencialidade. Essa formulação será denominada CIM 042/13.

Aditivo	Concentração	Massa (g)	Volume (ml)
Cimento	69,1 %	784,66	247,5
Água doce	44,6 %	349,98	351,1
Antiespumante	0,020 gpc	1,29	1,4
Massa específica (lb/gal)		15,8	
Volume da pasta (ml)			600,0

Tabela 2 – Composição da amostra da pasta básica CIM 040/13

Fonte: O Autor (2013).

Após a mistura dos aditivos no equipamento denominado *Waring Blende* (Misturador de Paleta), as pastas foram vertidas no molde visto na Figura 13.



Figura 13 – À esquerda: misturador de paleta. À direita: molde Fonte:O autor (2013).

Os dois tipos de pasta de cimento preparados, tanto a pasta básica (CIM 040/13) como a pasta tipo pré-sal (CIM 042/13), foram curadas a 60°, C em banho termostático, pelo período de 7 dias (Figura 14).



Figura 14 – Banho Termostático utilizado no preparo das amostras Fonte: O autor (2013).

As Figuras 15 e 16 mostram os cubos de cimento Portland de composições básica (CIM 040/13) e pré-sal (CIM 042/13) curados, respectivamente.





Figura 15 – Amostra CIM 040/13, do cubo de cimento de 5x5x5 cm Fonte: O autor (2013).





Figura 16 – Amostra CIM 042/13, do cubo de cimento pré-sal de 5x5x5 cm Fonte: O autor (2013).

3.3. Aço/Cimento/Carbonato

3.3.1. Matéria Prima

As amostras compostas de

Os corpos de prova compostos por aço/cimento/carbonato preparados no laboratório de cimentação do CENPES e projetados com o objetivo de simular a condição de poço revestido e cimentado em cenário de reservatório constituído de rochas carbonáticas, Figura 17.



Figura 17 – Vistas da amostra aço/cimento/carbonato Fonte: O autor (2013).

Materiais utilizados:

- Placa de Aço SA1020 usada para simular o revestimento do poço fornecido pela Metalacs RS Comercio de Metais.
- Pasta de Cimento Portland preparada pelo Laboratório de Cimentação do CENPES.

- Placa de carbonato travertino adquirida da empresa LC Mármores e Granitos.
- Suporte de teflon adquirido e fresado pela oficina mecânica do CENPES.
- Cola de silicone

Para a montagem da amostra foram utilizadas: uma placa de aço SAE1020 nas dimensões de 13x13x1 cm, uma placa de carbonato travertino nas dimensões de 13x13x2 cm e uma pasta de cimento, que foi colocada entre as placas de aço e travertino, nas dimensões de 13x11x1,65cm, para realizar a fixação de uma na outra através da cimentação destas.

3.3.2. Preparo do corpo de prova aço/cimento/carbonato

Para realizar o procedimento de cimentação, um aparato apropriado foi projetado e montado, no laboratório de cimentação do CENPES conforme Figura 17, visando à fixação paralela das placas de aço e de carbonato de forma a criar o espaço apropriado para a colocação da pasta de cimento entre elas.

Um suporte de teflon foi fresado com as dimensões da espessura específica de cada uma das placas, Figura 18, para permitir o encaixe das bordas laterais das placas de aço e de travertino fixando assim as duas placas paralelamente no suporte de teflon. Placas de vidro foram fixadas nas laterais com silicone para realizar o fechamento lateral. Depois de montado, o aparato ficou com as dimensões de 16,2 x 13 x 6,6 cm.

Para este experimento também foram preparadas a pasta básica (CIM 040/13) e a pasta tipo pré-sal (CIM 042/13). Após a colocação da pasta de cimento entre as placas, dentro do aparato, o mesmo foi colocado num Banho Termostático conforme Figura 14, pelo período de 7 dias. Para concluir o processo de cura da pasta de cimento que, foi preparado conforme procedimento de preparo constante no anexo 1. Após a cura, a lâmina de cimento entre as placas dentro do aparato ficou com as dimensões de 13 cm de comprimento, 11 cm de largura e espessura de 1,65 cm, após a cura das pastas foi observado na amostra da pasta CIM 040/13 que ocorreu uma redução no comprimento da lâmina de cimento entre os dois suportes de teflon para 10 cm conforme Figura 27.



Dimensões do aparato:

Placa de vidro – comprimento 16,2 cm e altura 6,6 cm.

Suporte de teflon – comprimento 13 cm, espessura 3,1cm e altura 6,6 cm.

Placa de aço quadrada – comprimento 13 cm e espessura 1 cm.

Placa de carbonato quadrada - comprimento 13 cm e espessura 2 cm.

Lâmina de cimento – comprimento de 13 cm, largura 11 cm e espessura 1,65 cm.

Figura 18 – Esquema de montagem do aparato de cimentação dos corpos de prova de aço/cimento/carbonato travertino Fonte: O autor (2013).

3.4. Ensaios de criação de túneis através da aplicação de laser

3.4.1. Carbonato

A criação de túnel em rocha carbonato é possível devido à reação de decomposição térmica do carbonato, que ocorre na faixa de 600° C a 780° C. O Gráfico abaixo demonstra o perfil de redução de massa em função da temperatura de exposição da amostra de carbonato.



Reação de decomposição térmica: $CaCO_3 \xrightarrow{\Delta} CaO + CO_2$

3.4.1.1. Amostras de carbonato Bege Bahia de dimensões 10x10x10cm

Para a criação de túneis, foram realizados ensaios de irradiação a laser em quatro amostras cubicas de carbonato Bege Bahia de 10 cm de lado. Foram aplicados os seguintes parâmetros, Tabela 3.

Amostra (10 cm)	Potência (W)	Distância Focal (cm)	Tempo (s)
CBB 10 – 2	1500	6,5	7
CBB 10 – 3	1500	6,5	21
CBB 10 – 4	1500	6,5	42
CBB 10 – 5	1500	6,5	84

Tabela 3 – Potência e tempos de aplicação do laser nas amostras de carbonato BegeBahia de formato cúbico de dimensões 10x10x10 cm

Fonte: O autor (2013).





Figura 19 – Aplicação de laser na 2° amostra cúbica de 10 cm (n° 2) Fonte: O autor (2013).



Figura 20 – 2º Amostra cúbica de 10 cm após a criação do túnel Fonte: O autor (2013).

3.4.1.2. Amostras de carbonato Bege Bahia nas dimensões 5x5x5 cm

Para a criação de túneis, foram realizados ensaios de irradiação a laser em quatro amostras cubicas de carbonato Bege Bahia de 15 cm de lado. Foram aplicados os seguintes parâmetros, Tabela 4.

Amostra (5 cm)	Potência (W)	Distância Focal (cm)	Tempo (s)		
CBB 5 – 1	1500	2,5	2,5		
CBB 5 – 2	1500	2,5	3,5		
CBB 5 – 3	1500	2,5	4,5		
CBB 5 – 5	1500	2,5	5,5		

Tabela 4 – Potência e tempos de aplicação do laser nas amostras cúbicas de 5cm

Fonte: O autor (2013).



Figura 21 – Aplicação de laser nas amostras cúbicas de 5 cm Fonte: O autor (2013).



Figura 22 – Amostra cúbica de 5x5x5 cm após a criação do túnel Fonte: O autor (2013).

3.4.1.3. Amostras de carbonato bege bahia cilíndricas nas dimensões 38x88 mm

As amostras foram posicionadas sob o canhão laser com distância de dois cm e foi aplicada radiação laser com potência de 1500 Watts com os tempos relacionados na Tabela nº 5.

Amostra	Diâmetros	Comprimento	Potência	Tempo
	(mm)	(mm)	(W)	(s)
BB 1	38 mm	88,5	1500	2,5
BB 3	38 mm	89,3	1500	5,0
BB 2	38 mm	88,2	1500	7,5
BB 4	38,1 mm	88,7	1500	10

Tabela 5 – Potência e tempos de aplicação do laser nas amostras cilíndricas

Fonte: O autor (2013).



Figura 23 – Aplicação de laser nas amostras cilíndricas Fonte: O autor (2013).



Figura 24 – Amostra cilíndrica após a criação do túnel Fonte: O autor (2013).

As amostras cilíndricas foram enroladas com fita tipo durex para manter a integridade das mesmas após a aplicação do laser sobre as mesmas

3.4.2. Cimento

3.4.2.1. Ensaios de compressão para as amostras de cimento

Após o preparo das amostras CIM 040/13 e CIM 042/13, foram separados dois cubos, sendo um de cada amostra, para realizar testes de resistência à compressão, os resultados dos testes podem ser verificados nas Tabelas 6 e 7.

Tabela 6 – Boletim teste de resistência à compressão amostra CIM 040/13

Boletim N ^o :	CIM 0	40/13				
DATA:	22/5/2	2013	A	Amostras de pasta pura		
CURA:	7	DIAS				
TEMPER.:	60	О°	1			
Comprimento	Largura		Força		DC	
(mm)	(mm)	Ároa		Posistôncia	RC	Erro
(1111)	(,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	Alea	IDT	Nesistencia	médio psi	LIIU
50,72	51,22	4	16186	4020		7,843741
50,85	51,28	4	18310	4530	4362	-3,86124
50,71	51,14	4	18231	4535		-3,9825

Fonte: O autor (2013).

Tabela 7 – Boletim teste de resistência à compressão amostra CIM 042/13

Boletim N ^o :	CIM 0	42/13				
DATA:	29/5/2	2013	ļ A	Amostras de pasta pré-sal		
CURA:	7	dias				
TEMPER.:	60	О°				
Comprimento	Largura					
((100,000)	Áraa		Decistância	RC	Free
(mm)	(mm)	Area	Força	Resistencia	médio	Erro
			Tai		psi	
50,78	50,82	4	19917	4979		-5,43042
50,83	50,85	4	17246	4305	4723	8,852092
50,81	51,02	4	19626	4884		-3,42167

Fonte: O autor (2013).

3.4.2.2. Ensaio a Laser amostras de cimento nas dimensões 5x5x5 cm

Para a criação de túneis, foram realizados ensaios de irradiação a laser em seis amostras cubicas de cimento Portland com 5 cm de lado. Foram aplicados os seguintes parâmetros, Tabela 8.

Tabala Q	Dotôncio o	tompos do	onlicocão do	lacar nac	amostras de	nacta de	o cimonto
	r olencia e	tempos de	aplicação uo	lasel llas	aniustias ut	; pasia ut	
			1 3				

Formulação da pasta	Tempo	Potência	OBS
cimento	(s)	(W)	
Pasta pura (40/13)	7	1200	
Pasta pura (40/13)	10	1200	
Pasta pura (40/13)	10	1200	

Formulação da pasta	Tempo	Potência	OBS
cimento	(s)	(W)	
Pasta pré-sal (42/13)	10	1200	Amostra rompeu
Pasta pré-sal (42/13)	5	1200	
Pasta pré-sal (42/13)	5	1200	

Fonte: O autor (2013).

Na amostra CIM 042/13, ao final da criação do canal, observou-se o rompimento da amostra (Figura 48), decidido reduzir o tempo para 5 segundos.





Figura 25 – Aplicação do laser na amostra de pasta pura de cimento Fonte: O autor (2013).



Figura 26 – Pasta pré-sal e pasta pura, curadas, após a criação do túnel Fonte: O autor (2013).

3.4.3. Aço/Cimento/Carbonato

Para a criação de túneis, foram realizados ensaios de irradiação a laser em seis amostras de aço/cimento/travertino. Foram aplicados os seguintes parâmetros, Tabela 9.

Potência	Distância focal	Formulação da pasta	Amostra
(W)	(mm)	de cimento	
		Pasta pré-sal CIM 042/13	1
1200	2,5	Pasta pura CIM 040/13	4
		Pasta pura CIM 040/13	5
1500	3,0	Pasta pré-sal CIM 042/13	2
		Pasta pré-sal CIM 042/13	3
		Pasta pura CIM 040/13	6

Tabela 9 – Amostras de aço/cimento/carbonato

Fonte: O autor (2013).

Em algumas amostras, foram feitos mais do que um furo, sendo que o tempo nas seis variou de 15 a 31 segundos.

1º teste: Na amostra nº 5 de pasta pura CIM 040/13 foi aplicada irradiação laser com 1500 watts de potência em distância focal de 3 mm em uma série de furos conforme a Tabela 10, sendo que na identificação da amostra foi usada como correlação sempre ao lado direito.

Ordem	Posição do furo	Potência (W)	Tempo (s)
do furo	na amostra		, ,
1º	centro	1500	30
2°	esquerda superior	1500	25
30	esquerda inferior	1500	20
4º	direita inferior	1500	31
5°	Direita superior	1500	15
6°	No centro inferior	1500	20

Tabela 10 – Posição e sequência de aplicações de laser na amostra pasta pura (CIM

Fonte: O autor (2013).

2º teste: Na amostra nº2 de pasta pré-sal (CIM 042/13/2) foi aplicada irradiação laser com 1500 watts de potência em distância focal de 3 mm para a realização de três furos conforme a Tabela 11, sendo que na identificação da amostra foi usada como correlação sempre ao lado direito.

		/10)	
Ordem	Posição do furo	Potência (W)	Tempo (s)
do furo	Na amostra		
1º	centro	1500	18
2º	esquerda superior	1500	31
3°	direita inferior	1500	25

Tabela 11 – Posição e sequência de aplicações de laser na 2º amostra pasta pré-sal (CIM 042/13)

Fonte: O autor (2013).

3º teste: Na amostra nº 3 de pasta pré-sal (CIM 042/13) foi aplicada irradiação laser com 1500 watts de potência em distância focal de 5 mm no tempo de 1 minuto e 21 segundos, com a realização de um furo através de movimento giratório helicoidal do canhão de laser, no centro da amostra.

4º teste: Na amostra nº 6 de pasta pura (CIM 040/13) foi aplicada irradiação laser com 1500 watts de potência em distância focal de 5 mm no tempo de 1 minuto e 21 segundos. Foi programada no computador, a realização do furo com movimento giratório helicoidal do canhão de laser no centro da amostra, Figura 27.



Figura 27 – Aplicação do laser na amostra de aço/cimento/travertino Fonte: O autor (2013).



Figura 28 – Amostra de aço/cimento/travertino após a criação do túnel Fonte: O autor (2013).

3.5. Técnicas de Avaliação

3.5.1. Resistência a compressão

O objetivo do ensaio é determinar a resistência a compressão por meio destrutivo. O equipamento *CHANDLER ENGINEERING MODEL 4207D DIGITAL COMPRESSIVE STRENGTH TESTER* possui um painel de controle para o acionamento hidráulico onde são programadas as pressões de trabalho, transmitidas da célula de compressão com a finalidade de gerar a força necessária para realizar a compressão da amostra. O teste de compressão de amostras de cimento CIM 040/13 e CIM 042/13 situaram-se na faixa de 16186 lbf a 19917 lbf.





Figura 29 – Prensa hidráulica e painel de controle Fonte: O autor (2013).

3.5.2. Tomografia de Raio-X

A tomografia computadorizada (TC) se baseia no mesmo princípio físico de radiografia convencional, segundo a qual os elementos com diferentes composições absorvem a radiação X de forma diferente. Como exemplo, materiais mais densos e pesados absorverão maior radiação que os de menor densidade.

O equipamento utilizado nas análises realizadas, no CENPES, no laboratório de Tomografia foi o *BRIGHT SPEED* que é um Tomógrafo Médico. Neste equipamento a amostra permanece em um posição fixa no tomógrafo em relação ao emissor de raios-X e os receptores, que giram em torno da amostra efetuando várias tomadas em posições diferentes, formando uma circunferência ao redor da amostra. As chapas são remontadas por um software para reconstruir a imagem.

A análise de TC indica a quantidade de radiação absorvida por cada elemento analisado (radio-densidade), traduzida numa escala de cinzas que produz uma imagem. Dentre as características desta imagem se destacam os *pixeis*, matriz, campo visão (FOV). Cada *pixel* é o menor ponto da imagem e corresponde à média da absorção dos elementos nessa zona, expressa em unidades de Hounsfield. O conjunto de *pixeis* distribuído em colunas e linhas que formam a matriz. Quanto maior o tamanho da matriz melhor será sua resolução espacial, permitindo diferenciar mais facilmente as estruturas espaciais.



Figura 30 – Corpos de prova de carbonato Bege Bahia de 10 cm no Tomógrafo de Raio-X Fonte: O autor (2013).

Os corpos de prova cúbicos de carbonato Bege Bahia de 10 cm de lado foram tomografados nos eixos XY e YZ, Figura 30. Os corpos de prova de aço/cimento/carbonato foram tomografadas em dois sentidos um transversal e o outro longitudinal conforme Figura 31.



Figura 31 – Vistas do corpo de prova, com pasta pré-sal (CIM 042/13) nº1, dentro do tomógrafo em dois sentidos Fonte: O autor (2013).



Figura 32 – Corpo de prova de aço/cimento/carbonato pasta pré-sal (CIM 042/13) nº1 no tomógrafo. Fonte: O autor (2013).

3.5.3. Microtomografia de Raios-X

A microtomografia é uma técnica não-destrutiva que reconstrói e modela estruturas de amostras na escala micrométrica, com uma resolução e contraste aplicável a vários problemas atuais, como na área da química de sólidos e materiais. Tal técnica fornece um mapeamento preciso da atenuação de raios-X em uma amostra, independente da existência de uma subestrutura com diferentes fases bem definidas (Stock *et al.*, 2009).

O equipamento utilizado nas análises realizadas no laboratório de tomografia no CENPES foi um Phoenix vItomeIx fabricado pela GE, Figura 33. Neste equipamento a amostra gira em torno do próprio eixo vertical enquanto no tomógrafo o emissor de raios-X e o receptor permanecem fixos, em torno da amostra, efetuando várias tomadas de raio-X, em posições diferentes, através do giro da amostra, Figura 33. As chapas são remontadas por um software para reconstruir a imagem.



Figura 33 – Microtomógrafo da GE Fonte: O autor (2013).

3.5.4. Interação com Energia Radiante de Laser

Para a criação dos túneis nos corpos de prova, utilizados nos ensaios realizados, foi realizada a interação com a energia radiante do laser gerado pelo equipamento de laser a fibra YLS-1500, como mostra a Figura 34. O laser Ytterbium Laser System, que opera com comprimento de onda da emissão 1065 nm.



Figura 34 – Laser a fibra YLS-1500 com potência máxima de 1500 W Fonte: O autor (2013).

3.5.4. Analisador Termogravimétrica

A Análise Termogravimétrica (ATG) e Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) foram realizadas simultaneamente no Analisador Térmico Simultâneo (STA-6000) da Perkin-Elmer visto na Figura 35.



Figura 35 – Analisador Térmico Simultâneo (STA-6000) da Perkin-Elmer Fonte: O autor (2013).

3.5.5. Difração de raios-X

A difração de raios X é usada para se obter características importantes sobre a estrutura de um composto cristalino. Estas informações são geradas pelo fenômeno físico da difração e também da interferência, ou seja, quando os raios incidem sobre um cristal, ocorre a penetração do raio na rede cristalina, a partir disso, tem-se várias difrações e também interferências construtivas e destrutivas. Os raios X Jauncey (1945), interagem com os elétrons da rede cristalina e são difratados. Com o uso de um dispositivo capaz de detectar os raios difratados e traçar o desenho da rede cristalina e a forma da estrutura gerada pelo espalhamento que refletiu e difratou os raios-X, é possível se analisar a "difração".

3.5.6. Espectrometria de Fluorescência de Raios X

Para avaliar a composição das pastas de cimentos solidificadas antes e após a realização da interação com a energia radiante do laser. Segundo a BRUKER AXS (Bruker, c2010), a espectrometria de fluorescência de raios X (FRX). É uma das técnicas analíticas mais utilizadas em geoquímica. A indústria mineral, tanto de exploração como de beneficiamento também utiliza amplamente a fluorescência de raios X, especialmente para fins de controle de processo. As aplicações principais em geoquímica são determinações de elementos maiores, menores e traços em rochas, solos e sedimentos. Dentre os elementos-traços, os mais favoráveis à determinação por FRX, em função de limites de detecção e abundância crustal estão; Ba, Ce, Cr, Cu, Ga, La, Nb, Ni, Pb, Rb, Sc, Sr, Th, V, Y, Zn, Zr. Os resultados da FRX sempre são de concentrações elementares totais. A FRX também pode ser útil na análise de amostras mineralizadas, para determinar elementos em concentração anômala (p.ex., As, Sb, Bi, Ta, W).