

4 Metodologia de Ensaio e Análises

4.1. Comentários Gerais

O ensaio de difusão é constituído por 4 fases distintas: saturação, consolidação, difusão de pressão e difusão de íons. Embora a maioria das técnicas associadas a estas etapas tenham sido desenvolvidas para realização de ensaios em solos, foram aqui adaptadas e utilizadas como parte da metodologia proposta para ensaios de difusão em folhelhos. Uma breve descrição do programa Fporo e da metodologia adotada para realização das análises também é apresentada.

Apesar dos procedimentos sugeridos para a realização dos ensaios de difusão estarem muito bem detalhados neste capítulo, um manual de ensaios específico foi desenvolvido e encontra-se à disposição dos usuários no Laboratório de Geotecnia. Neste manual também são apresentados os procedimentos para os ensaios de densidade dos grãos, umidade natural, titulação com nitrato de prata, sorção e capacidade de troca catiônica (métodos do azul de metileno e acetato de amônio) que também foram realizados na presente pesquisa.

4.2. Preparação do Sistema

A seguir são apresentados alguns procedimentos preliminares à realização do ensaio em folhelho e algumas recomendações importantes para o bom andamento do ensaio:

- Inicialmente recomenda-se ligar os equipamentos (bomba “Waters”, sistema de fibra óptica e GDS) e o sistema de aquisição de dados 30 minutos antes da utilização dos mesmos;
- Recomenda-se sempre utilizar água deaerada como fluido da bomba “Waters”, substituindo e limpando o filtro do reservatório de água a

cada ensaio. Com a troca do filtro, faz-se necessário purgar (retirar o ar do circuito) a bomba antes de se iniciar qualquer tipo de ensaio;

- Circular o fluido a ser utilizado na fase de saturação pelas linhas de contrapressão aplicando-se uma vazão adequada (1 a 3 ml/min) na bomba “Waters” de forma a verificar possíveis entupimentos e saturar as linhas;
- Realizar previamente um teste em alumínio de forma a verificar possíveis vazamentos, testar os equipamentos e a instrumentação utilizada, além de ajustar a contrapressão a ser aplicada pela válvula de alívio.

A contrapressão imposta pela válvula de alívio é obtida pelo ajuste da pressão de uma mola interna a esta. Para cada faixa de contrapressão desejada existe uma mola específica com uma rigidez adequada. A Tabela 4. 1 apresenta as molas disponíveis no laboratório e a sua faixa de trabalho. No teste com alumínio, este ajuste é feito circulando-se fluido pelo topo do corpo de prova e comprimindo-se a mola por meio de um parafuso até se alcançar a contrapressão desejada para o ensaio.

Tabela 4. 1 – Faixas de trabalho de cada mola da válvula de alívio

Cor da mola	Faixa de trabalho (kPa)
Azul	350 – 2500
Amarela	2500 – 5000
Roxa	5000 – 10000
Laranja	10000 – 15500
Marrom	15500 – 20500
Branca	20500 – 27500

De forma a facilitar a explicação dos procedimentos a serem adotados em cada etapa do ensaio, apresenta-se respectivamente, nas Figuras 4.1 e 4.2, o circuito de contrapressão e pressão confinante com a numeração das válvulas e dos transdutores de pressão. Os detalhes dos equipamentos e da instrumentação utilizada podem ser verificados no capítulo referente ao desenvolvimento do equipamento.

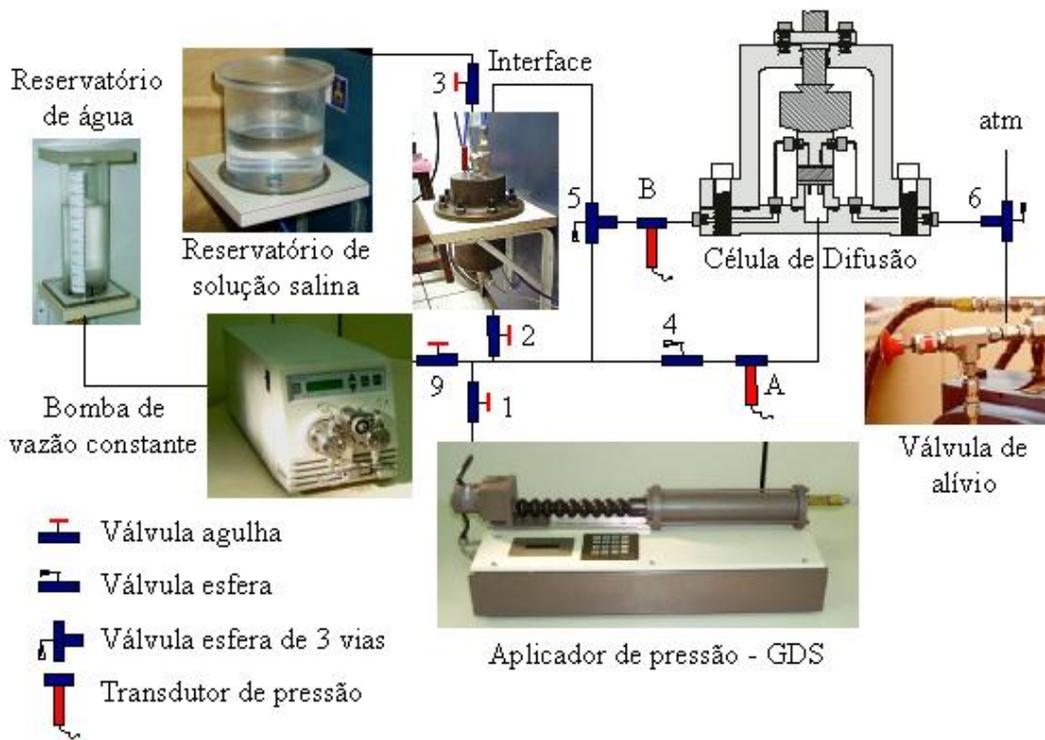


Figura 4. 1 – Circuito de contrapressão

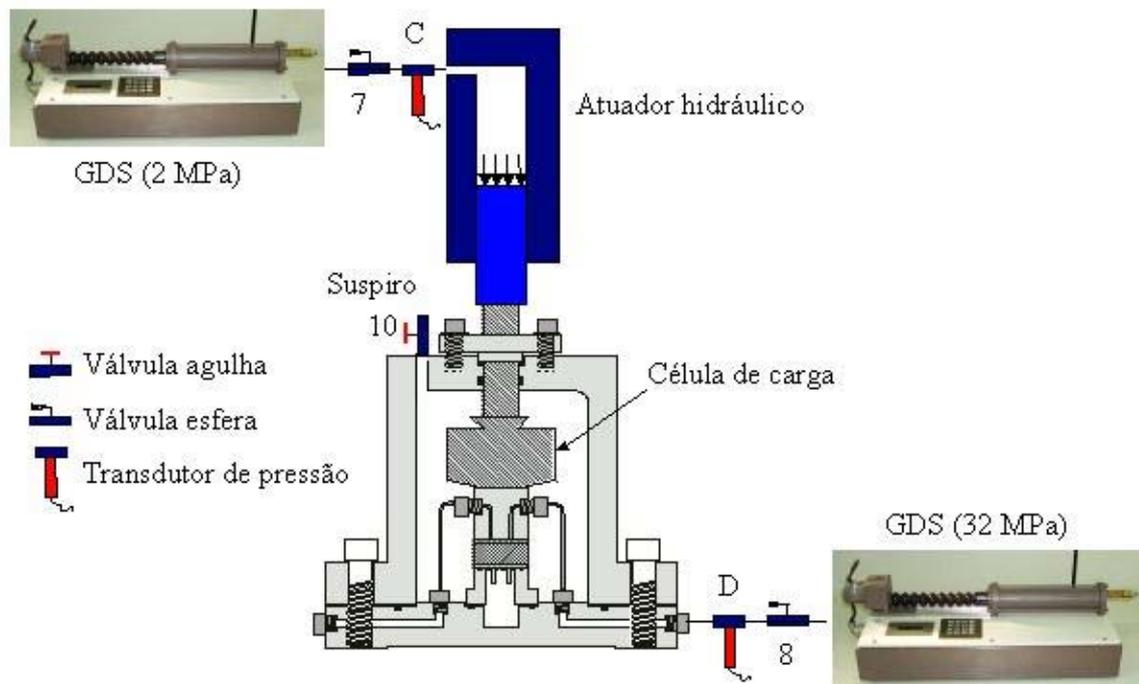


Figura 4. 2 – Circuito de pressão confinante e axial

4.3. Etapa de Preparação do Corpo de Prova

A etapa de preparação do corpo de prova deve ser rápida, a fim de minimizar a perda da saturação por evaporação em decorrência de uma prolongada exposição ao ar. Desta forma, recomenda-se retirar o corpo de prova do óleo mineral onde é normalmente armazenado somente após todo o sistema estar devidamente preparado e testado. A seguir são apresentados os procedimentos sugeridos para esta fase.

1. Recortar previamente a membrana termoretrátil, a tela metálica e o geotêxtil, que deve ser saturado juntamente com a pedra porosa, com o fluido a ser utilizado na fase de saturação;
2. Aplicar a fita de autofusão nos “caps” sem deixar excessos, a fim de prevenir vazamentos da pressão confinante para a contrapressão;
3. Colocar o cilindro de latão destinado a reduzir o volume de fluido no reservatório inferior e em seguida colocar o “cap” da base fixando-o com os prendedores (Figura 4. 3 (a));
4. Injetar fluido com a bomba “Waters” no reservatório inferior abrindo-se as válvulas 9 e 4 (Figura 4. 1) até que o mesmo alcance o topo do “cap”, quando se deve então fechar a válvula 4 e colocar a pedra porosa de plástico sobre o “cap” da base;
5. Retirar o corpo de prova do óleo mineral limpando-o cuidadosamente com papel toalha, obter suas dimensões com um paquímetro e pesar o mesmo para a obtenção dos índices físicos e em seguida colocá-lo sobre a pedra porosa da base (Figura 4. 3 (b));
6. Colocar a tela metálica e o geotêxtil sobre o corpo de prova (Figura 4. 3 (c)), envolver o conjunto com a membrana termoretrátil (Figura 4. 3 (d)), e em seguida colocar o “cap” superior conectando os engates rápidos à base da célula (Figura 4. 3 (e));
7. Ligar o soprador térmico na potência máxima e aplicar calor na membrana termoretrátil para fazê-la aderir ao conjunto (Figura 4. 3 (f)). Começar aplicando calor pelas bordas da membrana e depois aplicar um pouco mais na base dos “caps” para que a membrana comprima a fita de autofusão;

8. Cortar dois pedaços de arame flexível com comprimento suficiente para dar duas voltas nos “caps” e apertá-los ao redor destes de modo a comprimir ainda mais a membrana e a fita de autofusão, garantindo assim a estanqueidade deste conjunto (Figura 4. 3 (g));
9. Colocar a tampa da célula de difusão e fixá-la à base por meio dos parafusos de aço, certificando-se antecipadamente de que o anel de vedação da base esteja adequadamente dentro de seu alojamento (Figura 4. 3 (h));
10. Conectar a bomba hidráulica à válvula 7 (Figura 4. 2) e aplicar pressão no macaco hidráulico até que este se apoie na haste da célula de carga, fechando em seguida a válvula 7;
11. Desconectar a bomba hidráulica, conectá-la à válvula 8 e, com o suspiro da célula de difusão aberto (válvula 10), encher a câmara com o óleo confinante armazenado na bomba hidráulica. Fechar o suspiro e aplicar uma pequena pressão confinante (em torno de 200 kPa);
12. Ligar a bomba “Waters” a uma vazão de 1 ml/min, abrir a válvula 5 no sentido do fluido de saturação e a válvula 6 para a atmosfera, de forma a circular fluido pelas linhas de contrapressão para total saturação do sistema;
13. Para finalizar esta etapa, fechar as válvulas 5, 6 e 8.

4.4. Etapa de Saturação do Corpo de Prova

A saturação consiste em preencher todos os vazios do corpo de prova com fluido, removendo-se ou comprimindo-se o ar que ainda se encontra dentro destes ou na linha de contrapressão. O tempo necessário para a saturação depende do tipo de material, do tamanho do corpo de prova, assim como do grau inicial de saturação. De forma a evitar grandes deformações do corpo de prova e acelerar a etapa de saturação, adotou-se neste trabalho o método de saturação por contrapressão.

O parâmetro B (Skempton, 1954) é utilizado nesta etapa do ensaio para verificação do grau de saturação do corpo de prova. A sua determinação consiste

no monitoramento do acréscimo de poropressão devido ao aumento da pressão de confinamento sob condições não drenadas. A eq. 3.1 (Bishop & Henkel, 1962) representa a sollicitação imposta e pode ser utilizada para determinação do parâmetro B.

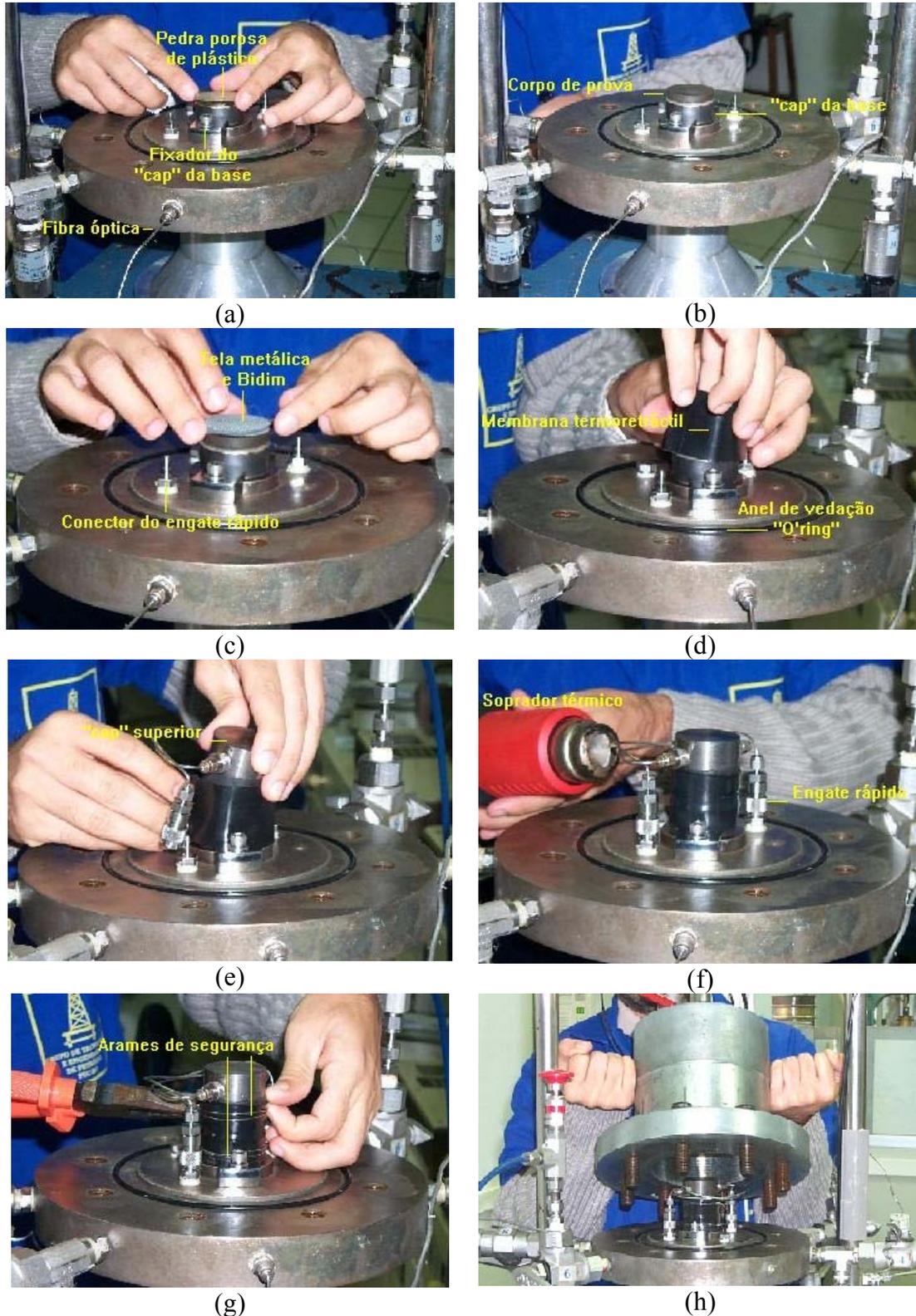


Figura 4. 3 – Fotos da etapa de preparação do corpo de prova

É importante ressaltar que fatores de ordem experimental, como a flexibilidade do sistema de contrapressão constituído pelo transdutor, válvulas e dutos conectados ao corpo de prova, além do próprio fluido, podem prejudicar a determinação do parâmetro B. O procedimento para saturação do corpo de prova descrito a seguir é válido para a configuração atual do sistema em ensaios com carregamento isotrópicos, ou seja, sem aplicação de força axial. Com base nos ensaios em folhelho B-S são sugeridos intervalos de tempo específicos para cada estágio de variação de tensão confinante. É provável que em ensaios com outro material estes intervalos sejam diferentes, ficando o controle destes a critério da sensibilidade do pesquisador encarregado do ensaio. As Figuras 4.1 e 4.2 são utilizadas como referência para os procedimentos experimentais apresentados a seguir.

1. Desconectar a bomba hidráulica da válvula 8, conectando em seu lugar o GDS (32 MPa), aplicar 500 kPa de pressão confinante, e em seguida abrir a válvula 8 mantendo as válvulas 4, 5 e 6 fechadas;
2. Após um período de aproximadamente 15 minutos, fazer a leitura da pressão confinante e das pressões nos reservatórios de topo e base para estimativa do parâmetro B (Se este for muito menor que 1, como é de se esperar, iniciar a aplicação de contrapressão);
3. Fechar a válvula 9 e abrir a válvula 1, aplicar por meio do GDS (2 MPa) 400 kPa de contrapressão, e em seguida abrir as válvulas 4 e 5, deixando a contrapressão atuar no topo e base do corpo de prova por um período de aproximadamente 90 minutos;
4. Fechar as linhas de drenagem (válvulas 4 e 5) e após 5 minutos fazer as leituras da pressão confinante e da poropressão no topo e base do corpo de prova;
5. Aplicar um aumento de 500 kPa na pressão confinante e após 10 minutos fazer as leituras de pressão confinante e poropressão no topo e base, determinando novamente o valor do parâmetro B. O final da etapa de saturação ocorre quando o valor deste parâmetro não varia após dois estágios de confinamento e contrapressão ou, no caso deste trabalho, o GDS atinja o seu limite máximo de pressão. Caso o parâmetro não atinja

- a estabilização neste estágio, aplicar um aumento de 500 kPa na contrapressão, abrindo novamente as válvulas 4 e 5 por mais 90 minutos;
6. Repetir os passos 4, 5 e 6 mais 2 vezes até que se tenha 2.000 kPa de pressão confinante e 1.900 kPa de contrapressão. Isto porque o GDS utilizado para aplicação de contrapressão possui capacidade máxima de 2.000 kPa e, como os incrementos sugeridos são de 500 kPa, somente mais 2 etapas podem ser executadas com aplicação de contrapressão.
 7. Neste ponto fechar as linhas de drenagem (válvulas 4 e 5), aguardar 5 minutos e então fazer as leituras da pressão confinante e poropressão no topo e base;
 8. Aplicar um aumento de 500 kPa na pressão confinante e após 25 minutos fazer as leituras de pressão confinante e poropressão no topo e base determinando novamente o valor do parâmetro B. Caso este valor ainda não esteja constante, realizar mais um estágio de confinamento, desta vez, sem aplicação de contrapressão;
 9. Após 30 minutos fazer as leituras de pressão confinante e poropressão no topo e base determinando novamente o valor do parâmetro B. Neste estágio o corpo de prova já deverá estar saturado com um parâmetro B próximo da unidade. Inicia-se então a fase de adensamento;

Embora o valor de referência do parâmetro de poropressão B que indica saturação do folhelho tenha sido considerado igual a um (1) nos procedimentos acima, Head (1996) conclui que para materiais rígidos que é o caso do folhelho utilizado, este valor varia entre 0,91 e 0,98. Como será visto no capítulo de resultados, para os folhelhos ensaiados neste trabalho, após a saturação do corpo de prova os valores calculados para o parâmetro B variaram entre 0,94 e 0,98.

Em função do desenvolvimento do sensor de fibra óptica, utiliza-se água desmineralizada para saturação do corpo de prova. Entretanto, alguns pesquisadores (van Oort, 1994; Simpson & Dearing, 2000) recomendam a utilização de fluidos que simulem o fluido de poros do corpo de prova com o objetivo de minimizar possíveis reações físico-químicas. Em trabalhos futuros, quando a técnica da medição de concentração salina pelo sensor de fibra óptica estiver completamente dominada, estes fluidos poderão ser utilizados.

4.5. Etapa de Consolidação do Corpo de Prova

Neste estágio, as pressões iniciais adotadas para a fase de difusão de pressão são aplicadas ao corpo de prova sob condição isotrópica. A válvula de drenagem pode ser aberta para a atmosfera ou para um sistema de contrapressão, e desta forma, a poropressão é nula ou se reduz gradualmente até o valor da contrapressão aplicada. A drenagem implica em redução de volume e aumento de tensão efetiva, que depois da consolidação será igual à diferença entre a pressão confinante e a contrapressão. A permeabilidade do corpo de prova, entre outros fatores, controla o tempo necessário para a consolidação, o qual pode ser acelerado com o uso de drenos laterais e de extremidades. O processo de consolidação deve ser prolongado até que 95% do excesso de poropressão seja dissipado.

O procedimento proposto para se executar a consolidação com a válvula de drenagem aberta para um sistema de contrapressão consiste das seguintes etapas:

1. Aplicar no GDS (32 MPa) a pressão confinante desejada para o ensaio, com a linha de contrapressão fechada (válvulas 4, 5 e 6);
2. Aplicar 400 kPa de contrapressão no GDS (2 MPa) e abrir as válvulas 4 e 5, permitindo o adensamento do corpo de prova. A contrapressão aplicada visa evitar que o ar dissolvido durante a saturação volte a se formar, e também garantir uma maior rigidez do sistema antes da etapa de difusão de pressão;
3. Nos ensaios realizados no folhelho B-S verificou-se que a etapa de consolidação pode ser encerrada após um período de aproximadamente 18 horas, entretanto em ensaios realizados com outros materiais recomenda-se um período mínimo de 24 horas.

4.6. Etapa de Difusão de Pressão do Corpo de Prova

Quando termina a etapa de consolidação, ou seja, quando as poropressões e deformações do corpo de prova se estabilizam, dá-se início à etapa de difusão de pressão, que consiste em aumentar a contrapressão no reservatório superior (topo do corpo de prova) e monitorar o crescimento da poropressão no reservatório

inferior (base do corpo de prova). Esta etapa tem como objetivo estimar o coeficiente de difusão de pressão do corpo de prova, sendo adotados os seguintes procedimentos:

1. Fechar as válvulas 1, 4 e 5, que estarão abertas ao final da etapa de consolidação e em seguida, abrir a válvula 9;
2. Ligar a bomba “Waters” a uma vazão de 0,5 ml/min (utilizar o mesmo fluido da etapa de saturação) e aguardar até que a pressão registrada no visor da mesma atinja 400 kPa, quando se deve então abrir as válvulas 5 e 6, sendo esta última aberta no sentido da válvula de alívio previamente calibrada para o valor de contrapressão desejado;
3. Monitorar a poropressão no reservatório inferior ao longo do ensaio pelo transdutor de pressão A;
4. Finalizar a etapa quando a poropressão na base do corpo de prova se igualar à poropressão no topo do mesmo.

Com base nos resultados obtidos nesta etapa, pode-se calcular o coeficiente de difusão de poropressão ou de permeabilidade através do programa Fporo especialmente desenvolvido para este fim. Para execução da análise são necessários apenas os valores do módulo de elasticidade (E) e do coeficiente de Poisson (ν) do material em questão.

4.7. Etapa de Difusão de Íons do Corpo de Prova

Esta fase inicia-se após a estabilização da poropressão nos dois reservatórios, ou seja, quando a poropressão na base se igualar a do topo do corpo de prova. Neste ponto, mantém-se as pressões nos reservatórios e substitui-se o fluido do reservatório superior pelo fluido de interesse para o ensaio. A introdução de um gradiente químico, mantendo-se o gradiente hidráulico constante, acarreta o surgimento de um fluxo osmótico que tenderá a transportar água do reservatório inferior (baixa concentração) para o superior (alta concentração), fazendo com que a pressão no reservatório inferior diminua. Esta variação de pressão no reservatório inferior é monitorada pelo transdutor de pressão A (Figura 4. 1).

Em função do gradiente químico, o fenômeno de difusão de íons também será observado no transporte dos íons do reservatório superior para o inferior, fazendo com que a concentração no reservatório inferior aumente ao longo do ensaio. Esta variação de concentração no reservatório inferior é monitorada pelo sensor de fibra óptica especialmente desenvolvido para este fim.

Para início desta etapa, substitui-se o fluido do reservatório superior (água) pela solução desejada para o ensaio, a qual se encontra devidamente armazenada na interface que deve ser previamente pressurizada de forma a evitar queda na contrapressão aplicada. A seguir são apresentados os procedimentos para pressurização da interface e início da fase de difusão de íons, partindo-se do princípio de que a interface já se encontra devidamente preenchida com o fluido de interesse para o ensaio.

1. Anotar a pressão registrada no visor da bomba “Waters”;
2. Mantendo a vazão da bomba constante, fechar na seqüência as válvulas 6 e 5 e abrir a válvula 2 para dar início à pressurização da interface;
3. Quando a pressão lida no visor da bomba retornar ao valor inicial (passo1), abrir a válvula 5 no sentido da interface permitindo que a solução adotada para o ensaio chegue ao topo do corpo de prova e, em seguida abrir a válvula 6 para a válvula de alívio;
4. Encerrar esta etapa quando a diferença entre a poropressão na base e a contrapressão no topo se mantiver constante.

Ao final do ensaio coleta-se 5 ml do fluido presente no reservatório inferior o qual será encaminhado para análise química que irá quantificar os cátions e ânions presentes no mesmo. Esta análise é importante para checar os valores fornecidos pelo sensor de fibra óptica e para avaliar quimicamente as possíveis reações entre o fluido utilizado e o folhelho. Os resultados obtidos nessa etapa permitem estimar o coeficiente de difusão de íons, o coeficiente de reflexão e a tortuosidade, que também é feito utilizando o programa Fporo. São adotados como parâmetros de entrada de dados, valores que permitam a reprodução das curvas experimentais obtidas.

Visando a determinação dos índices físicos o corpo de prova é retirado da célula de difusão tendo suas dimensões e peso determinados, sendo em seguida fragmentado e colocado em cápsulas para obtenção da umidade final. Após a

determinação da umidade, os pedaços do corpo de prova são destorroados para realização de ensaios de capacidade de troca catiônica.

4.8.

Análise dos Resultados Utilizando o Programa Fporo

O programa Fporo desenvolvido por Frydman & Fontoura (1999), baseia-se no método dos elementos finitos e considera as equações básicas de fluxo de água e íons devido a gradientes hidráulicos e químicos. As equações de transporte são obtidas adicionando os componentes que representam o transporte de água e íons, chegando a uma formulação que acopla os efeitos químicos, hidráulicos e mecânicos. Mais informações sobre o programa podem ser obtidas em Frydman & Fontoura, 2001, Garcia, 2003, Pastor, 2001 e Araújo, 2002.

O primeiro passo para se analisar o ensaio de difusão é utilizar o programa Mtool (<http://www.tecgraf.puc-rio.br/~william/mtool/>) para criação da malha de elementos finitos. Um exemplo típico da malha que utiliza 19 elementos quadriláteros quadráticos de 8 nós é apresentado na Figura 4. 4. Nesta análise considera-se a axissimetria do problema, ou seja representa-se somente a metade do diâmetro do corpo de prova. Para cada ensaio deve-se preparar uma nova malha pois as dimensões dos corpos de prova são variáveis.

Utiliza-se na base um material fictício (elemento 1) de volume igual ao volume de água presente no reservatório inferior da célula de difusão. Este elemento possui propriedades especiais como alta permeabilidade, de forma a distribuir adequadamente o fluxo na base do corpo de prova, e alta porosidade para calcular adequadamente a compressibilidade do fluido devido a variações da poropressão.

A primeira dificuldade prática da análise numérica é o fato do arquivo de saída do Mtool não ser compatível com o arquivo de entrada do Fporo. Desta forma, é necessário copiar os principais dados da malha (coordenadas dos elementos, carregamentos impostos, conectividade, etc) para o arquivo do Fporo.

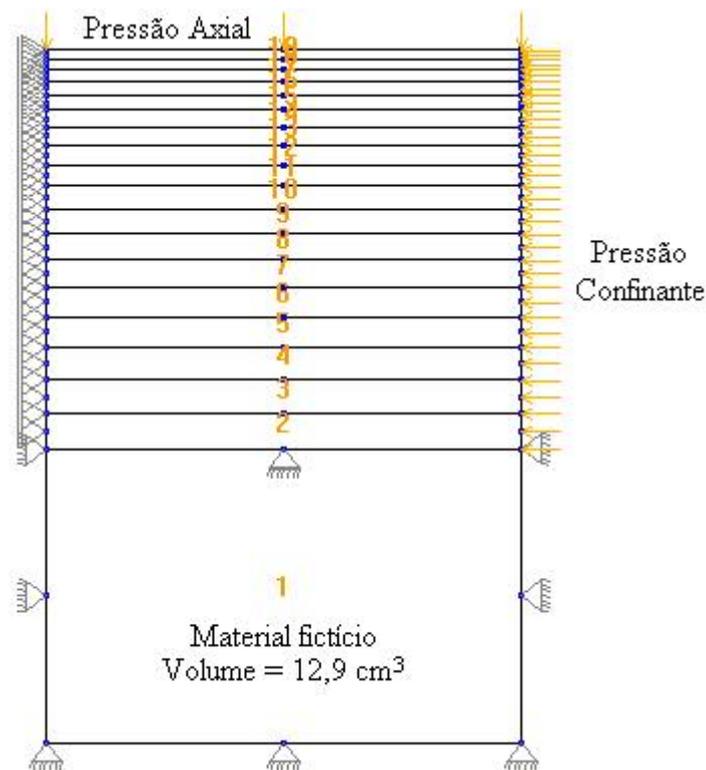


Figura 4. 4 – Malha de elementos finitos utilizada nas análises (CP34)

De posse do arquivo (.dat) de entrada do Fporo é preciso dar valores a vários parâmetros necessários para a análise. A Tabela 4. 2 apresenta alguns parâmetros básicos de entrada cujos valores foram utilizados na análise do CP31. O coeficiente de dispersividade longitudinal (α_L) foi estimado baseado na equação $\alpha_L = 0,1H$ (Shackelford & Rowe, 1997), onde H é a distância de transporte ou no caso, a altura do corpo de prova (1,5 cm). O coeficiente de dispersão transversal foi considerado igual a $0,1\alpha_L$. Todavia, estudos realizados por Frydman & Fontoura (1999), mostraram que estes parâmetros são praticamente desprezíveis neste caso, devido à baixa velocidade de fluxo nos folhelhos.

O programa Fporo permite diferentes modos de análises nas quais se incluem a análise transiente e a análise de transporte de solutos. Como a fase de difusão de pressão na maioria dos ensaios foi realizada com água, a análise transiente foi adotada para se estimar o coeficiente de permeabilidade do corpo de prova. Desta forma, executa-se o programa Fporo com diferentes valores para o coeficiente de permeabilidade até que a curva de crescimento de pressão na base seja similar à observada experimentalmente. Este processo é trabalhoso já que

cada dado de saída do Fporo tem que ser levado para o Excel e comparado com a curva experimental.

Tabela 4. 2 – Parâmetros utilizados na análise numérica do CP31

Parâmetro	Valor adotado
Módulo de Elasticidade (E)	330 MPa
Coefficiente de Poisson (ν)	0,22
Módulo de compressibilidade dos grãos (K_s)	$3,6 \cdot 10^{10}$ Pa
Módulo de compressibilidade do fluido (K_f)	$3,3 \cdot 10^9$ Pa
Porosidade, (ϕ)	0,4041
Coefficiente de difusão molecular (D_m)	$1,34 \cdot 10^{-10}$ m ² /s
Dispersividade longitudinal (α_L)	0,0015 m
Dispersividade transversal (α_T)	0,00015 m
Peso molecular do soluto (PM_s)	$110,98 \cdot 10^{-3}$ kg/mol
Peso molecular do solvente (PM_w)	$18,01528 \cdot 10^{-3}$ kg/mol
Temperatura (T)	22 °C
Constante universal dos gases (R)	$8,314 \text{ JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$

A partir do momento em que se determina o coeficiente de permeabilidade, fixa-se este parâmetro e adota-se valores para os outros (coeficiente de difusão efetivo e coeficiente de reflexão), utilizando-se desta vez a análise que considera o transporte de solutos no Fporo. O autor faz esta análise variando primeiro o coeficiente de reflexão até ajustar a curva dada pela análise numérica com a obtida experimentalmente na fase de difusão de íons. Em seguida, adota-se valores para o coeficiente de difusão efetivo de forma que a concentração de CaCl₂ ao final do ensaio (concentração obtida pela análise química no fluido do reservatório inferior – Tabela 6. 15) seja coincidente com a concentração dada pela análise numérica neste mesmo tempo.

4.9. Conclusões

A metodologia proposta foi desenvolvida juntamente com o equipamento e se mostra adequada à configuração atualmente utilizada e aqui apresentada. Com a possível melhoria dos equipamentos e instrumentação, futuramente a

metodologia proposta pode ser aprimorada ou modificada para atender a uma nova configuração de ensaios.

A metodologia de análise dos parâmetros utilizando o programa Fporo apresenta algumas dificuldades de ordem prática, que torna o processo trabalhoso. Desta forma, sugere-se o desenvolvimento de uma interface gráfica amigável que facilite a análise dos resultados por pessoas que não tenham uma formação numérica mínima, que é o caso da maioria dos técnicos de laboratório.