3 Desenvolvimento do Equipamento e da Metodologia de Ensaios

3.1. Introdução

Este capítulo apresenta, em ordem cronológica, as diferentes fases no desenvolvimento do equipamento e da metodologia de testes e análises, além dos resultados e conclusões de cada ensaio. Foram necessárias modificações na metodologia e no equipamento para cada ensaio realizado.

3.2. Fase I (Outubro 1998 – Janeiro 1999)

Os trabalhos relacionados a esta pesquisa tiveram início em Outubro de 1998 como parte do projeto "Drilling Through Shales" financiado por cinco empresas do ramo petrolífero. Antes de se projetar o equipamento definitivo, testes preliminares foram executados para uma melhor compreensão do processo a ser investigado e para avaliar a capacidade de se realizar estes testes no Laboratório de Mecânica dos Solos da PUC-Rio.

O equipamento conhecido pelo nome de Kazerímetro, desenvolvido na PUC-Rio (Daylac, 1994) com a finalidade original de determinar o coeficiente de empuxo no repouso, K_0 , foi utilizado como base para o desenvolvimento do equipamento para ensaios de difusão. Um esquema do Kazerímetro é apresentado na Figura 3. 1, sendo que algumas modificações em relação à configuração original, na forma de aplicação de pressão e nas linhas de fluxo, foram realizadas afim de se aplicar as condições de contorno exigidas e executar as medidas necessárias à interpretação dos ensaios.



Figura 3. 1 – Esquema do Kazerímetro

Na realização destes ensaios um corpo de prova de solo é colocado entre duas pedras porosas e envolvido por uma membrana de látex. Posteriormente, a célula é fechada e as pressões axial e confinante aplicadas. A válvula da base é então aberta para a atmosfera permitindo o adensamento do corpo de prova. Ao final desta etapa, a válvula da base é fechada e em seguida aplica-se uma contrapressão no topo do corpo de prova, monitorando o crescimento da poropressão na base. As pressões são aplicadas por potes de mercúrio e ar comprimido. As Figuras 3.2 (a) e (b) apresentam fotos do Kazerímetro com a configuração das linhas de fluxo e um corpo de prova preparado para o ensaio. Antes de se realizar os ensaios em solo, foram realizados alguns testes em um corpo de prova vazado de alumínio, com 100 mm de diâmetro e 30 mm de altura, para verificação da operacionalidade do sistema.



Figura 3. 2 – (a) Vista do Kazerímetro e o circuito de válvulas utilizado; (b) Detalhe do Kazerímetro com o corpo de prova devidamente preparado para o ensaio

Para realização dos ensaios em material geotécnico, um solo residual do Campo Experimental II da PUC-Rio foi compactado com a umidade acima da ótima. Os corpos de prova devidamente preparados foram instalados na célula a uma pressão confinante de aproximadamente 600 kPa e submetidos ao adensamento até a dissipação de todo excesso de poropressão. Logo após o adensamento, fecha-se a válvula de drenagem e inicia-se os estágios de variação do gradiente de pressão.

A Figura 3. 3 apresenta o primeiro estágio aplicado num corpo de prova onde a contrapressão no topo é elevada a 190 kPa, enquanto a poropressão na base é monitorada ao longo do tempo. Com o equilíbrio das poropressões de topo e base inicia-se o segundo estágio elevando-se a contrapressão no topo a 480 kPa. O resultado é apresentado na Figura 3. 4 onde verifica-se uma redução no tempo de ensaio atribuída à maior rigidez do sistema.



Figura 3. 3 – Difusão de pressão em solo residual, 1º estágio



Figura 3. 4 – Difusão de pressão em solo residual, 2º estágio

De forma a avaliar o fluxo osmótico provocado por um gradiente químico, o sistema foi novamente alterado para permitir a troca do fluido em contato com o topo do corpo de prova (de água para solução salina), enquanto a variação da poropressão na base é monitorada. A principal dificuldade neste processo é que a troca de fluido deve ocorrer sem grande variação de pressão no topo do corpo de prova. Para isto foi utilizada uma válvula de fluxo que controla a vazão no final da linha, uma interface água-solução salina e uma válvula de três vias para troca de fluido. A Figura 3. 5 apresenta um esquema com a configuração utilizada.

No ensaio realizado, o corpo de prova foi submetido a uma pressão confinante de 600 kPa. Após a fase de adensamento a contrapressão no topo foi elevada a 485 kPa e um período de aproximadamente 100 minutos foi necessário para equilibrar as poropressões de topo e base, como pode ser visto na Figura 3. 6. Após 200 horas de ensaio, uma solução salina a 35% de NaCl foi, então, introduzida no sistema de forma a avaliar o efeito osmótico.

Com a introdução do sal nenhuma variação significante de poropressão foi verificada, possivelmente devido à alta permeabilidade do solo. Apesar disto, o objetivo desta fase foi alcançado. Os ensaios realizados foram encorajadores e a experiência adquirida essencial para o desenvolvimento do novo equipamento destinado a ensaios com folhelhos a níveis mais elevados de pressão.



Figura 3. 5 - Configuração do sistema utilizado para avaliar o efeito osmótico



Figura 3. 6 – Fase de difusão de pressão e íons em solo residual

3.3. Fase II (Fevereiro 1999 – Dezembro 1999)

O projeto da nova célula de difusão teve como inspiração o Kazerímetro e o equipamento utilizado por van Oort, (1994). O equipamento foi construído em aço carbono 4140 de alta resistência e projetado para suportar pressões confinantes de até 30 MPa. A base da célula foi cromada para evitar corrosão quando em contato com soluções salinas. Devido ao seu tamanho, o mesmo procedimento não foi realizado com a tampa do vaso de pressão, que recebeu uma camada protetora de zinco. Esta tampa é fixa à base por meio de 8 parafusos de 5/8".

A Figura 3. 7 apresenta o desenho original do equipamento onde o corpo de prova cilíndrico é colocado entre dois "caps" (ambos contendo reservatórios internos) e envolvido por membrana termoretráctil. Pode-se utilizar corpos de prova de 1,5" (38,1 mm) ou 2" (50,8 mm) de diâmetro e uma altura máxima de 30 mm. Como o equipamento foi projetado para testes em rochas, não se pensou em utilizar pedras porosas e a base dos "caps" foi ranhurada para maximizar a área de contato entre o fluido utilizado e o corpo de prova.



Figura 3. 7 – Esquema do equipamento desenvolvido

A célula de carga utilizada para medir a força axial aplicada apoia-se sobre o "cap" superior e todo o conjunto é submetido à pressão confinante. O "cap" superior é conectado à base por tubos de aço inoxidável que possuem 1/16" (1,6 mm) de diâmetro externo e 1 mm de diâmetro interno. Estes tubos, destinados à aplicação de contrapressão e circulação de fluido no reservatório superior, foram enrolados em espiral de forma a minimizar a restrição ao deslocamento vertical do corpo de prova.

Dois canais que atravessam a base da célula até o reservatório inferior são destinados à medida de poropressão e concentração salina. A pressão confinante é aplicada por outro canal que chega à parte interna do vaso de pressão. Anéis de borracha (O'rings) nitrílica com dureza 90 shore são usados como elemento selante em todo o equipamento. Todos os cálculos utilizados no dimensionamento do equipamento e desenhos detalhados são apresentados por Muniz *et al.*, 1999 e Carvalho, *et al.*, 1999.

3.3.1. Ensaios Preliminares

A Figura 3. 8 (a) apresenta uma foto da célula de difusão utilizada nesta fase dos ensaios. A instrumentação utilizada nesta configuração consiste de uma célula de carga interna para medir a força axial, um transdutor de pressão para a poropressão da base, e dois manômetros destinados à pressão confinante e à poropressão no topo do corpo de prova. As pressões confinante e axial são aplicadas por um macaco hidráulico, enquanto que a pressão de poros é aplicada por ar comprimido (capacidade máxima para 830 kPa) e transmitida por meio de uma interface água/ar. Ensaios preliminares em corpos de prova de alumínio foram executados para verificar vazamentos e os procedimentos de ensaio, não tendo sido observado qualquer problema.

Decidiu-se então realizar ensaios em corpos de prova de solo residual compactado, com diâmetro de 1,5" (38,1 mm) e altura de 1,5 cm. O corpo de prova foi colocado entre os "caps" e duas pedras porosas no topo e na base, conforme mostra a Figura 3. 8 (b). A utilização de pedras porosas foi necessária para evitar a extrusão do corpo de prova para os reservatórios superior e/ou inferior. Feito isso, o corpo de prova foi envolvido por uma membrana termoretráctil e instalado na célula de difusão. As pressões confinante e axial foram aplicadas em estágios para evitar a ruptura do corpo de prova até atingirem 1.400 kPa e 1.500 kPa, respectivamente. Antes de se aplicar o gradiente de pressão, o corpo de prova foi permitido adensar com drenagens superior e inferior abertas para atmosfera.



Figura 3. 8 – (a) Célula de difusão, (b) Corpo de prova de solo residual

Um dos resultados obtidos, em termos de difusão de pressão através do corpo de prova, é apresentado na Figura 3. 9. Observa-se um aumento progressivo da pressão no reservatório inferior até a sua estabilização após 3,5 horas de ensaio. Uma pequena queda de pressão é verificada no reservatório superior devido a uma repentina parada do compressor de ar comprimido, mas sem nenhum comprometimento para o ensaio. Nenhum outro tipo de problema foi verificado, indicando a aplicabilidade do sistema projetado para execução dos ensaio desejados.



Figura 3. 9 – Difusão de pressão em solo residual – Fase II

3.3.2. Ensaios em Folhelhos

Um corpo de prova do folhelho da Noruega (N) com diâmetro de 1,5" (38,1 mm) e altura de 15 mm foi colocado entre os "caps" e pedras porosas para realização do ensaio. Aplicou-se inicialmente 1.400 kPa de pressão confinante e 2.000 kPa de pressão axial, sob as quais o corpo de prova foi permitido adensar. A Figura 3. 10 apresenta o resultado do ensaio, onde observa-se que a variação da pressão no reservatório inferior mostrou-se muito parecida com o padrão observado em solos diferenciando-se obviamente no tempo necessário para estabilização. A parte inicial da curva de poropressão na base apresenta um aumento lento de pressão atribuído à presença de ar no sistema.

Observa-se também uma grande oscilação das pressões confinante e axial durante o ensaio. Estas pressões são aplicadas na célula de difusão por meio de macacos hidráulicos e logo em seguida as válvulas são fechadas isolando a célula. Desta forma, acredita-se que qualquer variação de temperatura provoca dilatação ou contração do fluido confinante e axial, resultando na variação das pressões aplicadas.



Figura 3. 10 – Variação das pressões no folhelho da Noruega (N)

Um corpo de prova do folhelho do Brasil (B) de 2" (50,8 mm) de diâmetro e 15 mm de altura foi submetido a pressões confinante e axial da ordem de 1.600 kPa e deixado adensar com drenagens abertas para atmosfera por 24 horas. Depois deste período, a contrapressão no reservatório superior foi elevada para aproximadamente 700 kPa. A Figura 3. 11 apresenta as variações das pressões monitoradas ao longo do ensaio, onde, apesar da falta de dados nas primeiras 15 horas, verifica-se uma mudança na inclinação da curva de poropressão da base. Isto mostra que para baixas poropressões (< 300 kPa), a presença de ar no sistema aumenta o tempo de ensaio prejudicando a medida de permeabilidade do corpo de prova.

De forma a avaliar a permeabilidade dos folhelhos ensaiados, duas metodologias, uma analítica e outra numérica, foram utilizadas. A determinação analítica da permeabilidade foi obtida seguindo a metodologia proposta por van Oort (1994), apresentando valores de 0,7 e 4,0 nD para os folhelhos N e B, respectivamente. A estimativa numérica realizada pelo programa Fporo (Frydman & Fontoura, 1999), apresentou valores de 1,0 e 15,0 nD para os folhelhos N e B, respectivamente.



Figura 3. 11 – Variação das pressões no ensaio de difusão no folhelho do Brasil (B)

A determinação da permeabilidade dos folhelhos seguindo uma metodologia analítica e outra numérica mostra que o folhelho do Brasil (B) uma ordem de grandeza mais permeável que o folhelho da Noruega (N).

As leituras da célula de carga e do transdutor de pressão foram realizadas manualmente utilizando uma Vishay (leitora anológica), o que dificultou muito os ensaios, já que estes são contínuos e necessitam de leituras noturnas.

Algumas melhorias como a compra de um sistema de aquisição de dados automático, de novos transdutores de pressão em substituição aos manômetros para realizar ensaios níveis mais elevados de pressão, de um sistema de aplicação de pressão mais sofisticado para eliminar as dificuldades práticas de manutenção da estabilidade das mesmas, e de uma bomba para aplicação da pressão de poros e circulação de fluido, são de vital importância para realização de futuros ensaios de difusão em folhelhos.

3.4. Fase III – (Janeiro 2000 – Outubro 2000)

Após os ensaios a baixos níveis de pressão, um grande esforço foi dedicado à aquisição de novos equipamentos e instrumentação, necessários para a realização de ensaios a um nível mais elevado de pressão. Os ensaios realizados anteriormente mostraram que o folhelho se deforma e fecha as ranhuras existentes nos "caps", destinadas a uma melhor distribuição da poropressão, exigindo a utilização de pedras porosas. Devido ao elevado nível de pressão, os discos porosos utilizados são de bronze sinterizado e têm a finalidade de promover uma distribuição mais uniforme, tanto da pressão axial, quanto da pressão de fluido em contato com o corpo de prova.

As pressões confinante e axial são aplicadas por intermédio de dois macacos hidráulicos com capacidade para até 70 MPa. A célula de carga utilizada possui capacidade máxima de 25 kN. A deformação axial é medida por um transdutor de deslocamento, tipo LSCDT, preso à haste da célula de carga. A circulação de fluido no sistema é feita por intermédio de uma bomba de vazão constante da

marca "Waters". Esta bomba imprime vazões que variam de 0,001 a 10 ml/min, e suporta pressões de até 42 MPa (6000 psi). A pressão na linha de circulação é mantida através do uso de uma válvula de alívio cuja faixa de trabalho pode ser alterada trocando-se uma mola interna.

As pressões atuantes no corpo de prova são monitoradas por cinco transdutores com capacidade de 21 MPa (3000 psi). Estes transdutores monitoram as pressões nos reservatórios inferior e superior, a pressão confinante e a pressão axial. Dois transdutores monitoram a pressão no reservatório superior, sendo um colocado na entrada e outro na saída da câmara. No caso de ocorrer variação entre essas duas leituras, devido à perda de carga nas linhas, adota-se o valor médio para a pressão no reservatório superior. A leitura do transdutor de pressão axial serve somente como referência para a célula de carga. A disposição das linhas de circulação e dos transdutores utilizados são apresentados na Figura 3. 12.



Figura 3. 12 – Esquema das linhas de circulação e acessórios utilizados na fase III

O sistema de aquisição de dados utilizado é o AqDados para Windows versão 5.0 desenvolvido pela LYNX Tecnologia Eletrônica. A placa de conversão A/D possui 8 canais de entrada analógica, sendo 4 canais diferenciais e 4 canais simples. A placa possui resolução de 12 bits e a taxa de amostragem máxima é de

50 kHz/canal. Como software de controle e aquisição de dados, o AqDados 5.0 permite a visualização simultânea de até oito sinais durante um ensaio e suporta a coleta de até 32 canais analógicos de entrada, permitindo a configuração individual de cada canal (nome, unidade de grandeza física, faixa de entrada) e a exportação dos dados adquiridos durante o ensaio em formato texto.

3.4.1. Ensaios de Difusão por Gradiente Hidráulico

Os testes realizados nesta fase tiveram como objetivo unicamente desenvolver uma metodologia de ensaios e análise de dados para a determinação da permeabilidade de corpos de prova de folhelho. Dois corpos de prova de um folhelho da Bacia de Campos (B-S) foram amostrados com os planos de acamamento paralelos ao eixo dos mesmos para realização dos ensaios.

Os ensaios tiveram duas fases distintas, a fase de adensamento onde submete-se o corpo de prova a um estado de tensões inicial (pressão confinante e axial) e espera-se a estabilização das deformações; e a fase de difusão de pressão, onde aplica-se um gradiente de pressão no fluido contido nos reservatórios, mantendo-se constante a pressão no reservatório superior e monitorando-se a sua variação no reservatório inferior.

Na fase de adensamento aplicou-se 16 MPa de pressão axial e 13 MPa de pressão confinante. Estes valores foram adotados com uma margem de segurança em função da capacidade máxima da célula de carga (25 kN) ou 20,9 MPa para corpos de prova de 1,5" de diâmetro. Após a estabilização das pressões, deu-se início ao estágio de adensamento dos corpos de prova com drenagem para atmosfera apenas pelo topo do corpo de prova (CP). Em ambos ensaios, as pressões iniciais axial e confinante apresentaram quedas, de 10 a 20 % do valor inicial, durante o adensamento, possivelmente devido à deformação dos corpos de prova.

A fase de difusão de pressão, em ambos os ensaios, iniciou-se com a circulação de água no reservatório superior a uma vazão constante de 1 ml/min. A válvula de alívio foi regulada de forma a manter uma contrapressão média na linha de 10 MPa. Durante os ensaios, essa pressão apresentou uma variação ao longo do tempo de aproximadamente 10 %.

A variação das pressões com o tempo para o CP09 é apresentada na Figura 3. 13 onde pode-se observar que a pressão no reservatório da base apresentou um aumento progressivo, atingindo um valor próximo de 10 MPa em cerca de 10 horas. Durante esse período, as pressões axial e confinante também apresentaram variações.

A fase de difusão de pressão do CP 10 é apresentada na Figura 3. 14 onde é possível observar a diferença de comportamento deste corpo de prova em relação ao anterior. A difusão de pressão se dá de forma bem mais lenta que no caso do CP09, atingindo um valor próximo de 10 MPa no reservatório da base em cerca de 20 horas. Este fato pode estar relacionado à altura inicial do CP10 (16,91 mm) que é aproximadamente 13 % maior que o CP09 (15,00 mm). Assim como no caso anterior, as pressões axial e confinante apresentaram variações durante essa fase.



Figura 3. 13 – Variação das pressões na fase de difusão de pressão – CP09



Figura 3. 14 – Variação das pressões na fase de difusão de pressão – CP10

O cálculo da permeabilidade realizado utilizando-se a metodologia analítica proposta por van Oort (1994) forneceu uma permeabilidade de 6,75 e 2,10 nD para os corpos de prova CP09 e CP10, respectivamente, enquanto as estimativas numéricas sugerem um valor de 62,8 e 34,4 nD para o CP09 e CP10. Observa-se que os valores fornecidos pela solução analítica são 10 vezes menores que os obtidos pela solução numérica. Uma explicação para isto é apresentada na Fase IV.

3.4.2. Conclusões

A aquisição de novos equipamentos e instrumentação permitiu realizar com sucesso ensaios a níveis mais elevados de pressão, entretanto, verificou-se alguns problemas que devem ser minimizados ou eliminados nos próximos ensaios. O principal deles é a variação das pressões que modifica o estado de tensão imposto ao corpo de prova.

3.5. Fase IV – (Outubro 2000 – Junho 2001)

Um novo aplicador servo-controlado de pressão tipo GDS (Figura 3. 15) foi adquirido para o controle da pressão confinante. O GDS é capaz de garantir uma pressão constante por tempo indeterminado e foi testado em ensaios com alumínio apresentando excelente desempenho. Este equipamento também possibilita a medida da quantidade de fluido que entra ou sai do mesmo para manutenção da pressão.



Figura 3. 15 – Aplicador de pressão/volume – GDS

Nesta fase um grande esforço foi dedicado ao desenvolvimento de uma interface que viabilizasse os ensaios de difusão de íons com utilização de soluções salinas. Isto porque estas soluções não podem ser diretamente utilizadas na bomba "Waters" pois existe o risco de uma partícula arranhar o pistão da mesma, fazendo com que a vazão aplicada deixe de ser constante.

O projeto da interface baseou-se nas já existentes no Laboratório de Mecânica dos Solos da PUC-Rio, cujo elemento separador de fluidos é uma membrana de borracha chamada Bellofram. Desta forma, foi pesquisado um Bellofram que pudesse nos fornecer um maior volume de fluido, que fosse adequado para trabalhar a altas pressões e não reagisse com os fluidos utilizados. Com o Bellofram especificado construiu-se uma interface com capacidade de 1229,0 cm³ de solução salina (Muniz *et al.* 2001). A Figura 3. 16 (a) apresenta uma foto da interface já montada e adaptada ao circuito do ensaio de difusão e a Figura 3. 16 (b) apresenta uma foto do Bellofram utilizado.

Ensaios foram realizados com a interface de forma a verificar vazamentos e a operacionalidade da mesma. Infelizmente, constatou-se um vazamento que não permite a realização de ensaios com pressões superiores a 6,0 MPa. Decidiu-se então realizar os ensaios de difusão a este nível de pressão até que uma nova interface seja desenvolvida.





(b) Figura 3. 16 – (a) Foto da interface construída; (b) Bellofram utilizado

Nesta fase foi também definida a metodologia para medida da variação de concentração salina no reservatório inferior. Para esta tarefa foi utilizado o sensor de fibra óptica baseando-se na técnica do refratômetro óptico cujos detalhes são apresentados no Capítulo 5.

3.5.1. Ensaio de Difusão em Folhelho – CP26

Com a eficiência do sistema de medição da concentração salina comprovada, realizou-se então um ensaio de difusão completo em folhelho, isto é, executou-se a etapa de difusão de pressão e a etapa de difusão de íons, medindo a variação de concentração com o sensor de fibra óptica. Este ensaio é apresentado em maiores detalhes por Caetano (2001).

O corpo de prova proveniente da Bacia de Campos (B-S) foi preparado e levado à célula de difusão. Os dados iniciais e índices físicos deste corpo de prova estão apresentados na Tabela 3. 1. Devido a problemas operacionais, a etapa de saturação por confinamento não foi realizada, partindo-se diretamente para a etapa de adensamento com as drenagens abertas para atmosfera.

Parâmetros	Valor
Altura	15,15 mm
Diâmetro	38,05 mm
Peso (W)	33,89 g
Umidade (w)	25,96 %
Volume (V)	$17,227 \text{ cm}^3$
Peso específico	1,967 g/cm ³
Densidade dos grãos (G)	2,693
Índice de vazios (e)	0,724
Grau de saturação (S)	96,52 %
Porosidade (ϕ)	42,01 %

Tabela 3. 1 – Dados iniciais do corpo de prova (CP26)

As pressões nas quais o ensaio foi realizado foram aplicadas de forma nãodrenada em um único estágio, gerando uma grande deformação do corpo de prova (Figura 3. 17). Esta deformação foi tal que o curso do LSCDT chegou ao seu limite máximo não registrando o verdadeiro deslocamento. O problema ocorrido deixa evidente uma falha na metodologia de ensaios que até então vinha sendo utilizada.



Figura 3. 17 – Corpo de prova 26 após o ensaio de difusão

Com a estabilização das pressões e deformações do corpo de prova, deu-se inicio à fase de difusão de pressão. A Figura 3. 18 apresenta a variação das pressões durante esta etapa que tem como objetivo a estimativa do coeficiente de permeabilidade. Analisando-se o gráfico observa-se que um período de nove horas foi suficiente para estabilizar as poropressões de topo e base. Observa-se também que o aumento de poropressão na base é mais lento no início da ensaio, indicando novamente a presença de ar no sistema.



Figura 3. 18 - Variação das pressões durante a fase de difusão de pressão - CP26

O cálculo da permeabilidade feito utilizando-se a expressão proposta por van Oort (1994), forneceu um coeficiente de permeabilidade de 7,84 x 10^{-21} m² ou 7,94 nD. A simulação numérica realizada de forma a simular a curva experimental correspondente à variação da poropressão na base é também apresentada na Figura 3. 18. Nesta análise obteve-se um coeficiente de permeabilidade igual a 0,75 nD ou 0,74 x 10^{-21} m².

Novamente verifica-se que o valor analítico é aproximadamente 10 vezes maior que o valor numérico. A explicação para esta diferença reside no fato de que a solução analítica considera a rocha como incompressível e que a expressão utilizada é válida somente quando a razão entre o volume de poros efetivo da amostra e o volume do reservatório de jusante for menor que 0,1 (van Oort, 1994). Entretanto, sabe-se que os folhelhos são rochas compressíveis e que no caso dos

ensaios realizados, a razão entre o volume poroso efetivo (7,26. 10^{-6} m³) e o volume do reservatório da base (19,009. 10^{-6} m³) é igual a 0,382. Desta forma, a solução analítica não é adequada para o cálculo do coeficiente de permeabilidade considerando a configuração atual do ensaio.

A fase de difusão de íons inicia-se após a estabilização das poropressões nos reservatórios inferior e superior. Neste ponto, mantém-se as pressões nos reservatórios e substitui-se o fluido de circulação (água destilada) no reservatório superior pelo fluido de interesse para o ensaio. Neste ensaio foi utilizada uma solução salina a 25 % em peso de CaCl₂.

A Figura 3. 19 apresenta a variação das pressões desde o início da fase de difusão de pressão. Observa-se que após as 9 (nove) horas de ensaio, quando se introduziu a solução salina, nenhuma variação expressiva foi observada na poropressão da base. Esperava-se nesta fase uma queda da pressão na base devido ao fluxo osmótico induzido pelo gradiente de concentração aplicado.



Figura 3. 19 - Variação das pressões durante a fase de difusão de íons - CP26

Analisando-se a metodologia de ensaio chegou-se à conclusão de que a troca de fluido no reservatório superior não é instantânea, pois no ensaio são utilizadas pedras porosas entre os "caps" e o corpo de prova. Desta forma, leva um certo tempo até que a concentração adotada (25 % em peso) passe pela pedra porosa e alcance o topo da corpo de prova. Ao final do ensaio com a abertura da

63

interface constatou-se que o Bellofram estava furado contribuindo ainda mais para a diluição da concentração aplicada no topo do corpo de prova.

3.5.2. Conclusões

Na realidade este foi o primeiro ensaio de difusão completo realizado, contribuindo desta forma para avaliar os procedimentos adotados na metodologia de ensaios seguida até o momento, tais como;

- Verificou-se que a força axial aplicada foi extremamente elevada e recomenda-se daqui por diante manter esta variando entre 1,0 a 2,0 kN. Esta força é suficiente para ajustar os "caps" com o corpo de prova e impedir que ocorra vazamento da pressão confinante para a poropressão. Desta forma, evita-se também que o corpo de prova sofra grandes deformações durante o adensamento.
- Um maior rigor no controle da temperatura dentro do local de ensaio deve ser realizado, de forma a evitar grandes variações da pressão e força axial.
- Uma metodologia adequada deve ser desenvolvida para evitar variações na pressão dos reservatórios decorrentes da parada de circulação do fluido salino para a reposição do mesmo na interface;
- Verificou-se também que a solução analítica que até então estava sendo utilizada para determinação do coeficiente de permeabilidade apresenta sérias restrições que fazem com que sua utilização deixe de ser adotada para os próximos ensaios.

3.6. Fase V – (Junho 2001 – Novembro 2001)

Esta foi sem dúvida a fase decisiva no desenvolvimento do equipamento com mudanças significativas na metodologia de ensaio e no próprio equipamento até comprovar a sua eficácia na execução de ensaios de difusão. Nesta fase foram realizados três ensaios no folhelho B-S proveniente da Bacia de Campos, um ensaio no folhelho da Noruega (N) e ensaios em corpos de prova artificiais de membrana osmótica (papel celofane). Os resultados destes ensaios e análises realizadas são apresentados a seguir.

3.6.1. Ensaios em Folhelhos

Em todos os ensaios realizados foi utilizada uma solução salina a 25 % em peso de $CaCl_2$ como fluido de circulação na fase de difusão de íons. Este fluido foi escolhido por apresentar um maior potencial osmótico comparativamente ao NaCl e ao KCl. A Tabela 3. 2 apresenta os dados iniciais dos corpos de prova ensaiados nesta fase, assim como os índices físicos obtidos.

Parâmetros _	Corpos de prova			
	CP27	CP28	CP29	CP14
Altura (mm)	16,21	15,42	15,17	15,21
Diâmetro (mm)	38,04	38,00	38,01	37,69
Peso (g)	36,71	34,39	35,23	29,70
Umidade (%)	25,96	26,00	26,00	35,60
Volume (cm ³)	18,42	17,48	17,21	16,95
Peso específico (g/cm ³)	1,993	1,960	1,988	1,752
Densidade dos grãos	2,693	2,693	2,693	2,419
Índice de vazios	0,702	0,725	0,706	0,885
Grau de saturação (%)	99,54	96,51	99,13	99,82
Porosidade (%)	41,26	42,05	41,39	46,93

Tabela 3. 2 – Dados iniciais dos corpos de prova

3.6.1.1. Ensaio no Corpo de Prova 27

Este ensaio foi realizado visando estabelecer uma metodologia de testes adequada, que não introduza uma deformação excessiva ao corpo de prova como verificado no ensaio com o CP26. A pressão confinante foi aplicada pelo GDS, a pressão axial pelo macaco hidráulico e para circulação de fluido foi utilizada a bomba "Waters".

Com a aquisição de dois engates rápidos tipo miniatura o procedimento de preparação do corpo de prova e o modo de fixação do "cap" superior à célula de difusão foram modificados. A configuração anteriormente utilizada e apresentada na Figura 3. 20(a) introduzia alguns problemas operacionais e impedia a

montagem do corpo de prova diretamente na célula de difusão, dificultando a garantia da saturação das linhas de poropressão e dos reservatórios. A Figura 3. 20(b) apresenta a nova configuração utilizando os engates rápidos com o corpo de prova devidamente preparado e instalado na célula de difusão. A nova disposição dos tubos de aço inoxidável eliminou completamente a restrição ao deslocamento vertical existente no modelo com molas.





Figura 3. 20 – (a) – Detalhe das molas feitas com os tubos de aço inoxidável (b) – Detalhe da nova configuração com engates rápidos

Como a fase de difusão de íons pode durar vários dias até que a concentração de sais no reservatório inferior seja igual à do reservatório superior e sendo a medida de concentração realizada pela fibra óptica, é conveniente que se tenha uma maior concentração em um menor intervalo de tempo. Desta forma, quanto menor for a quantidade de fluido no reservatório inferior maior será o crescimento da concentração. Tendo isto em mente, foram realizadas simulações numéricas utilizando o programa Fporo (Frydman & Fontoura, 1999) e variando-se o tamanho do reservatório inferior.

Com base nas análises numéricas chegou-se à conclusão de que o reservatório inferior poderia ser diminuído em 7 mm³ sem comprometer o volume de fluido necessário para a análise química. Desta forma, foi confeccionado e introduzido no reservatório inferior, um cilindro de latão com 6,064 mm³ de volume. A partir de então este cilindro foi utilizado em todos os ensaios realizados e, como conseqüência, deixou-se de avaliar o coeficiente de permeabilidade pela solução analítica proposta por van Oort (1994) devido ao aumento substancial da razão entre o volume de poros efetivo do corpo de prova e o volume do reservatório inferior.

Após a instalação do corpo de prova na célula de difusão, iniciou-se o ensaio com a etapa de saturação. A pressão confinante foi elevada em estágios de 1 MPa até atingir 4 MPa sem nenhuma resposta da poropressão. Decidiu-se, então, aplicar contrapressão com a bomba de vazão e mais quatro estágios foram realizados obtendo-se um coeficiente de poropressão (B) de Skempton de 62,5 %. Analisando este valor friamente pode-se dizer que o corpo de prova não está saturado. Entretanto, observou-se que a linha de fluxo superior estava conectada diretamente com a válvula de alívio que é constituída por uma mola, introduzindo uma grande compressibilidade no sistema. Para os ensaios seguintes a configuração da linha de fluxo superior foi alterada de forma a isolar a válvula de alívio. Como não era possível realizar esta tarefa durante o ensaio, decidiu-se encerrar esta etapa e considerar o corpo de prova saturado, iniciando-se em seguida a etapa de consolidação ou adensamento.

O corpo de prova foi permitido adensar por 17 horas a uma pressão confinante de 8,0 MPa com drenagem de topo aberta para atmosfera. Esta metodologia permite acompanhar a redução da poropressão na base do corpo de prova. Infelizmente um aumento da pressão axial aplicada pelo macaco hidráulico provocou uma variação irregular na medida do deslocamento axial o que inviabilizou a determinação do coeficiente de adensamento. A Figura 3. 21 apresenta o CP27 sendo removido da célula de difusão ao final do ensaio. Comparando-se esta figura com a Figura 3. 17, fica evidente a melhoria na metodologia de testes empregada em relação à aplicação da força axial.



Figura 3. 21 - Retirada do CP27 da célula de difusão

A fase de difusão de pressão iniciou-se com o aumento da poropressão no topo do corpo de prova para 5.900 kPa. A variação das pressões nesta fase é apresentada na Figura 3. 22. Observa-se que em aproximadamente 15 horas as poropressões de topo e base já haviam se estabilizado. A curva de desenvolvimento de poropressão obtida é muito similar à do CP26, mas um defeito verificado na válvula da base põe em dúvida o resultado deste ensaio. Após o ensaio, um teste em alumínio mostrou que esta válvula permitia o fluxo a pressões superiores a 4.000 kPa, ou seja, esta não estava vedando corretamente.



Figura 3. 22 - Variação das pressões durante a fase de difusão de pressão - CP27

Após as 20 horas da fase de difusão de pressão iniciou-se a fase de difusão de íons. A Figura 3. 23 apresenta a variação das pressões e deslocamento desde o início da fase de difusão de pressão. Nesta figura ficam evidentes alguns problemas experimentais verificados em ensaios anteriores. Observa-se pelo gráfico uma grande variação da pressão axial provavelmente decorrente de variações de temperatura dentro da sala. Observa-se também o mesmo comportamento na variação do deslocamento medido pelo LSCDT. A Figura 3. 23, também apresenta quatro grandes variações de poropressão no reservatório inferior em 24, 48, 72 e 90 horas de ensaio. Estas variações são decorrentes de um procedimento inadequado para reposição de fluido na interface. O procedimento

adequado e empregado nos ensaios seguintes é apresentado no Capítulo 4 referente à metodologia de ensaios.



Figura 3. 23 – Variação das pressões e deslocamento desde o início da fase de difusão de pressão – CP27

Com o problema de vedação da válvula da base detectado na fase anterior, fica impossível medir qualquer osmose mas, mesmo assim, o ensaio prosseguiu de forma a medir a variação de concentração salina utilizando o sensor de fibra óptica. Este teste foi de grande importância na melhoria da metodologia de ensaio até aqui seguida. Infelizmente, devido a alguns erros experimentais e de falha no controle das pressões, não se pode confiar plenamente nos resultados obtidos.

3.6.1.2. Ensaio no Corpo de Prova 28

Os problemas ocorridos no ensaio com o CP27 foram solucionados com a aquisição de algumas válvulas e a modificação das linhas de fluxo, isolando assim a válvula de alívio durante a fase de saturação. Novas pedras porosas de plástico foram adquiridas para substituir as de bronze sinterizado que apresentaram problemas de reação com as soluções salinas. De forma a aumentar a rigidez, garantindo uma melhor saturação inicial do sistema e melhorar a metodologia de montagem do corpo de prova na célula de difusão, foi confeccionado um novo "cap" superior maciço (Figura 3. 24). Este "cap" foi projetado de tal forma que o fluxo no topo do corpo de prova se dê pela pedra porosa. Isto garante que na fase de difusão de íons a troca de fluido ocorra de forma mais eficiente.



Figura 3. 24 – Detalhe do novo "cap" maciço e das pedras porosas de plástico

Para melhorar o controle da pressão axial foi utilizado um outro GDS com capacidade máxima de 2 MPa em substituição ao macaco hidráulico. Um ensaio em alumínio foi realizado para provar a melhoria do controle da pressão axial com o GDS e mostrar a variação da pressão axial com a temperatura no sistema anteriormente utilizado. A Figura 3. 25 apresenta a variação da pressão axial e da temperatura ao longo do ensaio em alumínio, onde a temperatura da sala foi variada ligando-se de desligando-se o ar condicionado. Verifica-se que a pressão axial permanece constante enquanto está sendo aplicada pelo GDS (6,5 horas de ensaio) entretanto, quando a válvula é fechada verifica-se que variações de apenas 1 °C de temperatura podem provocar 500 kPa de variação na pressão axial.



Figura 3. 25 - Variação da pressão axial com a temperatura

Iniciando-se o ensaio, o CP28 foi instalado na célula de difusão e tentou-se realizar a saturação por contrapressão utilizando-se para isto a bomba "Waters". Infelizmente não se obteve um bom resultado, devido à dificuldade de se controlar a contrapressão com uma bomba de vazão, como foi o caso. A pressão confinante foi elevada em estágios de 0,5 MPa até atingir 3,0 MPa. O corpo de prova foi então permitido adensar por 22 horas com a drenagem de topo aberta para a atmosfera.

A fase de difusão de pressão foi iniciada com aplicação de 2.100 kPa de contrapressão no topo do corpo de prova. A Figura 3. 26 apresenta a variação das pressões nesta fase do ensaio. Esta fase foi encerrada com 17 horas de ensaio quando as poropressões no topo e base chegaram a um mesmo valor. A curva de desenvolvimento de poropressão obtida é muito similar às dos CP26 e CP27. A análise numérica para obtenção do coeficiente de difusão de poropressão utilizando o programa Fporo não foi realizada para este ensaio.

A Figura 3. 26 também apresenta a variação das pressões durante a fase de difusão de íons que se iniciou após as 17 horas da fase de difusão de pressão. Infelizmente a medida de uma queda de pressão devido ao fluxo osmótico também não foi observada neste ensaio e a pressão na base praticamente não caiu.



Figura 3. 26 – Variação das pressões desde a fase de difusão de pressão – CP28

Neste ensaio observou-se que mesmo mantendo-se uma pressão constante no macaco através de um GDS, a força axial medida pela célula de carga interna à câmara varia em função da pressão confinante e da poropressão. Esta variação acarreta vários problemas e impede a obtenção de um valor representativo do parâmetro de poropressão B como será visto na seção do CP29 a seguir.

Quanto à etapa de adensamento, recomenda-se realizá-la aplicando-se uma contrapressão de forma a garantir a saturação, evitando que as bolhas de ar dissolvidas voltem a se formar. Este procedimento também garante uma maior rigidez do sistema antes da etapa de difusão de pressão.

A abertura da interface também mostrou que o Bellofram até então utilizado estava furado. Este problema só foi detectado neste ensaio mas possivelmente já existia no ensaio realizado com o CP27. Esta pode ser a explicação para o fato de não se ter medido nenhum efeito osmótico nos ensaios realizados, já que a concentração no topo do corpo de prova estava muito abaixo da esperada.

3.6.1.3. Ensaio no Corpo de Prova 29

Como pôde ser observado nos últimos ensaios, nenhum fluxo osmótico foi verificado. Desta forma, decidiu-se realizar este ensaio aplicando-se a solução

salina logo na fase de difusão de pressão. Espera-se com isso que o efeito osmótico atue e diminua a velocidade de crescimento da poropressão na base. Além disso, um novo GDS é utilizado para aplicação de contrapressão durante as fases de saturação e adensamento.

Neste ensaio, após a instalação do corpo de prova na célula de difusão, iniciou-se a etapa de saturação confinando o corpo de prova a 470 kPa e aplicando uma pressão axial no macaco de 1.700 kPa por meio do GDS. A pressão confinante foi elevada em estágios de 500 kPa até atingir cerca de 2.500 kPa. Antes de cada incremento de pressão confinante foi aplicada contrapressão por meio de outro GDS, mantendo-se uma tensão efetiva de 100 kPa. A Figura 3. 27 apresenta a variação das pressões e força axial para esta fase de saturação.



Figura 3. 27 – Variação das pressões e força axial na fase de saturação (CP29)

Na Figura 3. 27 observa-se que todo incremento de pressão confinante acarreta uma queda na força axial e que todo incremento de contrapressão acarreta um aumento desta. Esta deficiência do equipamento em manter a força axial constante independentemente da variação de outras pressões do sistema, prejudica a determinação do parâmetro B de Skempton pela eq. 3.1 (Bishop & Henkel, 1962) que é válida para uma situação de carregamento isotrópico.

$$B = \frac{\Delta u}{\Delta \sigma_{conf}} \tag{3.1}$$

Como a pressão axial é variável deve-se utilizar a equação geral de Skempton (eq. 3.2). Entretanto, a utilização desta equação depende da determinação do parâmetro de poropressão A. Como não se dispõe do valor deste parâmetro para o folhelho estudado, adotou-se o valor de 0,333, correspondente a um material elástico. Desta forma, o parâmetro B de 72 %, obtido utilizando-se a eq. 3.1, subiu para 89 % com a eq. 3.2. Este valor do parâmetro B indica uma melhor saturação do corpo de prova.

$$\Delta u = B \left\{ \Delta \sigma_{conf} + A \left(\Delta \sigma_{axial} - \Delta \sigma_{conf} \right) \right\}$$
(3.2)

Onde

 $\Delta u = variação da poropressão;$

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

 $\Delta \sigma_{axial} =$ variação da pressão axial.

Após a saturação, o corpo de prova foi permitido adensar por 22 horas com as drenagens de topo e base abertas para uma contrapressão de 300 kPa aplicada pelo GDS.

A fase de difusão de pressão e íons iniciou-se aplicando-se uma contrapressão de 2.100 kPa no topo do corpo de prova. Esta etapa já foi iniciada com circulação da solução salina de CaCl₂. A Figura 3. 28 apresenta a variação das pressões nesta fase, onde observa-se que em aproximadamente 12 horas as poropressões no topo e base haviam se estabilizado e mais uma vez o efeito osmótico esperado não foi observado.

Apesar de não se ter observado osmose, algumas melhorias na metodologia de ensaio foram obtidas. Comparando-se com a Figura 3. 23, pode-se observar na Figura 3. 28 que nenhuma queda de pressão ocorreu nos reservatórios devido à interrupção de circulação para reposição de fluido na interface que foi realizada por volta das 25 e 47 horas de ensaio. A saturação utilizando um GDS para aplicação de contrapressão também foi adequada e a realização do adensamento com contrapressão foi eficiente, garantindo uma maior rigidez ao sistema.



Figura 3. 28 – Variação das pressões nas fases de difusão de pressão e íons – CP29

3.6.1.4. Ensaio no Corpo de Prova 14

Como não se obteve resultados positivos em termos de efeito osmótico com o folhelho do Brasil (B-S) decidiu-se utilizar o folhelho da Noruega (N) para realização dos ensaios de difusão. Desta forma, instalou-se o corpo de prova na célula de difusão e iniciou-se a fase de saturação com aplicação de contrapressão. Novamente verificou-se que o coeficiente de poropressão B obtido pela eq. 3.2 (86 %) é superior ao obtido pela eq. 3.1 (65 %). Após a saturação, o corpo de prova foi permitido adensar por 20 horas com drenagens de topo e base abertas para o GDS com uma contrapressão de 300 kPa aplicada.

A Figura 3. 29 apresenta a variação das pressões na fase de difusão de pressão e íons. Observa-se nesta figura que o crescimento da pressão no reservatório inferior se deu de forma rápida (6 horas) e muito similar ao ensaio anterior (CP29). Uma possível explicação para este comportamento é a realização do adensamento com contrapressão, o que proporciona uma maior rigidez do sistema antes de se iniciar a fase de difusão de pressão. Nesta etapa foi observado também um problema na bomba "Waters" que permitiu variações acentuadas de contrapressão no topo do corpo de prova. Após o ensaio, um técnico da "Waters" esteve no laboratório solucionando o problema.

A fase de difusão de íons transcorreu por aproximadamente 16 horas sem apresentar nenhum efeito osmótico pronunciado. O fato de não se ter observado osmose nos folhelhos até aqui estudados, coloca em dúvida a capacidade do equipamento para realização deste tipo de ensaio.



Figura 3. 29 – Variação das pressões nas fases de difusão de pressão e íons (CP14)

3.6.2. Ensaios em Membrana Osmótica

Em função dos resultados negativos com relação à observação de fluxo osmótico nos ensaios com folhelhos, decidiu-se realizar ensaios em uma membrana osmótica. Para isto um papel osmótico tipo celofane foi selecionado e utilizado na célula de difusão de forma a validarmos a metodologia de testes proposta e a capacidade do equipamento em medir o fluxo osmótico caso este esteja presente no processo.

Ensaios no papel celofane foram realizados fora da câmara para testar a sua eficiência como membrana osmótica em relação a uma solução 25 % em peso de CaCl₂. Este ensaio consiste em imergir numa proveta com água uma bexiga de papel celofane presa a uma pipeta e até a sua metade cheia da solução salina, Figura 3. 30. Desta forma, a diferença de gradiente químico irá transportar água da proveta para dentro da bexiga. O volume de água transportado é medido na proveta graduada.



Figura 3. 30 - Bexiga de celofane presa à pipeta

Três ensaios foram realizados e todos, em maior ou menor escala, apresentaram fluxo osmótico. As fotos (a) e (b) da Figura 3. 31 apresentam a bexiga de celofane logo após a imersão na proveta e 25 minutos mais tarde. Observa-se nestas fotos o fluxo de aproximadamente 3 mL de água da proveta para a bexiga de celofane. Este teste prova que o papel celofane atua como membrana osmótica em relação à solução de CaCl₂. Desta forma, decidiu-se realizar o ensaio com o papel celofane na célula de difusão.



Figura 3. 31 – A) Bexiga de celofane após a imersão B) 25 minutos após a imersão

Após estes testes preliminares, um corpo de prova foi preparado e vários ensaios foram realizados na célula de difusão. Para confecção de um corpo de

prova de celofane, centenas de folhas deste papel foram cortadas com diâmetro de 38,1 mm e empilhadas. As fotos (a) e (b) da Figura 3. 32 apresentam o corpo de prova utilizado após o primeiro ensaio na célula de difusão.





Figura 3. 32 – Corpo de prova de celofane utilizado nos ensaios

O corpo de prova da Figura 3. 32 (a) foi instalado na célula de difusão e submetido às fases de saturação e adensamento utilizando o disco poroso de plástico como dreno no topo do corpo de prova. Quando as pressões e deformações no corpo de prova se estabilizaram deu-se início à fase de difusão de pressão aumentando-se a contrapressão no reservatório de topo para 2.000 kPa. A Figura 3. 33 apresenta a variação das pressões no decorrer deste ensaio onde pode-se observar que foram necessárias aproximadamente 34 horas para equalizar as contrapressões de topo e base.

Ao final desta etapa quando as pressões de topo e base se estabilizaram deuse início à fase de difusão de íons fazendo a troca da água para a solução salina como fluido circulante no topo do corpo de prova. Observou-se, entretanto, que a queda de pressão no reservatório inferior iniciou-se somente 7 horas depois, indicando uma falta de eficiência na troca de fluido. Após 64 horas de ensaio substituiu-se a solução salina por água no topo do corpo de prova. Esta operação visa verificar em quanto tempo o efeito químico é superado pelo gradiente de pressão. Verifica-se na Figura 3. 33 que somente após 71 horas de ensaio, ou seja 7 horas depois, é que se observa a retomada de crescimento da pressão no reservatório inferior.



Figura 3. 33 - Ensaio de difusão no corpo de prova de celofane

Um novo ensaio em celofane foi realizado de forma a investigar o uso de tela metálica e geotêxtil como elementos drenantes no topo do corpo de prova visando reduzir o tempo necessário para se perceber o efeito osmótico. O novo dreno consiste em colocar no topo do corpo de prova um geotêxtil entre duas telas metálicas de malha 20 mesh. Este conjunto propicia uma alta permeabilidade e o geotêxtil evita a saída de partículas sólidas do folhelho ensaiado.

No ensaio realizado observou-se que a pressão na base do corpo de prova de celofane caiu imediatamente após a substituição da água que circulava no topo do corpo de prova pela solução salina. A Figura 3. 34 apresenta o gráfico do ensaio realizado. Observa-se que após 6 horas de ensaio quando foi efetuada a troca das soluções, houve uma queda acentuada da pressão na base devido ao gradiente osmótico introduzido no sistema. Esta força osmótica, após uma certa estabilização possivelmente associada ao aumento de temperatura na sala de testes, continuou a atuar propiciando uma queda de aproximadamente 900 kPa da pressão na base.



Figura 3. 34- Fase de difusão de íons do corpo de prova de celofane

Destes ensaios observou-se que o disco poroso de plástico até então utilizado no topo do corpo de prova é extremamente ineficiente quando se faz a troca de água por fluido salino. Com base nos ensaios anteriores, pode-se dizer que somente após um período médio de 7 horas é que a concentração começava a chegar no topo do corpo de prova. Pode-se afirmar, também, que nos ensaios anteriormente realizados em folhelho, esta demora na troca de fluido foi o motivo principal da inexistência de fluxo osmótico. Entretanto, a conclusão mais importante dos ensaios realizados com o papel celofane é que a célula de difusão é capaz de medir osmose caso este efeito esteja presente no processo, validando de vez o equipamento desenvolvido.

3.7. Conclusões

Este capítulo sintetiza 3 anos de intensa pesquisa e dedicação na construção de um equipamento e desenvolvimento de uma metodologia adequada para realizar e interpretar os ensaios de difusão. Muitas melhorias ainda se fazem necessárias e desejáveis mas, como pode ser visto, um dos objetivos da tese foi alcançado. O próximo capítulo apresenta a configuração atual do equipamento e a metodologia de ensaios sugerida e utilizada nos ensaios de difusão.