

5

Ensaio Realizados e Análise dos Resultados

5.1.

Introdução

Neste Capítulo, inicialmente, será apresentada a caracterização realizada nos folhelhos utilizados na campanha experimental. Em seguida, apresentam-se os ensaios em corpos de prova sintéticos realizados na célula de difusão que tiveram como objetivo avaliar as modificações realizadas no equipamento e, também, avaliar o comportamento, do ponto de vista da transmissão de pressão, do fluido de perfuração utilizado nos ensaios. Na seqüência, apresentam-se os resultados e análises dos ensaios realizados nos folhelhos e, finalmente, as conclusões deste Capítulo.

Os ensaios foram realizados com três tipos de folhelhos, sendo dois deles oriundos de plataformas marítimas nacionais e um de plataforma marítima internacional. Os folhelhos provenientes de plataformas marítimas nacionais são da Bacia de Campos, denominados de folhelhos B e B-S e o de plataforma marítima internacional é da Noruega (Mar do Norte, denominado de folhelho N). Os folhelhos B correspondem aos CP12, CP14 e CP15, o folhelho B-S corresponde ao CP39 e finalmente o folhelho da Noruega corresponde ao CP15N.

Os folhelhos brasileiros foram extraídos a profundidades de 2500 e 3500 m e cujos poços estão localizados em áreas em que as lâminas d'água são de 450 e 2500 m, respectivamente para os folhelhos B e B-S. O folhelho da Noruega foi extraído à profundidade de 2328 m, sendo o poço a esta profundidade inclinado de 45° com 345,5 m de lâmina d'água.

5.2.

Caracterização dos Folhelhos Ensaaiados

Uma caracterização adequada dos folhelhos é de fundamental importância para que se possa conhecer o material em estudo e a partir daí, entender melhor os

fenômenos de interação rocha-fluido relacionados aos ensaios de difusão de pressão e íons na célula de difusão. Parte dos ensaios de caracterização apresentados nos itens seguintes foram reunidos de trabalhos anteriores e detalhadamente apresentados por Rabe (2003) em sua tese de doutorado. Desta forma, os interessados em se aprofundar na metodologia dos ensaios realizados podem consultar a bibliografia anteriormente citada, visto que não cabe no contexto desta dissertação a apresentação destes detalhes.

5.2.1. Análise Granulométrica e Índices Físicos

A análise granulométrica dos folhelhos foi realizada por peneiramento e sedimentação, sendo esta utilizada para classificar as partículas de fração fina (silte e argila). O objetivo da análise granulométrica é quantificar e classificar os constituintes individuais das rochas. O ensaio de granulometria no folhelho da Noruega não foi realizado devido a pouca quantidade de material. A Tabela 5. 1 apresenta os resultados dos ensaios para os folhelhos B e B-S, mostrando que o folhelho B é silto-arenoso e o folhelho B-S é predominantemente argiloso (Rabe, 2003).

Tabela 5. 1 - Resultado dos ensaios de granulometria (Rabe, 2003)

Folhelho	Fração (%)		
	Areia	Silte	Argila
B	27	49	24
B-S	13	37	50

Utilizando fragmentos dos folhelhos determinou-se a densidade dos grãos (G) e a umidade natural (w). A densidade dos grãos foi obtida pelo método do picnômetro seguindo as normas da ABNT em amostras de 25 g previamente destorroadas. A umidade natural inicial dos corpos de prova obtida por secagem em estufa a 105 °C por um período de 24 horas, foi realizada em fragmentos de folhelho retirados durante o processo de usinagem dos corpos de prova e armazenados em óleo mineral para evitar o seu ressecamento.

Antes de levar os corpos de prova para a célula de difusão, estes foram pesados e suas dimensões, altura (H) e diâmetro (D) determinadas, de forma a obter os índices físicos. Para determinação dos valores do grau de saturação (S),

índice de vazios (e) e porosidade (ϕ) foram utilizadas as Equações (5.1), (5.2), (5.3) e (5.4) para cálculo dos índices físicos em meios porosos (Lambe & Whitman, 1969). Os dados iniciais (I) e finais (F) dos corpos de prova e os índices físicos obtidos são apresentados na Tabela 5. 2.

$$\rho_T = \frac{W}{V} \quad (5.1)$$

$$S = \frac{Gw}{e} \quad (5.2)$$

$$e = \frac{(1+w)G\gamma_w}{\gamma_T} - 1 \quad (5.3)$$

$$\phi = \frac{e}{1+e} 100 \quad (5.4)$$

Onde;

γ_w = Peso específico da água;

W = Peso Total;

V = Volume Total.

Tabela 5. 2 - Dados iniciais e finais dos corpos de prova

Parâmetros	Corpos de Prova									
	B						B-S		N	
	CP12		CP14		CP15		CP39		CP15N	
	I	F	I	F	I	F	I	F	I	F
H (mm)	15,9	---	16,7	16,79	16,3	16,3	15,4	15,7	15,9	16,0
D (mm)	50,6	---	38,2	38,17	38,1	38,1	37,9	37,8	37,7	37,8
W (g)	67,7	---	42,0	42,32	41,0	41,2	34,9	34,9	31,8	31,9
w (%)	12,5	14,3	12,5	13,05	12,7	12,9	25,1	24,9	35,6	---
V (cm ³)	32,1	---	19,1	19,21	18,6	18,5	17,4	17,6	17,8	17,9
ρ_T (g/cm ³)	2,11	---	2,19	2,20	2,21	2,22	2,00	1,97	1,78	1,78
G	2,70	---	2,70	2,70	2,70	2,70	2,69	2,69	2,419	2,419
e	0,439	---	0,383	0,386	0,379	0,371	0,678	0,699	0,836	---
S (%)	76,9	---	88,14	91,3	90,7	93,6	99,9	95,8	100,0	---
ϕ (%)	30,5	---	27,69	27,9	27,5	27,1	40,4	41,2	45,6	---

Muniz (1998) obteve valores médios de teor de umidade e porosidade iniciais para o folhelho B, correspondentes a 14,2 % e 28,2 %, respectivamente. Estes valores estão bem próximos aos obtidos nesta dissertação, porém observa-se um menor valor de umidade inicial que pode ser atribuído ao longo tempo de

armazenagem destas amostras. Os índices físicos obtidos para os folhelhos B-S e N são muito similares aos apresentados por Muniz (2003).

Entre os folhelhos estudados verifica-se que o folhelho N apresenta uma menor densidade dos grãos e em conjunto com sua elevada umidade inicial fornece elevados valores de saturação inicial e índice de vazios. Outro aspecto importante do ponto de vista da possível interação rocha-fluido, é com relação ao baixo índice de vazios e porosidade do folhelho B quando comparado aos demais folhelhos. Devido aos erros experimentais, os dados finais dos folhelhos CP12 e CP15N, infelizmente, não puderam ser computados.

5.2.2. Composição e Distribuição Mineralógica

Para identificar os minerais presentes nos folhelhos utilizou-se o método de difração de Raios-X (Carrol, 1970), em amostras provenientes dos testemunhos preservados. Os difratogramas correspondentes à mineralogia total foram obtidos através do método do pó (Brindley & Brown, 1980). A Tabela 5. 3 mostra a composição mineralógica destes folhelhos. Os resultados indicam que os folhelhos possuem, com exceção do folhelho da Noruega, argilominerais pouco expansivos, como a caulinita, dolomita e o interestratificado de ilita/esmectita. Identificou-se também nestes folhelhos a presença de feldspato-K, calcita, pirita e clorita, como minerais acessórios.

Tabela 5. 3 - Composição mineralógica dos folhelhos (Rabe, 2003)

Folhelho	Fração	Minerais Principais
<i>B</i>	Total	Quartzo, calcita, caulinita, feldspato-K e albita.
	Silte	Quartzo, calcita, ilita/esmectita, caulinita, feldspato-K e albita.
	Argila	Caulinita, ilita e clorita.
<i>B-S</i>	Total	Quartzo, calcita, caulinita, dolomita e feldspato-K.
	Silte	Quartzo, calcita, pirita, ilita/esmectita e caulinita.
	Argila	Ilita/esmectita, caulinita e clorita.
<i>N</i>	Total	Quartzo, feldspato-K, ilita/esmectita, pirita, calcita e clorita.
	Silte	Quartzo, esmectita, ilita/esmectita e clorita.
	Argila	Esmectita, ilita/esmectita.

Com o objetivo de se realizar a análise semi-quantitativa dos minerais presentes nos folhelhos, foi necessário conhecer a composição química dos constituintes das formações utilizando, para isso, a técnica de fluorescência de Raios-X. A Tabela 5. 4 mostra a análise química dos constituintes dos folhelhos.

Tabela 5. 4 - Análises químicas dos constituintes dos folhelhos (Rabe, 2003)

Composição (%)	Folhelho		
	<i>B</i>	<i>B-S</i>	<i>N</i>
SiO ₂	42,5	47,4	63,4
Al ₂ O ₃	13,7	13,8	13,6
CaO	15,1	9,7	0,20
P.F.	16,35	12,84	9,01
Fe ₂ O ₃	5,1	5,9	5,4
K ₂ O	2,3	3,6	2,8
MgO	1,6	2,4	1,7
Na ₂ O	1,6	2,5	1,9
TiO ₂	0,74	0,88	0,66
P ₂ O ₅	0,15	0,21	0,034
MnO	0,02	0,09	0,03
BaO	0,0269	0,0641	0,0477

P.F. = Perda ao fogo

Como era de se esperar a análise química forneceu elevados teores de silicatos e aluminatos, elementos estes fundamentais na formação das unidades elementares dos argilominerais, do quartzo e do feldspato. Os folhelhos B e B-S mostram-se ricos em óxidos de cálcio que pode ser um indicador da presença de calcita. Obteve-se, também, elevados teores de perda ao fogo (P.F.), realizada por calcinação a 1000 °C até que se alcançasse a constância de peso. Este resultado indica uma quantidade expressiva de água adsorvida e de constituição dos argilominerais, visto que a determinação da P.F. engloba a presença de H₂O, S e de CO₂.

Utilizando-se da metodologia apresentada por Chakrabarty & Longo (1997) e com base nos resultados da mineralogia e da composição química, pôde-se obter a análise semi-quantitativa dos folhelhos estudados (Tabela 5. 5). Esta análise é importante e necessária visto que, para a maioria dos pesquisadores, o potencial de reatividade dos folhelhos é diretamente relacionado à quantidade e ao tipo de argilomineral presente na rocha.

Tabela 5. 5 - Análise semi-quantitativa dos minerais presentes nos folhelhos (Rabe, 2003)

Folhelho	Minerais Principais
<i>B</i>	Quartzo (30 %), calcita (29 %), feldspato (15 %), caulinita/ilita/esmectita (15 %), clorita (6 %) e pirita (5 %).
<i>B-S</i>	Quartzo (15 %), calcita (17,2 %), caulinita (33,6 %) ilita/esmectita (22 %), clorita (6 %), pirita (5 %) e dolomita (1,2 %).
<i>N</i>	Quartzo (38,1 %), esmectita (20 %), clorita (6 %), ilita/esmectita (13,6 %), mica/ilita (8,5 %), pirita (7,6 %), calcita (3,5 %) e feldspato (2,7 %)

Analisando os dados da Tabela 5. 5, verifica-se um teor expressivo de esmectita (20,0 %) no folhelho da Noruega, sendo que a fração total de argilominerais não passa de 48,1 %. Já nos folhelhos da Bacia de Campos não se observou a presença deste argilomineral expansivo, mas sim do interestratificado caulinita-ilita-esmectita e de caulinita. As percentagens destes argilominerais foram respectivamente de 15,0 e 33,6 % para o folhelho B e B-S. Em relação à percentagem total de argilominerais verificam-se 21,0 e 61,6 % para os folhelhos B e B-S, respectivamente.

Analisando o folhelho B, isoladamente, verifica-se que este possui apenas 24 % de partículas com dimensão argila (Tabela 5. 1) e somente 21 % de argilominerais, o que o coloca, inicialmente, como o folhelho menos reativo dentre os estudados.

Em função do elevado teor de calcita verificado nos folhelhos B e B-S, segundo o sistema de classificação proposto por Pettijohn (1975) e modificado de Perez (1997), pode-se classificá-los como folhelhos calcíferos.

5.2.3.

Capacidade de Troca Catiônica e Superfície Específica

Utilizando a técnica do acetato de amônio seguindo a metodologia proposta por Khalil *et al.* (1993) e utilizada por Gaggiotti (1999) e Perez (1997) foi determinada a capacidade de troca catiônica (CTC) dos folhelhos. A Tabela 5. 6 apresenta os resultados da CTC para os folhelhos ensaiados. Para se obter a superfície específica do folhelho foi utilizada a técnica do azul de metileno (Cokca & Birand, 1993 e Casanova, 1986). A Tabela 5. 7 mostra os resultados de superfície específica obtidos.

Tabela 5. 6 - Capacidade de troca catiônica dos folhelhos (Rabe, 2003)

Folhelho	CTC (meq/100g)	Cátions Trocáveis (meq/100g)					
		Na ⁺	K ⁺	Ca ⁺⁺	Mg ⁺⁺	Sr ⁺⁺	Ba ⁺
<i>B</i>	26,2	12,3	2,40	9,70	1,40	0,42	Tr
<i>B-S</i>	38,4	22,4	3,60	10,4	1,80	0,15	0,07
<i>N</i>	37,2	18,7	12,7	3,30	2,40	0,04	0,03

Tabela 5. 7 - Superfície específica dos folhelhos ensaiados (Rabe, 2003)

Folhelho	Fração Total (m ² /g)	Fração Argila (m ² /g)
<i>B</i>	178,3	188,4
<i>B-S</i>	325,4	342,5
<i>N</i>	217,7	252,0

Analisando-se estes resultados sem considerar que outros fatores influenciam na reatividade de um folhelho, verifica-se que os folhelhos B-S e N são potencialmente mais reativos, pois apresentam valores elevados de troca catiônica e superfície específica. Novamente o folhelho B apresenta-se como sendo o de menor reatividade. Observam-se como cátions mais trocáveis, nos folhelhos B e B-S o sódio e o cálcio, no folhelho da Noruega o sódio e o potássio.

5.2.4.

Descrição do Espaço Vazio dos Folhelhos

De forma a avaliar o espaço vazio dos folhelhos foi realizada uma campanha de ensaios de porosimetria por injeção de mercúrio. Neste ensaio pôde-se obter a curva característica das amostras com a distribuição dos diâmetros dos poros, a porosidade interconectada e a superfície específica medida no contato fluido-rocha. Este ensaio de porosimetria nos folhelhos é de suma importância, pois é uma ferramenta que permite conhecer o espaço poroso onde circulam os fluidos de perfuração e onde ocorrem os processos de transferência de massa. O ensaio, realizado no porosímetro Autopore II, modelo 9220, pertencente ao núcleo de catalisadores do Centro de Pesquisas da Petrobrás (CENPES), é feito aplicando-se um gradiente de pressão para que um fluido não molhante (mercúrio) penetre nos poros do folhelho.

A Figura 5. 1 apresenta o gráfico da distribuição incremental de percentual de volume total de poros dos folhelhos e a Figura 5. 2 exibe a distribuição acumulativa do percentual do volume total de poros. Os resultados mostram que o folhelho N apresenta uma distribuição bi-log-normal tendo uma grande quantidade de poros com diâmetros da ordem de 30000 Å (11,9 %) e 120000 Å (18,7 %). O folhelho B apresenta uma distribuição mais uniforme de diâmetros de poros tendo principalmente dois picos, um de 240 Å e outro de 1250 Å (7,0 %).

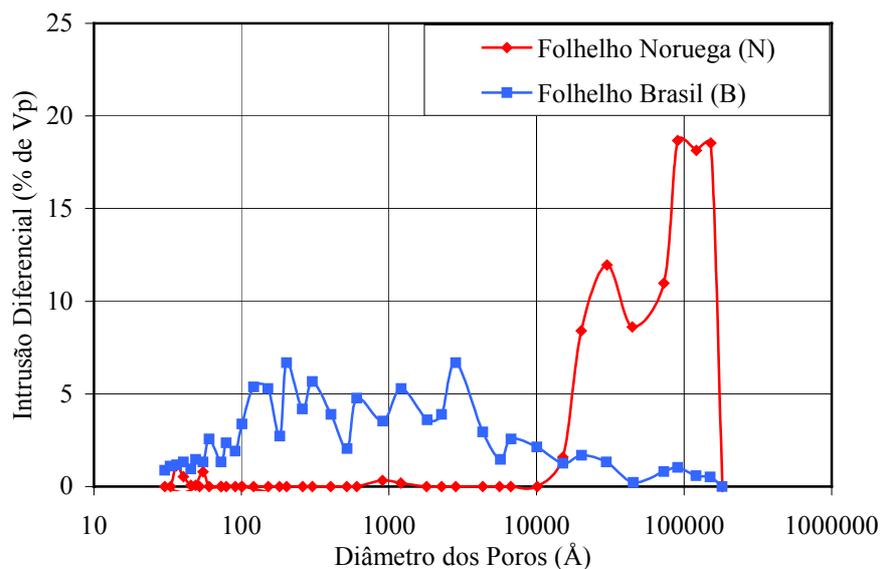


Figura 5. 1 - Curvas de distribuição diferencial dos poros (Rabe & Da Fontoura, 2002)

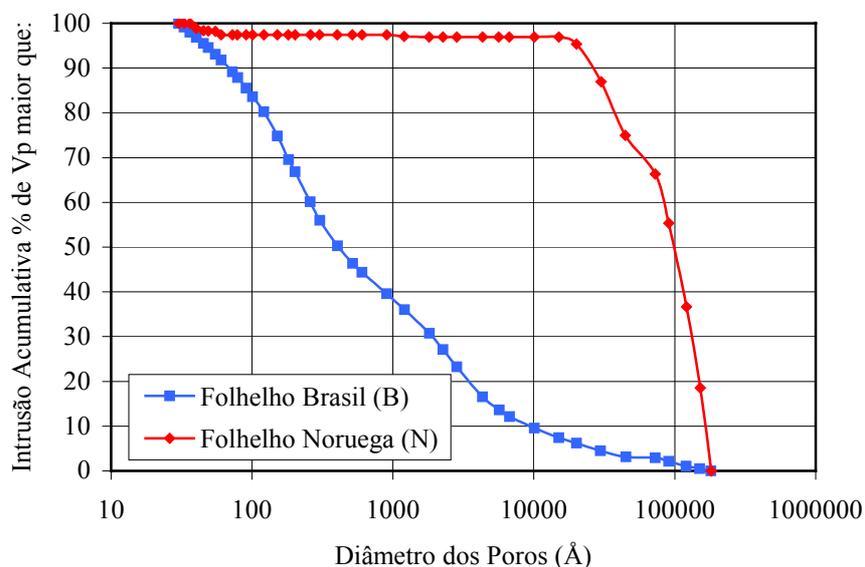


Figura 5. 2 - Distribuição acumulativa dos diâmetros dos poros (Rabe & Da Fontoura, 2002)

Utilizando-se o gráfico da Figura 5. 2, é possível obter a mediana dos diâmetros dos poros (D_{50}), que representa o diâmetro dos poros correspondente a 50 % do volume total intrudido, e a percentagem volumétrica de microporos, caracterizados por possuírem diâmetros inferiores a 100 Å. Os resultados desta análise mostram que a mediana do diâmetro dos poros para o folhelho B e N são de 440 e 98000 Å, respectivamente. Nota-se que o folhelho N possui aproximadamente 95 % de poros maiores que 10000 Å, enquanto o folhelho B

possui somente 10 %. Observa-se, também, que o folhelho B apresenta 13,4 % de microporos enquanto o folhelho N apresenta somente 3,2 %.

O ensaio de injeção de mercúrio também permite obter a porosidade interconectada representada pelo somatório das áreas dos poros interconectáveis dos folhelhos. Desta forma, medem-se apenas os poros que se interconectam, ou seja, aqueles poros que são alcançados pelo mercúrio intrudido. Os valores obtidos para o folhelho B e N foram de 25,9 e 12,9 %, respectivamente.

Analisando-se este resultado verifica-se que a porosidade interconectada do folhelho B é muito próxima da porosidade total (28,2 %) obtida nos índices físicos (Tabela 5. 2), o que não acontece com o folhelho N cuja porosidade total é de (45,6 %). Segundo Rabe (2003), a redução da porosidade interconectada em relação à porosidade total se deve à forma e ao embricamento dos grãos, a presença de minerais de granulometria fina (siltes e argilas), que ocupam os espaços intergranulares e a presença dos materiais cimentantes, que podem preencher total ou parcialmente os poros.

A medida da superfície específica dos poros interconectados apresentou valores de 25,1 e 3,6 m²/g para os folhelhos B e N, respectivamente. Observa-se que estes valores são muito inferiores aos obtidos pela técnica do azul de metileno. Isto acontece porque no ensaio de porosimetria utiliza-se uma amostra estruturada, o que não acontece no ensaio de CTC onde a amostra é destorroada. Este resultado mostra que ao se considerar apenas a superfície específica dos argilominerais, pode-se estar superestimando o potencial de reatividade de um determinado folhelho.

Estudos da microestrutura através de ensaios de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura também foram realizados por Fontoura *et al.*, (1998 e 1999) e Rabe (2003). Estes ensaios também contribuíram para a investigação da composição mineralógica dos folhelhos apresentada no item 5.2.2. Com os resultados destes estudos comprovou-se que os folhelhos B e B-S possuem grande quantidade de carbonato de cálcio, proveniente de microfósseis, atuando como agente cimentante. Já no folhelho N verificou-se uma grande quantidade de diatomáceas (microfósseis de sílica) atuando como material cimentante.

5.2.5. Descrição do Espaço Vazio do Celofane

Em função dos estudos realizados na célula de difusão utilizando um corpo de prova sintético tornou-se indispensável uma caracterização deste material. O ensaio realizado para o estudo do tamanho dos poros das folhas de papel celofane foi o ensaio de injeção de gás nitrogênio baseado na teoria BET (Brunauer, Emmett, Teller). A técnica de adsorção de gás é utilizada para a determinação da área específica, distribuição de tamanho de poros e porosidade de materiais porosos.

Neste equipamento utilizam-se amostras desagregadas (pós ou grãos), sendo que no caso do ensaio com o papel celofane, as folhas deste material foram picotadas. O tempo de análise neste ensaio pode variar entre 30 minutos até aproximadamente 6 horas, dependendo das condições de análise. O equipamento utilizado no ensaio foi o ASAP, modelo 2010, pertencente ao Laboratório de Catálise do Departamento de Química da PUC-Rio. Neste equipamento pode-se medir poros menores que 100 Å.

Na realização dos ensaios pequenas moléculas do gás nitrogênio são introduzidas no sistema a baixas pressões e a uma temperatura de $-196,5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Estas moléculas começam a penetrar nos poros da amostra formando uma monocamada. Após a fase de baixas pressões dá-se início a fase de aumento de pressão mantendo-se temperatura constante. Desta forma, as moléculas do gás começam a preencher os vazios dos poros donde se obtém o tamanho de poros.

Para as folhas de papel celofane estudado obteve-se uma superfície específica de $0,229\text{ m}^2/\text{g}$ e o diâmetro médio dos poros de 320 Å. Espera-se que estes valores sejam bastante uniformes, pois este material é industrializado. Observa-se que este material apresenta uma superfície específica muito baixa. A grande vantagem deste material nos ensaios de difusão é o fato deste ser inerte, sem argilominerais, não apresentando, portanto, interações físico-químicas. Desta forma, pode-se realizar um estudo do comportamento de um fluido de perfuração sem levar em conta estas interações visto que a restrição ao fluxo de água ou íons é somente função da porosimetria.

5.3.

Ensaio em Corpos de Prova Sintéticos na Célula de Difusão

Ensaio em corpos de prova sintéticos foram realizados de forma a verificar o funcionamento do equipamento e adequar a metodologia de ensaios após as modificações realizadas, além de avaliar o desempenho da nova interface tipo pistão que possui capacidade de armazenar 1 L de fluido e é projetada para suportar pressões de até 34500 kPa (5000 psi).

Após a avaliação do sistema, uma campanha específica de ensaios em corpos de prova sintéticos foi realizada de forma a avaliar o efeito do diâmetro (tamanho) dos poros na transmissão de pressão utilizando-se, para isto, diferentes fluidos. Nesta campanha realizaram-se ensaios com água pura, com um fluido real de perfuração e com o filtrado deste fluido que é composto de 2,5 g de goma xantana, 6,0 g de HPA e 0,5 a 1,0 g de bactericida.

Estes ensaios foram motivados em função do trabalho de Tan *et al.* (2002), onde os autores utilizam o filtrado do fluido de interesse preconizando que o comportamento do filtrado e do fluido real é o mesmo, visto que somente o filtrado do fluido invade a rocha e participa das interações. Outra justificativa para o uso do filtrado dos fluidos em substituição ao fluido real é a dificuldade encontrada para ensaiar fluidos mais viscosos que podem facilmente obstruir as linhas de fluxo.

5.3.1.

Preparação para os Ensaio com Corpos de Prova Sintéticos

O corpo de prova sintético (Figura 5. 3) é produzido cortando-se centenas de folhas de papel celofane com diâmetro de 2” ou 1,5”, dependendo do “cap” que será usado no ensaio. Estas folhas são empilhadas formando-se então o corpo de prova que será ensaiado, desta forma pode-se produzir corpos de prova com a altura que se desejar. A montagem dos corpos de prova na célula de difusão segue o mesmo procedimento descrito no Capítulo 3, seja para os corpos de prova de folhelho, alumínio ou para os sintéticos.



Figura 5. 3– Corpo de Prova sintético instalado entre os “caps” de topo e de base

O fluido real de perfuração (goma xantana, HPA e um bactericida) foi preparado seguindo os procedimentos descritos no Capítulo 4. A preparação do filtrado do fluido real foi realizada no CENPES-Petrobras, utilizando-se um equipamento chamado filtro prensa da Fann (Figura 5. 4). O fluido é colocado no recipiente do equipamento sobre uma folha de papel filtro “Whatman n° 50” e através de ar comprimido, garrafas de nitrogênio ou CO₂ este é pressurizado a 690 kPa (100 psi), sendo o filtrado coletado na parte inferior.



Figura 5. 4 – Filtro prensa

Nos ensaios aqui apresentados, utilizou-se basicamente a mesma metodologia desenvolvida por Muniz (2003) para realização das fases de

saturação, adensamento e difusão de pressão que é detalhada no Capítulo 3. A diferença básica é que após a transmissão de pressão com água, o corpo de prova é novamente adensado para se realizar a etapa de transmissão de pressão com lama (fluido de perfuração) ou com o filtrado.

5.3.2. Fase de Saturação e Consolidação

Nesta fase os corpos de prova são preparados, instalados na célula de difusão e, em seguida, inicia-se a saturação por contrapressão de acordo com a metodologia proposta no Capítulo 3. Os ensaios na célula de difusão foram realizados somente com aplicação da pressão confinante, ou seja, realizados de forma isotrópica. Para o cálculo do parâmetro B de Skempton fez-se uso da Equação 3.1.

Como os corpos de prova sintéticos são iguais, por uma questão de distinção eles serão chamados de corpo de prova sintético A, B e C. A Tabela 5. 8 mostra os valores do parâmetro B obtidos para os corpos de prova sintéticos ensaiados. A Figura 5. 5 apresenta o gráfico de variação das pressões ao longo da fase de saturação do corpo de prova sintético A.

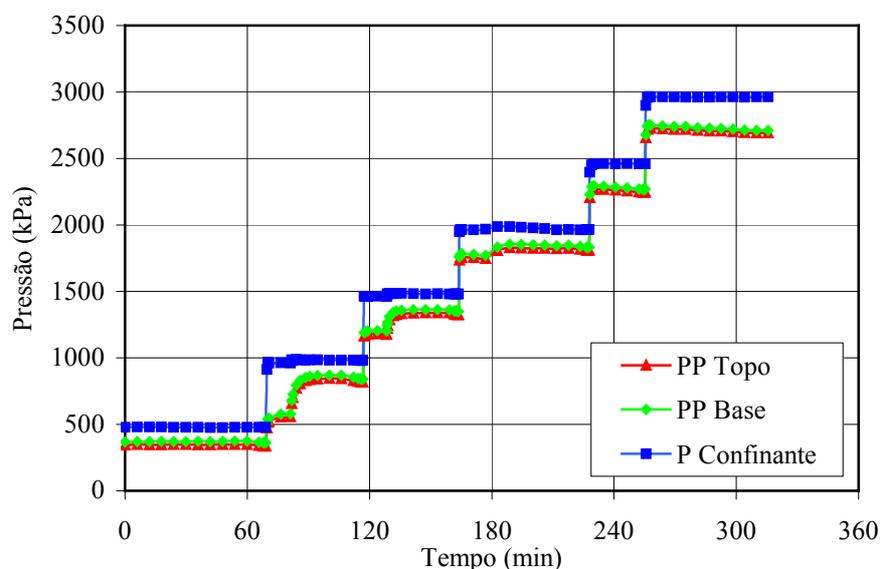


Figura 5. 5 - Fase de saturação do corpo de prova sintético A

Tabela 5. 8 – Valores de parâmetro B para cada CPS (corpo de prova sintético)

	Parâmetro B de Skempton		
	Corpo de Prova Sintético		
	A	B	C
<i>Estágio 1</i>	0,38	0,63	0,35
<i>Estágio 2</i>	0,74	0,83	0,75
<i>Estágio 3</i>	0,89	0,90	0,83
<i>Estágio 4</i>	0,94	0,93	0,89
<i>Estágio 5</i>	0,96	0,95	0,92
<i>Estágio 6</i>	--	--	0,93

Ao final da saturação o corpo de prova é consolidado submetido a uma contrapressão de 400 kPa, de forma a drenar todo excesso de poropressão. Segundo Muniz (2003), os parâmetros de consolidação devem ser obtidos a partir de outros ensaios mais específicos, já que este não é o objetivo principal do equipamento de difusão desenvolvido. A etapa de consolidação normalmente é realizada em 24 horas visto que este período de tempo é suficiente para estabilização das pressões e deformações aplicadas nos corpos de prova.

5.3.3. Fase de Difusão de Pressão

Quando as pressões e as deformações do corpo de prova se estabilizam, ao final da fase de adensamento, dá-se início ao ensaio de difusão de pressão, que consiste em aumentar a pressão de fluido no topo do corpo de prova (reservatório superior) e monitorar o seu crescimento na base do corpo de prova (reservatório inferior). Esta etapa tem como objetivo avaliar o processo de transmissão de pressão nos corpos de prova.

Quando a fase de difusão de pressão se realiza com um fluido diferente (fluido de perfuração) da água utiliza-se a metodologia proposta no Capítulo 3 com uma pequena modificação. Ao final da fase de saturação, as tubulações estão saturadas com água, existindo a necessidade de substituí-la totalmente pelo fluido de perfuração. Para isto, direciona-se o fluxo aplicado pela bomba “Waters” à vazão de 0,5 ml/min para a interface que já está preenchida com o fluido de interesse. Desta forma, o fluido de perfuração substitui gradualmente a água nas tubulações. Este processo chega ao fim quando se observa o fluido de perfuração

sendo coletado no recipiente de saída da válvula de alívio, permitindo assim a continuação do ensaio com a certeza de que no interior das tubulações exista somente o fluido de interesse.

As Figuras 5.6, 5.7 e 5.8 apresentam os gráficos das variações das pressões com o tempo para o ensaio no corpo de prova sintético B onde foi utilizado: água pura, o filtrado do fluido e o fluido real, respectivamente. A altura e diâmetro deste corpo de prova correspondem a 7,85 mm e 2 polegadas, respectivamente. Observa-se na Figura 5.6 que a transmissão de pressão com água pura ocorreu com 24 horas de ensaio.

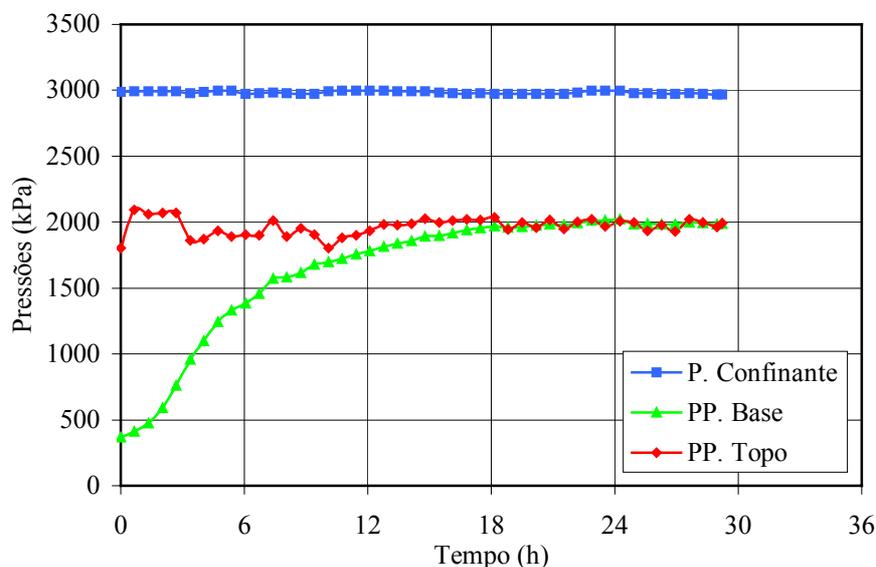


Figura 5.6 – Variação das pressões na fase de difusão de pressão para água deionizada no corpo de prova sintético B

Ao final da transmissão de pressão com água o corpo de prova foi novamente adensado por 70 horas para uma contrapressão de 400 kPa. Em seguida iniciou-se a transmissão de pressão utilizando-se o filtrado do fluido real de perfuração. A Figura 5.7 apresenta o resultado deste ensaio onde verifica-se um período de aproximadamente 70 horas para equalização das pressões, ou seja, a transmissão de pressão foi cerca de 2,5 vezes mais lenta que a verificada com água. Este comportamento já era esperado visto a maior viscosidade apresentada pelo filtrado do fluido de perfuração.

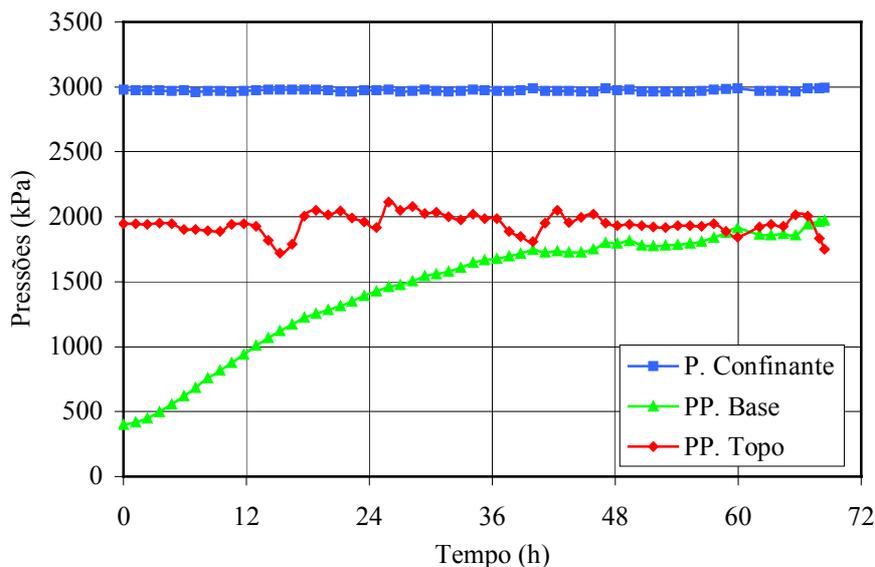


Figura 5. 7 - Variação das pressões na fase de difusão de pressão para o filtrado do fluido real de perfuração no corpo de prova sintético B

O passo seguinte no ensaio do corpo de prova sintético B foi avaliar a transmissão de pressão com o fluido real de perfuração. Desta forma, realizou-se uma nova etapa de adensamento que durou 19 horas. Sabendo-se que a viscosidade do fluido real de perfuração é maior que a viscosidade do seu filtrado espera-se um tempo maior para que ocorra a transmissão de pressão, como pode ser constatado através do resultado do ensaio apresentado na Figura 5. 8.

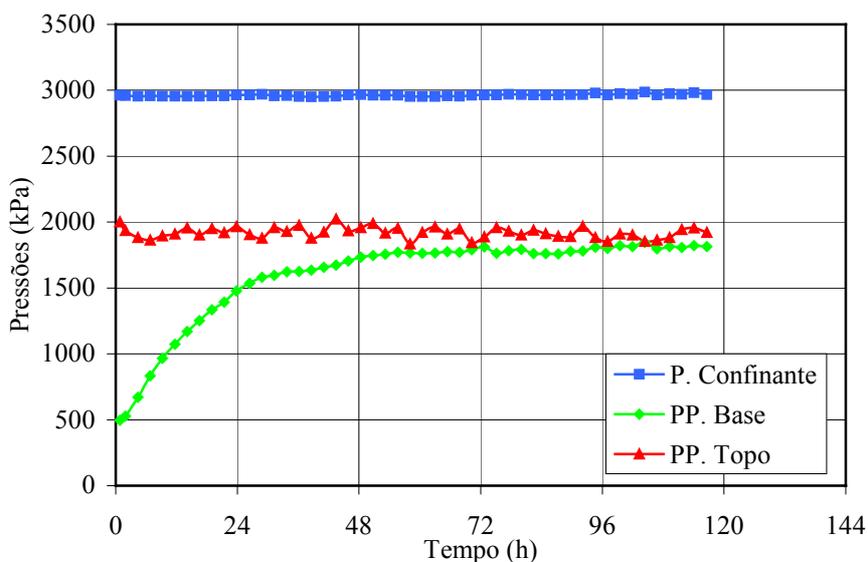


Figura 5. 8 - Variação das pressões na fase de difusão de pressão para o fluido real no corpo de prova sintético B

Verifica-se na Figura 5. 8 que a transmissão de pressão aumentou de três para cinco dias em relação ao ensaio com o filtrado do fluido. Este resultado é muito similar ao apresentado na Figura 5. 9 realizado com a interface tipo bellofram conectada ao sistema, ou seja, antes da modificação para a interface tipo pistão. Neste ensaio utilizou-se um outro corpo de prova sintético com aproximadamente a mesma altura e com o mesmo fluido de perfuração utilizado nos ensaios acima.

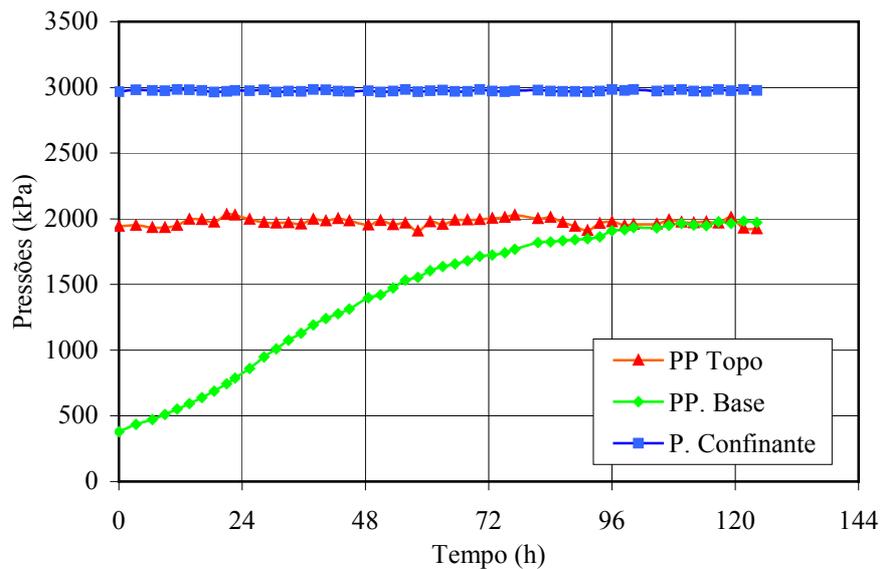


Figura 5. 9 - Transmissão de pressão com interface tipo bellofram para o fluido real no corpo de prova sintético A

Verifica-se através dos ensaios realizados e apresentados acima, que a viscosidade do fluido utilizado influencia diretamente no tempo de transmissão de pressão. Este resultado mostra que a utilização do filtrado do fluido como um simulador do fluido real de perfuração, como vem sendo realizada por alguns pesquisadores (Tan *et al.*, 2002), pode levar a resultados duvidosos em relação ao tempo de difusão de pressão de cada fluido. Como pode ser observado nos gráficos acima, usando-se o filtrado do fluido, o tempo em que ocorre a difusão de pressão é mais rápido em comparação com o fluido real, então, tomando-se como base os resultados do filtrado do fluido pode-se estar subestimando o comportamento do fluido real, que consegue promover uma difusão de pressão mais lenta, ou seja, um aumento de poropressão mais lento e, em consequência, a capacidade de manter por mais tempo um valor de tensão efetiva elevada.

Outro ponto a se considerar no caso de ensaios de interação com folhelhos é o fato de que se necessita de um tempo maior, em relação ao filtrado do fluido, para que o fluido real entre em contato com a rocha. Desta forma, é possível que nos ensaios com o filtrado do fluido verifique-se uma maior interação físico-química, que na verdade não ocorreria se o ensaio fosse realizado com o fluido real.

De forma a avaliar a possibilidade de executar ensaios a níveis mais elevados de pressão, foi realizado um novo ensaio em corpo de prova sintético cuja altura e diâmetro do corpo de prova correspondem a 3,37 mm e 1,5 polegadas, respectivamente. Neste ensaio a pressão confinante foi limitada a 16 MPa, visto que a capacidade dos transdutores de pressão que atualmente são utilizados é de 21,5 MPa. Neste ensaio utilizou-se água deionizada e o fluido de perfuração real na etapa de transmissão de pressão. A Figura 5. 10 mostra a variação das pressões para este ensaio.

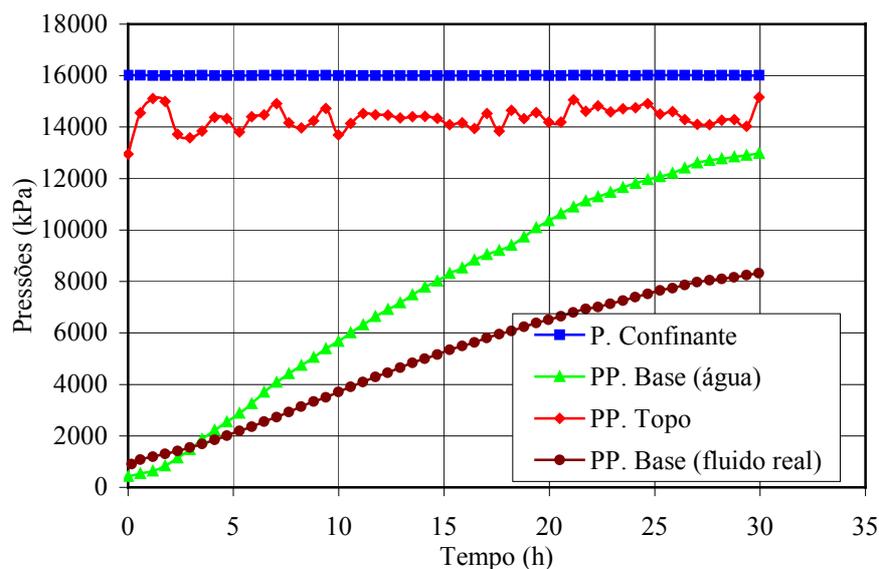


Figura 5. 10 - Variação das pressões com água pura e em seguida com o fluido real no corpo de prova sintético C

Analisando a Figura 5. 10 observa-se claramente a diferença no tempo necessário para transmitir a pressão do reservatório de topo para o reservatório da base. Como o fluido de perfuração é mais viscoso este tempo é maior como já havia sido constatado anteriormente. Estes resultados mostram que o corpo de prova sintético tem poros suficientemente pequenos para dificultar a passagem do material mais viscoso.

Neste ensaio não se esperou a equalização das pressões de topo e base porque o objetivo do mesmo era avaliar a possibilidade de execução de ensaios a maiores níveis de pressão. O resultado apresentado acima mostra claramente que este objetivo foi alcançado sem maiores problemas. Em função da aquisição de novos transdutores de pressão capazes de medir pressões de até 35 MPa, brevemente, poderão ser realizados ensaios até o nível máximo projetado para o equipamento, ou seja, 30 MPa.

Estes ensaios realizados em corpos de prova sintéticos foram fundamentais para definição da metodologia de testes, verificação da possibilidade da execução de ensaios a níveis elevados de pressão e confirmação da capacidade de utilização de diferentes fluidos nos ensaios de difusão. Além disto, constatou-se que a utilização do filtrado de fluidos de perfuração em substituição aos mesmos, pode levar a resultados pessimistas quando se avalia a transmissão de pressão. Como o equipamento é capaz de realizar ensaios a maiores níveis de pressão, uma nova válvula de contrapressão pode ser utilizada em substituição da válvula de alívio atual, para que esta minimize as variações observadas nas pressões de topo.

5.4. Ensaio em Folhelhos na Célula de Difusão

Após as modificações no equipamento e os ensaios em corpos de prova sintéticos onde se adaptou a metodologia para os ensaios com fluido real e verificou o bom funcionamento do sistema, deu-se início aos ensaios em folhelho. Inicialmente realizou-se um ensaio preliminar de forma a certificar-se que a metodologia adotada pudesse ser utilizada com folhelhos. Este ensaio, apresentado em detalhes nesta seção, mostrou-se fundamental para o ajuste da campanha experimental que foi realizada em dois diferentes folhelhos da Bacia de Campos (B e B-S) e num terceiro folhelho (N) proveniente do Mar do Norte.

No estudo de interação rocha-fluido realizado utilizou-se água pura e um fluido de perfuração composto de goma xantana, HPA e um bactericida de forma a avaliar a transmissão de pressão nos folhelhos. Para avaliação do efeito osmótico utilizou-se o mesmo fluido de perfuração acrescido de 40 % em peso de formiato de sódio (NaCOOH).

5.4.1. Ensaio Preliminar

Para este ensaio foi utilizado um corpo de prova de 50,8 mm (2 polegadas) de diâmetro do folhelho B. Este corpo de prova foi levado à célula de difusão e submetido aos processos de saturação e consolidação. As variações das pressões durante a fase de saturação são apresentadas na Figura 5. 11 e os valores do parâmetro B obtidos, apresentados na Tabela 5. 9. Verifica-se que no último estágio obteve-se um valor de 0,96 para o parâmetro B, valor este similar aos obtidos por Muniz (1998) em ensaios triaxiais, indicando uma saturação adequada deste folhelho. Finalizada a saturação, o corpo de prova foi adensado por 19 horas.

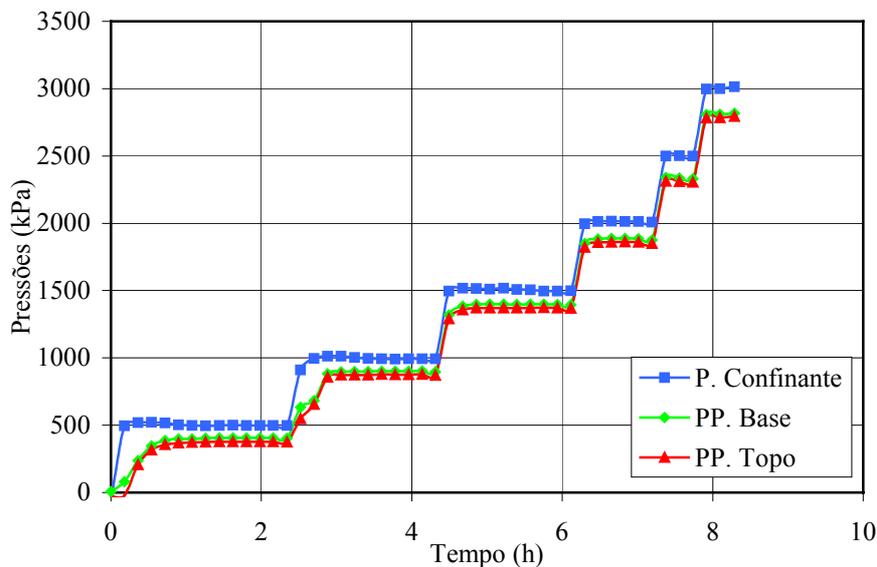


Figura 5. 11 – Fase de saturação do CP12 (folhelho B)

Tabela 5. 9 – Parâmetro B para o folhelho CP12 (folhelho B)

CP12 – Folhelho B	Estágio 1	Estágio 2	Estágio 3	Estágio 4	Estágio 5
Parâmetro B	0,56	0,82	0,90	0,93	0,96

A fase de transmissão de pressão foi realizada com água pura que em seguida, foi substituída por uma solução a 40 % em peso de formiato de sódio para a fase de difusão de íons. A Figura 5. 12 apresenta a variação das pressões para estas fases do ensaio.

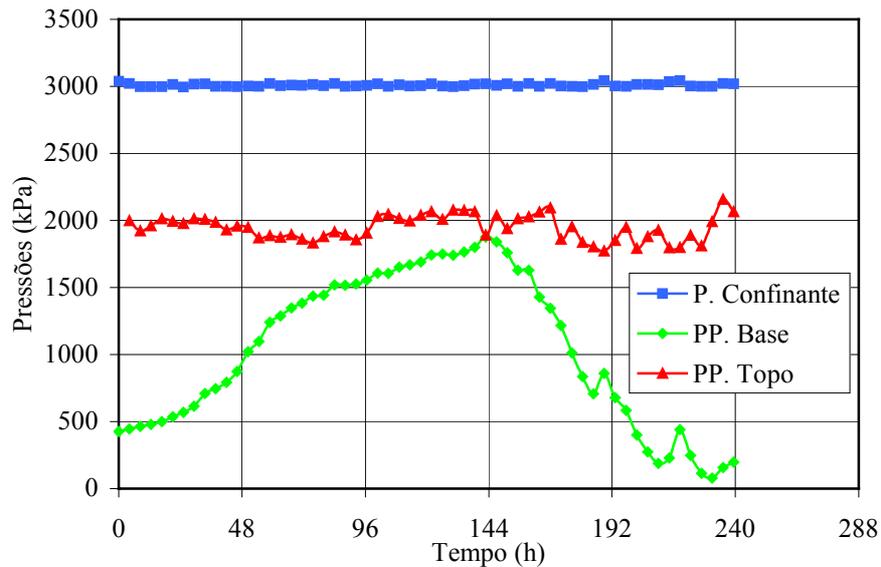


Figura 5. 12 – Fase de difusão de pressão e íons do CP12 (folhelho B)

Analisando-se somente a fase de transmissão de pressão, verifica-se que as pressões de topo e base levam um tempo demasiadamente longo (144h) para se igualar quando se compara com os ensaios no folhelho B-S (24h) Muniz (2003). Este período exagerado para se atingir a equalização das pressões levantou dúvidas quanto à qualidade do corpo de prova ensaiado, isto porque durante a preparação do mesmo percebeu-se a presença de fissuras em sua periferia (Figura 5. 13). Isto ocorreu, provavelmente, devido ao longo período de armazenagem deste folhelho que foi testemunhado em Maio de 1997. A presença de fissuras favorece a entrada de óleo mineral que pode estar mascarando o verdadeiro comportamento do folhelho.



Figura 5. 13 - Detalhe do CP12 (folhelho B) mostrando as fissuras existentes

Como se dispunha de pedaços do folhelho B com 50,8 mm (2 polegadas) de diâmetro e aproximadamente 25 mm de altura, decidiu-se moldar novos corpos de prova com diâmetro de 1,5 polegadas e aproximadamente 16 mm de espessura, no intuito de retirar o óleo impregnado na periferia do folhelho e reduzir ou eliminar o problema exposto acima. Desta forma, os corpos de prova 14 e 15 foram levados ao torno mecânico para ter suas medidas reduzidas. A Figura 5. 14 apresenta o processo de redução realizado nos CP14 e CP15.



Figura 5. 14 - Corpo de prova de 38,1 mm – CP14 (folhelho B)

Observa-se também na Figura 5. 12 que após a introdução da solução salina (40 % em peso de NaCOOH), ou seja após 144 h de ensaio, a pressão na base cai gradualmente até valores abaixo de 400 kPa. Como pressões abaixo deste valor favorecem o reaparecimento de bolhas de ar decidiu-se encerrar o ensaio. Entretanto, este resultado foi de grande importância, pois mostra a grande pressão osmótica gerada por esta solução salina neste tipo de folhelho. Isto mostrou que nos ensaios seguintes com este tipo de folhelho, é recomendado utilizar níveis de pressão mais elevados para que se possa medir corretamente a pressão osmótica gerada. Por esta razão, a pressão confinante dos demais ensaios foi elevada para 6000 kPa.

Nos itens seguintes são apresentados os resultados obtidos na campanha experimental realizada.

5.4.2. Fase de Saturação e Consolidação

Todos os corpos de prova foram saturados por contrapressão e consolidados sob uma contrapressão de 400 kPa. A Figura 5. 15 apresenta o gráfico com as variações das pressões ao longo da fase de saturação do CP14 (a partir de 2000 kPa, foi saturado por confinamento). Na Tabela 5. 10 apresenta-se os valores do parâmetro B calculados para cada etapa dos ensaios realizados com os folhelhos. Observa-se que nos folhelhos onde foram aplicados níveis maiores de pressão confinante, a partir do sexto estágio não se observou mais variação do valor do parâmetro B. Desta forma, pode-se concluir que os corpos de prova foram saturados e encontram-se prontos para se iniciar a etapa de consolidação.

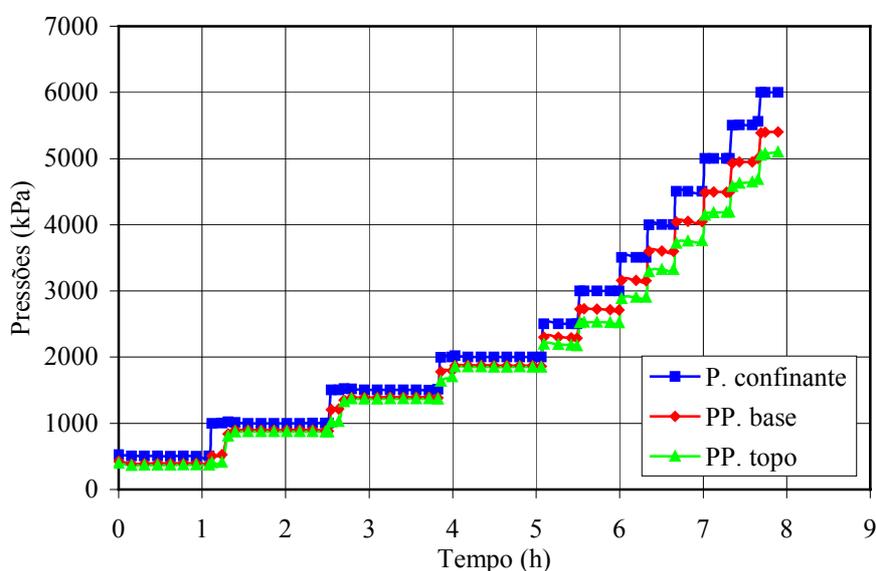


Figura 5. 15 – Fase de saturação do CP14 (folhelho B)

Tabela 5. 10 – Valores do parâmetro B para cada corpo de prova

	Parâmetro B de Skempton			
	B		B-S	N
	CP14	CP15	CP39	CP15N
<i>Estágio 1</i>	0,26	0,55	0,51	0,51
<i>Estágio 2</i>	0,64	0,77	0,82	0,79
<i>Estágio 3</i>	0,81	0,87	0,88	0,89
<i>Estágio 4</i>	0,87	0,89	0,93	0,91
<i>Estágio 5</i>	0,89	0,92	0,95	0,91
<i>Estágio 6</i>	0,89	0,95	--	0,91
<i>Estágio 7</i>	0,90	0,94	--	0,92
<i>Estágio 8</i>	0,89	0,94	--	0,92
<i>Estágio 9</i>	0,89	0,95	--	0,91
<i>Estágio 10</i>	0,90	--	--	0,91
<i>Estágio 11</i>	0,90	--	--	0,89

5.4.3. Fase de Difusão de Pressão

Seguindo a mesma metodologia utilizada nos ensaios em corpos de prova sintéticos onde se verificou a transmissão de pressão com água e com o fluido de perfuração, realizaram-se ensaios nos corpos de prova 39, 15 e 14. Os gráficos abaixo (Figura 5. 16, Figura 5. 17 e Figura 5. 18) apresentam a variação das pressões para a fase de difusão de pressão. Como os valores adotados para a pressão confinante (P. Confinante) e pressão no topo (PP. Topo) foram os mesmos e apresentaram pouca variação nos dois estágios realizados com água e com fluido de perfuração, simplesmente mantiveram-se estes dados referentes ao ensaio com o fluido de perfuração, e acrescentou-se a pressão na base (PP. Base) do ensaio com água, de forma a confeccionar os gráficos abaixo. Esta metodologia foi utilizada no intuito de facilitar a visualização e permitir a comparação entre as curvas de pressão na base dos dois fluidos utilizados, já que as curvas de pressão confinante e pressão no topo são praticamente coincidentes.

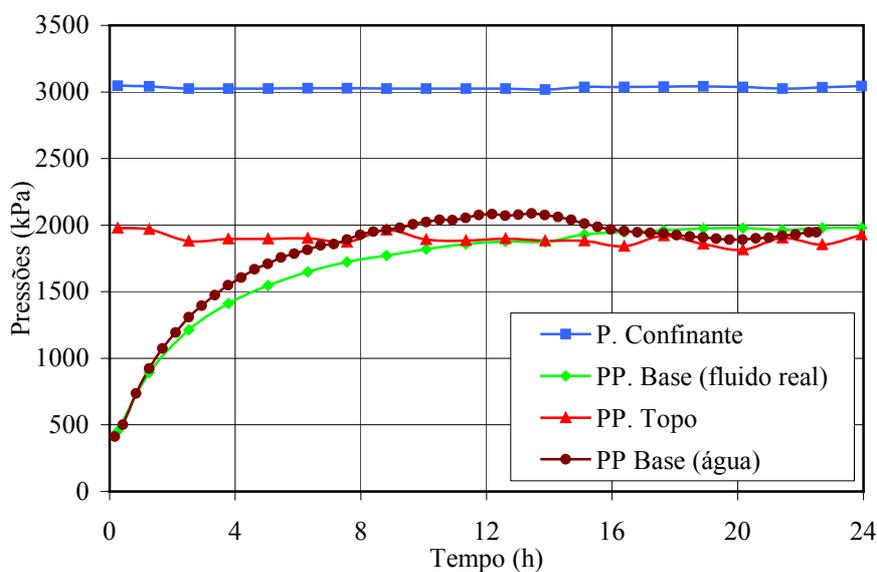


Figura 5. 16 - Variação das pressões com água pura e fluido de perfuração na fase de difusão de pressão do CP39 (folhelho B-S)

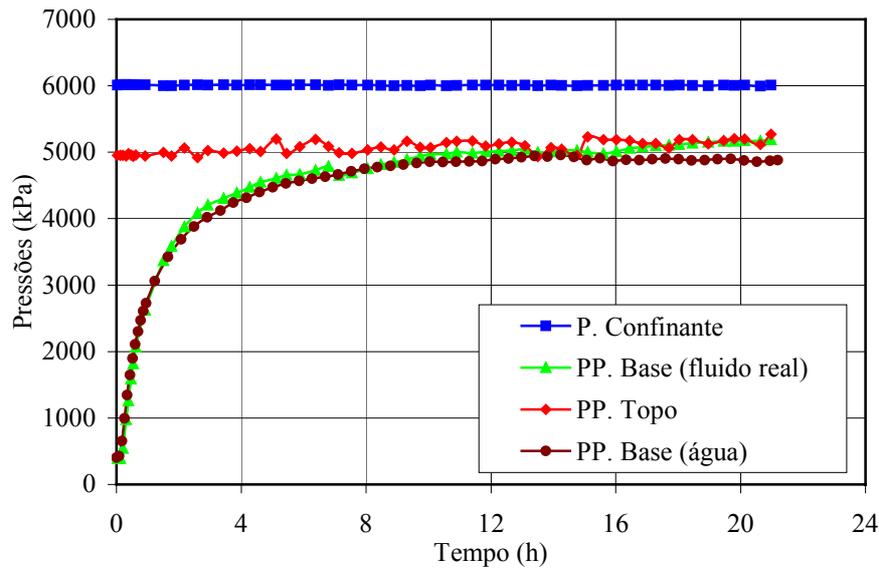


Figura 5. 17 - Variação das pressões com água pura e fluido de perfuração na fase de difusão de pressão do CP15N (folhelho da Noruega)

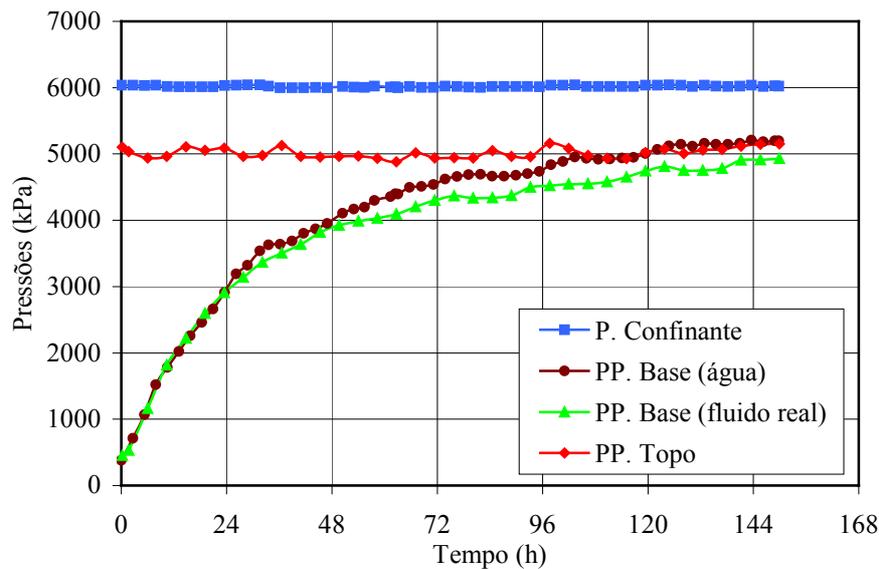


Figura 5. 18 - Variação das pressões com água pura e fluido de perfuração na fase de difusão de pressão do CP14 (folhelho B)

Avaliando-se o tempo de transmissão de pressão nos ensaios apresentados acima, verifica-se que nos corpos de prova 39 (B-S) e 15N (N), 24 horas foram suficientes para que se verificasse a estabilização das pressões, o que no CP14 ocorreu somente depois de 144 horas. Este resultado já é um indício de que a permeabilidade deste último (CP14) pode ser menor que a dos demais.

Fazendo-se uma comparação entre o CP14 (B) e CP15N (N) em termos de porosimetria, verifica-se uma boa concordância em relação ao tempo de transmissão de pressão, já que o CP15N possui uma maior mediana de poros (98000 Å) e uma menor quantidade de microporos (3,2 %) se comparado ao CP14 que corresponde a 440 Å e 13,4 %, respectivamente. Estes valores (CP15N) mostram uma maior facilidade de penetração do fluido nos poros do folhelho, acelerando a transmissão de pressão.

Comparando-se somente os ensaios no folhelho B (CP12 e CP14) verifica-se que o tempo de transmissão de pressão foi o mesmo. Desta forma, pode-se concluir que a lenta transmissão de pressão verificada no CP12 e atribuída à presença de óleo mineral é um comportamento típico deste folhelho. Entretanto, nota-se que a retirada do óleo promoveu uma melhora no desenvolvimento da pressão da base do CP14, como pode ser observado comparando-se a Figura 5. 18 com a Figura 5. 12.

Em função dos ensaios realizados em corpos de prova sintéticos, esperava-se um comportamento similar nos ensaios com os folhelhos, ou seja, tempos de transmissão de pressão diferenciados para a água e para o fluido de perfuração. Entretanto, o que se verifica é que os folhelhos estudados não fazem distinção entre a água e o fluido de perfuração, transmitindo a pressão numa mesma velocidade. A explicação para isto pode estar na distribuição do tamanho de poros dos materiais estudados.

O ensaio de porosimetria BET realizado nas folhas picotadas de papel celofane indicaram um diâmetro médio de poros de 320 Å, enquanto que a menor mediana de poros do folhelho B, obtida por injeção de mercúrio, é de 440 Å. Observando a Figura 5. 2 verifica-se que embora a mediana dos poros seja de 440 Å, existe uma quantidade elevada de poros maiores sendo esta a razão para os folhelhos apresentarem o mesmo tempo de transmissão de pressão com água e fluido de perfuração. No caso das folhas de papel celofane, por ser um material industrializado, mesmo sem a curva de distribuição do diâmetro de poros, pode-se admitir que o tamanho de poros deste material não varia muito em torno da média.

Como a transmissão de pressão do fluido de perfuração ocorre na mesma velocidade que a água, pode-se supor que, se for utilizado o filtrado do fluido de perfuração em ensaios com estes mesmos folhelhos, o tempo de transmissão de pressão permanecerá o mesmo. Desta forma, pode-se dizer que no caso dos

folhelhos estudados e do fluido de perfuração utilizado, ensaios de transmissão de pressão podem ser realizados com o filtrado do fluido de perfuração como acontece em outros estudos. Entretanto, salienta-se que este tipo de artifício só deve ser usado após um estudo detalhado da microestrutura do folhelho e um conhecimento profundo do fluido de perfuração adotado, do contrário pode se obter comportamento diferenciado entre o fluido e o filtrado do mesmo.

Neste trabalho realizou-se a transmissão de pressão com água primeiramente como uma forma de comparar com o comportamento do fluido de perfuração, e em segundo lugar poder-se realizar a análise numérica utilizando o programa FPORO[®]. Isto porque se esperava que o processo de transmissão de pressão do fluido de perfuração seguisse um modelo de fluxo bifásico e sendo assim, impediria a utilização do FPORO[®] (fluxo monofásico) para análise dos resultados. Entretanto, pelos ensaios realizados, verifica-se que o tempo de transmissão de pressão é muito similar tanto para água quanto para o fluido de perfuração, assemelhando-se a um modelo de fluxo monofásico. Desta forma, o programa FPORO[®] foi utilizado.

Outro argumento que contribui para utilização do FPORO[®] nas condições em que foram realizados estes ensaios vem do resultado obtido por Naseby *et al.*, (1998). Neste trabalho, uma modelagem numérica por fluxo bifásico para o estudo de transmissão de pressão em folhelhos foi realizada, mostrando que este tipo de abordagem só apresenta boa resposta em folhelhos com permeabilidades maiores que 500nD. No caso dos folhelhos utilizados nesta dissertação, em estudo anterior, Muniz (2003) obteve valores de permeabilidade abaixo de 100 nD.

Desta forma, utilizando o programa FPORO[®], foi possível reproduzir a curva de crescimento de pressão na base e estimar a permeabilidade dos corpos de prova. Para isso são necessários o módulo de elasticidade (E), o coeficiente de Poisson (ν), o módulo de deformação volumétrica (36000 MPa) e do fluido (3300 MPa), além da porosidade de cada corpo de prova estudado.

Muniz *et al.* (1999b), a partir de ensaios triaxiais realizados no folhelho N, obtiveram valores médios de 2012 MPa para E e 0,342 para ν . Para o folhelho B-S (CP39), estes valores foram gentilmente cedidos pela Petrobras e correspondem a 330 MPa para E e 0,220 para ν . Por fim, para o folhelho B (CP12, CP14 e

CP15), Muniz (1998) obteve os valores de 3042 MPa para E e 0,312 para ν , a partir de ensaios triaxiais.

A seguir são apresentados os resultados (Tabela 5. 11) e os gráficos obtidos na análise da permeabilidade dos folhelhos. Nestes gráficos (Figura 5. 19, Figura 5. 20 e Figura 5. 21) apresentam-se a variação da pressão confinante (P. Confinante), pressão no topo do corpo de prova (PP.Topo) e pressão na base (PP.Base), além da curva de pressão na base obtida numericamente (Numérico). Observa-se nestes gráficos um bom ajuste das curvas obtidas pela análise numérica aos dados experimentais. Através da análise numérica realizada pode-se, então, estimar a permeabilidade (m^2 e nD) para cada corpo de prova.

Tabela 5. 11 - Valores de permeabilidade obtidos para cada corpo de prova

Permeabilidade (K)	Corpos de Prova			
	B		B-S	N
	CP14	CP15	CP39	CP15N
K (m^2)	$8,0 \times 10^{-22}$	$1,0 \times 10^{-21}$	$4,0 \times 10^{-20}$	$1,9 \times 10^{-20}$
K (nD)	0,81	1,01	40,50	19,25

Analisando os valores de permeabilidade obtidos, nota-se que os valores dos folhelhos B-S e N são da mesma ordem de grandeza que os resultados obtidos por Muniz (2003). Pode-se notar também, que os valores obtidos para o folhelho B são muito inferiores aos valores dos folhelhos B-S e N.

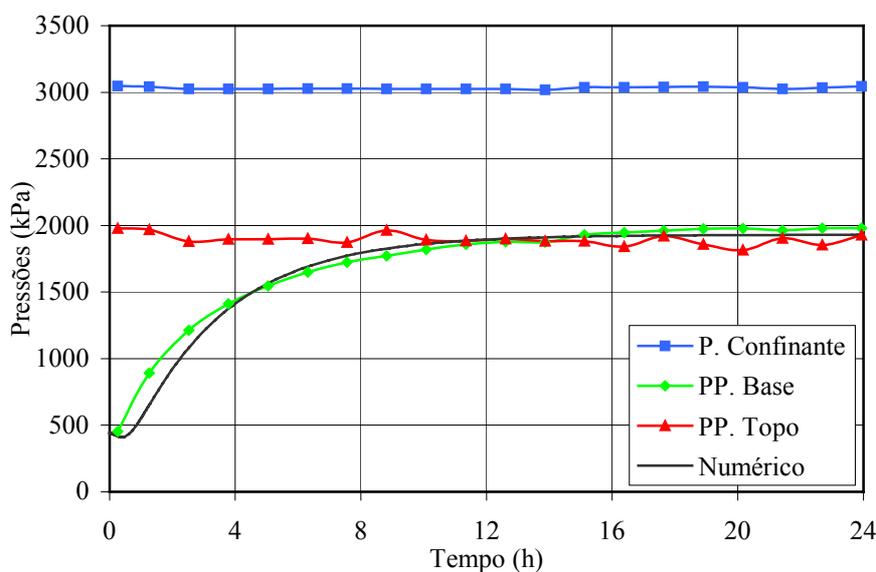


Figura 5. 19– Variação das pressões na fase de difusão de pressão do CP39 (folhelho B-S) utilizando fluido real

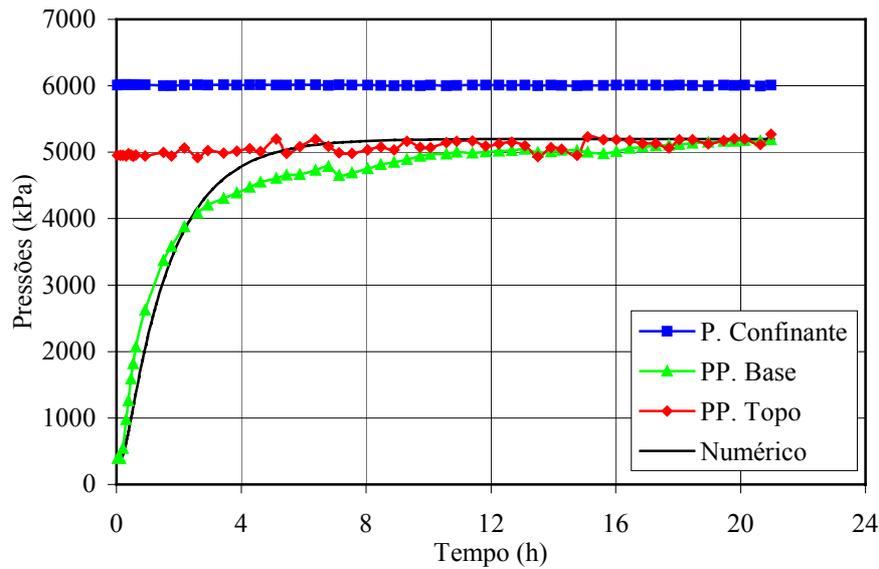


Figura 5. 20- Variação das pressões na fase de difusão de pressão do CP15N (folhelho da Noruega) utilizando fluido real

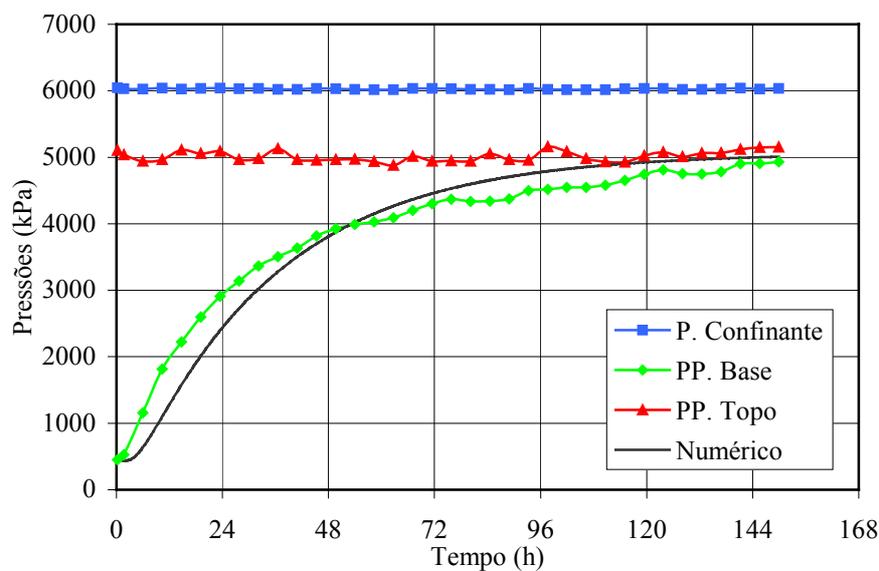


Figura 5. 21- Variação das pressões na fase de difusão de pressão do CP14 (folhelho B) utilizando fluido real

5.4.4. Fase de Difusão de Íons

Após a estabilização das poropressões nos reservatórios inferior e superior, substituiu-se isobaricamente o fluido de circulação (fluido real de perfuração puro) no reservatório superior pelo fluido de interesse para o ensaio. No caso destes

ensaios foi utilizado o fluido de perfuração (goma xantana, HPA e bactericida) acrescido com 40 % em peso de formiato de sódio (NaCOOH).

Nas figuras a seguir (Figura 5. 22, Figura 5. 23 e Figura 5. 24) são apresentados os resultados desde o início da fase de difusão de pressão para os corpos de prova 39, 15N e 14, respectivamente. Nestes gráficos são apresentadas também as curvas do ajuste numérico obtidas através do FPORO[®].

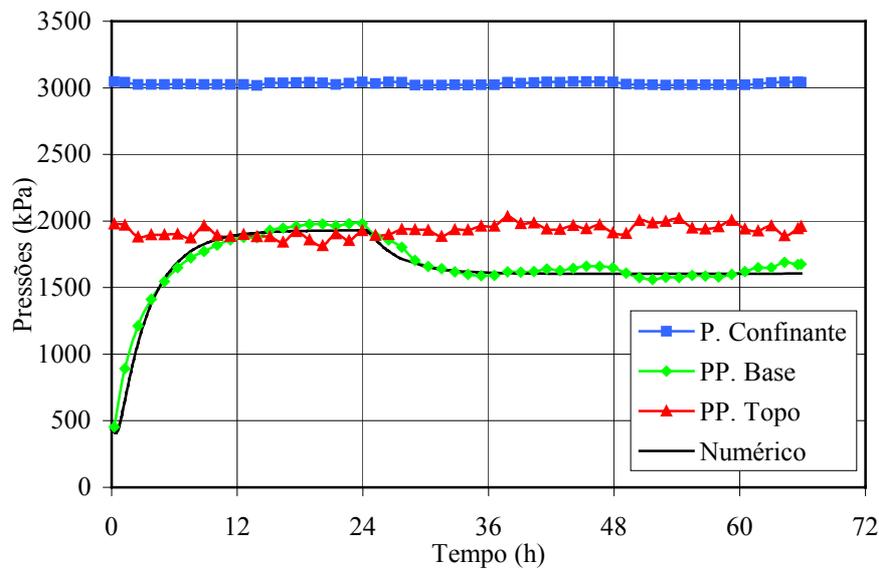


Figura 5. 22 – Fase de difusão de íons do CP39 (folhelho B-S)

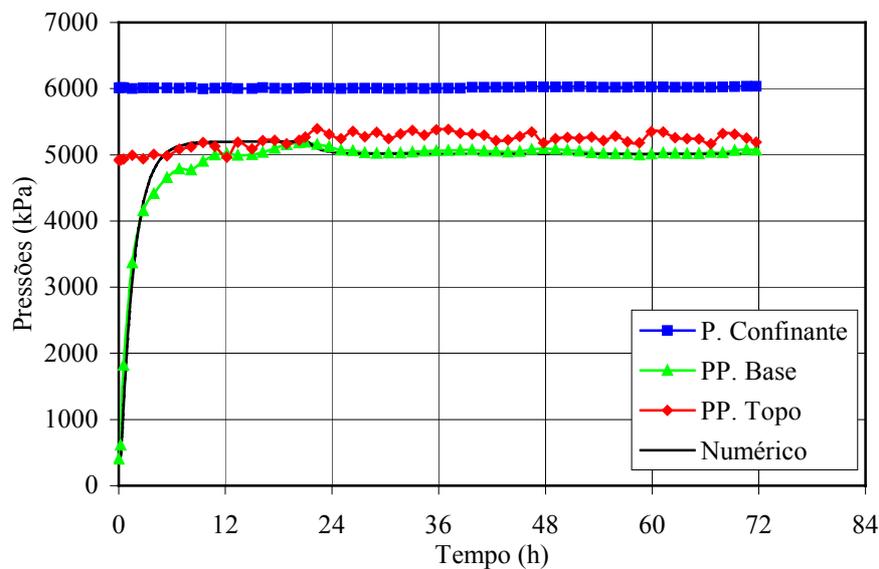


Figura 5. 23 – Fase de difusão de íons do CP15N (folhelho da Noruega)

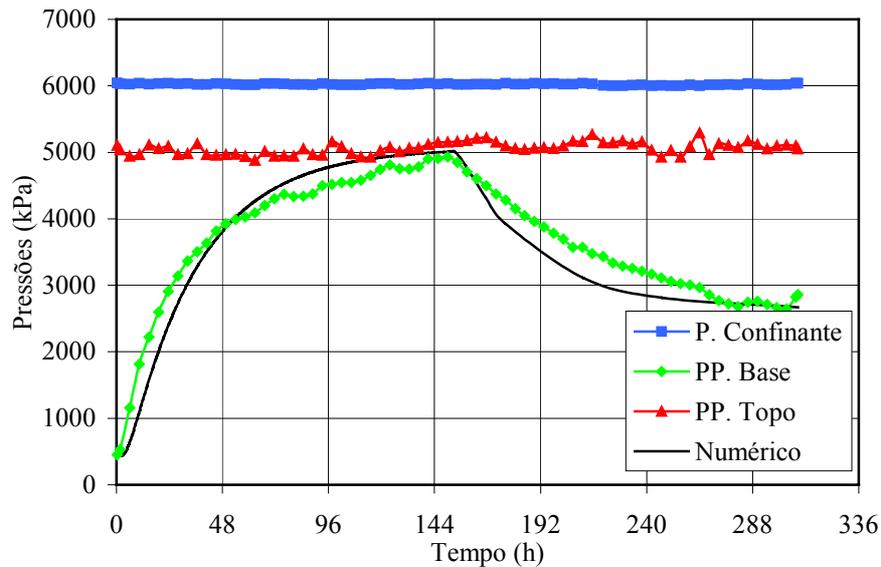


Figura 5. 24 – Fase de difusão de íons do CP14 (folhelho B)

Pode-se observar nos gráficos acima que os valores de pressão osmótica gerada durante o ensaio (ΔP_{osm}) são de 153 kPa, 314 kPa e 2335 kPa para os folhelhos N, B-S e B, respectivamente. Desta forma, sabendo-se que foi utilizado o mesmo fluido em todos os ensaios, verifica-se que o folhelho B apresenta uma maior eficiência de membrana ou coeficiente de reflexão (α). Este coeficiente de reflexão depende, basicamente, da capacidade do folhelho em restringir a passagem de solutos, seja pelo tamanho do mesmo em relação ao tamanho dos poros do folhelho ou por restrições elétricas como a troca catiônica (Van Oort *et al.*, 1995).

Como o soluto utilizado (NaCOOH) foi o mesmo em todos os ensaios, pode-se concentrar a análise da restrição da passagem dos íons em função do tamanho dos mesmos, na porosimetria dos folhelhos utilizados. Fazendo-se isto, observa-se uma boa concordância visto que o folhelho N apresenta uma mediana de diâmetros de poros (98000 \AA) superior à do folhelho B (440 \AA) e também uma quantidade menor de microporos (3,2 %) quando comparado ao folhelho B (13,4 %). Estas condições facilitam a passagem dos íons pelo folhelho N, tendo como consequência um menor valor para o coeficiente de reflexão, exatamente como foi observado nos ensaios.

Entretanto, se for analisada a restrição da passagem dos íons em função das características elétricas, verifica-se resultados contraditórios. Observa-se pela

caracterização que o folhelho B apresenta a menor quantidade de argilominerais e também a menor CTC, verificando-se o contrário no folhelho N que apresenta uma percentagem expressiva de esmectita e conseqüentemente uma alta CTC. Estes dados mostram que a realização de uma análise de potencial de reatividade de um folhelho com base somente em sua composição mineralógica e na CTC realizada no material destorroado pode levar a resultados errôneos.

Analisando-se agora os dados de porosidade e superfície específica obtidos em amostras estruturadas de folhelhos nos ensaios de porosimetria, verificam-se resultados coerentes com os resultados obtidos nos ensaios de difusão. Observa-se, por exemplo, que para o folhelho B a porosidade interconectada (25,9 %) obtida pela porosimetria é muito próxima da porosidade total (28,2 %) dada pelos índices físicos, o que não acontece com o folhelho N cujos valores são de 12,9 % e 45,6 % para a porosidade interconectada e a porosidade total, respectivamente. Os valores de superfície específica dos poros interconectados foram de 25,1 e 3,6 m²/g para os folhelhos B e N, respectivamente. Estes resultados mostram que para o folhelho B o contato com o fluido de perfuração é favorecido possibilitando a maior interação físico-química, caso esta exista.

Estes resultados mostram claramente a necessidade e importância da realização de uma campanha extensa de caracterização dos folhelhos estudados, evitando-se erros e levando a uma melhor compreensão dos fenômenos de interação rocha-fluido.

O ensaio realizado por Muniz (2003) num corpo de prova do folhelho B-S sob as mesmas condições de carregamento e utilizando uma solução salina a 40 % de formiato de sódio apresentou uma pressão osmótica de 744 kPa, ou seja, duas vezes maior que a obtida no CP39. A princípio, esta diferença pode ser atribuída ao fato de que no ensaio do CP39 utilizou-se outros elementos misturados à solução salina (Goma xantana, HPA e bactericida) influenciando assim o resultado, entretanto, em função da pouca quantidade de ensaios, uma análise mais profunda torna-se inadequada.

No ensaio realizado no CP15 utilizou-se de uma metodologia diferente da empregada nos ensaios anteriores. Esta metodologia utilizada por Muniz (2003), consiste em inserir o fluido salino no circuito de aplicação de pressão no topo desde o início da fase de difusão de pressão. Esta metodologia, permite obter num menor período de tempo a pressão osmótica gerada por um determinado fluido,

como pode ser visto na Figura 5. 25, onde observa-se a pressão osmótica máxima em apenas 144 horas. Isto porque, elimina-se a fase de difusão de pressão onde somente é imposto um gradiente hidráulico. Na presente metodologia, os gradientes hidráulico e químico atuam simultaneamente.

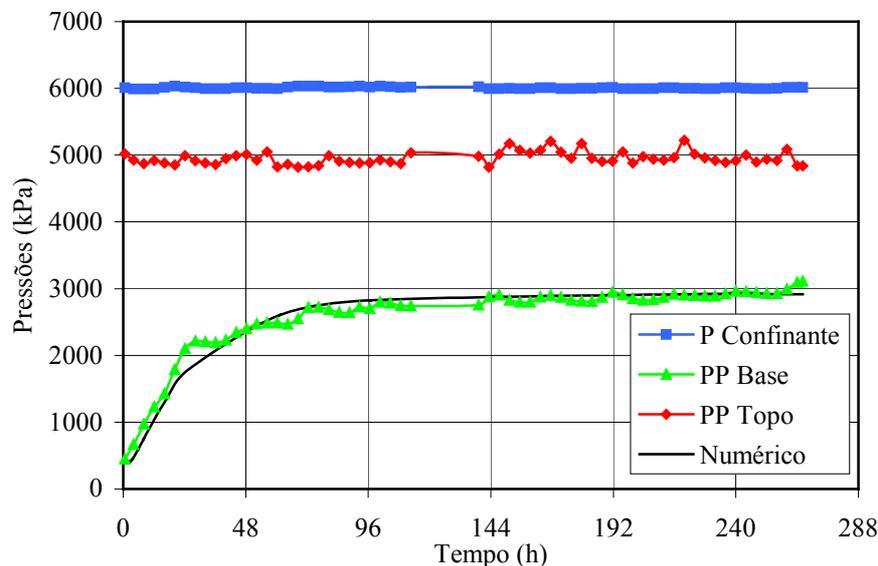


Figura 5. 25 – Fase de difusão de íons do CP15 (folhelho B)

De forma a facilitar a visualização, inseriu-se a curva de pressão na base do CP15 no ensaio do CP14. A Figura 5. 26 apresenta o gráfico com as curvas do crescimento de pressão na base para estes dois corpos de prova. Como era de se esperar, utilizando o mesmo fluido e folhelho, observa-se um mesmo valor de pressão osmótica nos dois ensaios, independentemente da metodologia adotada.

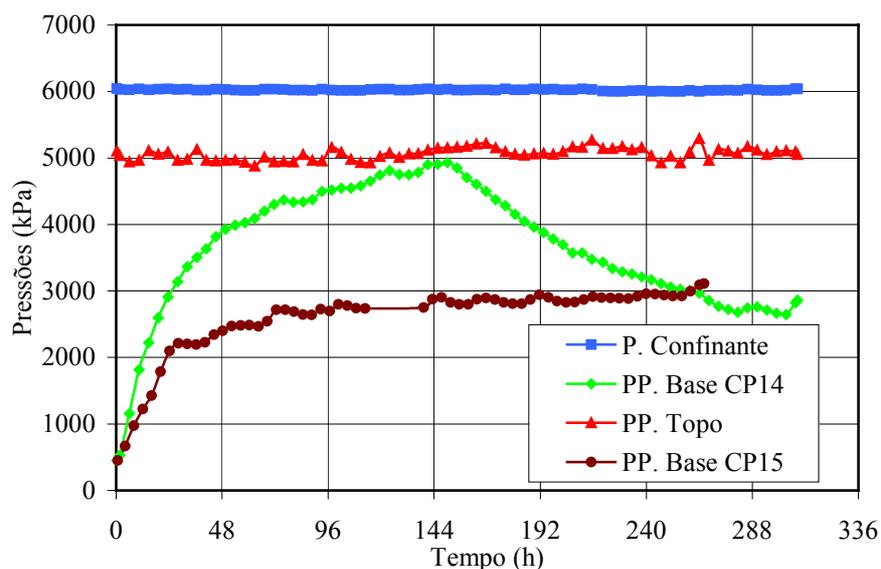


Figura 5. 26 – Crescimento de pressão na base para o CP14 e CP15 (folhelhos B)

De forma a realizar a análise numérica da fase de difusão de íons, é necessário entrar com novos parâmetros cujos valores adotados são apresentados na Tabela 5. 12. Infelizmente, após uma revisão extensa na literatura, não se encontrou o valor do coeficiente de difusão molecular do NaCOOH, adotando-se o valor do coeficiente de difusão molecular do NaCl. Desta forma, ressalta-se que os valores obtidos nestas análises são meramente qualitativos. A Tabela 5. 13 apresenta os valores dos parâmetros de difusão obtidos. Nesta tabela apresenta-se para cada corpo de prova a permeabilidade (K), o coeficiente de reflexão (α), a tortuosidade (τ_t) e o coeficiente de difusão efetivo (De).

Tabela 5. 12 – Parâmetros utilizados na análise numérica

Parâmetro	Valor adotado
<i>Coeficiente de difusão molecular (D_m)</i>	$1,96 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$
<i>Dispersividade longitudinal (α_L)</i>	0,0015 m
<i>Dispersividade transversal (α_T)</i>	0,00015 m
<i>Coeficiente de retardamento (ρ)</i>	1,0
<i>Peso molecular do soluto (PM_s)</i>	$68 \times 10^{-3} \text{ kg/mol}$
<i>Peso molecular do solvente (PM_w)</i>	$18,01528 \times 10^{-3} \text{ kg/mol}$
<i>Constante universal dos gases (R)</i>	$8,314 \text{ JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$

Tabela 5. 13 – Valores dos parâmetros de difusão e permeabilidade obtidos

CP	K (nD)	α (numérico)	τ_t	De (m^2/s)
<i>CP39 (B-S)</i>	40,50	0,007	0,0088	$1,72 \times 10^{-11}$
<i>CP15N (Noruega)</i>	19,25	0,004	0,02	$3,92 \times 10^{-11}$
<i>CP14 (B)</i>	0,81	0,052	0,0023	$0,45 \times 10^{-11}$
<i>CP15 (B)</i>	1,01	0,044	0,0014	$0,27 \times 10^{-11}$

O ajuste do coeficiente de difusão efetivo e da tortuosidade é realizado comparando-se a concentração obtida numericamente com a concentração real de NaCOOH. Estas concentrações são obtidas ao final do ensaio através de análises químicas realizadas no fluido presente no reservatório inferior da célula de difusão. A Tabela 5. 15 apresenta as concentrações obtidas onde se observa a maior concentração de NaCOOH para o folhelho N. Este resultado é refletido na tortuosidade obtida para este folhelho que apresenta uma maior quantidade de poros grandes, permitindo a passagem mais rápida dos íons em direção ao reservatório inferior.

De forma a comparar e avaliar o coeficiente de reflexão obtido numericamente decidiu-se obter o valor deste parâmetro experimentalmente. Para isso determinou-se através do termohigrômetro a atividade química do fluido de

perfuração (A_{fp}) utilizado, obtendo-se o valor de 0,8104. A atividade química dos folhelhos foi determinada por Rabe (2003) correspondendo a 0,954, 0,917 e 0,923, respectivamente, para os folhelho B-S, B e N. O valor da pressão osmótica teórica (Π) foi determinada utilizando-se a Equação 2.2 e, por fim, de posse da pressão osmótica observada nos ensaios (ΔP_{osm}) determinou-se pela Equação 2.3 o coeficientes de reflexão (α) experimental. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 5. 14.

Para o cálculo da pressão osmótica teórica é necessária a temperatura (T) em que foi realizado o ensaio. De forma a monitorar a temperatura na sala de ensaios, um termopar foi instalado junto à célula de difusão. A temperatura média ao longo dos ensaios é apresentada na Tabela 5. 14. Verificou-se uma flutuação de mais ou menos 2 °C ao longo dos ensaios, entretanto, esta variação ocorre normalmente nos finais de semana quando não há movimento no Laboratório, provocando uma queda na temperatura da sala. Observa-se que durante a semana a variação da temperatura não passa de mais ou menos 1 °C.

Tabela 5. 14 – Coeficiente de reflexão e pressão osmótica obtido para os folhelhos

CP	T (°C)	Π (kPa)	ΔP_{osm} (kPa)	α (experimental)	α (numérico)
<i>CP39 (B-S)</i>	23,00	22269,6	314	0,0141	0,007
<i>CP15N (N)</i>	24,40	17842,8	153	0,0086	0,004
<i>CP14 (B)</i>	24,09	16930,6	2335	0,1379	0,052
<i>CP15 (B)</i>	24,84	16973,3	2048	0,1207	0,044

Avaliando-se os resultados apresentados na tabela acima, verifica-se uma grande diferença entre o coeficiente de reflexão obtido experimental e numericamente. Esta diferença pode, em parte, ser atribuída a utilização de parâmetros não representativos da condição do ensaio, como o coeficiente de difusão molecular do NaCl e o coeficiente de retardamento, como foi salientado anteriormente. Num estudo anterior, Muniz (2003), obtém valores muito semelhantes para os coeficientes de reflexão experimental e numérico.

5.4.5.

Análises Após o Ensaio

Com o final do ensaio, retira-se o corpo de prova da célula de difusão e determina-se sua umidade final cujos resultados estão apresentados na Tabela 5. 2.

Comparando-se os valores de umidade inicial e final destes folhelhos, verifica-se que no folhelho B ganha umidade após a exposição ao fluido salino, ocorrendo o contrário com o folhelho B-S. No caso do folhelho B-S, Muniz (2003) verificou o mesmo comportamento. Por erros experimentais, o valor de umidade final do folhelho CP15N (Noruega) não pode ser computado.

O fluido presente no reservatório de base (inferior) é coletado ao final do ensaio com auxílio de uma seringa. Este fluido é, então, encaminhado para a realização de análises químicas para a determinação dos íons presentes. A análise dos cátions é realizada por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICPOES) e a análise dos cloretos por titulação com nitrato de prata. Estes resultados são apresentados na Tabela 5. 15.

A concentração de formiato (COOH) foi obtida num ensaio de cromatografia iônica, utilizando um cromatógrafo de íons DX 120 da marca Dionex (Figura 5. 27) pertencente ao Laboratório de Caracterização de Águas do Departamento de Química da PUC-Rio. O equipamento funciona com uma pressão de 10300 kPa (1500 psi) e vazão de 1 ml/min. O valor de formiato é obtido através de uma coluna analítica por meio de eluição definidos por tempo de retenção. As porcentagens de NaCOOH são obtidas por análise estequiométrica considerando que exista sódio suficiente para a formação do formiato. Os principais sais formados também são apresentados na Tabela 5. 15.

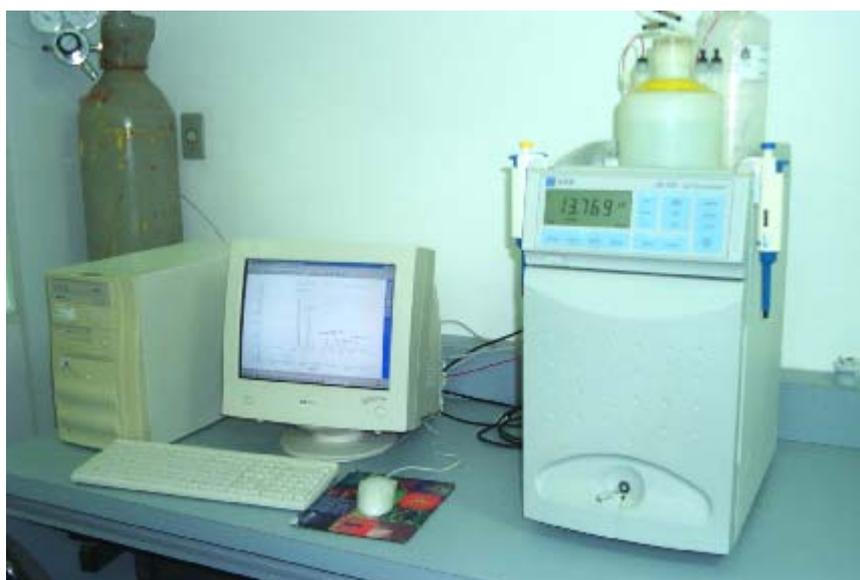


Figura 5. 27 - Cromatógrafo de íons DX 120 da marca Dionex ligado ao micro computador

Tabela 5. 15 – Análise química do fluido retirado do reservatório inferior

Concentração (%)	Folhelhos				
	B			B-S	N
	CP12	CP14	CP15	CP39	CP15N
Na^+	0,136	0,254	0,207	0,655	0,459
K^+	0,002	0,004	0,006	0,026	0,090
Ca^{++}	0,004	0,001	0,003	0,000	0,002
Sr^{++}	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000
Mg^{++}	0,000	0,002	0,003	0,004	0,004
Cl^-	0,085	0,517	0,363	1,096	0,657
$COOH$	0,002	0,001	0,007	0,001	0,020
Sais de interesse					
$CaCl_2$	0,011	0,003	0,008	0,001	0,004
$NaCl$	0,345	0,646	0,527	1,665	1,168
KCl	0,004	0,008	0,011	0,050	0,172
$NaCOOH$	0,003	0,002	0,011	0,001	0,031

Pela tabela acima, observa-se a grande quantidade de sódio (Na^+) e cloro (Cl^-) presentes no reservatório inferior no ensaio com o CP39 (B-S), comparado com os demais corpos de prova. As menores quantidades destes elementos estão presentes no folhelho B. Em função da baixa concentração dos outros cátions, pressupõe-se a ocorrência de poucas trocas catiônicas.

5.5. Conclusões

Inicialmente apresenta-se uma caracterização detalhada dos folhelhos utilizados nos ensaios de interação rocha-fluido. Numa análise geral, verifica-se que os folhelhos B e B-S não apresentam argilominerais expansivos, são cimentados por carbonato de cálcio e podem ser classificados como folhelhos calcíferos. Já o folhelho N, apresenta uma quantidade expressiva de argilomineral expansivo, possui uma grande quantidade de mesoporos e é cimentado por sílica. Segundo a classificação tradicional realizada em função dos argilominerais presentes e da CTC verificada, pode-se considerar os folhelhos B-S e N como sendo os mais reativos.

Os ensaios realizados em corpos de prova sintéticos foram de grande valia na avaliação das modificações realizadas na célula de difusão e definição da metodologia de ensaios adotada para os ensaios com folhelhos. Através destes

ensaios, verificou-se também o desempenho da nova interface tipo pistão que permite a realização de ensaios a níveis mais elevados de pressão.

O estudo de transmissão de pressão do fluido de perfuração e de seu filtrado utilizando um corpo de prova sintético, mostrou que a viscosidade do fluido utilizado influencia diretamente no tempo de transmissão de pressão. Desta forma, estudos de transmissão de pressão realizados com o filtrado do fluido de perfuração e não com o fluido real, podem levar a resultados subestimados, ou seja, o fluido real proporciona uma difusão de pressão mais lenta, enquanto o filtrado uma difusão de pressão mais rápida.

Entretanto, verificou-se nos ensaios com folhelhos que a transmissão de pressão do fluido de perfuração ocorre na mesma velocidade que a água. Este resultado mostra que dependendo da porosimetria do material e da viscosidade do fluido, pode-se avaliar a permeabilidade por meio de ensaios de transmissão de pressão utilizando o filtrado do fluido de perfuração. Mas, salienta-se que este tipo de artifício só deve ser usado após um estudo detalhado da microestrutura do folhelho e um conhecimento profundo do fluido de perfuração adotado.

Baseado nas características mineralógicas esperava-se um maior coeficiente de reflexão no folhelho N visto que este, pela classificação tradicional, é considerado o folhelho mais reativo utilizado nesta campanha experimental. Entretanto, verificou-se que o coeficiente de reflexão é muito mais influenciado pela porosimetria do folhelho do que pela sua mineralogia. As análises químicas do fluido presente no reservatório inferior, após os ensaios de difusão, não apresentaram evidências claras de interações rocha-fluido expressivas.

Com relação ao desenvolvimento da célula de difusão, novas feições foram adicionadas permitindo ensaios em corpos de prova de 2 polegadas e com fluidos mais viscosos de composição variada. O desenvolvimento da interface tipo pistão foi de fundamental importância para a realização de ensaios a níveis elevados de pressão, aproximando-se ainda mais das situações de campo.