Universidade Federal do Rio de Janeiro
Escola Politécnica

CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DE PASTAS CIMENTÍCIAS DE ALTO DESEMPENHO REFORÇADAS COM FIBRAS DE POLIPROPILENO E PVA

Thayane Martins Barghigiani

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia de Petróleo da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Engenheiro

Orientadores: Paulo Couto

Vivian Karla Castelo Branco

Louback Machado Balthar

Rio de Janeiro

Setembro de 2013

CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DE PASTAS CIMENTÍCIAS DE ALTO DESEMPENHO REFORÇADAS COM FIBRAS DE POLIPROPILENO E PVA

Thayane Martins Barghigiani

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE ENGENHARIA DE PETRÓLEO DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO DE PETRÓLEO.

Examinada por:

Prof. Paulo Couto, D. Sc.

Profª. Vivian Karla Castelo Branco Louback Machado Balthar, D. Sc.

Prof. Theodoro Antoun Netto, Ph. D.

Profª. Reila Vargas Velasco, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

SETEMBRO DE 2013

Barghigiani, Thayane Martins

Caracterização Experimental de Pastas Cimentícias de Alto Desempenho Reforçadas com Fibras de Polipropileno e PVA / Thayane Martins Barghigiani. – Rio de Janeiro: UFRJ/ESCOLA POLITÉCNICA, 2013.

XV, 155 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Paulo Couto, Vivian Karla Castelo Branco Louback Machado Balthar.

Projeto de Graduação – UFRJ/ POLI/ Engenharia de Petróleo, 2013.

Referências Bibliográficas: p.139-143.

1. Motivação. 2. Fissuração da Bainha de Cimento. 3. Materiais Modificadores. 4. Metodologias. 5. Resultados. 6. Conclusões. I. Couto, Paulo *et al*. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia de Petróleo. III. Caracterização Experimental de Pastas Cimentícias de Alto Desempenho Reforçadas com Fibras de Polipropileno e PVA.

Aos meus pais.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente aos meus pais, por terem me proporcionado condições que me levaram a ingressar e permanecer na UFRJ. E também por serem pessoas que sempre acreditaram no meu potencial.

À minha mãe especialmente, pelas palavras de apoio e incentivo, pelo colo, companheirismo, força e compreensão frente aos obstáculos encontrados ao longo da minha estadia nesta instituição.

Ao professor Romildo, que abriu as portas do LABEST para mim e me sugeriu o tema desenvolvido no presente trabalho, acreditando na minha capacidade. Agradeço também a permissão dada por esse professor e pelo professor Eduardo para que eu assistisse as aulas ministradas por eles no programa de pós-graduação. Sem dúvida o conhecimento adquirido nas aulas contribui muito no desenvolvimento desta pesquisa, me proporcionando um melhor entendimento do assunto.

Às professoras e co-orientadoras Vivian e Reila que foram verdadeiras mães pra mim ao longo do desenvolvimento dessa pesquisa. Além de sempre estarem dispostas a me ajudar, ensinar e esclarecer dúvidas, também sempre reconheceram o meu trabalho. Sou muito grata por isso e tenho certeza que são pessoas que ficaram para sempre na minha lembrança.

Aos colegas do LABEST, Saulo, Fabrício, Dimas e Samantha, que me ajudaram e promoveram momentos divertidos de descontração quando tudo parecia dar errado. Em especial, agradeço à Iolanda (Iôiô), que sempre esteve disposta a me ajudar e me ouvir, me fornecendo não só muitos conhecimentos técnicos, mas também a sua amizade.

Aos técnicos Clodoaldo e Renan que, além de sempre estarem dispostos a me ajudar prontamente, sempre tornavam o trabalho mais divertido e me acalmavam. Com eles não há tempo ruim.

Aos meus amigos e familiares que compreenderam a minha ausência nesse último mês e me deram forças para continuar e concluir a pesquisa.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado à Escola Politécnica/ UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro de Petróleo.

CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DE PASTAS CIMENTÍCIAS DE ALTO DESEMPENHO REFORÇADAS COM FIBRAS DE POLIPROPILENO E PVA

Thayane Martins Barghigiani

Setembro/2013

Orientadores: Paulo Couto
Vivian Karla Castelo Branco Louback Machado Balthar

Curso: Engenharia de Petróleo

Em poços de petróleo, um dos objetivos da bainha de cimento é o de vedação hidráulica. Geralmente, as pastas adotadas em cimentação de poços apresentam ruptura frágil quando submetidas à esforços de tração. Este comportamento pode comprometer a vedação hidráulica promovida pela bainha. Uma forma de mitigar esse problema é o uso de pastas com maior capacidade de deformação. Nesse contexto, o presente trabalho visa a caracterização experimental de pastas de alto desempenho reforçadas com diferentes teores (0,5% e 0,75%) de fibras curtas de polipropileno e PVA. No estado fresco, as pastas foram avaliadas por meio de ensaios de reologia, água livre, massa específica e espalhamento. No estado endurecido, a caracterização foi realizada por meio de ensaios de estabilidade, compressão uniaxial e tração na flexão. As propriedades de água livre, massa específica e estabilidade não foram alteradas significativamente com a presença de fibras. Os resultados indicaram um aumento no limite de escoamento com o incremento de fibras. Em relação ao comportamento sob compressão, houve uma redução mais expressiva na tensão de ruptura da pasta com um maior reforço de fibra de polipropileno. O maior benefício proporcionado pelas fibras foi observado no comportamento sob flexão, com o aumento da capacidade de absorção de energia. Assim, os resultados obtidos contribuem para o avanço das pesquisas nessa área de estudo.

Palavras-chave: Cimentação, pastas, fibras, polipropileno, PVA.

Abstract of Undergraduate Project presented to POLI/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Engineer.

EXPERIMENTAL CHARACTERIZATION OF HIGH PERFORMANCE CEMENT PASTES REINFORCED BY POLYPROPYLENE AND PVA FIBERS

Thayane Martins Barghigiani

September/2013

Advisors: Paulo Couto
Vivian Karla Castelo Branco Louback Machado Balthar

Course: Petroleum Engineering

In oil wells, one of the goals of the cement sheath is the hydraulic seal. Generally, cement pastes adopted in cementing operations exhibit brittle fracture when subjected to tensile stresses. This behavior can compromise the hydraulic seal promoted through the sheath. One way to mitigate this problem is the use of pastes with more deformability. In this context, this work aims to experimental characterization of high performance cement pastes reinforced by different volumetric fraction (0.5% and 0.75%) of polypropylene and PVA short fibers. In the fresh state, the pastes were evaluated by testing rheology, free water, density and slump. In the hardened state, the characterization was performed by means of the stability, uniaxial compression and bending tests. The properties of free water, density and stability were not significantly altered by the presence of fibers. Results indicated an increase in yield strength with increasing fiber. Regarding the behavior under compression, there was a more significant decrease in strength for the paste with a higher reinforcement of polypropylene fiber. The greatest benefit provided by the fibers was observed in the behavior under bending with increased toughness. Thus, the results contribute to the advancement of research in this area of study.

Keywords: Cementing, pastes, fibers, polypropylene, PVA.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 ***INTRODUÇÃO***.....1

1.1. Motivação..... 1

1.2. Objetivo..... 3

1.3. Estruturação do Trabalho..... 3

CAPÍTULO 2 ***CIMENTAÇÃO DE POÇOS DE PETRÓLEO***.....5

2.1. Introdução..... 5

2.2. Tipos de Cimentação..... 14

2.2.1. Cimentação Primária 14

2.2.2. Cimentação Secundária 14

2.3. Fatores que Afetam a Cimentação..... 15

2.3.1. Fissuração da Bainha de Cimento..... 16

2.4. Condições que Requerem Pastas Cimentícias mais Eficazes 21

2.4.1. Poços com Injeção Cíclica de Vapor 21

2.4.2. Poços HPHT 23

2.4.3. Poços de Grandes Profundidades..... 25

2.4.4. Poços em Zonas Salinas..... 26

CAPÍTULO 3 ***MATERIAIS MODIFICADORES DE PROPRIEDADES DAS MATRIZES CIMENTÍCIAS***..... *32*

3.1. Estendedores..... 33

3.2. Dispersante..... 36

3.3. Fibras..... 38

3.3.1. Mecanismo de Atuação das Fibras 39

3.3.1.1. Compósitos sob Compressão Uniaxial..... 40

3.3.1.2. Compósitos sob Tração na Flexão 41

3.3.2. Fatores que Influenciam a Ação da Fibra 45

3.3.2.1. Teor..... 45

3.3.2.2. Relação de Aspecto..... 46

3.3.2.3. Módulo de Elasticidade 47

3.3.2.4. Interface Matriz-Fibra 48

3.3.3. Características Gerais das Fibras Utilizadas 50

3.3.3.1. Fibras de Polipropileno 50

3.3.3.2. Fibras de PVA 52

CAPÍTULO 4 *METODOLOGIA EXPERIMENTAL* 53

4.1. Propriedades dos Materiais 53

4.1.1. Granulometria 53

4.1.2. Massa Específica 54

4.1.3. Composição Química 54

4.1.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) 55

4.2. Dosagem, Preparo e Cura das Pastas 56

4.2.1. Dosagem da Pasta de Referência 56

4.2.1.1. Compatibilidade e Ponto de Saturação 58

4.2.2. Dosagem das Pastas Fibrosas 61

4.2.3. Preparo das Pastas 64

4.2.4. Cura das Pastas 65

4.3. Propriedades das Pastas no Estado Fresco 69

4.3.1 Massa Específica Aparente 69

4.3.2. Água Livre 71

4.3.4. Espalhamento 73

4.3.3. Reologia 74

4.3.3.1. Viscosímetro 77

4.3.3.2. Reômetro 80

4.4 Propriedades das Pastas no Estado Endurecido 85

4.4.1. Estabilidade 85

4.4.2. Comportamento sob Compressão Uniaxial 89

4.4.3. Comportamento sob Tração na Flexão 91

4.4.3.1. Índice de Tenacidade 94

CAPÍTULO 5 ***APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DE RESULTADOS DAS PASTAS CONFECCIONADAS*** 96

5.1. Propriedades dos Materiais 96

5.1.1. Cimento 96

5.1.2. Sílica Ativa 98

5.1.3. Fibras 99

5.1.3.1. Fibras de Polipropileno 99

5.1.3.2. Fibra de PVA 101

5.1.4. Dispersante 103

5.1.5. Água 103

5.2. Propriedades das Pastas no Estado Fresco 104

5.2.1. Massa Específica Aparente 104

5.2.2 Água Livre 105

5.2.3. Espalhamento 107

5.2.4. Reologia 109

5.2.4.1. Viscosímetro 109

5.2.4.2. Reômetro 110

5.3. Propriedades das Pastas no Estado Endurecido 114

5.3.1. Estabilidade 114

5.3.2. Comportamento sob Compressão Uniaxial 116

5.3.3. Comportamento sob Tração na Flexão 123

5.3.3.1. Índice de Tenacidade 129

5.3.3.2. Análise Microscópica 130

CAPÍTULO 6 ***CONCLUSÃO*** 135

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 139

ANEXOS 144

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema de poço com falha de cimentação (BARBOSA, 2012). 2
Figura 2 - Esquema ilustrativo de uma Janela Operacional (GTEP, 2013)..... 6
Figura 3 – Modelo Esquemático de Fases (Poço Perfurado) e Revestimentos de um Poço. 7
Figura 4 - Distribuição e interface dos fluidos no poço (FONSECA). 10
Figura 5 – Sequência de Operação da Cimentação Pimária (Adaptada de FALCÃO, 2013). 11
Figura 6 – (a) Equipamentos utilizados na cimentação e suas disposições ao longo do poço. (FALCÃO, 2008); (b) Anular mal cimentado devido à descentralização do revestimento. (NELSON; GUILLOT, 2006). 12
Figura 7 – Bainha de cimento: (a) Íntegra; (b) Fissurada..... 18
Figura 8 – Fissura conectando zonas produtoras (Adaptada de NELSON; GUILLOT, 2006)... 19
Figura 9 - Possíveis formas de vazamento na região do poço (BARBOSA, 2012). 20
Figura 10 – Camada de sal sob fluência gerando esforços na coluna de revestimento não cimentada (FALCÃO, 2008)..... 28
Figura 11 – Modelo esquemático de exploração da camada pré-sal. 30
Figura 12 – Efeito da defloculação dos grãos de cimento..... 37
Figura 13 – Fissuração de um material sob tração: (a) Material sem fibra; (b) Material com fibra. 42
Figura 14 – Curva esquemática carga *versus* deflexão do concreto reforçado com fibras de polipropileno (TOLEDO, 1997)..... 43
Figura 15 - Representação esquemática da decoesão progressiva das fibras antes da ruptura por arrancamento da fibra (TOLEDO, 1997). 47
Figura 16 - Processo de arrancamento das fibras (RESENDE, 2003). 49
Figura 17 – Monômero da cadeia molecular do polímero polipropileno..... 51
Figura 18 - Monômero da cadeia molecular do polímero PVA. 52
Figura 19 - Granulômetro a laser Malvern Mastersizer. 53
Figura 20 - Picnômetro a Gás AccuPyc 1330. 54
Figura 21- Equipamento Shimadzu Modelo EDX 800. 54
Figura 22 – MEV HITACHI 3000 acoplado a um computador para a visualização das imagens. 55
Figura 23 – Acessórios: (a) Porta amostras de latão; (b) Base reguladora de altura do porta amostra e adesivo condutor de carbono. 56
Figura 24 - Aspecto da Pasta Confeccionada com Relação a/mc igual a 0,50..... 58
Figura 25 – Ensaio de Compatibilidade: (a) Misturador; (b) Funil de Marsh e sua base; (c) Proveta graduada; (d) Ensaio sendo realizado. 60

Figura 26 - Curvas de Tempo de Escoamento *versus* Teor de Aditivo. 60
Figura 27 – Misturador *Waring Blendor (Model 3070)*: (a) Copo de 4 litros; (b) Copo de 1 litro. 64
Figura 28 – Câmara úmida com umidade relativa próximo a 100% e temperatura de 22°C. 67
Figura 29 – Banhos Térmicos: (a) Banho de rampeamento; (b) Banho de armazenamento. 68
Figura 30 – Rampa de Temperatura do Período de Cura das Amostras. 69
Figura 31 – Ensaio de Massa Específica Aparente: Balança de Lama. 70
Figura 32 - Ensaio de Massa Específica Aparente: (a) Equilíbrio atingido; (b) Bolha do nível centralizada; (c) Leitura nas duas escalas. 71
Figura 33 – Ensaio de Água Livre: (a) Erlenmeyer; (b) Proveta graduada para medição do volume da fase sobrenadante. 73
Figura 34 – Ensaio de Espalhamento: Acessórios Utilizados no Ensaio. 73
Figura 35 – Ensaio de Espalhamento: (a) Inserção da pasta dentro do funil; (b) Pasta de Referência, PREF, com Escoamento Estabilizado. 74
Figura 36 - Contribuição da fase sólida e da fase líquida para a resistência ao 76
Figura 37 - Viscosímetro *Fann*. 77
Figura 38 – Equipamentos: (a) Reômetro acoplado a um computador para a aquisição de dados; (b) Palhetas em cruz (*vane spindle*). 80
Figura 39 – Modelo Esquemático de Funcionamento do Reômetro (Adaptado de *BROOKFIELD*, 2012). 81
Figura 40 – Desenvolvimento da tensão de cisalhamento em função do tempo para diferentes velocidades de rotação, aplicado o método Vane. (Adaptada de JENNINGS, 2001). 82
Figura 41 - Curva típica tensão de cisalhamento *versus* tempo. (Adaptado de BARNES e NGUYEN, 2001). 83
Figura 42 – Ensaio de Estabilidade: (a) Molde; (b) Pasta sendo vertida no molde (BALTHAR, 2010). 86
Figura 43 – Corpo de prova: (a) Inteiro; (b) Cortado em seções de igual tamanho e identificadas. 87
Figura 44 – Ensaio de Estabilidade: (a) Leitura de massa suspensa; (b) Leitura de massa imersa. 88
Figura 45 – Ensaio de Compressão Uniaxial: Prensa mecânica *Shimadzu UH-F 1000 kN*; 89
Figura 46 – Ensaio de Tração na Flexão: (a) Prensa mecânica S*himadzu*, modelo AGX – 100kN; (b) Corpo de prova sendo ensaiado. 91
Figura 47 – Modelo esquemático do corpo de prova prismático e suas dimensões. 93
Figura 48 – Modelo esquemático de uma viga bi-apoiada com dois pontos de aplicação de carga e seu diagrama de momento fletor. 93
Figura 49 - Determinação do Fator de Tenacidade (JSCE-SF4, 1983). 95

Figura 50 - Cimento Portland CPP Classe G. 96
Figura 51 - Distribuição Granulométrica das Partículas de Cimento. 97
Figura 52 – Sílica Ativa. 98
Figura 53 - Distribuição granulométrica das partículas de sílica ativa. 99
Figura 54 - Fibra de Polipropileno. 100
Figura 55 – Fibras de Polipropileno analisadas por MEV: (a) Análise da seção transversal; (b) Análise da seção longitudinal. 101
Figura 56 - Fibra de PVA. 101
Figura 57 - Fibras de PVA analisadas por MEV: (a) Análise da seção transversal; (b) Análise da seção longitudinal. 102
Figura 58 – Superplasificante Hormitec – SP430. 103
Figura 59 – Tanque de armazenamento da água deionizada. 104
Figura 60 - Ensaio de Água Livre: (a) PREF; (b) PVA0,50%. 106
Figura 61 – Ensaio de Água Livre da pasta PP0,50% com o volume de fase sobrenadante resultante. 106
Figura 62 - Ensaio de Água Livre da pasta PP0,75% com o volume de fase sobrenadante resultante. 106
Figura 63 - Ensaio de Água Livre da pasta PVA0,75% com o volume de fase sobrenadante resultante. 107
Figura 64 - Variação do espalhamento com o teor de fibras. 108
Figura 65 – Espalhamento: (a) PREF; (b) PP 0,50%; (c) Pasta PP 0,75%; (d) Pasta PVA 0,50%. 109
Figura 66 – Curva de fluxo da pasta de referência. 110
Figura 67 – Curvas tensão de cisalhamento *versus* tempo para as pastas PREF, PVA0,50% e PVA0,75%. 113
Figura 68 - Curvas tensão de cisalhamento *versus* tempo para as pastas PP0,50% e PP0,75%. 113
Figura 69 - Curvas típicas tensão *versus* deformação da pasta de referência e das pastas reforçadas com fibras de polipropileno. 116
Figura 70 - Curvas típicas tensão *versus* deformação da pasta de referência e das pastas reforçadas com fibras de PVA. 119
Figura 71 – Modos de ruptura da pasta de referência, PREF. 121
Figura 72 - Modos de ruptura da pasta PP0,50%. 122
Figura 73 - Modos de ruptura da pasta PP0,75%. 122
Figura 74 - Modos de ruptura da pasta PVA0,50%. 122
Figura 75 - Curvas carga *versus* deslocamento das pastas reforçadas com fibra de polipropileno. 123

Figura 76 - Curvas carga *versus* deslocamento das pastas reforçadas com fibra de PVA. 125
Figura 77 - Modo de ruptura dos corpos de prova da pasta de referência, PREF. 127
Figura 78 – Modo de ruptura dos corpos de prova da pasta PP0,50%. 127
Figura 79 - Modo de ruptura dos corpos de prova da pasta PP0,75%..... 128
Figura 80 - Modo de ruptura dos corpos de prova da pasta PVA0,50%. 128
Figura 81 - Modo de ruptura dos corpos de prova da pasta PVA0,75%. 129
Figura 82 – Vista lateral da superfície fraturada feita por microscopia óptica: (a) Fibra de polipropileno; (b) Fibra de PVA 131
Figura 83 - Vista frontal da superfície fraturada feita por MEV: (a) Fibra de polipropileno; (b) Fibra de PVA..... 132
Figura 84 – Superfície fraturada da pasta PP0,75%: (a) Vazios deixados pelas fibras arrancadas; (b) Ausência de produtos hidratados na interface fibra-matriz. 132
Figura 85 - Superfície fraturada da pasta PVA0,75%: (a) Vazios deixados pelas fibras arrancadas; (b) Existência de produtos hidratados na interface fibra-matriz. 133
Figura 86 – Fissura circundando a fibra de baixa aderência. 134
Figura 87 – Forma de ruptura das fibras: (a) Fibra de polipropileno; (b) Fibra de PVA. 134
Figura 88 – Curvas tensão *versus* deformação da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05; (f) CP06..... 146
Figura 89 - Curvas tensão *versus* deformação da pasta PP0,50%: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05; (f) CP06. 147
Figura 90 - Curvas tensão *versus* deformação da pasta PP0,75%: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05; (f) CP06. 148
Figura 91 - Curvas tensão *versus* deformação da pasta PP0,75%: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05; (f) CP06. 149
Figura 92 - Curvas tensão *versus* deformação da pasta PP0,75%: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05; (f) CP06. 150
Figura 93 - Curvas carga *versus* deslocamento da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05. 151
Figura 94 - Curvas carga *versus* deslocamento da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05. 152
Figura 95 - Curvas carga *versus* deslocamento da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05. 153
Figura 96 - Curvas carga *versus* deslocamento da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05. 154
Figura 97 - Curvas carga *versus* deslocamento da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05. 155

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição da pasta de referência. 61
Tabela 2 – Composição das pastas fibrosas de polipropileno para as frações volumétricas de 0,50% e 0,75%. 63
Tabela 3 - Composição das pastas fibrosas de PVA para as frações volumétricas de 0,50% e 0,75%. 63
Tabela 4 - Fator da tensão de cisalhamento do viscosímetro para o "BOB" B1 e fator da constante elástica da mola F1. 79
Tabela 5 - Valores de *YMC* e dimensões das palhetas em cruz (Adaptado de *BROOKFIELD*, 2012). 85
Tabela 6 - Composição Química do Cimento CPP Classe G da Holcim. 97
Tabela 7 - Composição Química da Sílica Ativa. 98
Tabela 8 – Propriedades do monofilamento de Polipropileno. 100
Tabela 9 – Propriedades do monofilamento de PVA. 102
Tabela 10 – Massa Específica das Pastas Confeccionadas. 104
Tabela 11 - Resultado de Água Livre das Pastas Produzidas. 105
Tabela 12 - Resultado de Espalhamento das Pastas. 108
Tabela 13 – Viscosímetro: Propriedades Reológicas da Pasta de Referência. 110
Tabela 14 – Reômetro: Limite de Escoamento das Pastas Confeccionadas. 111
Tabela 15 – Estabilidade das Pastas Confeccionadas. 115
Tabela 16 - Valores médios das propriedades mecânicas na compressão uniaxial da pasta de referência e das pastas reforçadas com polipropileno. 117
Tabela 17 - Valores médios das propriedades mecânicas na compressão uniaxial da pasta de referência e das pastas reforçadas com PVA. 119
Tabela 18 - Resultados médios de resistência à tração na flexão das pastas reforçadas com polipropileno. 124
Tabela 19 - Resultados médios de resistência à tração na flexão das pastas reforçadas com PVA. 125
Tabela 20 - Valores médios do índice de tenacidade de acordo com a norma japonesa. 130

CAPÍTULO 1 *INTRODUÇÃO*

1.1. Motivação

A cimentação primária é uma etapa fundamental na perfuração de qualquer poço de petróleo. Após a perfuração de uma fase, é necessário que um revestimento seja instalado ao longo da zona perfurada, garantindo o isolamento da mesma, e, assim, ser possível o prosseguimento da operação de perfuração com maior segurança. No entanto, é necessário que revestimento e formação rochosa sejam fixados um ao outro, garantindo estabilidade estrutural ao poço. Tal fixação é feita pela pasta cimentícia no seu estado endurecido. A pasta, ainda no estado fluido, é bombeada por dentro do revestimento e levada até o espaço anular formado entre o revestimento e a formação, onde sofrerá a pega e endurecerá. Além disso, a pasta no seu estado endurecido também funciona como um material isolante de zonas permeáveis atravessadas pelo poço, diminuindo o risco de migração de fluidos pelo anular formado entre revestimento e formação. No entanto, para garantia de sucesso, é necessário que a cimentação seja bem feita, evitando zonas de preenchimento incompleto do espaço anular, como mostrado na Figura 1, e também, é necessário que as pastas sejam dosadas e confeccionadas atendendo as condições impostas pelo poço em cada região, garantindo a sua bombealidade no estado fresco e integridade no estado endurecido por mais tempo. A integridade da bainha de cimento está relacionada à durabilidade da mesma, que é definida como a capacidade da estrutura de se manter íntegra até um nível que não comprometa o propósito para o qual a mesma foi desenvolvida. Com isso, busca-se reduzir custos extras na operação devido a atividades de reparo. Além disso, a integridade da estrutura da bainha de cimento influencia diretamente na produtividade e segurança do poço, tornando-se ainda mais importante frente à descoberta de ambientes potenciais à existência de óleo cada vez mais adversos.

Com a descoberta do pré-sal, a indústria petrolífera se deparou com um cenário bastante desafiador no que diz respeito à exploração e produção dessa nova região. Devido às condições adversas encontradas, como elevadas temperatura e profundidade, zonas super pressurizadas e o comportamento das zonas salinas, viu-se a necessidade da elaboração de procedimentos e materiais que conseguissem atender as condições

impostas por esses ambientes sem prejudicar as operações, tornando a exploração e produção atividades economicamente viáveis. Em função disso, observa-se um crescimento de investimentos em pesquisa no estudo de materiais que, junto ao cimento, podem gerar pastas mais eficientes, abrangentes e viáveis economicamente.

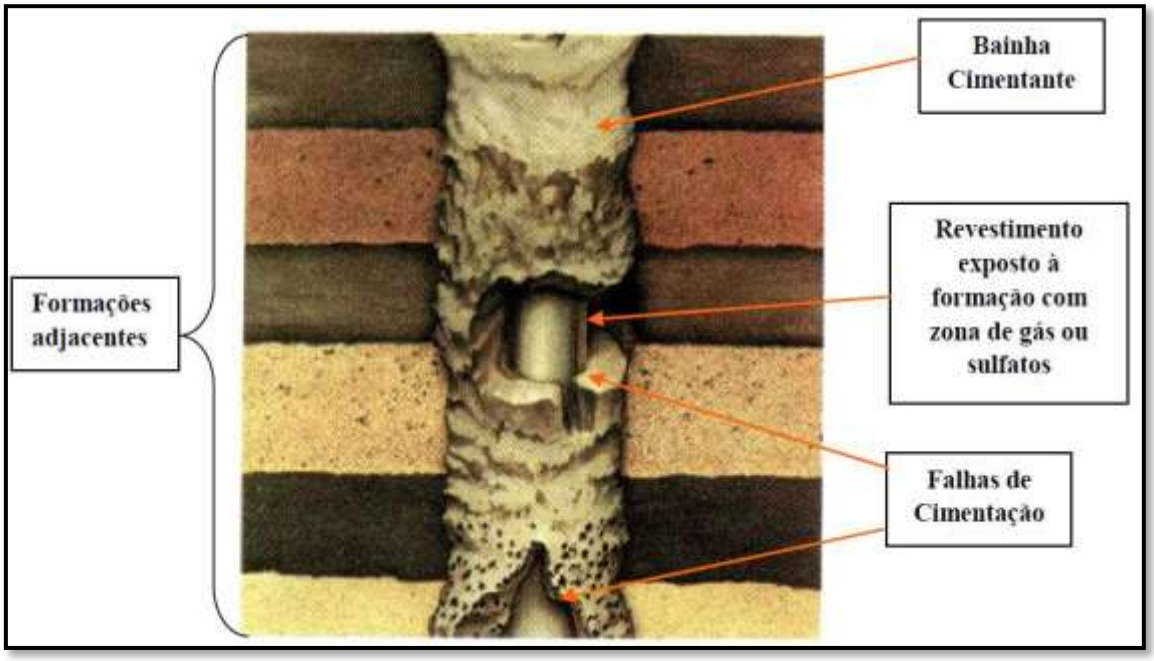


Figura 1 – Esquema de poço com falha de cimentação (BARBOSA, 2012).

A perfuração de zonas salinas, por exemplo, apresenta condições que requerem, em geral, o uso de pastas de cimentação com elevada capacidade de deformação. Matrizes cimentícias apresentam ruptura frágil e baixa capacidade de deformação. Somado à isso, matrizes cimentícias possuem resistência à tração bem inferior à resistência à compressão cuja relação está, geralmente, em torno de 0,07 e 0,11 (MEHTA e MONTEIRO, 2008). Este comportamento está associado às fissuras que se formam ou já estão presentes na matriz cimentícia. Essas fissuras prejudicam muito mais o material quando o mesmo é submetido a esforços de tração, devido à sua baixa resistência a esse tipo de solicitação e devido à direção de propagação das fissuras. Estudos mostram que uma forma de obter melhorias na capacidade de deformação e consequentemente na tenacidade das matrizes cimentícias é através da inserção de fibras nas mesmas, gerando compósitos. As fibras proporcionam maior controle de fissuração e evitam a ruptura frágil do material, a depender das tensões e deformações impostas.

1.2. Objetivo

O objetivo geral desta pesquisa foi desenvolver pastas cimentícias de alto desempenho, ou seja, pastas que, além de possuírem uma maior resistência à compressão, também possuam características de durabilidade. Uma das formas de aumentar a durabilidade de um material é diminuir a porosidade e a permeabilidade do mesmo. No entanto, o material continuará apresentando ruptura frágil e baixa capacidade de deformação, sendo que a melhoria desses comportamentos proporciona maior durabilidade ao material. Com base nisso, uma pasta de referência de baixa porosidade e permeabilidade foi produzida para, posteriormente, receber a inclusão de fibras sintéticas de polipropileno (PP) e polinivil álcool (PVA), gerando pastas fibrosas de alto desempenho. As fibras aumentam a durabilidade do material, pois tornam a ruptura mais dúctil e aumentam a capacidade de deformação do mesmo, principalmente quando o material é submetido a esforços de tração.

Os objetivos específicos da pesquisa estão listados abaixo.

- Confecção de uma pasta de referência de alto desempenho contendo água, cimento Portland, sílica ativa e superplastificante.

- Avaliação das propriedades físicas e mecânicas da pasta de referência.

- Confecção da pasta de referência reforçada com fibras de polipropileno e PVA nas frações volumétricas de 0.5% e 0.75%.

- Avaliação das propriedades físicas e mecânicas das pastas fibrosas.

- Comparação e avaliação dos resultados das pastas fibrosas com a pasta de referência e entre pastas reforçadas com diferente teores, porém com o mesmo tipo de fibra.

1.3. Estruturação do Trabalho

O trabalho está organizado em seis capítulos. O capítulo 1 é a presente introdução, que engloba as motivações para o estudo e desenvolvimento do tema, os objetivos traçados a serem cumpridos ao longo da pesquisa e a estruturação do trabalho.

O capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica sobre cimentação de poços de petróleo e operações de cimentação de elevada complexidade, envolvendo cimentação em zonas salinas, zonas de elevada temperatura e pressão.

O capítulo 3 traz uma revisão bibliográfica sobre os materiais que atuam como materiais modificadores das propriedades de matrizes cimentícias, com maior enfoque para os materiais utilizados na confecção das pastas cimentícias do presente trabalho.

O capítulo 4 apresenta os métodos empregados para a caracterização dos materiais utilizados, bem como o procedimento de dosagem, preparo e cura das pastas. Além disso, também é apresentado as metodologias adotadas no programa experimental para a caracterização das pastas no seu estado fresco e no seu estado endurecido.

Os resultados obtidos no programa experimental são apresentados no capítulo 5, bem como as discussões pertinentes.

No capítulo 6 encontram-se as considerações e conclusões do trabalho.

CAPÍTULO 2 *CIMENTAÇÃO DE POÇOS DE PETRÓLEO*

2.1. Introdução

A perfuração de um poço de petróleo se dá em diversas fases. O diâmetro de cada fase é caracterizada pelo diâmetro da broca utilizada para a sua perfuração. Como se sabe, a perfuração não é realizada apenas pela rotação e trituração provocada pelos dentes da broca. Usa-se também um fluido, denominado fluido de perfuração ou lama de perfuração. Dentre outras funções, o fluido de perfuração deve fornecer pressão hidrostática suficiente ao interior do poço para manter a estabilidade mecânica do mesmo e manter as pressões oriundas da formação sob controle, resultando em um poço seguro e estável.

A extensão do trecho a ser perfurado em cada fase depende do projeto de poço, mais especificamente do cálculo da trajetória do poço e da determinação das geopressões. O estudo de geopressões consiste no cálculo das pressões e tensões existentes no subsolo, e daquelas que são impostas às formações, que podem inclusive levar à falha da rocha, sendo elas: pressão de sobrecarga, pressão de poros, pressão de colapso e pressão de fratura. As três últimas determinam a janela operacional do poço (Figura 2), que representa o intervalo permitido para a variação da pressão exercida pelo fluido de perfuração de forma a manter a integridade do poço. Como essa pressão é função da massa específica do fluido de perfuração, a janela operacional define os limites máximo e mínimo da massa específica do fluido a ser utilizado na perfuração.

Na janela operacional, o limite inferior, estabelecido pelo maior valor entre as curvas de pressão de poros e pressão de colapso inferior da formação, determina o menor peso de fluido possível que pode ser utilizado dentro do poço. Caso o peso de fluido apresente um valor menor que esse mínimo permitido, ocorrerá a migração de fluidos presentes na formação para o interior do poço, originando um *kick*[1]. Já o limite superior, estabelecido pela curva de pressão de fratura superior, determina o peso de fluido máximo que pode ser usado ao longo da perfuração.

[1] Influxo que ocorre da formação para dentro do poço.

Caso esse limite máximo seja ultrapassado, a pressão exercida pelo fluido de perfuração vai fraturar a formação, ocasionando perda de circulação no poço e consequente redução do nível de fluido dentro do poço, reduzindo a pressão hidrostática. Nesse caso, a existência de formações permeáveis aumentam as chances de ocorrências de um *kick*.

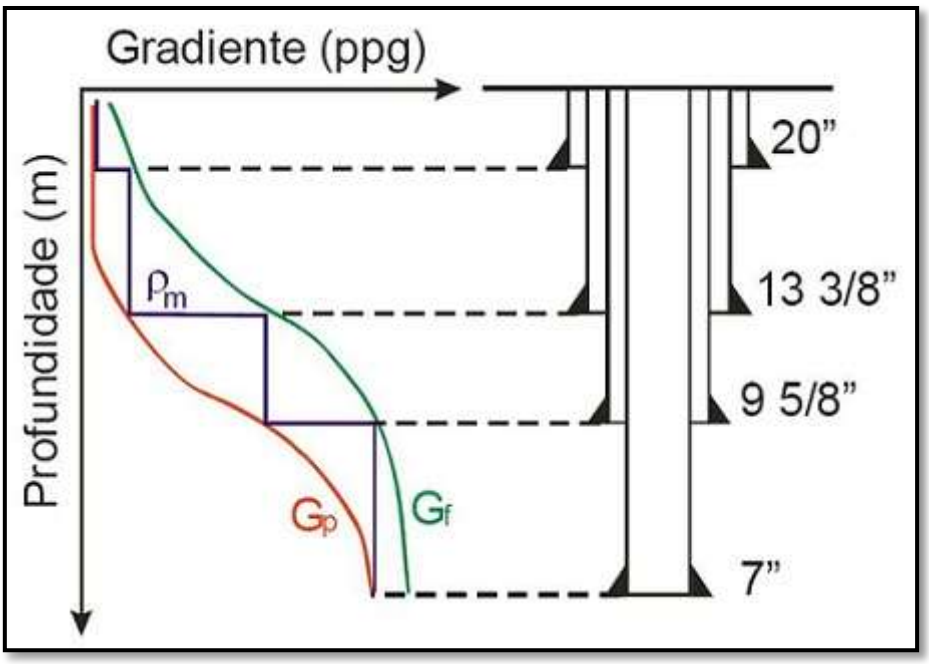


Figura 2 - Esquema ilustrativo de uma Janela Operacional (GTEP, 2013).

Cada trecho vertical em azul mostrado na Figura 2 representa uma fase perfurada, a definição da profundidade dos revestimentos e do assentamento de sapatas e o diâmetro do respectivo revestimento. Quando a perfuração atinge uma profundidade na qual o peso de fluido (ρ_m) não é mais suficiente para conter a pressão de poros, definida na Figura 2 como gradiente de poros (Gp), ou pressão de colapso inferior da formação, ela é cessada e a coluna de perfuração é retirada do poço, finalizando a etapa de perfuração da fase em questão. Na perfuração da próxima fase aditivos serão incorporados ao fluido de perfuração para que o mesmo tenha sua massa específica aumentada até um valor que não exceda o gradiente de fratura (Gf) da formação daquele ponto em diante. No entanto, o prosseguimento da perfuração com esse fluido mais pesado pode comprometer a formação do trecho já perfurado, já que o peso do fluido pode gerar uma pressão maior que o gradiente de fratura das camadas de rocha mais

superficiais circundantes ao poço nesse trecho. Para que tal problema não ocorra, após a retirada da coluna de perfuração uma coluna de revestimento de aço, de diâmetro inferior ao da broca, é descida no poço, isolando a região perfurada e formando um espaço anular entre ela e as paredes do poço. Geralmente, o espaço anular é preenchido com uma pasta cimentícia, de modo a fixar a tubulação e isolar as rochas atravessadas pelo poço, principalmente se forem zonas permeáveis. Nesse caso, o isolamento evitará que ocorra migração de fluidos por detrás do revestimento. Com isso, é possível o avanço da perfuração com segurança e sem causar danos à formação.

Após a operação de cimentação, a coluna de perfuração é novamente descida no poço, tendo na sua extremidade uma nova broca de diâmetro menor do que o do revestimento para prosseguimento da perfuração. Tal procedimento é repetido até que o alvo, o reservatório, seja atingido. Com isso, percebe-se que um poço é perfurado em diversas fases, caracterizadas por diferentes diâmetros de brocas, que definem o diâmetro dos revestimentos usados, como pode ser visto na Figura 3.

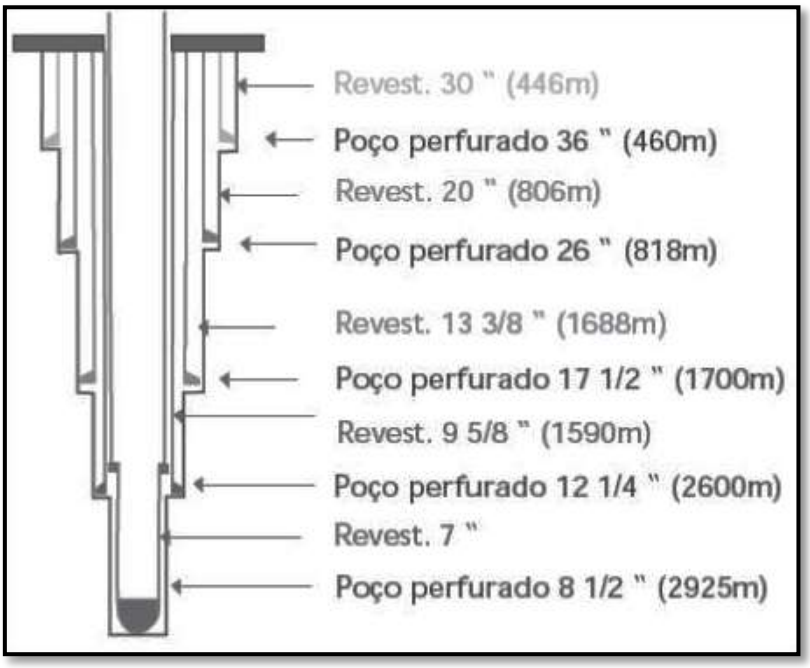


Figura 3 – Modelo Esquemático de Fases (Poço Perfurado) e Revestimentos de um Poço.

Dentro de um Projeto de Poço, os revestimentos possuem uma nomenclatura de acordo com a função que exercem. De acordo com WEATHERFORD (1986) e ROCHA e AZEVEDO (2008), os revestimentos são classificados em:

Revestimento Condutor: é o menor, em termos de extensão, e o primeiro revestimento a ser assentado. Tem a função de evitar que as zonas rasas da formação sejam contaminadas pelo fluido de perfuração e ajuda a prevenir a lixiviação desses sedimentos, que, por serem mais superficiais, são menos consolidados. Além disso, ele é projetado para dar suporte estrutural aos demais revestimentos e colunas de trabalho, que serão descidos no poço futuramente, ao BOP e à cabeça de poço, quando o suporte dado pelo solo é inadequado.

Revestimento de Superfície: descido após o revestimento condutor, além de manter a integridade do poço, contendo os sedimentos inconsolidados, o revestimento de superfície serve para proteger os aquíferos de contaminações pelo fluido de perfuração, salmouras, óleo ou gás. Além disso, assim como o revestimento condutor, também serve para dar suporte estrutural. Esse revestimento é cimentado em toda a sua extensão.

Revestimento Intermediário: serve para isolar zonas de formação fraca, que seriam fraturadas pelo alto peso de lama usado na perfuração de regiões mais profundas, ou zonas de alta pressão, permitindo que um peso de fluido mais leve seja usado para a perfuração de zonas mais profundas. Esse revestimento também é usado para isolar o poço de zonas de água corrosiva. A perfuração de poços profundos geralmente faz uso de mais de um revestimento intermediário.

Revestimento de Produção: é o último revestimento a ser descido no poço. Além de dar suporte estrutural ao poço, devendo possuir alta resistência a esforços, esse revestimento tem a principal função de confinar a produção dentro do poço, isolar reservatórios com fluidos ou pressões diferentes e isolar zonas de água da zona produtora. No entanto, para que esse isolamento seja eficiente uma boa qualidade na cimentação é necessária. Via de regra, toda a coluna de revestimento de produção é cimentada.

***Liner*:** é uma coluna de revestimento que não chega até a superfície, ficando suspensa no último revestimento descido. No entanto, posteriormente, pode ser

prolongado até a superfície. Com baixo custo, tem a finalidade de contornar limitações da cabeça do poço e evitar uma coluna de perfuração muito fina para a fase seguinte, o que comprometeria a produção. Pode ser intermediário ou de produção

Conforme a coluna de perfuração vai sendo retirada, o fluido de perfuração continua sendo bombeado e circulado dentro do poço com o objetivo de condicioná-lo, removendo os cascalhos remanescentes. Após a total retirada da coluna de perfuração, ocorre mais uma circulação e o fluido de perfuração passa a ocupar o interior do poço apenas estaticamente para manter a pressão hidrostática. Após a descida do revestimento e seu posicionamento final, o fluido de perfuração volta a movimentar-se e mais uma vez e o poço é circulado. Essa circulação deve ser feita antes do início da cimentação para que os cascalhos desprendidos da formação com a descida do revestimento e depositados no fundo do poço sejam totalmente removidos. Tal remoção é necessária, pois, caso não ocorra, os cascalhos remanescentes irão ser incorporados à pasta de cimento, alterando a composição e as propriedades, bem como a eficácia na aderência da mesma.

Após a descida de cada revestimento, ocorre a instalação da cabeça de cimentação, um equipamento que possui dois *plugs* de borracha, um de topo e outro de fundo, e um conjunto de válvulas de controle para a injeção de fluidos.

Com o poço devidamente limpo e condicionado, a válvula de injeção do fluido de perfuração, localizada abaixo dos *plugs*, é fechada e outra válvula, localizada entre os dois *plugs* é aberta. Como fluido de perfuração e pastas cimentícias são geralmente incompatíveis entre si, primeiro é injetado um fluido espaçador que possui uma forte característica de imiscibilidade, evitando posterior contaminação da pasta pelo fluido de perfuração e vice-versa (Figura 4). Fluidos espaçadores são simples soluções de água e detergente, e possuem comportamento Newtoniano.

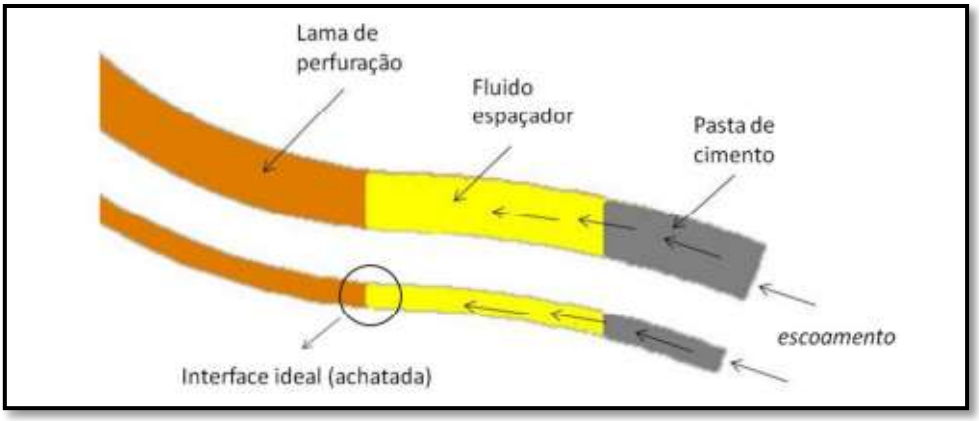


Figura 4 - Distribuição e interface dos fluidos no poço (FONSECA).

Após o fluido espaçador, água, materiais cimentícios e aditivos são injetados em uma proporção tal que originem a pasta cimentícia desejada. O volume de pasta a ser injetado é calculado com base no volume do anular a ser cimentado. Com a injeção da pasta, o *plug* de fundo começa a ser deslocado para baixo. Após toda a pasta ter sido injetada, a válvula correspondente é fechada e uma válvula, localizada acima do *plug* de topo, é aberta, permitindo a injeção do fluido de perfuração para dentro do poço. Esse novo fluido desloca o conjunto *plug* de topo, pasta de cimento e *plug* de fundo em direção ao fundo do poço. Quando o topo do colar flutuante é atingido pelo *plug* de fundo, ocorre um diferencial de pressão na pressão de bombeio, que é percebido pelos operadores, servindo de indicativo para que a pressão de bombeio seja aumentada. Esse aumento de pressão é necessário para que a membrana do *plug* de fundo seja rompida, permitindo a liberação da pasta e o seu deslocamento até o espaço anular formado entre o tubo de revestimento e a formação. O fluido de perfuração continua sendo bombeado no interior do poço até que o *plug* de topo atinja o *plug* de fundo, causando um segundo diferencial de pressão, que representa o fim da etapa de cimentação, com o devido posicionamento da pasta no trecho do anular desejado.

A sequência de operação descrita no parágrafo anterior é mostrada na Figura 5. A figura esquematiza a operação para poços onshore. No entanto, a única diferença em relação a poços offshore é que a pasta ao invés de sair da cabeça de cimentação e ir direto para dentro do poço, ela é bombeada pelo interior do *riser* para chegar no poço.

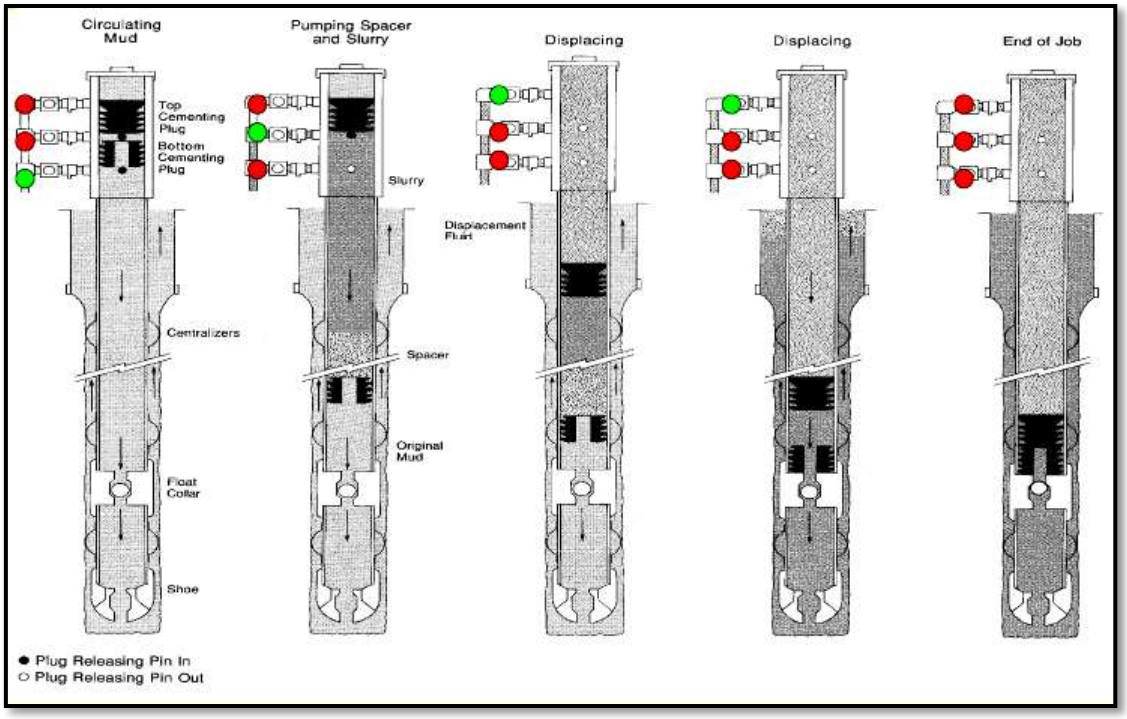
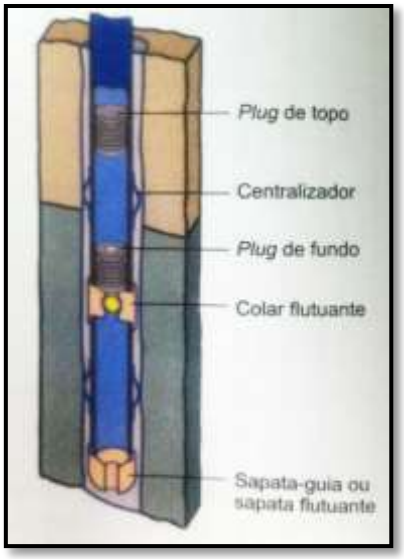
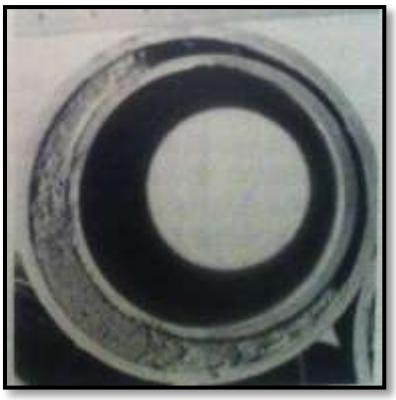


Figura 5 – Sequência de Operação da Cimentação Pimária (Adaptada de FALCÃO, 2013).

No final da cimentação, as bombas são desligadas para que ocorra a pega da pasta. Com isso, pelo princípio de tubo em U, a pasta presente no anular, por ter uma densidade maior que a densidade do fluido de perfuração contido no interior do poço, tenderia a voltar para dentro no poço. No entanto, isso não ocorre, pois o colar flutuante e a sapata instalados no final de cada revestimento são equipamentos que impedem o fluxo do anular para dentro do poço, confinando a pasta de cimento no final da coluna de revestimento e no espaço anular.

Os equipamentos localizados no interior da base do revestimento, *plugs*, colar flutuante e sapata (Figura 6a), também serão cimentados. No entanto, são equipamentos perfuráveis, sendo triturados pela broca utilizada na perfuração da fase seguinte. A coluna de revestimento também possui centralizadores que são acoplados externamente ao revestimento em alguns pontos. O uso desse equipamento é essencial para garantir a centralização do revestimento, conferindo maior uniformidade do diâmetro do espaço anular, evitando situações como a mostrada na Figura 6b.





(a) (b)

Figura 6 – (a) Equipamentos utilizados na cimentação e suas disposições ao longo do poço. (FALCÃO, 2008); (b) Anular mal cimentado devido à descentralização do revestimento. (NELSON; GUILLOT, 2006).

Após seu endurecimento, a pasta deve ficar fortemente aderida à superfície externa do revestimento e à parede do poço, nos intervalos previamente definidos. Além de suportar o peso do revestimento, a pasta cimentícia possui diferentes objetivos a depender do tipo de revestimento.

No revestimento condutor, a pasta tem a função de impedir a circulação de fluidos de perfuração e a possível corrosão do tubo. No de superfície tem a função de proteger horizontes superficiais da água e suportar equipamentos e colunas a serem descidos posteriormente. No intermediário, isolar e/ou proteger formações instáveis geomecanicamente, portadoras de fluidos corrosivos, com pressão anormal e/ou perda de circulação. Já no revestimento de produção, o objetivo da pasta cimentícia é promover a vedação hidráulica eficiente e permanente entre os diversos intervalos produtores, impedindo a migração de fluidos.

Com base no descrito acima, pode-se concluir que operação de cimentação primária, principalmente, é de suma importância para a vida útil do poço. Uma prática inadequada de cimentação pode levar ao aparecimento de falhas e a utilização de uma pasta inadequada ao meio pode levar ao surgimento de fissuras e/ou microanulares. Em

ambos os casos, a bainha de cimento perde a sua principal função, a de vedação hidráulica do poço. A perda dessa característica pode levar desde a queda de produção do fluido desejado, em detrimento da produção fluidos indesejáveis, como água e gás, até a perda total do poço, quando o mesmo atinge uma produção inviável economicamente e/ou passa a representar risco de segurança humana e ambiental. A migração de gases pelo espaço anular mal cimentado, ou por dentro da própria bainha de cimento fissurada, representa um caso em que a segurança do poço é prejudicada pela existência de falhas na cimentação. Em alguns casos, o gás pode atingir rapidamente a superfície, impedindo muitas vezes que operações de controle e reparos sejam executadas a tempo.

De um modo geral, uma pasta para a cimentação de um poço de petróleo deve apresentar as seguintes características:

- No estado fluido, a pasta deve apresentar boa trabalhabilidade, garantindo uma maior eficiência no seu deslocamento pelo espaço anular e deve apresentar massa específica compatível com os gradientes de poros e fratura da formação, garantindo estabilidade mecânica ao poço.
- No estado endurecido, a pasta, agora denominada por bainha de cimento, deve apresentar baixa permeabilidade para evitar que agentes agressivos da formação rochosa e do próprio petróleo e/ou gás natural migrem por dentro da bainha e atinjam a tubulação de revestimento, provocando sua corrosão. A baixa permeabilidade também ajuda a garantir o isolamento de zonas produtoras de óleo, gás e/ou água. De acordo com NELSON e GUILOT (2006), a permeabilidade da bainha de cimento à água não deve ser maior que 0,1 mD. Além disso, a bainha também deve ser capaz de suportar o peso da coluna de revestimento.

Para o novo conceito de pasta de cimento, espera-se que a mesma, além de possuir as características descritas acima, apresente o máximo de durabilidade possível quando no seu estado endurecido. A durabilidade se dará pelo aumento da tenacidade, garantindo a característica descrita abaixo:

- Comportamento elasto-plástico superior ao de uma pasta cimentícia convencional para acompanhar as dilatações e contrações dos tubos de revestimento e as tensões impostas pela formação rochosa.

2.2. Tipos de Cimentação

2.2.1. Cimentação Primária

Denomina-se cimentação primária a cimentação principal de cada coluna de revestimento, realizada logo após sua descida ao poço. Seu objetivo básico é colocar uma pasta de cimento não contaminada em determinada posição no espaço anular formado entre o poço e a coluna de revestimento, de modo a se obter fixação e vedação eficiente e permanente deste anular.

A cimentação primária deve levar em consideração alguns parâmetros de operação do poço: BHCT (temperatura de circulação no fundo do poço), BHST (temperatura estática no fundo do poço), gradiente geotérmico, vazão de operação, gradiente de fratura, etc. A qualidade da cimentação primária geralmente é avaliada através de perfis acústicos corridos por dentro do revestimento, após a pega do cimento.

Segundo BEZERRA (2006), na cimentação de poços é comum a ocorrência de falhas, tanto na forma de fissuras como devido a presença de vazios na pasta, que implicam na necessidade de processos de recimentação dessas regiões. No entanto, esses procedimentos de correção complicam a operação no geral e encarecem a exploração do petróleo, sendo encarados pela indústria petrolífera como práticas indesejáveis. Para diminuir as falhas na cimentação e consequente necessidade de reparos, a indústria vem investindo cada vez mais em pesquisa para a formulação de pastas mais propícias para cada tipo de obstáculo encontrado no meio, garantindo pastas mais eficazes e com menores problemas de durabilidade.

2.2.2. Cimentação Secundária

São assim denominadas as demais operações de cimentação realizadas no poço, excetuando-se a cimentação primária.

- **Tampões de Cimento:** Consistem no bombeamento para o poço de determinado volume de pasta, com o objetivo de tamponar um trecho interno do poço. São

usados nos casos de perda de circulação, abandono definitivo ou temporário do poço e como base para desvios do poço.

- **Recimentação:** É a correção da cimentação primária, quando o cimento não alcança a altura desejada no anular ou ocorre canalização severa. O revestimento é canhoneado em dois pontos. A recimentação só é feita quando se consegue circulação pelo anular, através destes canhoneados. Para possibilitar a circulação com retorno, a pasta é bombeada através da coluna para permitir a pressurização necessária para a movimentação da pasta pelo anular.

- **Compressão de Cimento ou Squeeze:** Consiste na injeção forçada de pequeno volume de cimento sob pressão, visando corrigir localmente a cimentação primária, sanar vazamentos no revestimento ou impedir a produção de zonas que passaram a produzir quantidade excessiva de água ou gás. Exceto em vazamentos, o revestimento é canhoneado antes da compressão propriamente dita.

2.3. Fatores que Afetam a Cimentação

Diversos fatores podem afetar a qualidade da cimentação, comprometendo o cumprimento e eficiência das suas funções básicas e, consequentemente, gerando condições não seguras de trabalho, riscos à saúde e ao meio ambiente, operações de remediação, produção antecipada de água, perda de reservas e, na pior das hipóteses, perda total do poço. Portanto, é necessário que alguns cuidados sejam tomados durante o projeto e execução da cimentação para que esses efeitos indesejados sejam minimizados. Abaixo seguem alguns fatores e suas consequências:

- **Densidade da Pasta:** Pastas com densidade inapropriada ao meio promovem um desbalanceamento hidrostático, favorecendo a migração de fluidos da formação para o seu interior. A incorporação desses fluidos na pasta pode provocar alteração nas propriedades da mesma, culminando em um selamento não efetivo do espaço anular formado entre o revestimento e a formação.

- **Fluido de Perfuração e Reboco:** Antes da etapa de cimentação de cada fase de um poço é necessário que seja feito um procedimento de circulação para a remoção adequada do reboco remanescente no fundo do poço e do fluido de perfuração. Quando não são removidos adequadamente, podem prejudicar a aderência da pasta cimentícia à formação;
- **Aderência da Pasta:** Uma deficiente interação pasta/revestimento ou pasta/formação pode causar uma aderência ineficiente resultando em falha no isolamento, com formação de microanulares;
- **Geleificação:** Uma geleificação prematura da pasta pode causar perda do controle da pressão hidrostática;
- **Perda de Filtrado:** Quando excessiva permite a entrada de gás na coluna de pasta cimentícia;
- **Permeabilidade da Pasta:** Pastas muito permeáveis possuem baixo isolamento hidráulico, baixa resistência ao fluxo de gás e baixa resistência à esforços de compressão;
- **Elevadas Tensões e Retração:** Quando essas tensões ultrapassam a resistência à compressão ou a resistência à tração da bainha de cimento, a mesma pode fissurar. A retração pode causar fissuração e a formação de microanulares, favorecendo a migração de gás.

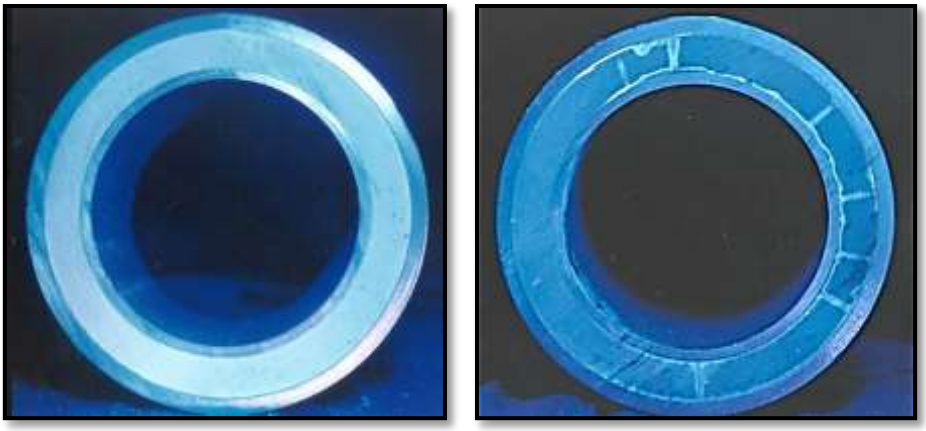
2.3.1. Fissuração da Bainha de Cimento

Como a fissuração da bainha de cimento é a principal motivação do presente trabalho, julgou-se necessária uma abordagem mais detalhada sobre esse assunto. O aparecimento de fissuras é esperado na bainha cimentante de poços sujeitos a substanciais variações de temperatura e/ou pressão, como por exemplo, poços HPHT, poços em águas profundas, poços sujeitos à injeção de vapor e poços que atravessem formações salinas. Tais cenários e a forma como interferem na cimentação serão abordados mais adiante. Um dos principais problemas relativos à fissuração da bainha de cimento é a perda da sua capacidade de isolamento hidráulico, fornecendo condições favoráveis para ocorrência de *kicks* e para a queda de produtividade. A Figura 7 mostra uma bainha de cimento íntegra e uma bainha de cimento fissurada.

Em geral, a fissuração da bainha pode ocorrer por dois motivos:

- **Elevadas Tensões:** Durante a vida do poço, a bainha de cimento pode falhar, surgindo fissuras, devido a tensões de compressão ou tração. Essas tensões são podem ser resultado de mudanças na temperatura e na pressão no poço ao longo da produção, operações de canhoneio e faturamento hidráulico. Outra condição de elevada tensão se deve ao aumento de pressão do fluido existente no interior da bainha de cimento devido à sua expansão térmica, quando a mesma é submetida a altas temperaturas. Eventos tectônicos, fluência ou movimentação da formação também são cenários que podem gerar elevadas tensões na bainha de cimento. A ocorrência de fraturas na bainha de cimento sofre influência da resistência relativa da formação geológica em contato com o cimento. Formações geológicas mais rígidas, com módulo de Young mais alto, irão confinar a bainha de cimento e evitar a ocorrência de fraturas, enquanto formações menos rígidas, com módulo de Young mais baixo, irão ceder aos esforços, causando tensões na bainha que podem levar à ruptura (NELSON; GUILLOT, 2006).

- **Retração Autógena:** quando a pasta cimentícia atinge seu patamar de percolação, a mesma deixa de se comportar como um fluido e um esqueleto sólido é formado pelos produtos provenientes da reação de hidratação do cimento. Como na reação de hidratação o volume molar dos produtos (hidratos) é menor que o volume molar dos reagentes (cimento anidro e água), após o patamar de percolação ter sido atingido, essa diferença de volume contribuirá para a formação de vazios no esqueleto sólido da pasta. Os vazios surgem devido à saída de água dos poros para reagir com o cimento anidro. Ao sair do poro, a água cria uma força de reação no mesmo que faz com que o poro se retraia. Esse processo de retração é denominado retração autógena e pode gerar fissuras ou provocar o descolamento da bainha de cimento, formando microanulares entre a pasta curada e a parede do poço.



(a) (b)

Figura 7 – Bainha de cimento: (a) Íntegra; (b) Fissurada.

O aparecimento de fissuras está diretamente ligado com a queda de durabilidade do material. No entanto, em alguns casos, mesmo a bainha de cimento sendo um meio altamente reativo, o aparecimento de pequenas fissuras isoladas ao longo da matriz, pode não representar uma queda de durabilidade considerável do material, a depender do meio. Porém, caso o material esteja sujeito a um meio que contenha substâncias agressivas ao cimento, pequenas fissuras isoladas já são o suficiente para a entrada dessas substâncias no corpo cimentício, ocasionando degradações localizadas que podem comprometer o desempenho do material. Esse último cenário é o mais comum em poços de petróleo. Em geral, poços de petróleo percorrem grandes profundidades, passam por diversas camadas de sedimentos, que podem possuir substâncias danosas aos materiais cimentícios, como cloretos, gás carbônico, sódio, entre outras.

Uma situação que compromete ainda mais a durabilidade do material é quando surgem pequenas fissuras isoladas num primeiro momento, mas que ao longo do tempo apresentam um elevado grau de abertura e, mesmo com o alívio de tensões, tendem a abrir cada vez mais e a se propagar pela matriz, se conectando umas com as outras e formando fissuras maiores em extensão. Nesse caso, além de uma maior entrada de substâncias no interior da bainha de cimento, devido ao maior grau de abertura das fissuras, observa-se um cenário de aumento de permeabilidade do material, com a interconexão das fissuras. As fissuras interconectadas geram caminhos de fluxos, fazendo com que a degradação do material deixe de ser isolada e passe a ser generalizada por todo o trecho permeável. Além disso, dependendo do tamanho da fissura final formada e de onde ela comece e termine, a mesma pode conectar regiões

favorecendo a migração de fluidos entre as regiões e fazendo com que a bainha de cimento perca uma de suas características primordiais, a de vedação hidráulica, podendo promover a conexão entre zonas permeáveis. A Figura 8, mostra um exemplo de interconexão entre uma zona produtora de óleo e uma zona portadora de água através de caminhos permeáveis criados pela fissuração elevada da bainha de cimento. Nesse caso, a fissuração ocorreu devido à tensão gerada pela operação de canhoneio e contribui para a queda na produção de óleo, já que a água também será produzida, escoando para dentro do poço através da fissura. Outro problema gerado pela conexão dessas duas zonas é a contaminação da zona de água por óleo, resultando em um dano ecológico.

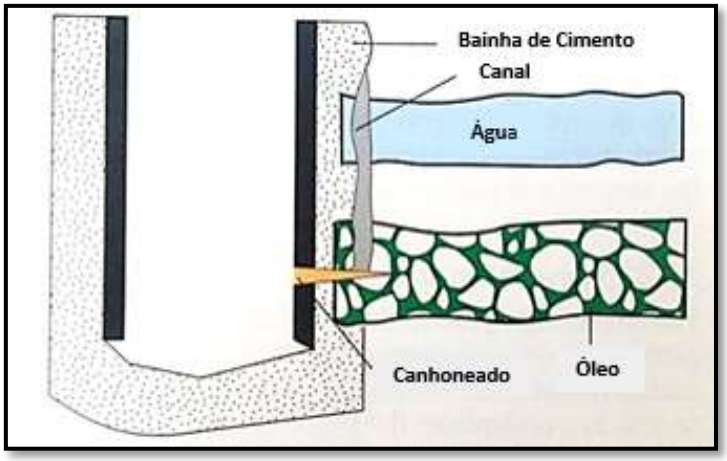


Figura 8 – Fissura conectando zonas produtoras (Adaptada de NELSON; GUILLOT, 2006).

Em geral, devido à sua baixa viscosidade, gases percolam mais facilmente que os demais fluidos. De acordo com ROCHA (2010), em uma fase mais avançada de hidratação (endurecimento), o cimento se torna mais impermeável e migração de gás só poderá ocorrer por meio de canais interfaciais ou fraturas no cimento. A ocorrência de migração de gás após a cimentação de poços pode levar desde consequências brandas, como a ocorrência de uma pressão residual na cabeça do poço, até mais severas, como a erupção do poço (*blowout*). De fato, o maior risco se dá quando a migração de gás ocorre por trás do revestimento condutor ou do revestimento de superfície porque, devido à pouca profundidade, o gás pode atingir a superfície dentro de poucas horas. Intervenções para interromper o fluxo de gás pelo anular são difíceis de serem

implantadas, por isso evitar que a migração de gás ocorra é a melhor maneira de promover segurança e proteger o ambiente.

A Figura 9 exemplifica outros casos de formação de caminhos de fluxo passíveis de ocorrerem devido a falhas na cimentação.

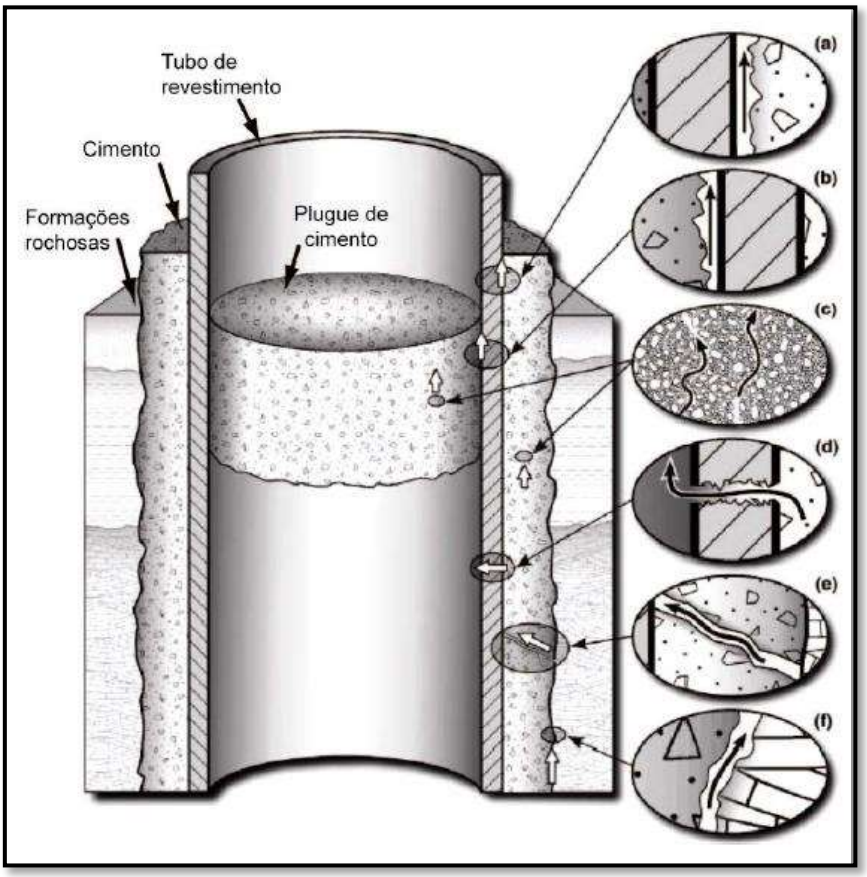


Figura 9 - Possíveis formas de vazamento na região do poço (BARBOSA, 2012).

A Figura 9c representa caminhos formados por falhas no tampão de cimento. Se esses caminhos irem do fundo ao topo do tampão de cimento, o tampão perderá sua característica tamponamento e conectará fluidos de uma região abandonada com os fluidos produzidos pelo poço. A Figura 9e representa uma fissuração de ponta a ponta da bainha de cimento, permitindo a migração de fluidos para o interior e através da bainha de cimento. Para que ocorra a situação mostrada na Figura 9d, além do revestimento danificado, é necessário que a bainha de cimento apresente problemas na sua integridade, como mostrado pela Figura 9e. O fluido atravessaria a bainha de cimento e entraria no interior do poço através da fissura criada no revestimento. As

Figuras 9a, 9b e 9f mostram caminhos de migração, também conhecidos como microanulares. Na figura 9a, ele é devido à má aderência da bainha de cimento ao revestimento. Na figura 9b, a formação do microanular se deve a má aderência do tampão de cimento com a região interna do revestimento. Já a figura 9f representa a má aderência entre a bainha de cimento e a formação rochosa.

2.4. Condições que Requerem Pastas Cimentícias mais Eficazes

Para que operações de cimentação corretivas não se façam necessárias, projetar um sistema de pastas adequado às condições de cada poço é uma etapa de relevante importância.

Características como alta temperatura, alta pressão, grandes profundidades e formações salinas requerem um maior cuidado na elaboração de pastas para a cimentação, devido às condições adversas impostas por esses meios. O ideal é que a mistura permaneça fluida dentro das condições de serviço durante as várias horas necessárias ao seu bombeamento até a posição desejada e, então, endureça rapidamente e mantenha sua integridade.

2.4.1. Poços com Injeção Cíclica de Vapor

No caso dos poços mais antigos, onde a vazão de produção de óleo sofre uma natural diminuição, devido à queda de pressão com o tempo, é necessário que se realize um processo denominado de recuperação secundária. Este processo consiste na em escolher um ou mais poços, dentre um conjunto de poços pertencentes a uma mesma área, e sacrificá-lo em termos de produção. O poço sacrificado deixa de produzir temporariamente e torna-se injetor, promovendo a estimulação da produção. Essa estimulação pode ser feita de várias formas e vai depender do que se almeja de cada poço.

Os métodos térmicos de recuperação viabilizam a produção de óleo pesado em campos considerados não comerciais pelos métodos convencionais de recuperação. Atualmente, uma das técnicas mais utilizadas para a recuperação desses óleos ou para

aumentar o fator de recuperação de reservatórios depletados é a injeção cíclica de vapor (CORREIA, 2009).

A técnica de injeção cíclica de vapor pode ser dividida em três etapas e consiste na injeção de calor para promover um aumento de temperatura em torno do poço, reduzindo a viscosidade e, portanto, aumentando a mobilidade do óleo da região próxima ao poço e resultando em um incremento na produção dos poços. A primeira etapa é a injeção de vapor dentro do poço por um período específico de tempo. A segunda etapa consiste na interrupção da injeção e fechamento do poço por um curto período de tempo, denominado *soak period.* A terceira e última etapa é a recolocação do poço em produção por um período que pode variar de meses a anos. As três etapas constituem um ciclo, que é repetido até que o limite econômico da produção seja alcançado. Independentemente do tipo de reservatório, a injeção cíclica geralmente se torna menos eficiente à medida que o número de ciclos aumenta.

O problema é que esse método de recuperação causa grandes danos à bainha de cimento. A aplicação do vapor aquecido gera elevado gradiente de temperatura no revestimento, provocando sua dilatação e consequente compressão da bainha de cimento. No entanto, como pastas de cimento, em geral, apresentam elevada resistência à compressão, o aumento de temperatura dentro do poço, estando a pasta de cimento já curada, não representa um sério problema. Porém, o processo consiste em uma injeção cíclica de vapor, ou seja, períodos intercalados de injeção de vapor e interrupção na injeção. Quando ocorre a interrupção, o poço tende a voltar a sua temperatura normal ao longo do período de produção. Com isso, o revestimento começa a se contrair, induzindo elevadas tensões tangenciais de tração na bainha de cimento (VITORINO, 2012), podendo causar sua fissuração e, consequentemente, comprometendo sua integridade e a integridade do revestimento. Sendo assim, utilizar pastas cimentícias com maior capacidade de deformação, de forma a suportar as tensões provocadas pelas deformações impostas pela variação térmica, seria uma boa forma de remediar essa questão.

2.4.2. Poços HPHT

Em determinados campos as condições geológicas das formações promovem variações do gradiente de pressão e/ou temperatura ao longo da profundidade vertical do poço.

Poços HPHT (*High Pressure High Temperature*) são poços perfurados através de zonas altamente pressurizadas que também apresentam altos gradientes de temperatura. De acordo com ROCHA e AZEVEDO (2008), um poço é definido como HPHT, caso possua as duas características listadas a seguir:

- Temperatura de fundo maior que 300°F (150°C);
- Pressão de poros superior a 15lb/gal ou que exija o uso de um BOP[2] com pressão requerida acima de 10.000 psi.

O número de poços HPHT vêm crescendo em diversas partes do mundo. Esses poços apresentam elevadas concentrações de tensões produzidas pelas operações de perfuração e fraturamento hidráulico, flutuações da pressão e temperatura, forças dinâmicas geradas durante a perfuração, entre outros aspectos, podendo resultar em falhas mecânicas na bainha de cimento (MUELLER, 2003). Tais falhas comprometem a estabilidade mecânica do poço e o isolamento das zonas produtoras de óleos e/ou gás.

Sistemas de pastas de cimento para poços HPHT requerem um bom controle de suas propriedades termomecânicas. Sob condições normais, a pasta de cimento desenvolve sua resistência à compressão à medida que o processo de hidratação ocorre. Tanto a variação de pressão como a de temperatura afetam as propriedades reológicas e mecânicas da pasta, pois aceleram a reação de hidratação. No entanto, a variação de temperatura tem maior participação na mudança dessas propriedades, uma vez que contribui mais para o aumento da velocidade de hidratação da pasta cimentícia.

Por outro lado, quando expostos a altas temperaturas, valores acima de 100° C, os materiais à base de cimento sofrem mudanças físico-químicas que prejudicam suas propriedades mecânicas (CASTRO, 2011). Fisicamente, as dilatações e as retrações térmicas promovem uma grande mudança de volume que resulta em altas tensões e deformações internas, levando à microfissuração e, consequentemente, à redução da

[2] Equipamento de segurança do poço, conhecido como *Blow Out Preventer*.

resistência mecânica do material. Isso pode surgir por exemplo devido ao próprio processo de produção. Poços de gás vão sendo submetidos a variações de pressão e de temperatura crescentes conforme o gás vai sendo produzido. Dependendo da magnitude e da frequência dessas variáveis de produção, a bainha de cimento pode se expandir e se retrair de diferentes formas. Isso causa gradientes de tensões que podem fissurar a bainha gradualmente.

Além disso, segundo GARCÍA (2007), com o aquecimento, os vários tipos de água presentes na pasta (livre, capilar e adsorvida) são prontamente perdidos. A presença de grande quantidade de água evaporável pode causar o lascamento superficial da pasta endurecida, que ocorre quando a taxa de aquecimento é alta e a sua permeabilidade é baixa, tornando a pressão do vapor dentro do material maior que a taxa de alívio da mesma. Como pastas de cimento de compacidade otimizada apresentam porosidade reduzida, sendo compostas por poros pequenos e pouco interconectados, elas são materiais que possuem uma maior sensibilidade a altas temperaturas. A baixa permeabilidade impede a saída do vapor d'água formado pelas altas temperaturas, gerando pressões de vapor no interior dos poros da matriz. Além disso, a finura de um poro é diretamente proporcional à pressão capilar por ele produzida. Sendo assim, sistemas com poros mais finos apresentam um desenvolvimento de altas pressões de vapor no interior dos poros quando submetidos a altas temperaturas. As pressões de vapor vão aumentando conforme a temperatura aumenta.

Quimicamente, altas temperaturas aumentam a desidratação e promovem a decomposição da pasta cimentícia endurecida. Com a decomposição das fases hidratadas e o desenvolvimento de altas pressões de vapor nos poros, ocorre uma mudança na microestrutura do material e tensões internas são geradas. Com isso, o material passa por uma série de transformações e reações que resultam na progressiva quebra da estrutura de gel do C-S-H e, consequentemente, redução da resistência mecânica do material, fissuração, lascamento e mudança na estrutura de poros (crescimento dos poros), que levam ao aumento da permeabilidade e à redução da durabilidade (CASTRO 2011). Tais eventos reduzem propriedades fundamentais para o comportamento da bainha de cimento na ruptura, tais como, resistência e tenacidade, estando agora o material sujeito a deformações irreversíveis, aumentando o dano na estrutura.

A temperatura de 100 °C é um limite importante, pois acima dela a permeabilidade da pasta cimentícia aumenta em duas ordens de grandeza devido ao aumento do tamanho dos poros associado com a vaporização da água adsorvida e pela decomposição das fases hidratadas (CASTRO, 2011). CAMPOS et al., 2002, cita em seu estudo que a temperaturas superiores a 110 ºC, o cimento alcança um valor máximo de resistência após algumas horas, e inicia-se um processo de perda de resistência conhecido por retrogressão. De acordo com WEATHERFORD (1986), esse processo de retrogressão pode ocorrer em poços com alta temperatura, poços profundos e/ou poços sujeitos a injeção de vapor, sendo iniciado a partir de 127ºC (260°F) e atingindo a retrogressão máxima em sete dias. Uma forma muito utilizada pela indústria do petróleo para prevenir esse processo é a de reduzir a razão CaO/SiO_2 no cimento (MENZEL, 1935).

2.4.3. Poços de Grandes Profundidades

As operações de cimentação em grandes profundidades são semelhantes às de poços rasos. No entanto, as condições dos poços são muito mais críticas, levando a necessidade de formular projetos de revestimento e cimentação muito mais apurados.

É sabido que à medida que a profundidade da região sedimentar aumenta, maior é o seu gradiente geotérmico e maiores são tensões de sobrecarga geradas pelos sedimentos sobrepostos. Sendo assim, poços de elevada profundidade apresentam elevadas pressões e temperaturas de fundo de poço, sendo propícios a sofrerem todos os danos trazidos por essas condições. A forma que esse cenário interfere na cimentação foi descrita no tópico anterior.

Além de estarem sujeitos aos mesmos problemas que os poços HPHT estão sujeitos, poços de elevada profundidade apresentam outros fatores que complicam a operação de cimentação e podem comprometer a bombealidade da pasta e a integridade da bainha de cimento ao longo do tempo. Alguns fatores são citados abaixo:

- Poços de grande profundidade são mais suscetíveis a passar por um maior número de áreas com diversos tipos de fluidos corrosivos, exigindo pastas de baixa permeabilidade;

- À medida que a profundidade aumenta, ocorre aumento no comprimento do revestimento e diminuição dos espaços anulares. A diminuição dos espaços anulares representa um obstáculo ao fluxo das pastas, originando maiores perdas de carga nessas regiões de anulares reduzidos. Tal questão pode ser remediada com o aumento da potência de bombeio da pasta. No entanto, do ponto de vista operacional, muitas vezes essa não é uma opção tangível e, em termos de custos, encarece muito a operação. Outra forma de remediação é a utilização de pastas de cimento menos viscosas e com menor tensão de cisalhamento. Nesse caso, a pasta fluirá mais facilmente pelo espaço anular reduzido sem que seja necessário o aumento na potência de bombeio da pasta.

- Altas cargas sobre as tubulações, influenciando diretamente nas cargas que deverão ser suportadas pela bainha de cimento;

- Longos intervalos de tempo entre tirar a broca e descer as tubulações de revestimento antes da cimentação, exigindo pastas com maior tempo de pega;

2.4.4. Poços em Zonas Salinas

Zonas salinas são zonas formadas por sais. Os sais pertencem a um grupo de rochas sedimentares chamadas evaporitos, depositados por evaporação da água do mar. Foram formados em bacias fechadas sujeitas a um clima árido e com influxos periódicos de água marinha. A precipitação do sal durante a evaporação desses influxos resulta em deposições de sequências de evaporitos do menos solúvel (calcita) para o mais solúvel (halita, silvita, carnalita e taquidrita, ordem crescente de solubilidade).

Os sais solúveis são materiais geológicos atípicos, já que quando submetidos a uma tensão diferencial constante uma considerável deformação pode ser esperada como função das suas propriedades físicas, do carregamento e do tempo de exposição. Tal comportamento é chamado de *creep* ou fluência. A fluência é lenta sob tensões constantes e bastante influenciada pela espessura da camada de sal, composição mineralógica, quantidade de água, presença de impurezas, tensões aplicadas na camada de sal e pela temperatura da formação, onde quanto maior a temperatura maior sua plasticidade (MAIA, 2005).

Os evaporitos, em geral, não apresentam taxas de fluência uniforme. Dos sais solúveis, a halita é o menos móvel e a taquidrita o mais móvel. Contudo, a depender das condições de pressão diferencial e temperatura a que está submetida, a halita pode apresentar taxas de movimentação consideráveis, como foi constatado na perfuração do poço RJS-480 na Bacia de Campos, que apresentou uma taxa de fechamento de 0.05 polegadas/ hora na halita (COSTA et al., 1999). Com isso é necessário que a descida do revestimento e a operação de cimentação sejam feitas o mais rápido possível, mas sem comprometer a integridade do poço.

Em termos operacionais, esta propriedade do sal pode causar desvios na trajetória, prisão de coluna, torques elevados e redução progressiva do diâmetro do poço, podendo levar ao seu total fechamento em um curto período de tempo, até mesmo ainda durante a perfuração. A longo prazo, a fluência também pode comprometer o poço revestido. Caso o revestimento posicionado frente à zona salina não seja dimensionado corretamente para resistir aos esforços adicionais impostos por esse fechamento, ele irá colapsar. Tal efeito é mais pronunciado quando há o surgimento de cargas pontuais devido, por exemplo, à falha na cimentação. Um posicionamento deficiente da pasta cimentícia e fissuração da bainha de cimento permitem que o fechamento do sal gerem essas cargas pontuais, conferindo uma distribuição não uniforme de tensões ao revestimento (NELSON; GUILLOT, 2006).

Nos casos mais críticos, é necessária a utilização de revestimentos com alta resistência ao colapso, os quais podem ter espessura de parede superiores em 3 vezes às dos revestimentos convencionais (FALCÃO, 2008). Contudo, a formulação de uma pasta cimentícia adequada ao meio salino, bem como o seu bom posicionamento na cimentação primária, através da aplicação das boas práticas de cimentação, é essencial para garantir a estanqueidade do conjunto e garantir a integridade do poço no futuro.

A Figura 10 mostra uma situação possível em que essa fluência gera esforços de dobramento na coluna de revestimento, quando não há bainha de cimento no anular entre o poço e o revestimento, numa zona de sal.

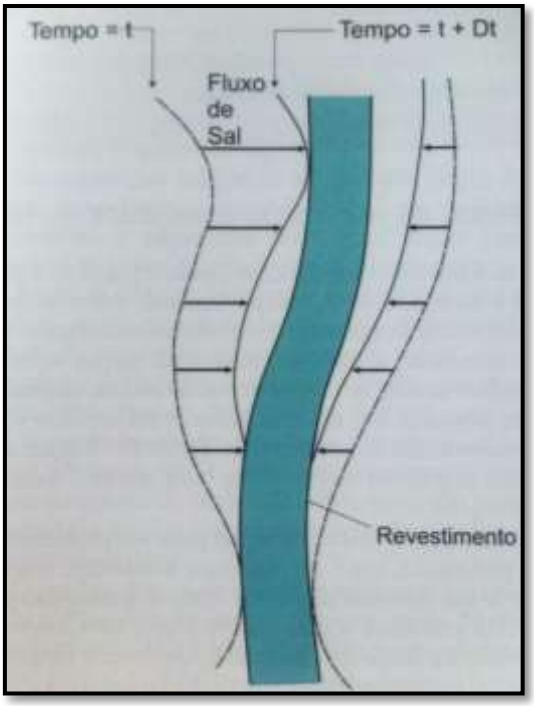


Figura 10 – Camada de sal sob fluência gerando esforços na coluna de revestimento não cimentada (FALCÃO, 2008).

No entanto, nem todo sal é visto como um problema. Quando o sal apresenta baixa mobilidade, ele passa a ser uma formação ideal para a perfuração, uma vez que apresenta homogeneidade, baixa porosidade, elevado gradiente de fratura e, em geral, apresenta boa taxa de penetração (ROCHA; AZEVEDO, 2008).

Do ponto de vista da cimentação, muitos insucessos frente a zonas de sal são atribuídos ao uso de pastas cimentícias não adequadas, seja, de acordo com FALCÃO (2008):

- Pelo alto tempo de pega, pelos aditivos usados e/ou pela alta concentração de sal;
- Pela baixa resistência a compressão;
- Por práticas de cimentação inadequadas;
- Por ineficiência no deslocamento da pasta.

Quando se planeja a cimentação frente a uma seção salina, os cuidados na escolha da pasta devem ser redobrados se comparados com a cimentação frente a outras litologias.

Ainda no estado fresco, a pasta cimentícia, por estar em contato com um ambiente corrosivo, deve ser dosada de forma a possuir na sua composição uma quantidade de sais que seja suficiente para promover um equilíbrio iônico entre a pasta e a formação salina, evitando a incorporação de sais da formação na pasta. Essa incorporação não é algo planejado e devidamente calculado, fazendo com que as propriedades mecânicas e reológicas da pasta projetada sejam alteradas, não conferindo a mesma o comportamento esperado e, consequentemente, comprometendo a vida útil do poço.

Além disso, no estado endurecido, a pasta, que passa a receber o nome de bainha de cimento, deve ser capaz de suportar as altas tensões impostas pelas zonas salinas, sendo melhores, nesse caso, as pastas cimentícias que possuam elevada capacidade de absorver energia. Um exemplo de pasta que possui essa característica é uma pasta reforçada por fibras. As fibras conferem maior capacidade de deformação à bainha de cimento, auxiliando no controle da abertura das fissuras que possam vir a surgir na bainha devido às tensões impostas a ela. Com o aumento da capacidade de deformação, um ganho na tenacidade também é observado. As fissuras influenciam na durabilidade da bainha, pois a partir de um certo grau de abertura, funcionam como caminhos de fluxo, aumentando a permeabilidade do material e consequente perda de resistência à compressão. Somado a isso, como a pasta endurecida é um meio quimicamente reativo, a entrada e varredura de certas substâncias pelo seu interior, como sódios e cloretos provenientes das camadas salinas, podem deteriorar e alterar algumas propriedades da pasta endurecida. Sendo assim, a bainha de cimento também deve ser capaz de suportar a degradação provida pela troca iônica do sódio.

De acordo com FALCÃO (2008), para cimentar o anular frente a essas zonas salinas, a indústria petrolífera recomenda o uso de uma pasta otimizada que deve conter as seguintes características:

- Rápido desenvolvimento da resistência à compressão;
- Altos valores de resistência à compressão final;
- Maior resistência ao ataque químico;
- Água livre zero e um bom controle de filtrado;
- Menor porosidade possível.

Do ponto de vista da exploração de petróleo, a presença de rochas salinas na área aumenta as chances de sucesso exploratório. Isso ocorre porque esses sedimentos salinos tem a capacidade de se deformar, dissolver, migrar e criar trapas estratigráficas, que, somadas à propriedade selante do sal, podem gerar diversas estruturas propícias à acumulação de hidrocarbonetos.

Recentemente a indústria petrolífera descobriu a existência de reservatórios potenciais de óleo leve nas camadas porosas localizadas abaixo de espessas camadas de sal na costa brasileira. Essa região abaixo da camada de sal é popularmente conhecida como camada pré-sal. No entanto, além desses reservatórios se encontrarem bem distantes da costa, cerca de 300 km, eles também estão localizados em regiões muito profundas, sendo necessário a perfuração de um trecho muito grande de sedimentos, que pode chegar a 7.000 metros, sendo 2.000 metros a espessura da camada salina em alguns casos, como mostrado na Figura 11.

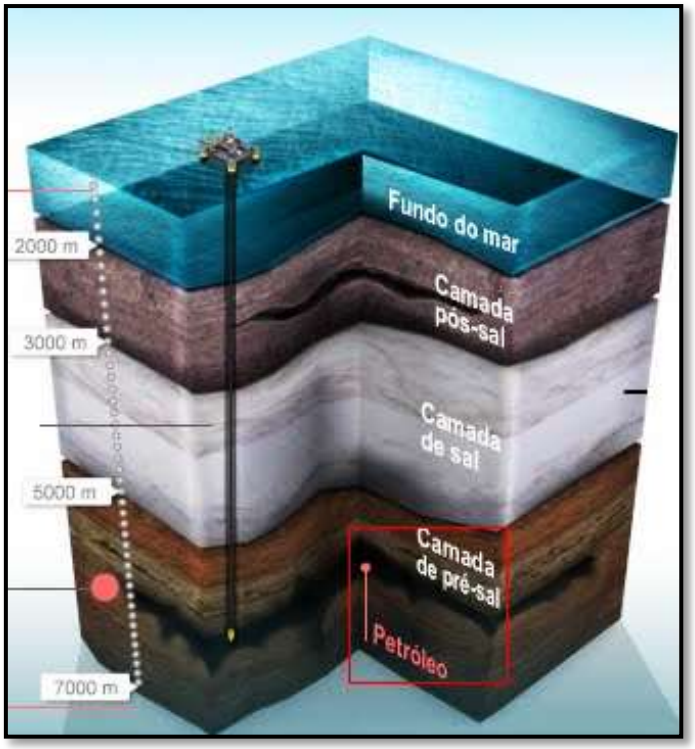


Figura 11 – Modelo esquemático de exploração da camada pré-sal.

A locação distante da costa traz consigo diversos problemas de logística. Além de todos os problemas causados pela presença de uma extensa camada de sal, esses

poços são profundos, o que complica mais ainda a atividade de exploração e produção. Em geral, atreladas a grandes profundidades estão também condições de elevadas temperatura e pressão, que também trazem condições adversas ao poço, como abordado anteriormente em tópicos deste trabalho. Além disso, a mobilidade de um sal aumenta com o aumento da temperatura e do gradiente de sobrecarga (definido como o peso total das camadas de sedimentos sobrepostas e superiores à camada em questão). Assim, sais localizados em grandes profundidades, onde o gradiente de sobrecarga e as temperaturas são maiores, tendem a ser mais móveis (ROCHA; AZEVEDO, 2008).

Sendo assim, os poços do pré-sal representam o maior desafio para a indústria petrolífera. No entanto, sendo o óleo leve, o óleo de maior valor comercial para a indústria, a mesma vem se empenhando muito para promover o desenvolvimento de tecnologias que permitam a exploração e produção dessas novas áreas.

CAPÍTULO 3 *MATERIAIS MODIFICADORES DE PROPRIEDADES DAS MATRIZES CIMENTÍCIAS*

Neste capítulo será apresentada uma revisão bibliográfica sobre a ação de certos materiais que atuam como materiais modificadores de propriedades reológicas, mecânicas e de durabilidade das matrizes cimentícias.

Atualmente, diversos materiais são usados na confecção de pastas cimentícias como forma de minimizar os danos causados à cimentação devido às condições impostas pelo ambiente a que a pasta está sujeita. Entre esses materiais, situam-se os aditivos e as adições. Tais materiais modificam as propriedades das matrizes cimentícias e podem ser classificados da seguinte forma:

- **Aceleradores de pega:** substância química que reduz o tempo de pega da pasta cimentícia, aumentando a taxa de hidratação do cimento;
- **Retardadores de pega:** têm efeito contrário ao dos aceleradores, promovendo um decréscimo na taxa de hidratação. Atuam inibindo a precipitação do hidróxido de cálcio;
- **Estendedores:** materiais que visam reduzir a densidade ou aumentar o rendimento da pasta. Apresentam massa específica menor que a do cimento, reduzindo a quantidade de cimento requerido para fabricar um volume unitário de pasta;
- **Adensantes:** materiais que aumentam a massa específica da pasta cimentícia;
- **Dispersantes:** substâncias químicas que reduzem a viscosidade aparente, o limite de escoamento e a força gel das pastas, melhorando suas propriedades de fluxo. Facilitam a mistura da pasta, reduzem a fricção e permitem a confecção de pastas de elevada densidade;
- **Controladores de filtrado:** materiais que controlam a perda da fase líquida da pasta cimentícia para as formações adjacentes. Eles atuam diminuindo a permeabilidade do reboco de cimento criado e/ou aumentando a viscosidade do

filtrado. A redução do filtrado previne a desidratação prematura da pasta, gerando reboco de menor espessura e baixíssima permeabilidade;

- **Controladores de perda de circulação:** materiais que controlam a perda de pasta de cimento para as formações fracas adjacentes ao poço.

Além dos aditivos, diversos tipos de fibras vêm sendo usados como reforço em pastas cimentícias, formando compósitos. Um material compósito é a combinação de dois ou mais materiais que têm propriedades que os materiais componentes isoladamente não apresentam. Eles são, portanto, constituídos de duas fases: a matriz e o elemento de reforço, e são desenvolvidos para otimizar os pontos fortes de cada uma das fases. A adição de fibras tem o objetivo de fornecer maior ductilidade e durabilidade às matrizes. Em geral, as fibras usadas podem ser vegetais, minerais, sintéticas ou metálicas.

Além de cimento, as pastas confeccionadas neste trabalho apresentam em sua composição adições minerais, que funcionam como estendedores, aditivo dispersante e fibras poliméricas sintéticas de polipropileno e de PVA. Com relação ao cimento utilizado, vale ressaltar que como a reação de hidratação desse material é uma reação exotérmica e termoativada e como poços de petróleo representam ambientes de cura de elevada temperatura, para que o aparecimento de fissuras de origem térmica seja evitado, a indústria petrolífera opta pelo uso de cimentos com taxas lentas de evolução de calor, os chamados cimentos Portland de baixo calor de hidratação. E ainda, além das severas condições de temperatura e pressão, os cimentos para poços precisam ser projetados para suportar formações rochosas frágeis e porosas, fluidos corrosivos e fluidos pressurizados na formação.

Os tópicos a seguir tem como objetivo uma abordagem mais detalhada dos demais materiais que constituem as pastas dos presente trabalho.

3.1. Estendedores

Materiais estendedores são definidos como materiais que possuem massa específica inferior à do cimento e que quando misturados a ele resultam em um composto mais leve, o que muitas vezes é desejado para a cimentação de zonas de

formação fraca. NELSON e GUILLOT (2006) exemplifica como estendedores os seguintes materiais: argila, silicato de sódio, pozolanas (terra diatomácea e sílicas), partículas leves (perlita expandida, gilsonita, cinza volante, cimentos leves, carvão pulverizado e microesferas) e nitrogênio.

Em se tratando as sílica ativa, tal material é um subproduto da fabricação de silício ou de ligas de ferro-silício. As partículas de sílica ativa são esféricas, vítreas e possuem diâmetro médio menor que 1 µm, possuindo uma alta superfície específica. Devido à sua maior superfície específica em relação ao cimento, o seu uso causa o aumento do consumo de água na mistura. Nesse caso, uma alternativa é usar aditivos superplastificantes para a manutenção da relação a/c e a trabalhabilidade da mistura (NEVILLE, 1997). No entanto, a alta superfície específica das partículas diminui significativamente a água livre da mistura, diminuindo a exsudação (HOFMANN, 2001). As propriedades reológicas da pasta são melhoradas com adição de sílica ativa, já que, quando as partículas de sílica ativa passam a fazer parte da solução de água do poro, a sua pequena dimensão e perfeita esfericidade fazem com que as mesmas atuem como esferas rolantes, que lubrificam a mistura, aumentando sua fluidez.

Além de ser considerada um material estendedor por possuir massa específica menor que a do cimento, a sílica ativa, também denominada sílica *fume* ou microssílica, também é classificada como um material pozolânico altamente reativo, contendo cerca de 85% de SiO_2 amorfo. Pozolanas são materiais que contêm sílica ou sílica e alumina e que possuem pouco ou nenhum valor cimentício, mas que na presença de água reagem com hidróxido de cálcio gerando silicato de cálcio hidratado (C-S-H), produto da reação de hidratação que possui propriedades cimentícias (MIRANDA, 2008). Essa reação favorece o refinamento dos poros e substituição do constituinte mais fraco (hidróxido de cálcio hidratado) por uma fase mais forte, o C-S-H. Os produtos C-S-H são os responsáveis pelo grau de resistência desenvolvido no compósito, sendo o grau tão maior quanto maior for a quantidade de C-S-H formada. O efeito químico da sílica ativa também está presente na zona de transição através do aumento da aderência, pois reduz a quantidade de hidróxido de cálcio hidratado depositada na zona de transição.

Os efeitos benéficos da sílica ativa na microestrutura e nas propriedades mecânicas do compósito são devidos não só à reação química que provoca e à sua alta reatividade pozolânica, mas também ao efeito físico de suas partículas, conhecido como efeito *fíler*, que consiste no preenchimento dos vazios formados pelos grãos maiores de

cimento. Por possuir granulometria muito fina, se comparada ao cimento, a sílica ativa preenche de maneira efetiva esses vazios formados entre os grãos de cimento, diminuindo o espaço disponível para a deposição de água, densificando a pasta cimentícia (HOFMANN, 2001). Esse maior empacotamento também beneficia a propriedade de controle de filtrado da pasta.

Com isso, pastas cimentícias produzidas com utilização de sílica ativa apresentam maior resistência à compressão, menor porosidade, maior resistência à abrasão e à corrosão química. Contudo, para alcançar esses efeitos a sílica ativa deve se encontrar desaglomerada e dispersa, expondo assim toda a sua superfície reativa, além de possibilitar que suas partículas preencham os espaços vazios no empacotamento. As partículas aglomeradas de sílica ativa apresentam dificuldade de serem separadas devido à uma grande força inter-partículas existente entre elas. A aglomeração influencia negativamente na eficiência esperada pelo uso desse material como forma de se obter uma matriz menos porosa e permeável. Em geral, essa aglomeração de difícil dispersão coincide com um tempo elevado de armazenamento do material.

A sílica ativa também é indicada para compor pastas cimentícias que serão expostas a altas temperaturas. De acordo com CAMPOS *et al.* (2002), em temperaturas superiores a 110°C (230 ºF), inicia-se um processo de retrogressão da resistência desenvolvida pela pasta cimentícia. Essa perda de resistência ocorre porque a fase C-S-H, sob elevadas temperaturas, se converte em uma fase cristalina α-C_2SH, que é muito mais densa que a fase C-S-H. Esta cristalização causa uma redução no volume de sólido, provocando um aumento de permeabilidade e redução de resistência à compressão da pasta cimentícia. (MELLER *et al*., 2007). Uma forma de prevenir o processo de retrogressão do cimento causado pela alta temperatura é a de reduzir a razão CaO/SiO_2 no cimento. Para isto, faz-se o uso de adições minerais, substituindo parcialmente o cimento Portland por sílica entre 35% e 40% em massa de cimento (NELSON; GUILLOT, 2006). Essa proporção de substituição de cimento por sílica tem o objetivo de incrementar a reação pozolânica (BEZERRA, 2006). A utilização de sílica em pastas cimentícias expostas a elevadas temperaturas evita a formação desse produto cristalino de alta permeabilidade e baixa resistência, e promove a formação de tobermorita ($C_5S_6H_5$) ou xonotlita (C_6S_6H), produtos cristalinos que apresentam baixa permeabilidade e alta resistência à compressão (NELSON; GUILLOT, 2006).

Com base nos benefícios químicos e físicos que a sílica ativa oferece a pastas sujeitas a condições adversas de temperatura, a mesma foi escolhida como o material estendedor usado para compor a pasta cimentícia de alto desempenho desenvolvida neste trabalho.

3.2. Dispersante

Quando almeja-se composições de elevada compacidade, a incorporação de sólidos de granulometria menor que a do cimento provoca a redução no volume de vazios do composto, resultando em um material de maior resistência. No entanto, o grande volume de sólidos aumenta a área superficial total do composto, sendo necessário um aumento do volume de água na dosagem para que ocorra a devida hidratação de todos os grãos. Porém, o aumento da relação água/materiais cimentícios, devido ao aumento de água necessária para hidratar todos os grãos, causa uma queda na resistência à compressão da pasta. Por outro lado, a adição de uma quantidade insuficiente de água gera uma pasta de elevada viscosidade. No entanto, sabe-se que pastas de elevada viscosidade são consideradas inapropriadas para a cimentação de poços de petróleo, devido à sua baixa trabalhabilidade. Para que seja possível seu bombeio no interior poço, principalmente em poços de grandes profundidades, altas temperaturas, com anulares estreitos e em poços extensos ou inclinados, é necessário que as pastas apresentem certo grau de fluidez, o que é diretamente influenciado pelas suas propriedades reológicas. Para mitigar esse problema, sem que seja necessário um aumento na relação água/materiais cimentícios, o que comprometeria a resistência à compressão da pasta, faz-se uso de dispersantes.

Dispersantes são aditivos que reduzem a viscosidade aparente, o limite de escoamento e a força gel das pastas, aumentando a fluidez da mistura e mantendo constante o consumo de água ou, de forma equivalente, permitem a redução na quantidade de água mantendo constante a fluidez da mistura Além disso, facilitam a mistura da pasta, reduzem a fricção, permitem a confecção de pastas de elevada densidade e proporcionam controle na água perdida por filtração na formação porosa, garantindo o sucesso da operação de bombeio.

O mecanismo de atuação desses aditivos consiste na adsorção do dispersante na superfície dos grãos dos materiais cimentícios, tornando a superfície dos mesmos regiões aniônicas e capazes de se manterem afastadas. Materiais cimentícios na presença de água apresentam forte tendência de coalescência, aprisionando a água em seu interior e, consequentemente, diminuindo a água disponível para auxiliar a fluidificação da mistura. Com os grãos coalescidos, forma-se um sistema floculado, que, de acordo com BALTHAR (2010), compromete a reologia da pasta e pode interferir no empacotamento, afetando a microestrutura do material. Para a distribuição homogênea da água na mistura e para a sua adsorção completa por toda a superfície de cada grão de cimento, é necessário que as partículas de cimento estejam defloculadas (dispersas) (Figura 12), o que pode ser alcançado com a utilização de dispersantes.

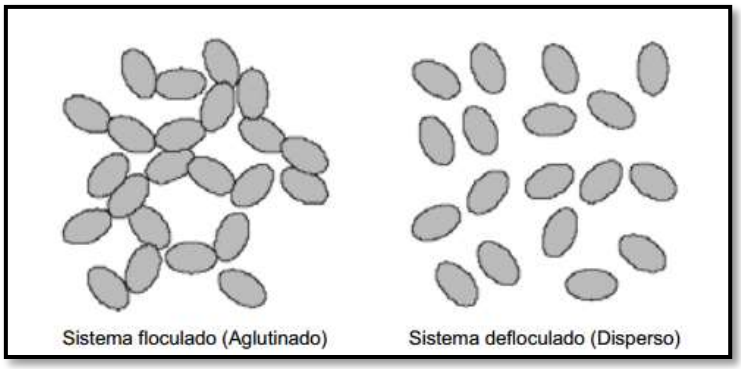


Figura 12 – Efeito da defloculação dos grãos de cimento.

No entanto, dispersantes também possuem efeitos indesejáveis quando dosados incorretamente ou quando não são compatíveis com os materiais cimentícios da mistura (BALTHAR, 2010). Seu excesso e/ou incompatibilidade contribuem para o aumento do teor de água livre e do teor de decantação de sólidos, comprometendo a estabilidade da pasta e influenciando no tempo de pega da mesma. Em geral, a quantidade de dispersante requerida para atingir o nível de dispersão desejado cresce de acordo com a finura do composto cimentício. O número de sítios de adsorção cresce exponencialmente conforme o tamanho das partículas que formam o composto diminui.

Neste trabalho, a compatibilidade entre o dispersante e os materiais cimentícios, bem como o teor ótimo deste aditivo químico na dosagem da pasta de referência foram avaliados por meio do ensaio de Compatibilidade e Ponto de Saturação (Funil de

Marsh). Utilizando a nomenclatura proveniente da área da construção civil, o dispersante escolhido para este estudo é um superplastificante de segunda geração, que permite a redução da água da mistura em até 30%. Essa classe de dispersante é a mais utilizada pela indústria petrolífera na confecção de pastas para a cimentação de poços de petróleo (BALTHAR, 2010).

3.3. Fibras

Matrizes cimentícias sem nenhum tipo de reforço, em geral, apresentam como principal característica elevada capacidade de resistência a esforços de compressão, mas, por outro lado, baixa resistência a esforços de tração, apresentando baixa capacidade de deformação em ambos os casos. São também expostas a esforços oriundos de variação de temperatura, umidade, retrações por secagem e autógena, dentre outros, que produzem nas peças uma tendência à fissuração, comprometendo suas condições de serviço em médio e em longo prazo.

Segundo MEHTA e MONTEIRO (2008), a qualidade dos componentes de matrizes cimentícias não é mais caracterizada apenas pela resistência à compressão. Hoje em dia, os componentes devem refletir outras propriedades que influenciam no desempenho global do material, tanto no estado fresco quanto no estado endurecido, tais como trabalhabilidade e a durabilidade.

Pastas para a cimentação de poços de petróleo constituídas apenas por cimento e água têm se mostrado ineficazes, devido à sua natureza frágil e às condições ambientais muito adversas encontradas no subsolo. Uma alternativa para atenuar tal fragilidade, proporcionando incrementos na capacidade de deformação da matriz, é adicionar fibras ao material cimentício e melhorar suas propriedades mecânicas é adicionar fibras ao material cimentício, gerando um compósito. O comportamento do compósito é dependente, dentre outros fatores, do teor de fibras, do módulo de elasticidade, do comprimento e da aderência matriz-fibra.

Por outro lado, a incorporação de reforço fibroso pode reduzir a trabalhabilidade da mistura devido à dificuldade de uma dispersão eficiente das fibras, o que também resulta em uma quantidade excessiva de vazios. Logo, para que o reforço fibroso seja

utilizado efetivamente, as propriedades do material compósito no estado fresco devem ser controladas para que suas propriedades no estado endurecido não sejam afetadas negativamente. No entanto, a aplicação de fibras em pastas cimentícias, principalmente como artifício para melhorar suas propriedades mecânicas, ainda é um assunto muito pouco difundido e estudado no meio científico, sendo mais utilizadas como material de combate a perdas de circulação. A existência de formações naturalmente fraturadas em regiões do Golfo do México e da Arábia Saudita impulsionaram o estudo para a aplicação de fibras com esse propósito (BALTHAR, 2010). Na área de concretos o uso de fibras como reforço fibroso já é uma prática mais comum e dominada, apresentando mais resultados e conclusões.

Na seção a seguir, será apresentado o mecanismo de atuação das fibras e como elas auxiliam no aumento da durabilidade de matrizes cimentícias.

3.3.1. Mecanismo de Atuação das Fibras

Pastas cimentícias convencionais submetidas tanto a esforços de compressão, quanto a esforços de tração, apresentam natureza de ruptura frágil, com baixa capacidade de deformação. Conforme a tensão aplicada se aproxima da tensão de ruptura da matriz, surgem fissuras, que passam a ser consideradas pontos de concentração de tensões. Sabe-se que o valor de resistência à tração de uma matriz cimentícia é cerca de 0,1 vezes o seu valor de resistência à compressão (MEHTA; MONTEIRO, 2008). Pode-se associar a reduzida capacidade de resistência à tração à maior dificuldade da matriz em interromper a propagação das fissuras quando é submetida a este tipo de tensão (MEHTA; MONTEIRO, 2008). Isto ocorre pelo fato da direção de propagação das fissuras ser transversal à direção principal de tensão. Assim, o objetivo da adição de fibras em uma matriz cimentícia não é alterar a resistência à compressão do material. Segundo TOLEDO (1997), a adição de fibras tem como um dos principais papéis aumentar a tenacidade, dando uma maior capacidade de deformação ao material quando este é submetido a esforços de tração direta ou flexão.

3.3.1.1. Compósitos sob Compressão Uniaxial

De forma geral, a fissuração de uma matriz cimentícia sob compressão uniaxial se dá da seguinte forma: Em um primeiro momento, a fissuração se inicia como microfissuras desprezíveis. Tensões internas geradas pela carga aplicada se concentram nessas microfissuras, nos vazios e nas proximidades da fibra, no caso de compósitos. Nesta fase, a relação tensão-deformação é linear e a resistência final é denominada resistência à primeira fissura. Após este ponto, as microfissuras ainda permanecem estáveis, desenvolvendo-se à medida que a carga aumenta (até cerca de 40% da carga de pico) (TOLEDO, 1997). Aumentando o carregamento, as microfissuras se desenvolvem devido a um campo de tensão localizado em suas extremidades causando a iniciação de fissuras de cisalhamento. Quando a carga atinge 70% a 90% da resistência final, as fissuras se abrem através do corpo de prova e se interligam formando um padrão de fissuração contínua. Uma aceleração da fissuração acontece e a formação de macrofissuras se inicia. As macrofissuras se propagam de forma estável até que uma delas atinja o seu comprimento crítico, fazendo com que a tensão atinja seu ponto de pico. A partir daí, as macrofissuras tornam-se instáveis e a sua propagação continua apesar da carga diminuir.

O principal efeito das fibras sobre o comportamento dos compósitos ocorre após o início da microfissuração. Quando as fibras estão presentes elas afetam a propagação da fissura por promoverem uma maior mobilização de aderência cisalhante friccional na interface fibra-matriz, dando maior resistência para que o escorregamento de microfissuras iniciais ocorra (TOLEDO, 1997). As fibras ligam as superfícies da fissura, como uma ponte, retardando sua propagação e prevenindo uma falha catastrófica com a fragmentação do corpo de prova em diversos pedaços. Nesse caso, supõe-se que quanto maior for a aderência entre fibra e matriz, mais eficientemente a fibra agirá de forma a manter a matriz coesa (TOLEDO, 1997). Enquanto na matriz observam-se fraturas em forma de tronco de cone e cisalhantes que dividem a amostra em vários pedaços, nos compósitos o modo de ruptura é caracterizado com uma propagação de fissura por tração vertical (colunar).

Geralmente, a compressão uniaxial de um material é avaliada de forma secundária quando fibras são adicionadas ao mesmo, pois o benefício maior sempre se dá quando o material é submetido a esforços de tração ou flexão. A resistência à

compressão está relacionada com a tensão requerida para causar a fratura do material. Na curva tensão *versus* deformação a resistência é representada pela tensão de pico, a partir da qual a matriz cimentícia é incapaz de resistir a uma carga maior. Muitos estudos têm sido realizados para avaliar a influência dos diversos tipos de fibras sobre a resistência à compressão. Em fibras manufaturadas, como as fibras sintéticas, o efeito sobre a resistência à compressão é variado.

O comportamento dos compósitos é influenciado fortemente pela dispersão das fibras. Por isso é necessário que os métodos de mistura utilizados forneçam capacidade de dispersão uniforme das fibras, de forma a prevenir sua segregação na mistura. Os principais fatores que afetam a segregação são a relação de aspecto e o volume de fibras. O incremento destes fatores intensifica a tendência de segregação das fibras, aumentando a porosidade e consequentemente reduzindo a resistência à compressão e o módulo de elasticidade do material. Segundo TOLEDO (1997), a adição de uma alta fração volumétrica de fibras à matriz introduz defeitos na mesma. Esses defeitos são maximizados pelo aumento da quantidade de fibras uma vez que a mistura se torna mais rígida e menos trabalhável. Por outro lado, as fibras apresentam um efeito de confinamento da matriz, o que pode resultar num aumento da sua resistência à compressão.

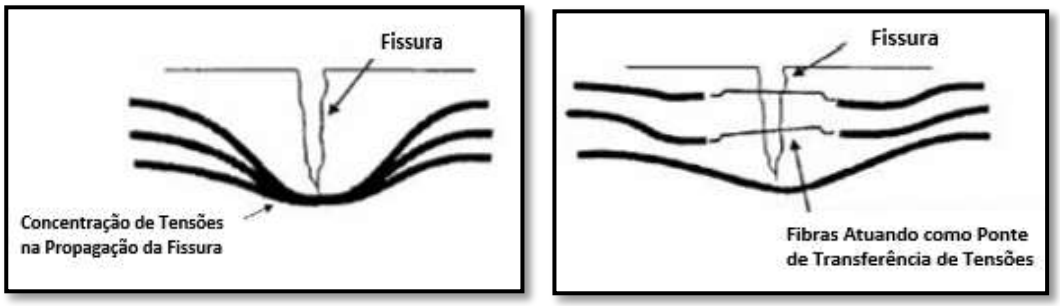
Por outro lado, apesar de uma possível redução da resistência à compressão associada a um aumento de porosidade devido à diminuição da trabalhabilidade, a adição de fibras resulta em um comportamento mais dúctil do material após a fissuração. Isso ocorre porque as fibras ligam as fissuras internas, havendo uma redução na tensão de cisalhamento, e porque a energia necessária para arrancamento das fibras é maior. Esse comportamento dúctil na compressão, ou seja, o aumento da capacidade de absorção de energia, pode ser avaliado pelo comportamento pós-pico da curva tensão *versus* deformação do material, com base no cálculo da área sob a curva.

3.3.1.2. Compósitos sob Tração na Flexão

Segundo MEHTA e MONTEIRO (2008), enquanto que no concreto comprimido a ruptura se dá por numerosas fissuras, no concreto sob tração a ruptura é causada por algumas fissuras que se unem.

Assim que se começa o crescimento de cada nova fissura, a mesma funciona como uma barreira à propagação de tensões, reduzindo a área disponível de suporte de carga. Sendo assim, as tensões são desviadas e se concentram na área remanescente, causando um aumento das tensões presentes nas extremidades das fissuras (Figura 13a). Quando a tensão resultante da concentração de tensões superar a resistência da matriz, a ruptura abrupta do material será observada, caracterizando um comportamento tipicamente frágil.

Quando se adicionam fibras à matriz cimentícia, esta deixa de ter o caráter marcadamente frágil. Isto ocorre pelo fato da fibra servir como ponte de transferência de tensões através das fissuras, minimizando a concentração de tensões nas extremidades das mesmas, conforme o ilustrado na Figura 13b.



(a) (b)

Figura 13 – Fissuração de um material sob tração: (a) Material sem fibra; (b) Material com fibra.

Após a fissuração da matriz, se a capacidade de carga suportada pelas fibras for superior a carga do compósito no momento da fissuração, a ruptura do material não será frágil e as fibras vão absorver as cargas aplicadas no material, redistribuindo as mesmas para diversas regiões afastadas da fissura (VELASCO, 2008). Quando essas cargas geram tensões que atingem a resistência da matriz surgem novas fissuras nessas regiões. Com isso tem-se uma grande redução da velocidade de propagação. Mesmo quando utilizadas em baixos teores, as fibras permitem essa redistribuição de esforços no material, caracterizando um ganho de capacidade pós fissuração quando o mesmo é submetido a esforços de flexão.

Fibras não tem a capacidade de evitar que a fissuração ocorra, mas sim de retardar o aparecimento das mesmas por funcionarem como ponte de transferência de

tensões, podendo até aumentar a resistência do compósito. Mesmo quando não aumentam a resistência, as fibras possuem um importante papel após a fissuração, funcionando como barreiras à propagação de fissuras e exigindo um aumento da energia associada para que ocorra a ruptura do material. Essa energia é dissipada sob forma de deformação, arrancamento e ruptura das fibras. De acordo com LI (1992), com a utilização de fibras será assegurada uma menor fissuração das matrizes cimentícias.

Segundo TOLEDO (1997), a forma da curva carga *versus* deflexão é definida pelo tipo de fibra, pelo volume e orientação do reforço. De uma forma geral, ela pode ser esquematizada como mostra a Figura 14, e pode ser dividida em duas partes: Região I e Região II

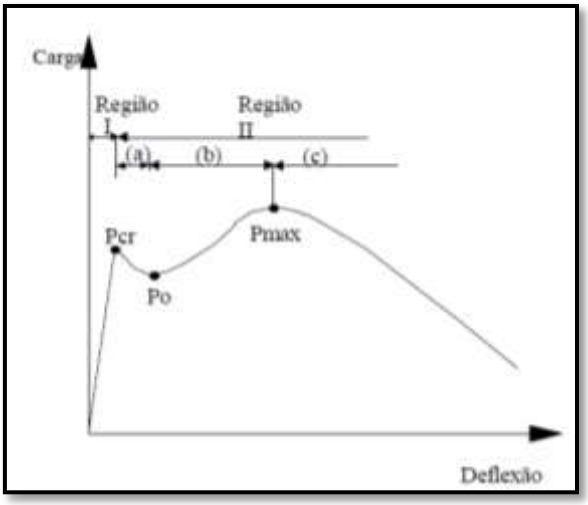


Figura 14 – Curva esquemática carga *versus* deflexão do concreto reforçado com fibras de polipropileno (TOLEDO, 1997).

A região I representa a zona elástica antes da fissuração (Pcr). Nessa região, considera-se que apenas a matriz suporta carga. Quando fibras de baixo módulo de elasticidade são utilizadas, as mesmas não vão trabalhar para prevenir o surgimento da fissura na matriz e sim para controlar sua velocidade de propagação e tamanho de abertura.

A região II representa a zona inelástica até a ruptura. Nessa região considera-se que as fibras suportam quase toda a tensão de tração. Essa região pode ser subdividida em três trechos:

Trecho (a): Região onde forças elásticas suportadas pela matriz são transmitidas para as fibras após a fissuração. Quando se tem fibras que apresentam baixo módulo, as mesmas não conseguem suportar a carga suportada pela matriz antes da fissuração. Com isso, após a fissuração, a capacidade de suporte diminui temporariamente até um valor mínimo (Po). Esse comportamento caracteriza a abertura de uma única fissura e é dito que o compósito apresenta amolecimento na flexão (*Deflection Softening*). De acordo com TOLEDO (1997), a magnitude da redução pode ser afetada pelo comprimento, volume e arranjo das fibras, velocidade de carga e resistência da matriz. O trecho a, em análise, também pode ser caracterizado pelo surgimento de múltiplas fissuras. Nesse caso, diz-se que o compósito apresenta endurecimento após a fissuração, ou seja, ganho de carga (*Deflection Hardening).*

Trecho (b): Região onde as fibras suportam todas as forças de tração. Essa região é representada pela recuperação da capacidade de carga com o aumento de deflexão no trecho pós-fissuração. Essa recuperação se deve e ocorre à medida que as fibras são estiradas. Uma capacidade de carga máxima é atingida (Pmáx), encerrando a região b. A depender do tipo, comprimento, volume e orientação da fibra, pode ser que a carga máxima atinja um valor que excede a carga de fissuração.

Trecho (c): região onde o compósito perde gradualmente sua capacidade de suporte de carga em razão do arrancamento ou ruptura da fibra e, finalmente, a ruptura do compósito ocorre.

É importante notar que, como consequência direta da restrição à propagação das fissuras proporcionada pelas fibras, tem-se um aumento da resistência à entrada de agentes agressivos com consequente aumento da durabilidade da estrutura. Assim, é de se esperar que a estrutura apresente um desempenho superior com relação à durabilidade, com a utilização de fibras. Quanto maior a tenacidade de um material, maior o controle do tamanho da abertura de fissura. Ou seja, espera-se de materiais mais dúcteis, maior durabilidade.

3.3.2. Fatores que Influenciam a Ação da Fibra

O nível de tensão que a fibra consegue transferir pelas fissuras depende de uma série de aspectos como o seu comprimento e o teor de fibras. A eficácia do reforço fibroso depende de alguns fatores, incluindo propriedades da matriz, geometria da fibra, tamanho, tipo, volume e dispersão. A seguir, serão apresentados alguns fatores que influenciam a ação da fibra no compósito, tendo como base os estudos realizados na área de concretos.

3.3.2.1. Teor

Estudos na área de concreto mostram que elevados teores de fibras promovem uma redução do espaçamento e abertura das fissuras nas pastas e argamassas. Já quando o teor utilizado é baixo, as fibras não aumentam a capacidade resistente do compósito. (BENTUR; MINDESS, 1990).

O aumento do teor de fibras reduz as características de fragilidade das matrizes cimentícias. O maior número de fibras que servirão de ponte de transferência de tensão na seção de ruptura aumenta a energia de fratura do material (TANESI; FIGUEIREDO, 1999), devido à deformação plástica das fibras e do seu arrancamento da matriz, garantindo maior tenacidade ao compósito. No entanto, elevados teores de fibras podem provocar a diminuição da resistência do material, devido a um mau adensamento do mesmo e incorporação de ar.

A influência das fibras sobre as resistências à compressão e tração do compósito é pouco pronunciada ou mesmo inexistente, quando o teor de fibras é baixo (TANESI; FIGUEIREDO, 1999). O pequeno aumento de resistência que pode ocorrer se deve à redução da relação a/c efetiva da matriz, pois uma parcela da água de mistura pode ficar adsorvida na superfície das fibras. Essa adsorção pode ser comprovada pela diminuição significativa da exsudação. Além disso, baixos teores de fibras dificilmente comprometem a compactação do material, não aumentando a porosidade do compósito.

3.3.2.2. Relação de Aspecto

A relação de aspecto é dada pela relação entre o comprimento da fibra e seu diâmetro (l/d). Este é um fator a ser levado em consideração na hora da escolha da fibra a ser utilizada, pois, de acordo com VELASCO (2008), o desempenho do compósito é diretamente proporcional a relação de aspecto da fibra. Sendo assim, para se obter maiores acréscimos nas propriedades do compósito é necessário o uso de fibras que possuam uma maior relação de aspecto. Tal resultado é adquirido quanto maior for o comprimento da fibra ou quanto menor for o diâmetro da mesma.

No que diz respeito ao diâmetro, fibras com menores diâmetros possibilitam um maior número de fibras cruzando a fissura, aumentando a capacidade de transferência de tensões.

A variação no comprimento da fibra provoca mudanças na forma de ruptura do compósito. Em geral, com fibras mais longas, a ruptura do compósito se dá pela ruptura das fibras, enquanto que com fibras curtas, a ruptura do compósito geralmente ocorre devido ao processo de arrancamento da fibra da matriz. Segundo CAETANO et al, (2004), para compósitos com fibras curtas, a carga de arrancamento proporcionada pelo comprimento embutido na matriz não é suficiente para produzir uma tensão normal na fibra que supere a resistência à tração da mesma e, assim, a fibra não romperá. Nesta situação, com o aumento da deformação e, consequentemente da abertura da fissura, a fibra que está atuando como ponte de transferência de tensões pela fissura será arrancada do lado que possuir menor comprimento embutido (Figura 15).

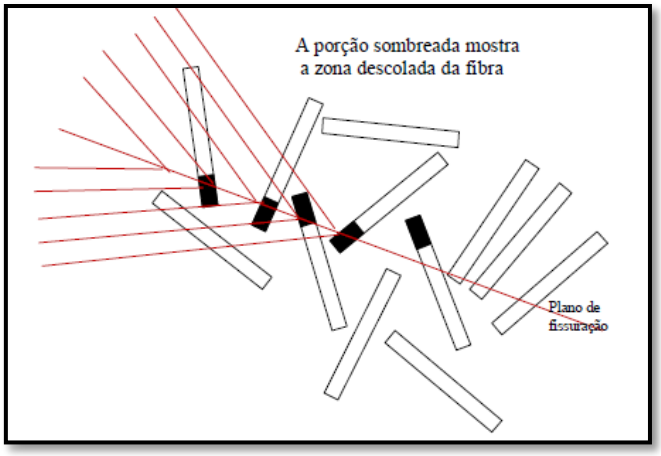


Figura 15 - Representação esquemática da decoesão progressiva das fibras antes da ruptura por arrancamento da fibra (TOLEDO, 1997).

A relação de aspecto também interfere na reologia do compósito. Quanto maior for o fator de forma, maior será também a influência da fibra na perda de fluidez do material. Isto ocorre pelo fato de se ter uma elevada área específica, que demanda uma grande quantidade de água de molhagem aumentando o atrito interno do concreto e reduzindo a sua mobilidade. Para a cimentação de poços de petróleo uma característica essencial que a pasta deve ter é uma bombealidade considerável. Pastas mais fluidas necessitam de menos esforços da bomba para serem bombeadas, além de diminuírem o risco de entupimento do anular e dos orifícios da broca. Sendo assim, a escolha de fibras longas não é uma opção real para a cimentação de poços.

3.3.2.3. Módulo de Elasticidade

As fibras também são caracterizadas de acordo com o seu módulo de elasticidade. Elas estão divididas em fibras de baixo módulo, como as fibras de polipropileno, e fibras de alto módulo, como as fibras de aço.

Fibras de baixo módulo são mais deformáveis e tendem a colaborar mais para controlar a abertura e propagação das fissuras do que para evitar o aparecimento das mesmas. Após a fissuração, dificilmente irão contribuir para que ocorra um aumento na capacidade de carga do compósito. A depender de quão menor for o módulo de elasticidade da fibra, se comparado ao da matriz, sua inserção na matriz vai gerar um

compósito de menor rigidez. Seu uso permite que o compósito atinja grandes deformações sem perda da integridade (CAETANO et al., 2004). No entanto, se uma fibra de baixo módulo possuir resistência mecânica suficiente para suportar a tensão pós-fissuração e se o teor empregado for bastante elevado, um aumento de carga após a fissuração pode ocorrer, gerando múltiplas fissuras.

Já as fibras de alto módulo são pouco deformáveis e colaboram para enrijecer o compósito. As mesmas reduzem o nível de deformação e fissuração da matriz, pois são capazes de desenvolver tensões elevadas com pouco alongamento, apresentando um elevado nível de tensão no momento da ruptura da matriz (CAETANO et al., 2004). Desta forma, melhoram o desempenho mecânico do compósito, aumentando a energia necessária para o colapso da estrutura.

Dessa forma, espera-se que uma fibra de baixo módulo de elasticidade permita um maior nível de abertura das fissuras do que uma fibra de alto módulo, para um mesmo nível de solicitação do conjunto fibra-matriz.

3.3.2.4. Interface Matriz-Fibra

Outro fator importante para o desempenho do compósito é a qualidade da interface fibra-matriz. De acordo com MANO (1999), a aderência entre a matriz e o componente de reforço exerce forte influência sobre as características do compósito. Isto se deve ao fato de ser a interface fibra-matriz a principal responsável pelo trabalho conjunto fibra-matriz, permitindo uma adequada transferência dos esforços entre o reforço e a matriz. De acordo com TOLEDO (1997), a ruptura do compósito ocorre simultaneamente em razão da propagação instável da fissura e ruptura da aderência. A matriz e a fibra atuam juntas até a ruptura, como um compósito de duas fases, e contribuem para a resistência do material.

Para que haja a mobilização da fibra em relação a matriz é necessário que a tensão cisalhante adesional máxima entre fibra e matriz seja excedida. Com isso, se dará início a um processo de decoesão, que irá se desenvolvendo gradualmente ao longo de todo o comprimento da fibra (Figura 16). No entanto, durante o processo de decoesão, o trecho da fibra desprendido da matriz começará a se deformar. Para fibras mais flexíveis se observa maior deformação nesse ponto. Uma baixa aderência entre fibra e matriz

possibilita uma decoesão total e um ganho de tenacidade pela fricção promovida pela fibra durante o seu arrancamento da matriz. No entanto, por causa da perda de aderência, a tensão de tração nas fibras, no arrancamento, é menor que a sua resistência última, e as fibras não oferecem a sua contribuição total para a resistência do compósito (TOLEDO, 1997).

Fibras mais rígidas possuem menor deformação, comprometendo a capacidade de deformação do compósito. Somado a isso, uma boa aderência entre fibra e matriz também compromete a capacidade de deformação e o ganho de tenacidade do compósito, uma vez que a decoesão é mais difícil de ocorrer e geralmente a fibra rompe antes da sua total decoesão, não fornecendo ao compósito a energia relativa ao processo friccional de arrancamento.

Segundo RESENDE (2003), um baixo volume de fibras aumenta o nível de tensão transferido da matriz para cada fibra, levando mais rapidamente ao rompimento da aderência fibra-matriz e, consequentemente, ao processo de arrancamento das fibras.

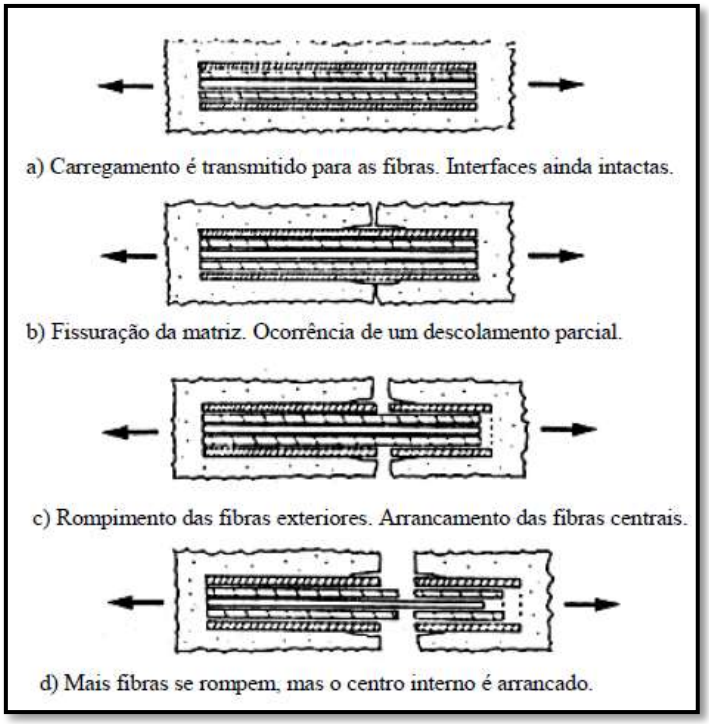


Figura 16 - Processo de arrancamento das fibras (RESENDE, 2003).

3.3.3. Características gerais das fibras utilizadas

Para a confecção das pastas deste trabalho foram escolhidas fibras curtas (6 mm) de polipropileno e PVA. As fibras curtas, além de possuírem pequeno comprimento, sendo mais facilmente incorporadas ao compósito, também trazem benefícios de isotropia das propriedades mecânicas, devido às menores chances de segregação.

As fibras de polipropileno e PVA são fibras sintéticas poliméricas e suas características individuais serão apresentadas a seguir.

3.3.3.1. Fibras de Polipropileno

Segundo HOLLAWAY (1994), fibras de polipropileno são consideradas termoplásticos, sendo constituídas de um polímero que adquire consistência plástica por meio do aumento de temperatura, apresentando grande flexibilidade, tenacidade e grande resistência a ataques químicos e aos álcalis. Estes polímeros são formados por séries de longas cadeias de moléculas polimerizadas separadas entre si, de maneira que possam deslizar umas sobre as outras. No geral, fibras de polipropileno possuem uma superfície hidrofóbica, como pode ser visto na Figura 17, que apresenta o monômero[3] do polímero polipropileno. Sendo assim, a existência de uma adesão química entre a fibra e a matriz é normalmente descartada. Porém, com um tratamento superficial, as fibras de polipropileno podem apresentar uma melhor aderência. Quanto à geometria, fibras de polipropileno são fabricadas em forma de fibrilas retangulares ou de monofilamentos cilíndricos.

Essas fibras podem ser classificadas como fibras de baixo módulo e dificilmente contribuem para o aumento de resistência do material. Em seu estudo, FANELLA e NAAMAN (1985) concluíram que a adição de fibras de polipropileno resultou no decréscimo da resistência à compressão quando comparado à matriz. VELASCO (2002) alcançou decréscimos na resistência à compressão e no módulo de elasticidade de até, respectivamente, 9,18% (concreto com fração volumétrica de fibra de polipropileno de 0,25%) e 8,60% (concreto com fração volumétrica de fibra de polipropileno de 0,50%).

[3] Monômero é classificado como a unidade que se repete ao longo da estrutura da cadeia molecular de um material

No entanto, apesar de uma possível redução da resistência à compressão, a adição dessas fibras pode, a depender do volume de adição, resultar em um comportamento mais dúctil do material após a fissuração.

Segundo CASTRO (2011), as fibras de polipropileno não evitam a formação e a propagação de trincas sob altos níveis de tensões. Por apresentarem grande deformação (RESENDE, 2003), aumentam a capacidade de deformação do compósito. De acordo com MOTTA (2007), essas fibras apresentam bom desempenho e durabilidade na matriz à base de cimento, no que diz respeito ao aumento da capacidade de deformação, ganho de tenacidade e controle na abertura das fissuras. Segundo RESENDE (2003), para fibras de polipropileno, esse ganho de energia é maior quando o compósito é submetido a tração. Isto possibilita ao material uma melhor performance em flexão, principalmente na etapa de pós-fissuração na qual as fibras sofrem o processo de arrancamento (*pull-out*) da matriz.

Como as fibras de polipropileno fundem próximo a 170 °C, elas têm um efeito significativo sobre o comportamento hidráulico de materiais a base de cimento sob altas temperaturas, ou seja, nesta temperatura inicia-se a formação de uma rede permeável que permite a migração dos gases para o exterior, reduzindo a pressão nos poros do material.

Em seu estudo experimental, TANESI (1999) constatou uma sensível redução na exsudação do concreto com o uso de fibras de polipropileno. Este fato corrobora a hipótese de grande demanda de água de molhagem por parte das fibras: devido à sua elevada área específica as fibras reduzem a mobilidade da água dentro da mistura e, consequentemente, a exsudação.

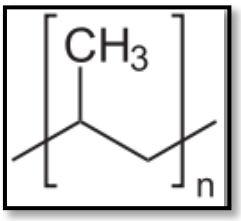


Figura 17 – Monômero da cadeia molecular do polímero polipropileno.

3.3.3.2. Fibras de PVA

Existe pouca informação sobre fibras de PVA disponível na literatura. No entanto, algumas considerações podem ser feitas. Se comparada a pastas cimentícias, fibras de PVA possuem um módulo de elasticidade que supera em três vezes o módulo de elasticidade da matriz. No entanto, são consideradas fibras flexíveis. Além disso, de acordo com MAGALHÃES (2010) fibras de polinivil álcool (PVA) originalmente apresentam elevada aderência química e de atrito, devido a sua natureza hidrofílica e características geométricas. A Figura 18 mostra o monômero da cadeia molecular do polímero de PVA, indicando a presença da hidroxila (OH^-).

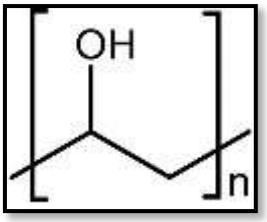


Figura 18 - Monômero da cadeia molecular do polímero PVA.

CAPÍTULO 4 *METODOLOGIA EXPERIMENTAL*

Neste capítulo serão descritas as metodologias utilizadas para a obtenção das propriedades do materiais utilizados na confecção das pastas. Além disso, também serão descritos os procedimentos de dosagem, preparo e cura das pastas, bem como as metodologias dos ensaios realizados para a obtenção das propriedades da pasta no seu estado fresco e no seu estado endurecido.

4.1. Propriedades dos Materiais

4.1.1. Granulometria

A distribuição dos tamanhos de partículas do cimento foi realizado no aparelho a laser da *Malvern Mastersizer* do LABEST/COPPE/UFRJ (Figura 19). Pelo fato de ser inerte e não reagir quimicamente, o álcool etílico absoluto P.A. foi adotado como fluido dispersante.

Figura 19 - Granulômetro a laser Malvern Mastersizer.

Já a granulometria da sílica ativa, foi obtida através do método de sedigrafia, realizado no sedígrafo *Sedigraph 5100* da marca *Micromeritics* do Centro de Tecnologia Mineral CETEM/UFRJ.

4.1.2. Massa Específica

As massas específicas do cimento e da sílica ativa foram determinadas por um ensaio realizado no *Picnômetro a gás,* modelo *AccuPyc 1330,* da marca *Micromeritics),* do LABEST/PEC/COPPE/UFRJ (Figura 20).

A técnica de picnometria a Hélio consiste em determinar o volume de massa conhecida da amostra através das variações de pressão do gás em um volume calibrado.

Figura 20 - Picnômetro a Gás AccuPyc 1330.

4.1.3. Composição Química

As composições químicas do cimento e da sílica ativa foram determinadas determinada por análises semiquantitativas realizadas por espectroscopia por fluorescência de energia dispersiva de raios-X. O ensaios foram realizados no equipamento *Shimadzu, Modelo EDX 800,* do LABEST/PEC/COPPE/UFRJ (Figura 21).

Figura 21- Equipamento Shimadzu Modelo EDX 800.

A técnica usa uma fonte de radiação gama de alta energia, que quando incidida sob um elemento químico qualquer, excita os elétrons da última camada, os quais vão para camadas mais exteriores. Quando o elétron volta ao seu estado normal, libera a energia adquirida, a qual pode ser aferida pelo equipamento. Cada elemento libera esta energia de forma singular, por este motivo, torna possível a identificação de cada composto presente nas substâncias.

4.1.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A morfologia das fibras de polipropileno e PVA foi observada por microscopia eletrônica de varredura, bem como a superfície fraturada dos corpos de prova fibrosos submetidos ao ensaio de tração na flexão.

As micrografias foram obtidas utilizando o detector de elétrons secundários no equipamento HITACHI 3000 do LABEST/PEC/COPPE/UFRJ (Figura 22). O MEV foi operado sob uma tensão de aceleração de 15 kV e uma distância de trabalho de aproximadamente 10 milímetros. As amostras foram aderidas a um porta amostras de latão (Figura 23a) por meio de um adesivo condutor de carbono (Figura 23b). As amostras de fibras foram previamente recobertas, com aproximadamente 2 milímetros de ouro para se tornarem condutoras e mais adequadas à análise no MEV. A cobertura foi feita através de um equipamento metalizador do Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise (LABMIC) do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais - COPPE/UFRJ.

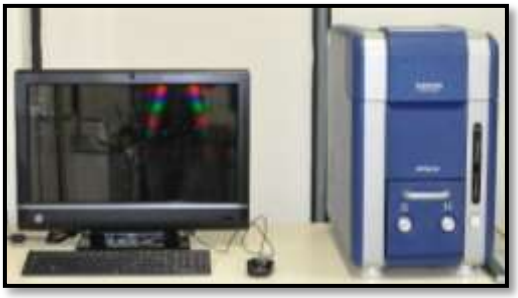
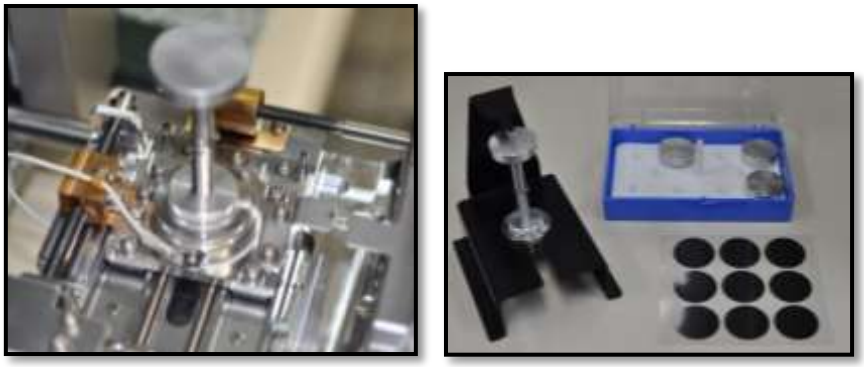


Figura 22 – MEV HITACHI 3000 acoplado a um computador para a visualização das imagens.



(a) (b)

Figura 23 – Acessórios: (a) Porta amostras de latão; (b) Base reguladora de altura do porta amostra e adesivo condutor de carbono.

4.2. Dosagem, Preparo e Cura das Pastas

As pastas confeccionadas neste trabalho são constituídas de cimento, sílica ativa, água, aditivo superplastificante de 2ª geração e fibras (polipropileno e PVA). Foram dosadas e produzidas cinco misturas, uma pasta de referência (sem a inclusão do reforço fibroso) e quatro pastas fibrosas, com a presença de fibras de polipropileno ou fibras de PVA, nos teores de 0,5% e 0,75%, em volume de pasta.

4.2.1. Dosagem da Pasta de Referência

O presente trabalho tem como um de seus objetivos a confecção de uma pasta de referência de alto desempenho e que seja aplicável a indústria petrolífera. Por uma pasta de alto desempenho, entende-se uma pasta de elevada resistência à compressão e com características de durabilidade. O aumento da resistência é conseguido através da escolha e dosagem adequada dos constituintes da matriz cimentícia, Em geral, matrizes mais densas apresentam maior resistência à compressão, devido a menor quantidade de vazios, que funcionam como regiões de concentração de tensões. Além disso, a diminuição de poros da pasta hidratada melhora o comportamento ao ataque de sulfatos e cloretos, caracterizando uma pasta de maior durabilidade também. Matrizes menos porosas, exigem um fator água/materiais cimentícios mais baixo, sendo esse também

um critério para o aumento da resistência. Além disso, a adição de pozolanas faz com que as mesmas reajam com o hidróxido de cálcio hidratado, formando mais C-S-H, composto que confere resistência ao material.

Na década de 90 começou a ser utilizada a tecnologia de otimização de partículas em formulações de pastas cimentícias para utilização em poços de petróleo, tendo em vista que pastas de alta compacidade apresentam propriedades mecânicas e resistências químicas muito superiores às apresentadas por pastas cimentícias convencionais (BALTHAR, 2010). O aumento da compacidade de partículas sólidas implica em preencher os vazios da pasta com sólidos de granulometria adequada, resultando na obtenção das características descritas acima.

A tecnologia de otimização de partículas é proveniente da área de concretos. Devido a exigências cada vez maiores em termos de resistência e de durabilidade, há uma evolução contínua da tecnologia de dosagem de materiais a base de cimento.

No trabalho desenvolvido por BALTHAR (2010) foi usado o Modelo de Empacotamento Compressível (MEC) para obter a compacidade máxima de sólidos. O mesmo foi originalmente desenvolvido para dosagem de concreto e hoje também é utilizado para formular pastas de cimento de compacidade otimizada. As pastas deste trabalho foram compostas por dois materiais granulares que, com base no trabalho de BALTHAR (2010), foram dosados visando sua máxima compacidade pelo simulador numérico MEC_COPPE 1.0 para empacotamento de misturas secas (SILVOSO, 2008), nos seguintes teores (em massa): cimento CPP classe G (100%) e sílica ativa (32,15%).

A definição da relação água/materiais cimentícios (a/mc) foi realizada por meio de testes qualitativos, com teores baseados no estudo realizado por MIRANDA (2008). A pesquisadora cita em seu trabalho que pastas cimentícias de compacidade otimizada devem conter um teor de água que origine na pasta fluida uma porosidade entre 35% e 45%. Com isso, para a confecção da pasta de referência deste trabalho definiu-se as relações a/mc iguais a 0,35, 0,40 e 0,45 e 0,50. A relação de 0,5 também foi adotada tendo como base a pasta de referência produzida por FAGUNDEZ (2012) em seu trabalho. Os testes qualitativos demonstraram que todas as pastas se mostraram muito viscosas na ausência de aditivo superplastificante (Figura 24). Tal fato se deve pelo uso de sílica ativa na composição da pasta de referência que por possuir maior superfície específica em relação ao cimento, seu uso causa um aumento do consumo de água na

mistura. Para que não seja necessário o aumento da relação a/mc, comprometendo a resistência a compressão da pasta endurecida, uma alternativa é usar aditivos superplastificantes para a manutenção da relação a/c e a trabalhabilidade da mistura (NEVILLE, 1997). Assim, optou-se pela determinação do teor de aditivo ótimo na pasta com relação a/mc = 0,50, por meio de ensaios de Compatibilidade e Ponto de Saturação.

Figura 24 - Aspecto da Pasta Confeccionada com Relação a/mc igual a 0,50.

4.2.1.1. Compatibilidade e Ponto de Saturação

Esse ensaio tem como objetivo verificar se os materiais cimentícios e o superplastificante utilizados são compatíveis entre si, bem como a determinação do ponto de saturação da pasta. Tais características são avaliadas através da construção de um gráfico tempo de escoamento *versus* porcentagem de aditivo. Considera-se que ocorre compatibilidade entre os materiais quando os tempos de escoamento, para um mesmo teor de aditivo, não diferem muito de uma medição para a outra. O ponto de saturação é definido como o ponto a partir do qual a adição de aditivo não fornece uma redução significativa no tempo de escoamento, se comparado ao tempo de escoamento do teor de aditivo anterior, não influenciando significativamente na dispersão das partículas de cimento.

O ensaio foi realizado através do uso do Funil de Marsh (Figura25), no qual a pasta é inserida e escoa através de um orifício de diâmetro especificado, 5 mm, para o interior de uma proveta graduada. Marca-se o tempo de escoamento da pasta para preencher exatos 1000 ml. O procedimento é realizado três vezes em intervalos de

tempo específicos: 10 min, 30 min e 60 min após o início de mistura da pasta no misturador.

O procedimento do ensaio está descrito a seguir:

- Pesagem dos materiais cimentícios dentro de um saco e posterior homogeneização dos mesmos através de sua agitação;

- Pesagem do aditivo e da água diretamente no copo do misturador;

- Ligar o misturador e, com auxílio de um cronômetro, dar início a marcação do tempo ao mesmo instante em que se começa a inserir os materiais cimentícios (inserir em 1 minuto);

- Deixar a pasta no processo de mistura até o cronômetro marcar 8 minutos;

- Atingidos 8 minutos, desligar o misturador e deixar a pasta em repouso por 1 minuto e 30 segundos;

- Atingido o tempo de repouso, religar o misturador e agitar a pasta por 10 segundos;

- Tampando o orifício inferior do funil com o polegar, inserir toda a pasta presente no copo do misturador dentro do funil;

- Ao mesmo tempo em que destampar o orifício inferior do funil, dar início a cronometragem do tempo com o auxílio do mesmo cronômetro utilizado anteriormente;

- Quando a pasta atingir os 1000 ml indicados na proveta, parar o cronômetro e registrar o tempo de escoamento;

- Colocar a pasta que está na proveta dentro de um béquer e tampá-lo com plástico filme, deixando-o em repouso até a hora da próxima leitura;

- O procedimento de leitura do tempo de escoamento deve ser repetido mais duas vezes, totalizando três leituras, aos 10, 30 e 60 minutos após o início do teste (inserção dos materiais cimentícios no copo do misturador);

- Antes de cada nova leitura, a pasta em repouso no béquer deve ser homogeneizada como auxílio de uma espátula e agitada no misturador por 10 segundos.

(a) (b) (c) (d)

Figura 25 – Ensaio de Compatibilidade: (a) Misturador; (b) Funil de Marsh e sua base; (c) Proveta graduada; (d) Ensaio sendo realizado.

A Figura 26 mostra as curvas de tempo de escoamento *versus* teor de aditivo obtidas para a pasta produzida com relação a/mc = 0,50, após 10, 30 e 60 minutos do instante de contato do cimento com a água. O menor teor de aditivo avaliado foi igual a 0,8%, considerando que aos 60 minutos não foi possível medir o tempo de escoamento devido à viscosidade apresentada pela pasta. De acordo com a Figura 17, o teor ótimo de aditivo foi igual a 1,3%.

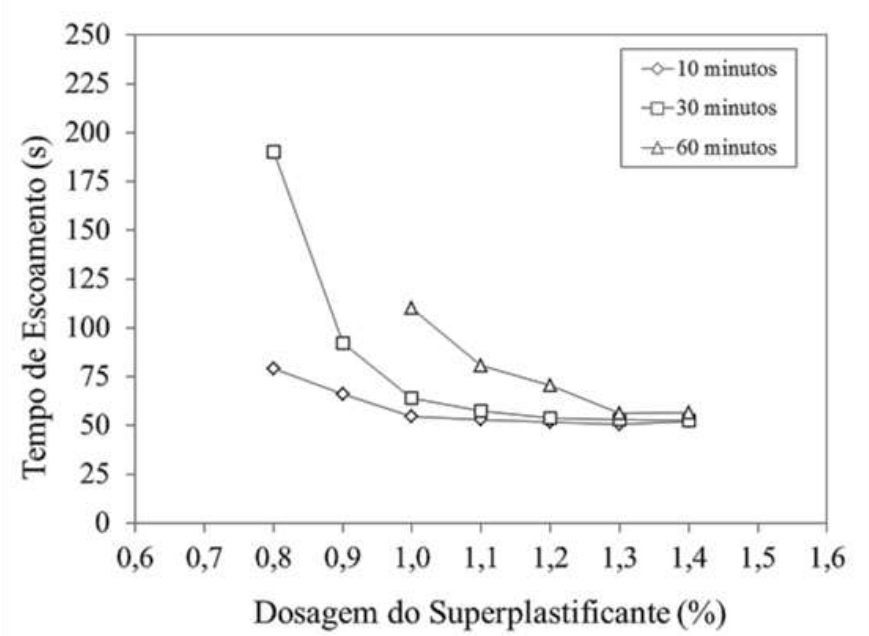


Figura 26 - Curvas de Tempo de Escoamento *versus* Teor de Aditivo.

As massas dos componentes da pasta de referência para a confecção de um volume de pasta igual a 600 ml e o consumo dos materiais estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição da pasta de referência.

Materiais	**Massa* (g)**	**Consumo (kg/m^3)**
Cimento	535,24	892,07
Sílica Ativa	172,08	286,80
Superplastificante	22,99	38,12
Água	339,87	566,44

*As massas de materiais correspondem àquelas necessárias para a confecção de um volume de pasta igual a 600 ml.

4.2.2. Dosagem das Pastas Fibrosas

Mesmo a pasta de referência tendo sido dosada visando a obtenção de uma pasta de alto desempenho, a durabilidade da mesma fica restrita à sua baixa porosidade e a pasta continua apresentando modo de ruptura frágil quando submetida a esforços mecânicos. Como forma de aumentar a durabilidade da pasta de referência, em termos de capacidade de deformação após a ocorrência da primeira fissura, optou-se pelo uso de fibras, garantindo um maior controle no grau de abertura da fissura e impedindo a ruptura frágil do material.

Segundo BATHAR (2010), a dosagem de uma mistura cimentícia com uma alta fração volumétrica de fibra nem sempre é possível quando se almeja uma mistura com baixa viscosidade, pois o volume de fibras afeta as propriedades reológicas do compósito. Em seu estudo, BALTHAR (2010) concluiu que a inserção de teores de fibras de polipropileno maiores que 0,75% produziam segregação na pasta. Com base nisso, foram definidas apenas duas frações volumétricas para serem aplicadas neste estudo, 0,5% e 0,75%. Os mesmos teores foram empregados para as fibras de PVA.

Os reforços fibrosos foram adicionados à pasta de referência, obtendo-se assim as seguintes pastas fibrosas: PP0,50, fração volumétrica de fibras de polipropileno igual a 0,50%, PP0,75 fração volumétrica de fibras de polipropileno igual a 0,75%, PVA0,50, fração volumétrica de fibras de PVA igual a 0,50%, e PVA0,75, fração volumétrica de fibras de PVA igual a 0,75%. A fração volumétrica das fibras foi descontada diretamente do volume total de pasta requerido para cada ensaio, gerando um novo volume de pasta menor, a partir do qual foram calculadas as massas dos demais componentes: cimento, sílica ativa, aditivo e água. Primeiramente, as pastas fibrosas foram avaliadas qualitativamente em relação à sua homogeneidade, através de uma observação visual. Após essa avaliação e constatação de que as fibras estavam distribuídas homogeneamente na pasta, a mesma foi submetida a ensaios de estabilidade e água livre. No entanto, a presença de fibras nos teores de 0,5% e 0,75% geraram pastas homogêneas visualmente, sem formação significativa da fase sobrenadante e estáveis para o mesmo teor de aditivo superplastifcante utilizado na dosagem da pasta de referência, 1,3% (em massa de sólidos do superplastificante em relação à massa de materiais cimentícios da pasta), não sendo necessário ajustar um novo teor para as pastas fibrosas.

A composição das pastas fibrosas com polipropileno está apresentada na Tabela 2. Para as pastas fibrosas de PVA, a composição das mesmas é mostrada na Tabela 3.

Tabela 2 – Composição das pastas fibrosas de polipropileno para as frações volumétricas de 0,50% e 0,75%.

Materiais	**PP 0,50%**		**PP 0,750%**	
	Massa* (g)	**Consumo (kg/m^3)**	**Massa* (g)**	**Consumo (kg/m^3)**
Cimento	532,56	887,61	531,23	885,38
Sílica Ativa	171,22	285,37	179,79	284,65
Superplastificante	22,87	38,12	22,82	38,03
Água	338,17	563,61	337,32	562,20
Fibra	2,82	4,70	4,23	7,05

*As massas de materiais correspondem àquelas necessárias para a confecção de um volume de pasta igual a 600 ml.

Tabela 3 - Composição das pastas fibrosas de PVA para as frações volumétricas de 0,50% e 0,75%.

Materiais	**PVA 0,50%**		**PVA 0,750%**	
	Massa* (g)	**Consumo (kg/m^3)**	**Massa* (g)**	**Consumo (kg/m^3)**
Cimento	532,56	887,61	531,23	885,38
Sílica Ativa	171,22	285,37	179,79	284,65
Superplastificante	22,87	38,12	22,82	38,03
Água	338,17	563,61	337,32	562,20
Fibra	3,90	6,50	5,85	9,75

*As massas de materiais correspondem àquelas necessárias para a confecção de um volume de pasta igual a 600 ml.

4.2.3. Preparo das Pastas

O preparo de cada pasta foi realizado de acordo com o procedimento padrão recomendado na ABNT NBR 9831 (2006) e no PROCELAB (CAMPOS *et al*, 2005).

O equipamento adotado para a confecção das pastas deste trabalho foi o misturador de palhetas *Waring Blendor* (*Chandler*), *Model 3070* (Figura 27). O misturador possui um temporizador, que permite a programação da agitação para tempos pré-estabelecidos, e um tacômetro para indicação da velocidade de rotação do motor durante o processo de mistura.

Foi usado o mesmo misturador tanto para a produção de pequenos volumes de pasta (600 ml), quanto para volumes maiores. Usou-se dois copos de capacidade de 1 litro e 4 litros, a depender do volume de pasta desejado.

(a) (b)

Figura 27 – Misturador *Waring Blendor (Model 3070)*: (a) Copo de 4 litros; (b) Copo de 1 litro.

Em procedimento padrão, o preparo de uma pasta de 600 ml é efetuado com a adição da massa de cimento à água em 15 segundos, com o misturador a uma velocidade de 4000 rpm e agitação da pasta por 35 segundos, com o misturador a uma velocidade de rotação igual a 12000 rpm. Neste procedimento de mistura, a energia de mistura equivale a 5,9 kJ/kg de pasta. No entanto, este não foi o procedimento padrão adotado nesta pesquisa. Visando manter a mesma energia de mistura resultante do

procedimento padrão, o tempo de mistura foi recalculado para uma velocidade de rotação de 2970 rpm. O resultado obtido por BALTHAR (2010) forneceu um valor de 10 minutos de agitação para a produção de um volume de 600 ml de pasta, sendo essas as condições adotadas para a fabricação das pastas desta pesquisa.

A ordem de preparo das pastas está descrita a seguir.

- Pesar os materiais cimentícios, cimento e sílica ativa, em um saco para facilitar a homogeneização dos grãos;

- Fechar o saco e agitá-lo por 30 segundos de forma a homogeneizar os materiais granulares;

- Pesar o aditivo diretamente no copo do misturador;

- Pesar a água em um béquer;

- Encaixar o copo na base do misturador e verter a água do béquer dentro do copo;

- Ligar o misturador e, a uma velocidade programada de 2970 rpm, inserir os materiais granulares em 1 minuto para um volume de 600 ml de pasta, ou em 2 minutos quando o volume a ser misturado for maior que 600 ml;

- Após passado o tempo de inserção do materiais cimentícios, deixar a agitação ocorrer por mais 10 minutos a mesma velocidade de 2970 rpm.

Para as pastas fibrosas o procedimento de preparo é praticamente o mesmo. No entanto, as fibras, após pesadas em um béquer, devem ser dispersas manualmente antes do início do processo de mistura e devem ser inseridas no copo do misturador com a pasta em movimento. A inserção deve ser feita pouco a pouco para melhor dispersão das fibras na pasta. Foi convencionado inserir as fibras após passados 4 minutos do início da programação de 10 minutos, sendo as mesmas inseridas em até 2 minutos.

4.2.4. Cura das Pastas

A cura das pastas é conhecida como o conjunto de medidas que tem por finalidade evitar a evaporação prematura da água necessária para a hidratação do cimento, que é responsável pela pega e endurecimento da pasta. O objetivo da cura é

manter a pasta de cimento saturada, ou o mais próximo possível dessa condição até que os espaços inicialmente ocupados pela água sejam ocupados pelos produtos da hidratação. A cura adequada é fundamental para que o concreto alcance o melhor desempenho, proporcionando uma redução de sua porosidade, contribuindo para aumentar a durabilidade das estruturas.

A cura térmica realizada na pasta cimentícia teve como objetivo simular as condições térmicas de um poço de petróleo que a pasta será submetida. De acordo com CAMARINI (1995), na cura térmica as temperaturas não devem exceder 80ºC para não causar modificações na microestrutura da pasta. Para se evitar danos às peças, deve-se seguir um ciclo de cura. O aumento da temperatura de cura deve ser controlado, não podendo ser superior a 20 ºC por hora. Da mesma forma, a diminuição da temperatura também deve ser controlada, não podendo ser superior a 30 ºC por hora (CAMARINI, 1995). Após a temperatura de cura térmica ter sido atingida, as peças devem permanecer em um regime isotérmico até que se atinja a resistência desejada.

As pastas confeccionadas para os ensaios de estabilidade, reologia, água livre, massa específica aparente e mini-slump foram caracterizadas experimentalmente logo após o procedimento de preparo, não passando pelo processo de cura.

As pastas confeccionadas para caracterização mecânica foram submetidas a um procedimento de cura úmida durante 9 dias. Após o preparo da pasta, conforme o item 4.2.3, a mesma foi inserida em moldes cilíndricos, para o ensaio mecânico de compressão uniaxial, e em moldes prismáticos, para o ensaio mecânico de tração na flexão. O preenchimento foi feito em duas camadas e em cada camada foram realizados movimentos lentos e circulares por 10 segundos, com o auxílio de um bastão de vidro, afim de eliminar as bolhas de ar provenientes do processo de mistura dos materiais.

A cura inicial da pasta se deu por 24 horas em uma câmara úmida de temperatura ambiente (22°C ± 1°C) e com umidade relativa do ar aproximadamente igual a 100%. A câmara possui portas de acrílico, para evitar perda de água dos materiais para o ambiente, e, em seu anterior, béquers são mantidos cheios d’água para que a umidade relativa se mantenha próxima a 100% (Figura 28). A temperatura de 22°C era garantida por ar condicionado, que se encontrava sempre ligado e programado para essa temperatura.

Figura 28 – Câmara úmida com umidade relativa próximo a 100% e temperatura de 22°C.

Passadas as 24 horas, os corpos de prova já endurecidos foram retirados da câmara úmida, desmoldados em um ambiente com a mesma temperatura da câmara úmida (22°C ± 1°C) e inseridos em um banho térmico (Figura 29a) preenchido com água à temperatura ambiente (22°C ± 1°C), onde foi realizada a rampa de aquecimento dos corpos de prova até a temperatura de 74°C. O banho utilizado possui um gradiente controlado de aquecimento de 0,33°C/min (19,8°C/h), possibilitando que o aumento de temperatura de cura seja feito de forma controlada.

Atingidos os 74°C, os corpos de prova foram retirados do banho de rampeamento e realocados em um banho de armazenamento (Figura 29b), também a 74°C, onde permaneceram por sete dias sujeitos a um regime isotérmico de cura (74°C). O transporte dos corpos de prova de um banho para o outro foi feito em recipientes preenchidos com água à 74°C e de forma que os corpos de prova ficassem totalmente imersos no corpo d'água, evitando troca de calor com o meio a 22°C e consequente interferência no processo de cura.

(a) (b)

Figura 29 – Banhos Térmicos: (a) Banho de rampeamento; (b) Banho de armazenamento.

A temperatura de cura de 74°C adotada foi definida tendo como base as condições de poço consideradas:

- Lâmina d'água de 2000 metros;
- Profundidade considerada de 5900 metros (2000 m de lâmina d'água + 3900 metros de sedimentos);
- Temperatura estática de 74°C (165°F).

Após os setes dias de armazenamento, os corpos de prova foram transferidos de volta para o banho de rampeamento, adotando o mesmo processo de transferência descrito anteriormente. O banho de rampeamento, previamente preenchido com água a 74°C, recebe os corpos de prova do banho de armazenamento para a realização da etapa de resfriamento até a temperatura ambiente (22°C) e posterior realização do ensaios mecânicos. O resfriamento se dá por meio de trocas de calor entre a água presente no banho desligado (74°C, inicialmente) e o meio (22°C, constante), até que a água atinja um valor de cerca de 25°C ± 1. Para acelerar a etapa de resfriamento, sem exceder o gradiente de resfriamento de 30°C/h, convencionou-se retirar metade da massa de água do banho de rampeamento após a inserção dos corpos de prova nele.

O tempo de sete dias de armazenamento foi determinado tendo como base o estudo realizado por CORREIA (2009), que determinou a resistência à compressão em diferentes idades de corpos de prova de uma mesma mistura formulada para a aplicação em poços de petróleo. Em seu estudo, CORREIA (2009) concluiu que para uma

condição de cura a 50°C durante sete dias, a resistência à compressão uniaxial medida foi de 90% do valor da resistência medida de um corpo de prova mantido na mesma condição de cura, porém, durante 28 dias. A Figura 30 representa a rampa de temperatura, as temperaturas e o período de cura das amostras.

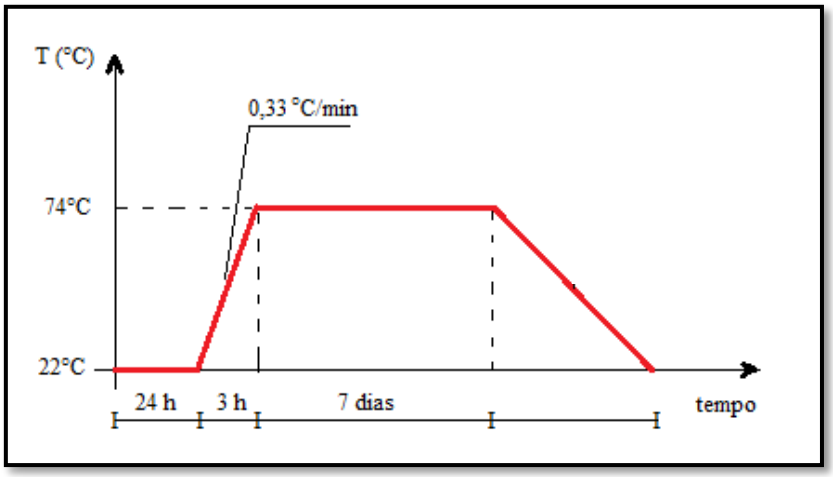


Figura 30 – Rampa de Temperatura do Período de Cura das Amostras.

4.3. Propriedades das Pastas no Estado Fresco

4.3.1 Massa Específica Aparente

O ensaio de massa específica aparente tem como objetivo a determinação direta da mesma através do uso de um equipamento denominado balança de lama (Figura 31). Tal equipamento é composto por um copo, onde a pasta é inserida, que é equilibrado por contra-pesos encontrados na extremidade oposta da balança. Ao se inserir a pasta, o equilíbrio se dá pela movimentação de um cursor presente na régua ao longo das escalas graduadas da mesma, até que a bolha do nível, que compõe o equipamento, assuma uma posição estática e centrada (Figura 32a). Deve-se notar que a régua possui duas escalas, lb/gal e g/cm^3, cabendo ao executor do ensaio escolher a leitura com maior precisão.

Figura 31 – Ensaio de Massa Específica Aparente: Balança de Lama.

O ensaio foi realizado em todas as pastas confeccionadas neste trabalho, seguindo os procedimentos descritos no PROCELAB (CAMPOS et al., 2005) e na norma API RP10B-2 (2005), que também está exposto a seguir:

- Preparar a pasta conforme o item 4.2.3;

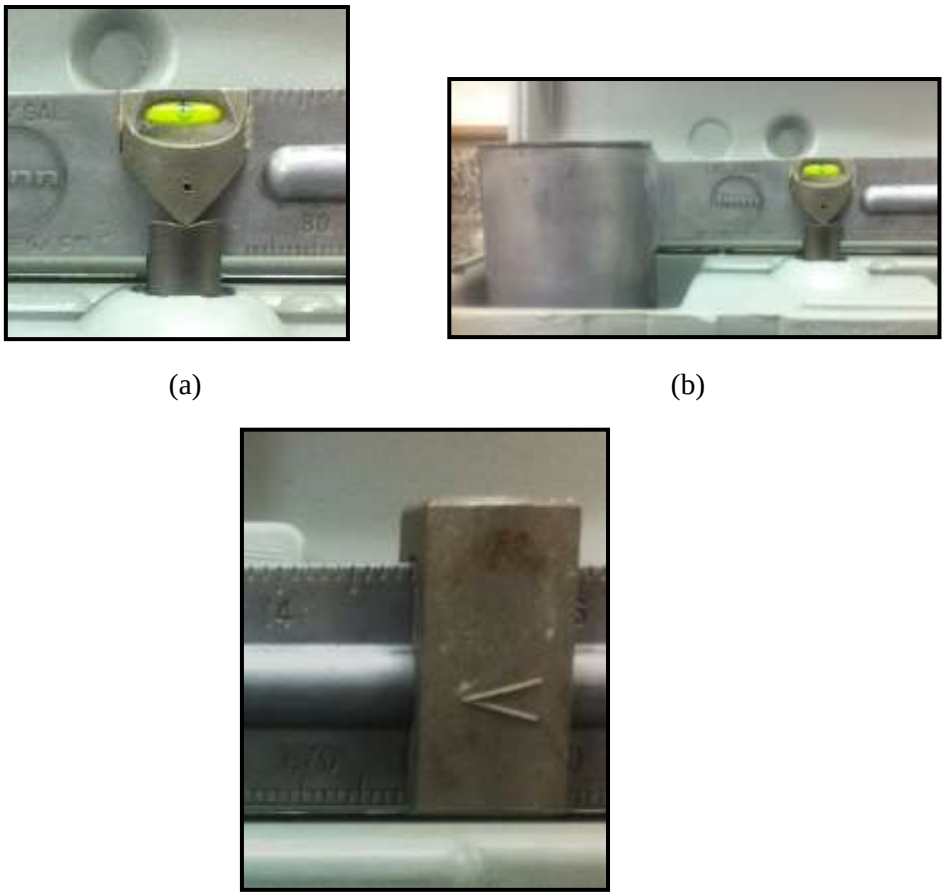
- Verter a pasta no copo da balança até um nível de, aproximadamente, 6 mm abaixo da borda do copo;

- Vedar o copo com a tampa e constatar que houve saída de pasta pelo orifício central presente na tampa do copo. Caso não haja, preencher mais um pouco o copo com pasta;

- Com auxílio do polegar, fechar o orifício da tampa, lavar e secar bem o equipamento;

- Colocar o equipamento no apoio e fazer a movimentação do cursor até que o equilíbrio seja atingido (Figura 32b), como explicado anteriormente;

- Anotar as medições nas duas escalas e identificar a medição mais precisa (Figura 32c).



(a) (b)

(c)

Figura 32 - Ensaio de Massa Específica Aparente: (a) Equilíbrio atingido; (b) Bolha do nível centralizada; (c) Leitura nas duas escalas.

4.3.2. Água Livre

O ensaio de água livre tem como objetivo a determinação do percentual do volume de fase sobrenadante, sem característica cimentante, referente a uma massa pré-determinada de pasta, submetida ao repouso por duas horas. “Tal informação possibilita estimar a suscetibilidade de uma pasta em ter seu volume total efetivo reduzido” (CAMPOS et al., 2005).

O ensaio foi realizado em todas as pastas confeccionadas neste trabalho, conforme descrito no API Specification 10A (2002) do American Petroleum Institute (API). O procedimento de ensaio também está descrito a seguir:

- Preparar e homogeneizar a pasta conforme o item 4.2.3;

- Colocar um Erlenmeyer (Figura 33a) na balança e tarar a mesma;

- Verter 760 ± 5 g de pasta no Erlenmeyer, sem que a mesma encoste nas paredes do recipiente;

- Vedar o conjunto Erlenmeyer/Pasta com um filme plástico para evitar a evaporação da fase líquida;

- Colocar o conjunto Erlenmeyer/Pasta em um local livre de vibrações e deixar em repouso por 2 horas;

- Após o tempo de repouso, verificar se houve exsudação. Caso tenha ocorrido, com o auxílio de uma seringa, retirar o volume da fase sobrenadante formada e medi-lo com o auxílio de uma proveta (Figura 33b);

- O teor de água livre foi calculado a partir da Equação 1:

$$T_{al} = \frac{100 * V_{al} * \rho}{m_p} \qquad \text{Equação 1}$$

Onde:

T_{al} : Teor de água livre (%);

V_{al} : Volume de água livre (ml);

m_p : Massa inicial da pasta (g);

ρ : Massa específica da pasta (g/cm^3).

(a) (b)

Figura 33 – Ensaio de Água Livre: (a) Erlenmeyer; (b) Proveta graduada para medição do volume da fase sobrenadante.

4.3.4. Espalhamento

O ensaio de espalhamento tem como objetivo obter o diâmetro médio do espalhamento da pasta para avaliar sua capacidade de fluidez. Neste ensaio é utilizada uma folha graduada e um pequeno funil (Figura 34).

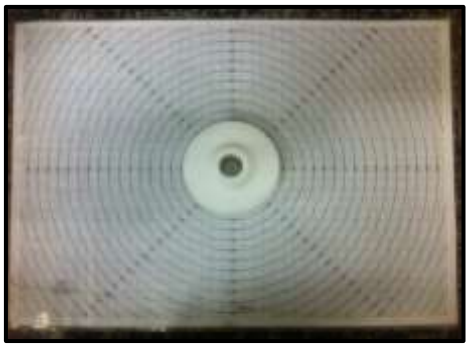


Figura 34 – Ensaio de Espalhamento: Acessórios Utilizados no Ensaio.

O procedimento de ensaio está descrito a seguir:

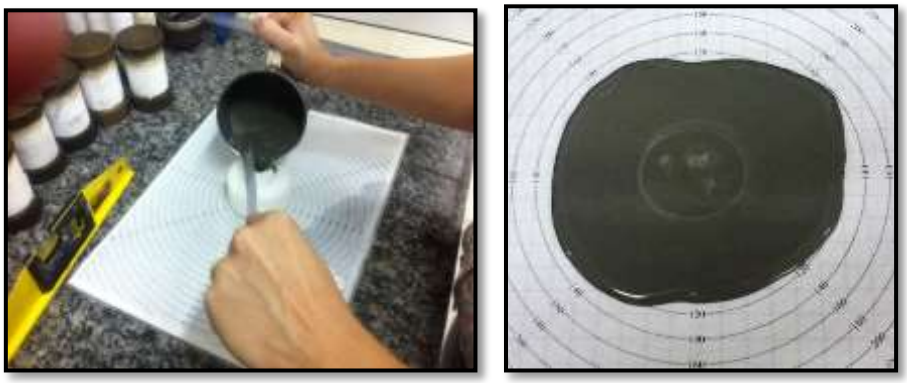
- Preparar a pasta conforme o item 4.2.3;

- Posicionar o funil no centro da folha;

- Inserir a pasta dentro do funil até o preenchimento total do mesmo (Figura 35a);

- Retirar o funil cuidadosamente na direção vertical;

- Esperar até que o escoamento da pasta se estabilize (Figura 35b) e efetuar a medição do diâmetro da pasta espalhada.



(a) (b)

Figura 35 – Ensaio de Espalhamento: (a) Inserção da pasta dentro do funil; (b) Pasta de Referência, PREF, com Escoamento Estabilizado.

4.3.3. Reologia

O ensaio de reologia tem como objetivo determinar as propriedades e os parâmetros reológicos das pastas cimentícias. Na indústria do petróleo, os conhecimentos básicos da reologia auxiliam na análise do comportamento reológico dos diversos tipos de fluidos. Entre outras aplicações, a definição de parâmetros reológicos permite que se estime as perdas de carga, capacidade de transporte e sustentação de sólidos (MACHADO, 2002).

Segundo TOLEDO (2009), o concreto fresco é como um material intermediário entre um fluido e um pacote de partículas úmidas e pode ser considerado um fluido homogêneo e incompressível, que pode ser estudado pela ciência da reologia, desde que obedeça aos seguintes critérios:

- Que não segregue durante o escoamento;
- Que seu volume permaneça constante durante o processo de cisalhamento, isto é, seja incompressível;

Ainda de acordo com TOLEDO (2009), quando o fluido apresentar partículas sólidas suspensas, porém muito próximas, irá requerer uma tensão mínima de cisalhamento para iniciar o escoamento. Como pastas cimentícias se diferem de concretos basicamente pelo tamanho das partículas utilizadas, pode-se assumir que as mesmas devam obedecer os mesmos critérios empregados para concretos quanto ao estudo da reologia.

As pastas cimentícias confeccionadas neste trabalho foram avaliadas quanto à reologia considerando que as mesmas se comportam como um fluido de Bingham, modelo que representa o comportamento de misturas contendo materiais cimentícios (TOLEDO, 2009).

A seguir, estão apresentadas as propriedades, e suas respectivas definições, que se espera obter com o ensaio de reologia.

Tensão de Cisalhamento (τ): é a força por unidade de área cisalhante, necessária para manter o escoamento do fluido.

Taxa de Deformação (γ): é o deslocamento relativo das partículas ou moléculas do fluido.

Viscosidade Plástica (μ_P): é a resistência de um fluido à troca de posição de um volume do elemento, ou seja, a resistência contrária à tensão de cisalhamento,

Limite de Escoamento (τ_0): tensão de cisalhamento crítica a partir da qual o fluido entra em movimento.

Gel Inicial (G_i): mede a resistência inicial para colocar o fluido em fluxo após 10 segundos em repouso.

Gel Final (G_f): mede a resistência do fluido para reiniciar o fluxo após 10 minutos em repouso.

Modelo de Bingham: fluidos representados por este modelo apresentam uma tensão de cisalhamento crítica. É necessário que essa tensão de cisalhamento crítica seja atingida para que o material entre em escoamento. Essa tensão resulta da combinação entre o atrito e a coesão existente entre os contatos dos grãos para que o material entre em movimento (Figura 36) (TOLEDO, 2009). Atingida essa tensão, o comportamento do

fluido passa a ser semelhante ao comportamento de um fluido newtoniano, apresentando uma relação linear entre a taxa de deformação e a tensão de cisalhamento. A inclinação da reta ajustada sobre os pontos experimentais no espaço é a viscosidade plástica, dada em função da dissipação dos líquidos entre os grãos (Figura 36) (TOLEDO, 2009). Desta forma, o fluido de Bingham é então caracterizado por dois parâmetros físicos: tensão de cisalhamento crítica e viscosidade plástica. O modelo relaciona as variáveis citadas através da Equação 2.

$$\tau = \tau_0 + \mu_P * \gamma \qquad \text{Equação 2}$$

Onde,

τ : Tensão de cisalhamento (Pa ou lbf/100pés^2);

τ_0: Limite de escoamento (Pa ou lbf/100pés^2);

μ_P : Viscosidade plástica (Pa.s ou cP);

γ : Taxa de deformação (s^{-1}).

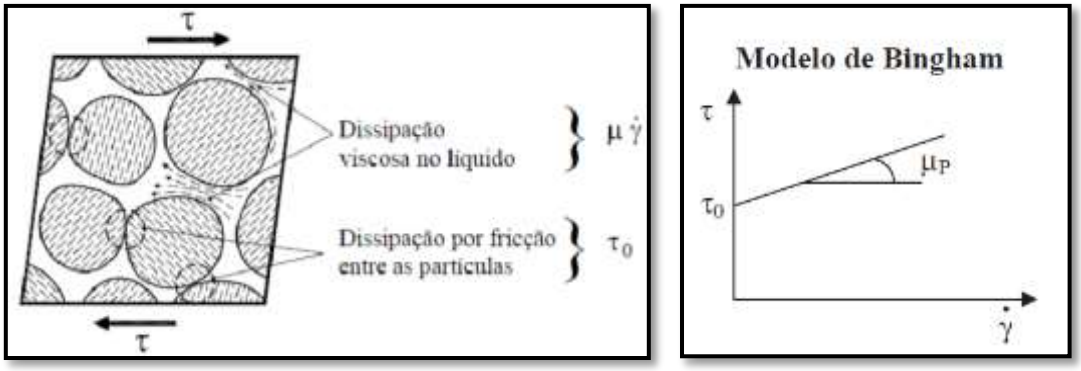


Figura 36 - Contribuição da fase sólida e da fase líquida para a resistência ao Cisalhamento (TOLEDO, 2009).

Os fluidos caracterizados por esse modelo normalmente têm, em repouso, uma estrutura tridimensional de rigidez suficiente para resistir a algumas tensões até a tensão crítica. Se a tensão crítica é excedida, a estrutura se desintegra e o sistema se comporta

como um fluido Newtoniano. Quando o fluido é deixado em repouso novamente, a estrutura pode ser novamente formada ou não.

Os parâmetros descritos acima são utilizados para a determinação do regime de escoamento e previsão das pressões geradas durante as operações de cimentação.

Para a caracterização reológica das pastas produzidas neste trabalho foram usados dois equipamentos: um viscosímetro e um reômetro.

4.3.3.1. Viscosímetro

Neste trabalho, o equipamento utilizado para determinar as propriedades reológicas da pasta de referência foi o viscosímetro rotativo *Fann* (Figura 37). O ensaio foi realizado de acordo com os procedimentos descritos na ABNT NBR 9831 (2006).

Figura 37 - Viscosímetro *Fann.*

Para utilizar o viscosímetro rotativo é necessário que o tamanho das partículas existentes na pasta seja inferior a 1/3 do valor do espaço anular formado ente o rotor e o bob (SCHRAMM, 2006). No caso, o conjunto rotor-bob escolhido foi o R1/B1, resultando num espaço anular de 1,17 mm (PROCELAB, 2005). Como as fibras utilizadas para a confecção das pastas fibrosas possuem um comprimento (6 mm) que

excede o valor do espaço anular, tem-se a impossibilidade de usar o viscosímetro rotativo para a medição das suas propriedades reológicas.

Todos os ensaios foram realizados conforme descrito a seguir:

- Preparo das pastas como descrito no item 4.2.3;

- Inserção da pasta no copo do viscosímetro, previamente aquecido até a temperatura de ensaio 27°C (80°F);

- Instalação do copo térmico na base do viscosímetro;

- Levantamento e posicionamento do copo térmico até que o nível da pasta estivesse alinhado com a linha de marcação do rotor, com o equipamento previamente ligado na velocidade de 300 rpm;

- Após 60 segundos da pasta em processo de rotação foi feita a primeira leitura de deflexão angular;

- Após a primeira leitura, a rotação foi ajustada para uma velocidade de 200 rpm e, após 20 segundos de mistura, foi realizada a segunda leitura;

- Após a segunda leitura, a velocidade angular foi reajustada para 100 rpm e, novamente após 20 segundos, foi feita a terceira leitura de deflexão angular;

- Após a terceira leitura, a velocidade foi alterada para 600 rpm e mantida por 60 segundos. Em seguida desligou-se o motor por 10 segundos e, passado esse tempo, o mesmo foi religado a uma velocidade de 3 rpm. A máxima deflexão observada foi anotada para o cálculo do gel inicial da pasta;

- Após a leitura da deflexão correspondente ao gel inicial, o motor foi desligado novamente, mantendo a pasta em repouso por 10 minutos. Após esse período o motor foi religado na velocidade de 3 rpm. A máxima deflexão lida foi registrada a fim de se determinar o gel final da pasta.

As leituras de deflexão da pasta adquiridas durante o ensaio foram usadas para calcular os parâmetros necessários para a construção do gráfico tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação. Para isso foi realizado o cálculo da taxa de deformação para as velocidades de rotação de 300 rpm, 200 rpm e 100 rpm, através da Equação 3 e da Equação 4.

$$\omega = \frac{2 * \pi * \Omega}{60} \qquad \text{Equação 3}$$

$$\gamma = \frac{2 * \omega * R_0^2}{R_0^2 - R_1^2} \qquad \text{Equação 4}$$

Onde:

γ : Taxa de deformação (s^{-1});

ω : Velocidade angular (s^{-1});

Ω : Velocidade de rotação do viscosímetro (rpm);

R_0 – Raio interno do rotor (cm);

R_i – Raio interno do "bob" (cm).

As tensões de cisalhamento foram calculadas pela Equação 5.

$$\tau = F_\tau * F_m * \Theta \qquad \text{Equação 5}$$

Onde:

τ : Tensão de cisalhamento (lbf/100pés^2 ou Pa);

F_τ : Fator da tensão de cisalhamento do viscosímetro para uma dada combinação "rotor-bob" (Tabela 4);

F_m : Coeficiente da mola de torção do instrumento (Tabela 4);

Θ : Leitura do viscosímetro em graus. (Foram adotadas as leituras feitas nas rotações de 300 rpm, 200 rpm e 100 rpm.).

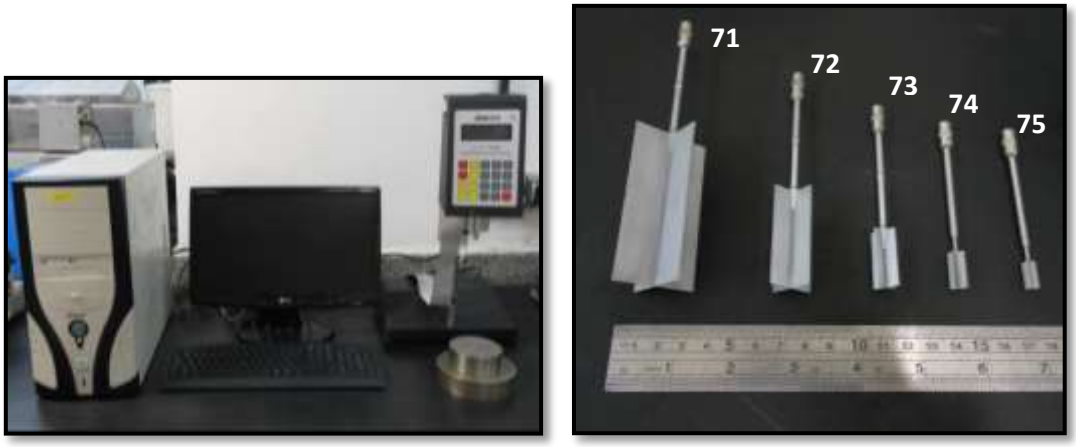
Tabela 4 - Fator da tensão de cisalhamento do viscosímetro para o "BOB" B1 e fator da constante elástica da mola F1.

BOB	**Fτ (lbf/100pés^2)**	**Fτ (Pa)**	**Tipo de mola**	**Fm**
B1	1,067	0,511	F1	1

Com os resultados de taxa de deformação e de tensão de cisalhamento foi possível plotar os pontos e obter um gráfico tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação. Através de um ajuste linear foi obtido a equação de uma reta e fornecido um valor de coeficiente angular e outro de coeficiente linear. Ao comparar a equação da reta obtida com a equação fornecida pelo modelo de Bingham Equação 2) foi possível a determinação dos parâmetros reológicos. O limite de escoamento (τ_0) é dado pelo coeficiente linear da reta e a viscosidade plástica (μ_P) é dada pelo coeficiente angular da reta.

4.3.3.2. Reômetro

Devido à impossibilidade de caracterização reológica das pastas fibrosas pelo viscosímetro rotativo, outro equipamento foi escolhido e outra geometria de palhetas foi utilizada. O equipamento utilizado foi o reômetro *Brookfield* modelo *DV-III Ultra*, com palhetas em cruz (*vane spindle*), mostrados na Figura 38a e na Figura 38b, respectivamente.



(a) (b)

Figura 38 – Equipamentos: (a) Reômetro acoplado a um computador para a aquisição de dados; (b) Palhetas em cruz (*vane spindle*).

O seu princípio de funcionamento consiste na rotação da palheta que está imersa na pasta. A rotação é transferida para a palheta através de uma mola calibrada conectada a mesma. A resistência do fluido ao movimento da palheta é medida pela deflexão da

mola, a qual é medida com um transdutor rotativo. A Figura 39 ilustra o funcionamento do reômetro.

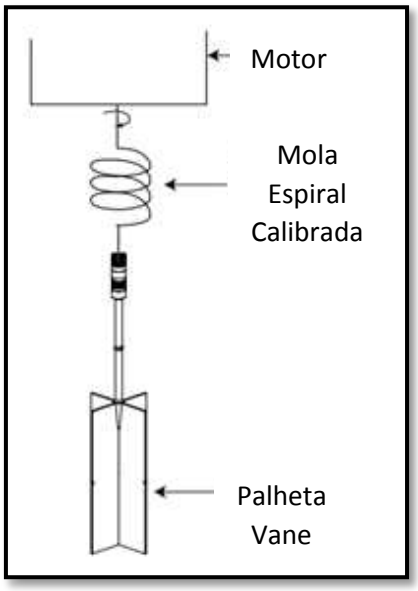


Figura 39 – Modelo Esquemático de Funcionamento do Reômetro (Adaptado de *BROOKFIELD*, 2012).

Para a aquisição dos dados foi o utilizado o método *Vane*, também conhecido como método do rotor de hélice, que é um método simples e eficiente para medir o limite de escoamento, dentre outras propriedades de fluidos não newtonianos. No entanto, neste trabalho o ensaio foi feito apenas visando a obtenção do limite de escoamento. De acordo com BARNES e NGUYEN, 2001, a medida de limite de escoamento utilizando o método *Vane* é obtida submetendo a amostra a uma taxa de deformação muito baixa e constante, geralmente de 36°/min (0,1 rpm – 0,01 rad/s), até que a amostra comece a fluir. Segundo JENNINGS (2001), para baixas velocidades de rotação o desenvolvimento da tensão de cisalhamento é mais lento e a escala de tempo é muito maior, fazendo com que o material atinja valores maiores de tensão antes de escoar. Com isso, o formato da curva tensão de cisalhamento *versus* tempo é dependente da velocidade de rotação aplicada, como pode ser visto na Figura 40.

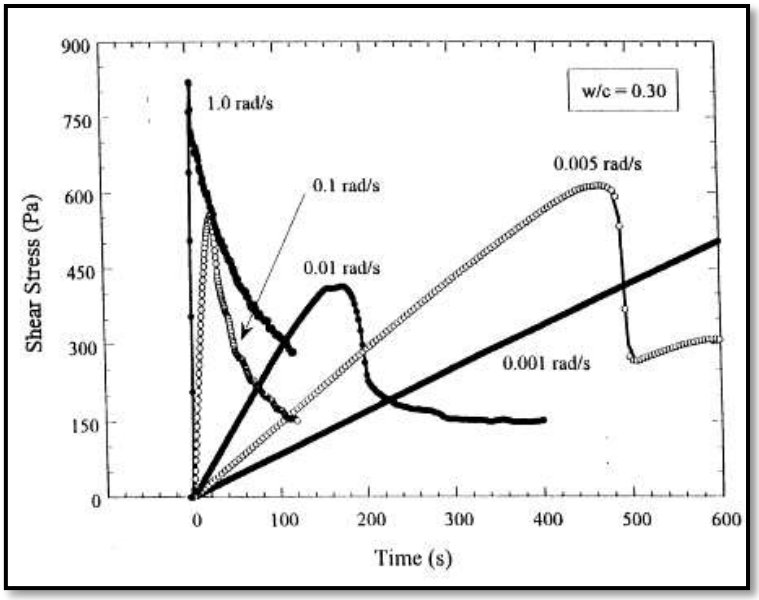


Figura 40 – Desenvolvimento da tensão de cisalhamento em função do tempo para diferentes velocidades de rotação, aplicado o método Vane. (Adaptada de JENNINGS, 2001).

O valor da tensão de cisalhamento em que a amostra começa a fluir é chamado de limite de escoamento. A Figura 41 mostra uma curva típica tensão de cisalhamento *versus* tempo para fluidos não-newtonianos, como pastas, submetidos à taxa de deformação constante. Inicialmente, a curva apresenta uma evolução linear da tensão de cisalhamento com o tempo, seguida de um desvio da linearidade e atingindo um valor máximo de tensão. Após atingir esse máximo, observa-se uma queda até um valor de tensão, a partir do qual a tensão de cisalhamento se comporta de forma constante ao longo do tempo (BARNES; NGUYEN, 2001)

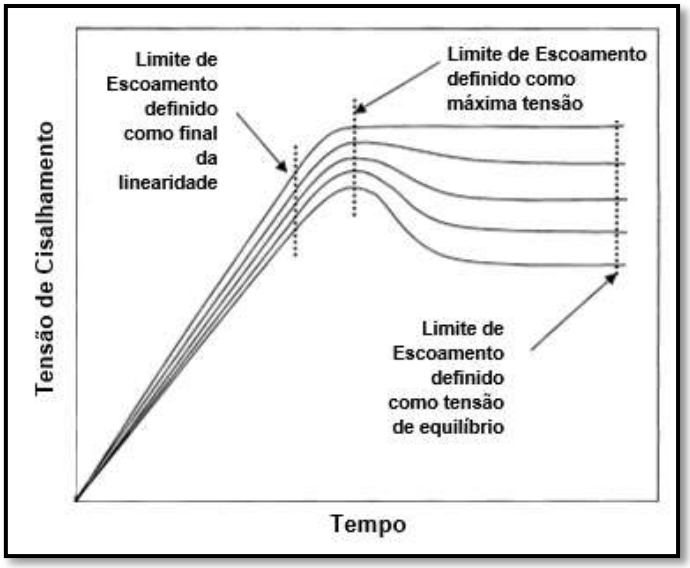


Figura 41 - Curva típica tensão de cisalhamento *versus* tempo. (Adaptado de BARNES e NGUYEN, 2001)

Analisando a Figura 41 é possível notar que a definição precisa do limite de escoamento ainda é um ponto de divergência entre pesquisadores. Em alguns trabalhos, o limite de escoamento é definido como o ponto em que se observa o fim do trecho elástico, em outros como o valor máximo da tensão. Ainda há trabalhos em que o limite de escoamento é dado como a tensão constante observada ao final da região de escoamento do fluido (BARNES e NGUYEN, 2001). Por outro lado, existem autores que definem o ponto de perda de linearidade como um limite de escoamento estático, com ausência de fluxo perceptível na escala macroscópica, e o ponto de tensão de cisalhamento máxima como um limite de escoamento dinâmico, sendo esse considerado o verdadeiro limite de escoamento, visto que representa o ponto de total quebra da estrutura tixotrópica do material (JENNINGS et al, 2001). Neste trabalho, a definição adotada para o limite de escoamento foi a da máxima tensão.

Usando o reômetro é possível programar a aquisição dos dados, evitando erros devido ao manuseio humano. As aquisições foram programadas para serem feitas a cada cinco segundos, mantendo uma velocidade de rotação de 0,1 rpm (0,01 rad/s). A programação foi feita através de um computador, usando o programa *RHEOCALC*, que fornece um gráfico de porcentagem de torque *versus* tempo. Para obter resultados precisos, o fabricante recomenda que o torque exercido na amostra durante o ensaio deve permanecer entre 10 e 100%. A obtenção de tais valores pode ser alcançada através de tentativa e erro com os diversos tamanhos de palheta.

Para a comparação das propriedades reológicas entre todas as pastas confeccionadas, a pasta de referência também foi caracterizada com o reômetro. No entanto, para que a comparação seja possível, é necessário que todas as pastas utilizem o mesmo sistema de palheta.

O ensaio foi realizado conforme descrito a seguir:

- Preparar 600 ml de pasta como descrito no item 4.2.3;

- Inserir a pasta em um béquer de 600 ml. A cada 200 ml, com o auxílio de um soquete, promover 20 golpes na pasta para a uniformização de sua superfície;

- Posicionar o béquer na base do reômetro;

- Com o reômetro previamente ligado e zerado, fixar a palheta ao equipamento;

- Controlando a altura do reômetro por meio de uma alavanca, inserir a palheta dentro do béquer até que a pasta atinja a marca presente no corpo da palheta. No entanto, é necessário tomar cuidado para que a palheta não encoste no fundo do béquer;

- Iniciar a rotação da palheta através do programa *RHEOCALC*.

Para o cálculo do limite de escoamento, assume-se que a superfície de cisalhamento criada pela palheta seja a de um cilindro de diâmetro igual ao da palheta e que a tensão esteja uniformemente distribuída em toda a superfície. Assim, a conversão de % Torque em tensão de cisalhamento é dada pela Equação **6**:

$$\tau = \frac{TK * YMC * T}{10} \qquad \text{Equação 6}$$

Onde:

τ : Tensão de cisalhamento (Pa);

TK : Constante relacionada com o modelo do reômetro, igual a 8 para o modelo *HBDV-III Ultra (BROOKFIELD, 2012);*

YMC: Constante relacionada com as dimensões da palheta (Tabela 5);

T : Valor do torque medido pelo equipamento (%).

Tabela 5 - Valores de *YMC* e dimensões das palhetas em cruz (Adaptado de *BROOKFIELD*, 2012).

Nº da Palheta	**YMC**	**Comprimento (cm)**	**Diâmetro (cm)**
V-71	0,5	6,878	3,439
V-72	2,0	4,333	2,167
V-73	10,0	2,535	1,267
V-74	100,0	1,176	0,589
V-75	40,0	1,61	0,803

Com as tensões de cisalhamento calculadas é possível plotar o gráfico tensão de cisalhamento *versus* tempo, obtendo a medida do limite de escoamento, dado pela tensão de cisalhamento máxima.

4.4 Propriedades das Pastas no Estado Endurecido

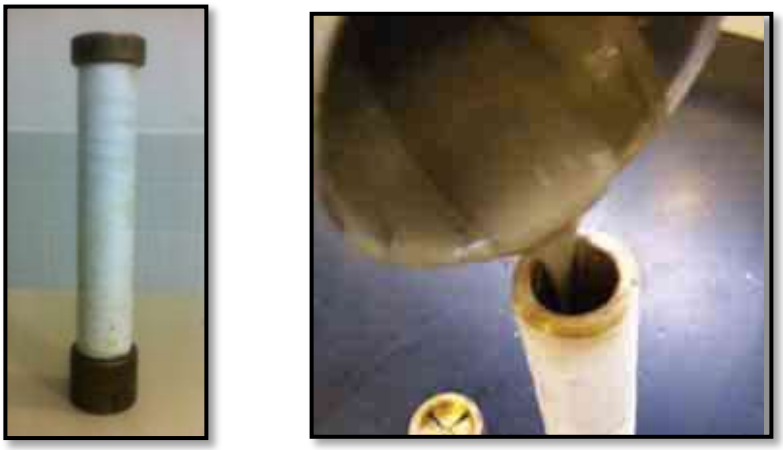
Neste trabalho todas as pastas foram submetidas ao ensaio de estabilidade para sua avaliação física e a caracterização mecânica foi feita a partir de ensaios de compressão uniaxial e tração na flexão. A seguir serão apresentadas todas as metodologias de ensaio dos ensaios relatados acima.

4.4.1. Estabilidade

O ensaio de estabilidade tem como objetivo avaliar a segregação de sólidos na pasta cimentícia. O ensaio foi realizado em todas as pastas confeccionadas neste trabalho, seguindo os procedimentos descritos no PROCELAB (CAMPOS et al., 2005) e na API RP10B-2 (2005), que também estão descritos a seguir:

- Preparar e homogeneizar a pasta conforme o item 4.2.3;

- Inserir a pasta no molde (Figura 42), previamente engraxado e vedado com fita veda rosca, até o início da marca de rosqueamento;



(a) (b)

Figura 42 – Ensaio de Estabilidade: (a) Molde; (b) Pasta sendo vertida no molde (BALTHAR, 2010).

- Com o auxílio de um bastão de vidro, sem que o mesmo encoste no fundo e nas paredes do molde, promover cinco voltas e três leves golpes na pasta que se encontra no interior do molde, como forma de eliminar bolhas de ar;

- Completar o volume até o transbordamento do molde, garantindo que o mesmo tenha sido preenchido por completo;

- Rosquear a tampa no corpo do molde, garantindo a vedação do mesmo;

- Colocar o molde em um banho térmico, previamente aquecido e mantido a uma temperatura de 27ºC;

- Após o período de 24 horas da inserção do molde no banho térmico, retirá-lo do mesmo e dar início ao processo de desmoldagem;

- Abrir o topo do molde e analisar se houve rebaixamento. Caso tenha ocorrido, com o auxílio de uma pipeta, retirar a água depositada no topo e depois adicionar água até completar o volume total do cilindro. Medir o volume de água adicionado e calcular o rebaixamento. Dar continuidade ao processo de desmoldagem;

- Abrir a base do molde e, com o auxílio de uma fina espátula, abrí-lo ao meio, retirando o corpo de prova (Figura 43a);

- Lavar o corpo de prova com água e sabão para retirar o excesso de graxa, proveniente das paredes do molde;

- Dividir o corpo de prova em quatro seções iguais e identificá-las. Foi utilizada a seguinte nomenclatura para a identificação das seções: T (topo), I1 (parte intermediária logo abaixo do topo), I2 (parte intermediária logo acima da base), F (fundo);

- Cortar o corpo de prova nas divisões marcadas (Figura 43b);

(a) (b)

Figura 43 – Corpo de prova: (a) Inteiro; (b) Cortado em seções de igual tamanho e identificadas.

- Deixar as amostras em repouso imersas em água por pelo menos 30 minutos;

- Secar a superfície das amostras, na condição saturada;

- Com o auxílio de uma balança, fio de nylon e um béquer com água e proceder com as leituras das massas, descritas a seguir:

1) Massa Suspensa: amarrar a amostra com o fio de nylon e inserir a amostra dentro do béquer com água. A inserção deve ser feita lentamente para evitar a formação de bolhas. É importante que a amostra não toque o fundo e as paredes do béquer. Fazer a leitura da massa apresentada na balança (Figura 44a).

2) Massa Imersa: Descer lentamente a amostra até que a mesma encoste no fundo do béquer e de forma que o fio não fique tensionado. Fazer a leitura da massa apresentada na balança (Figura 44b).

(a) (b)

Figura 44 – Ensaio de Estabilidade: (a) Leitura de massa suspensa; (b) Leitura de massa imersa.

Com as medições de massa suspensa e massa imersa, é possível calcular a massa específica de cada amostra através da (Equação **7**.

$$ME = \frac{M_{ar}}{M_{água}} \qquad \text{(Equação 7)}$$

Onde:

ME: Massa específica (g/cm^3);

M_{ar}: Massa imersa (g);

$M_{água}$: Massa suspensa (g).

Se a maior diferença de massa específica entre as amostras (ΔME), que é dada considerando-se as amostras de fundo e de topo, for maior ou igual a 0,06 g/cm^3 e/ou o rebaixamento do topo da pasta for maior que 5 mm, a pasta é dita instável e deve ser reformulada.

4.4.2. Comportamento sob Compressão Uniaxial

Os ensaios de resistência à compressão uniaxial das pastas de referência e fibrosas foram realizados na prensa mecânica *Shimadzu UH-F 1000 kN* com capacidade de 100 toneladas do LABEST/COPPE/UFRJ (Figura 45).

Após nove dias de cura, como descrito no item 4.2.4, os corpos de prova cilíndricos (50 mm de diâmetro por 100 mm de altura) foram submetidos ao faceamento em torno mecânico com o objetivo de terem suas superfícies de base e topo planificadas, como forma de eliminar irregularidades e evitar que os corpos de prova sofressem ruptura por concentrações de tensões em algum ponto de suas superfícies, comprometendo os resultados obtidos.

A velocidade de carregamento adotada para o ensaio de todas as pastas foi de 0,05 mm/min. Os deslocamentos axiais foram medidos por dois transdutores de deslocamento (LVDT) fixados na zona central dos corpos de prova. As cargas e deslocamentos axiais medidos foram registrados utilizando-se o sistema de aquisições de dados *ADS 2000*, de 16 bits, da *Lynx*.

Figura 45 – Ensaio de Compressão Uniaxial: Prensa mecânica *Shimadzu UH-F 1000 kN*;

O ensaio de cada corpo de prova forneceu dados de carga e deslocamento. As cargas foram transformadas em tensão pela Equação 8. Os deslocamentos do LVDT foram convertidos em deformação usando a Equação 9.

$$\sigma = 1000 * \frac{P}{A}$$ Equação 8

Onde:

σ: Tensão de Compressão (MPa);

P: Carga aplicada (kN);

A: Área da seção transversal do cilindro (mm^2).

$$\varepsilon = 1000 * \frac{\Delta l}{L_0}$$ Equação 9

Onde:

ε: Deformação do corpo de prova ($\mu\varepsilon$);

Δl: Deslocamento do LVDT (mm);

L_0: Altura inicial do corpo de prova (mm).

Com os valores de tensão e deformação calculado foi obtida uma curva tensão *versus* deformação de onde foram retirados os valores de tensão e deformação de pico e os demais valores usados no cálculo do módulo de elasticidade na compressão. A tensão de pico representa a resistência à compressão máxima da pasta no seu estado endurecido. O módulo de elasticidade secante foi calculado considerando o trecho linear-elástico da curva tensão *versus* deformação com a utilização da Equação 10, fornecida pela ASTM C 469, 1994.

$$E = 1000 * \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_{a2} - \varepsilon_{a1}}$$ Equação 10

Onde,

E: Módulo de Elasticidade (GPa);

ε_{a1}: Deformação axial aproximadamente igual a 50 $\mu\varepsilon$;

σ_1: Tensão correspondente à deformação ε_{a1} (MPa);

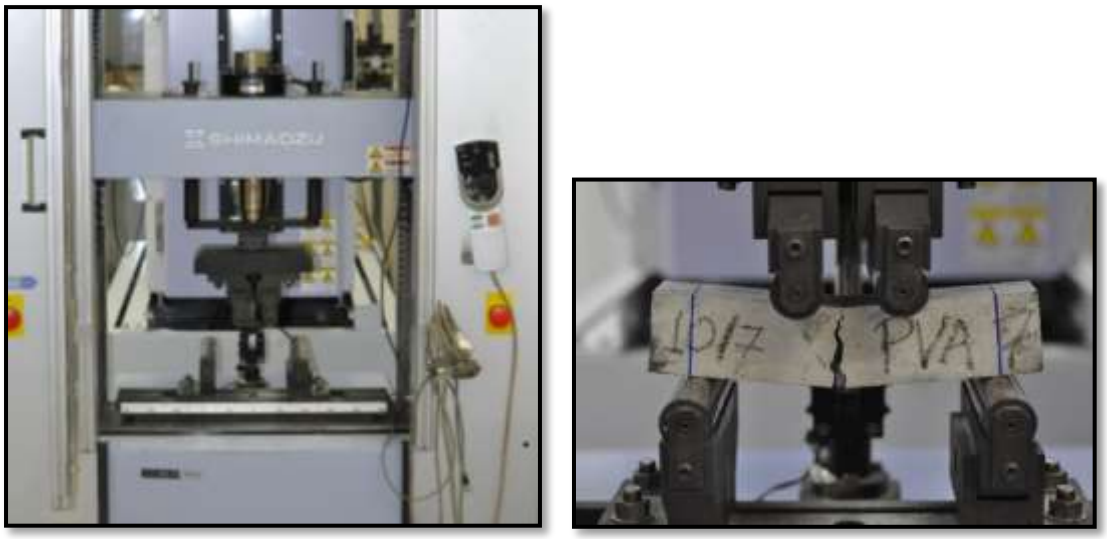
σ_2: Tensão aproximadamente igual a 40% da tensão de pico (MPa);

ε_{a2}: Deformação axial correspondente à tensão σ_2 ($\mu\varepsilon$).

4.4.3. Comportamento sob Tração na Flexão

Os ensaios de tração na flexão foram realizados na prensa mecânica *Shimadzu*, modelo AGX – 100kN do LABEST/COPPE/UUFRJ (Figura 46a).

Os corpos de prova constituíam-se de prismas retangulares com dimensões iguais a (50 x 50 x 228) mm, com um vão de 180 mm entre os apoios inferiores. Foi realizado o ensaio de flexão em quatro pontos, com aplicação da carga nos limites do terço central do prisma, de acordo com a norma da ABNT para concreto, ABNT NBR 12142 (1991) (Figura 46b).



(a) (b)

Figura 46 – Ensaio de Tração na Flexão: (a) Prensa mecânica S*himadzu*, modelo AGX – 100kN; (b) Corpo de prova sendo ensaiado.

As pastas fibrosas e sua matriz foram ensaiadas após 9 dias de cura, conforme procedimento descrito no item 4.2.4, a uma velocidade de carregamento igual a 0,03mm/min. Os deslocamentos foram medidos por um LVDT posicionado no meio do

vão formado entre os pontos de apoio e abaixo do corpo de prova prismático. As cargas e deslocamentos foram registrados utilizando-se o sistema de aquisição de dados *ADS 2000*, de 16 bits, da *Lynx*.

Para cada corpo de prova foi obtida uma curva carga *versus* deslocamento de onde foram retirados os valores de carga e deslocamento de primeira fissura e valores de carga e deslocamento máximos pós-fissuração dos compósitos. A tensão de primeira fissura e a máxima tensão pós-fissuração foram calculadas utilizando-se a Equação 11.

$$\sigma = \frac{3 * P * 1000 * a}{b * (h_{méd})^2} \qquad \text{Equação 11}$$

Onde:

σ : Tensão na flexão (MPa);

P: Carga aplicada no corpo-de-prova (kN);

a: Distância entre o apoio e o ponto de aplicação de carga (mm);

b: Largura da seção do corpo-de-prova (mm);

h: Altura média da seção do corpo-de-prova (mm).

Todos os corpos de prova tiveram sua superfície superior faceada, como forma de diminuir as irregularidades provenientes do processo de moldagem. Uma superfície mais lisa, além de possuir menos pontos de concentração de tensões, facilita a acomodação e, consequentemente, a diminuição na movimentação dos roletes que transferem a carga para o corpo de prova. Devido ao faceamento, adotou-se como procedimento a realização de três medições de altura e a utilização do valor médio obtido nos cálculos. As medições foram feitas com o auxílio de um paquímetro digital e sempre nos mesmos pontos: região central da viga e nos pontos de aplicação de carga. A Figura 47 mostra o modelo esquemático dos pontos de apoio e de aplicação de carga, bem como as dimensões do corpo de prova e o posicionamento dos pontos considerados. As setas vermelhas representam os pontos de aplicação de carga, os cilindros vermelhos representam os pontos de apoio da viga, as linhas vermelhas representam as seções de aquisição dos valores de altura.

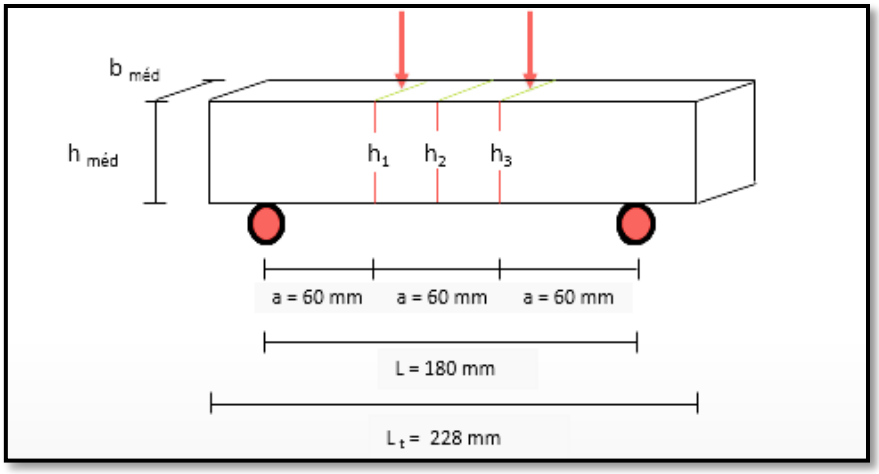


Figura 47 – Modelo esquemático do corpo de prova prismático e suas dimensões.

A Equação 11 foi obtida considerando-se o modelo teórico de uma viga bi-apoiada com dois pontos de aplicação de carga de igual magnitude (P/2) e com igual distanciamento dos apoios (a). Além disso, é sabido que a máxima tensão de tração se dá na face inferior da viga. Com isso, a distância entre a linha neutra e o ponto considerado para o cálculo da tensão (face inferior da viga) foi de h/2. Pela Figura 48 pode-se perceber que o momento fletor máximo ocorre na região central da viga. Sendo assim, para efeitos de cálculo só foram considerados os corpos de prova que apresentaram ruptura na região do trecho central.

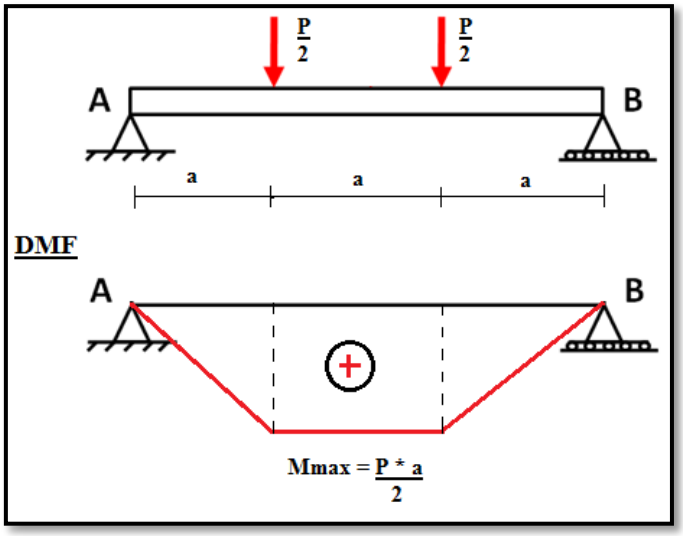


Figura 48 – Modelo esquemático de uma viga bi-apoiada com dois pontos de aplicação de carga e seu diagrama de momento fletor.

A carga de ruptura foi considerada como carga máxima do trecho linear da curva carga *versus* deslocamento, que, no caso de todas as curvas do presente trabalho, coincidiu com a carga de primeira fissura. O deslocamento correspondente à tensão de ruptura é considerado como o deslocamento máximo da flecha. A tensão de ruptura representa a resistência à tração na flexão do compósito e também foi obtida pela Equação 11.

4.4.3.1. Índice de Tenacidade

Além da determinação da resistência sob flexão, a partir da curva carga *versus* deslocamento é possível determinar a tenacidade dos compósitos. A tenacidade é uma importante característica para materiais a base de cimento reforçados com fibras. Sendo assim, neste estudo as pastas fibrosas também foram avaliadas quanto a sua capacidade de absorver energia quando submetidas, em seu estado endurecido, a esforços de flexão.

Uma das formas de caracterizar a tenacidade de um compósito é através de índices relacionados à capacidade de absorção de energia. VELASCO (2008) cita em seu trabalho a definição de índice de tenacidade para concretos como uma resistência equivalente, que indica a resistência residual equivalente pós-fissuração do concreto quando ainda sob cargas a uma deflexão determinada. Existem várias normas que podem ser utilizadas para calcular o índice de tenacidade. No entanto, a maioria das normas depende do valor de deslocamento de primeira fissura do compósito, com exceção da norma japonesa. Em materiais a base de cimento, o valor do deslocamento correspondente a carga de primeira fissura é na ordem de décimos de milímetro, sendo sua medição muito afetada por qualquer variação na configuração de ensaio. Com isso, a obtenção precisa desse parâmetro se torna muito complicada para pastas cimentícias, apresentando uma grande variabilidade nos valores. Sendo assim, no presente estudo optou-se por usar a norma japonesa JCSE-SF4 (1983), cujo procedimento para o cálculo do o índice de tenacidade não adota o deslocamento de primeira fissura como parâmetro.

Essa norma avalia a tenacidade (Tb) dos compósitos pela capacidade de absorção de energia até uma deflexão limite, que é dada por L/n, onde n=150. No presente trabalho, os corpos de prova prismáticos possuem um L igual a 180 mm, que é

dado pela distância entre os apoios inferiores do equipamento de ensaio da prensa. Sendo assim, a deflexão limite considerada para o cálculo da tenacidade é de 1,2 mm. A tenacidade (Tb) é dada pela área da região abaixo da curva carga *versus* deslocamento (deflexão) até a deflexão limite considerada (Figura 49). A área abaixo da curva foi calculada com o auxílio do software *OriginPro 8*.

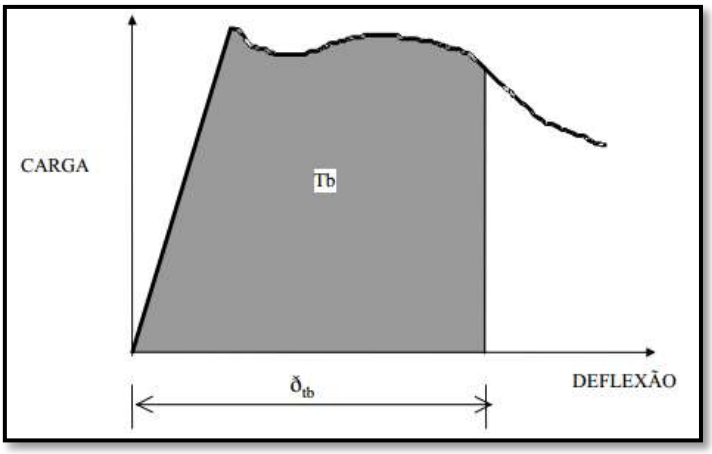


Figura 49 - Determinação do Fator de Tenacidade (JSCE-SF4, 1983).

O valor de Tb calculado, bem como a deflexão limite considerada, consistem em parâmetros para obtenção do valor do índice de tenacidade FT, a partir da Equação 12.

$$FT = \frac{T_b}{\delta_{tb}} * \frac{L}{b * h_{med}^2} \qquad \text{Equação 12}$$

Onde,

FT : Índice de tenacidade na flexão (kgf/cm^2 ou MPa);

T_b : Tenacidade na flexão (kgf.cm ou J);

δ_{tb} : Deflexão equivalente a L/n (cm ou mm);

b : Largura do corpo de prova (cm ou mm);

h : Altura média do corpo de prova (cm ou mm);

L : Vão entre apoios do corpo de prova durante o ensaio (cm ou mm).

CAPÍTULO 5 *APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DE RESULTADOS DAS PASTAS CONFECCIONADAS*

5.1. Propriedades dos Materiais

5.1.1. Cimento

As pastas foram confeccionadas com o cimento Portland CPP classe G, produzido pela Holcim, mostrado na Figura 50. Este cimento é o mais utilizado na indústria de petróleo por suportar as severas condições de pressão e temperatura pelas quais os poços de petróleo estão submetidos. A Tabela 6 mostra a composição química do cimento classe G, em teor de óxidos, e sua massa específica é igual a 3,24 g/cm^3 (27,0 lb/gal).

Figura 50 - Cimento Portland CPP Classe G.

A distribuição granulométrica do cimento, determinada pelo equipamento *Malvern Mastersize,* está apresentada na Figura 51. O diâmetro abaixo do qual se situam 50% das partículas (D_{50}) do cimento é de 19,1 µm.

Tabela 6 - Composição Química do Cimento CPP Classe G da Holcim.

Composto químico	Composição (%)
SiO_2	15,79
Al_2O_3	3,52
Fe_2O_3	5,57
CaO	69,04
K_2O	0,48
SO_3	4,02
SrO	0,28
TiO_2	0,21
MnO	0,09
NaO_2	0,38
Perda ao fogo	0,99

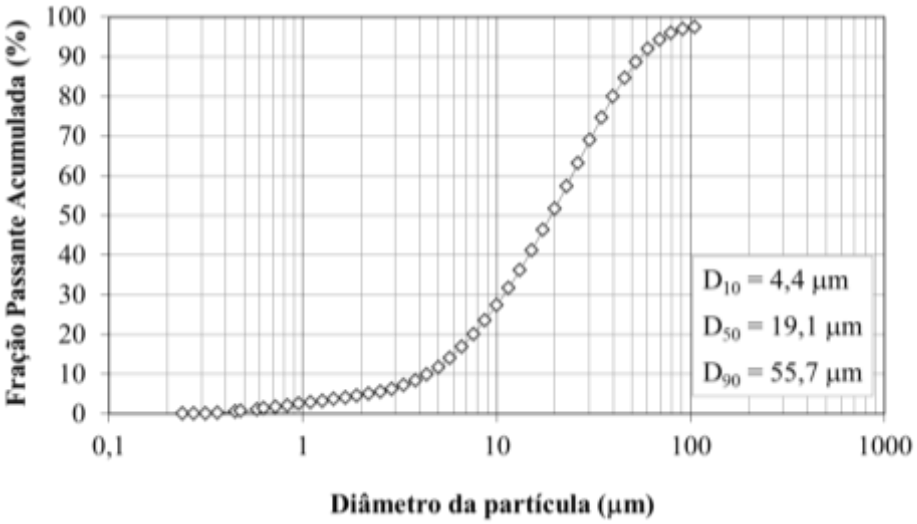


Figura 51 - Distribuição Granulométrica das Partículas de Cimento.

5.1.2. Sílica Ativa

No presente trabalho foi utilizada a sílica ativa da Silmix na confecção de todas as pastas de cimento (Figura 52). A sua composição química, determinada por análise semiquantitativa está apresentada na Tabela 7. A massa específica deste material, determinada por ensaio realizado no Picnômetro a gás, é igual a 2,34 g/cm^3 (19,5 lb/gal).

Figura 52 – Sílica Ativa.

Tabela 7 - Composição Química da Sílica Ativa.

Composto químico	**SiO_2**	**Al_2O_3**	**Fe_2O_3**	**CaO**	**K_2O**	**SO_3**
Composição (%)	95,1	1,6	0,1	0,4	1,1	1,7

A distribuição granulométrica da sílica ativa, obtida pelo ensaio de sedigrafia, está apresentada na Figura 53. O diâmetro abaixo do qual se situam 50% das partículas (D_{50}) da sílica ativa é de 0,4 µm.

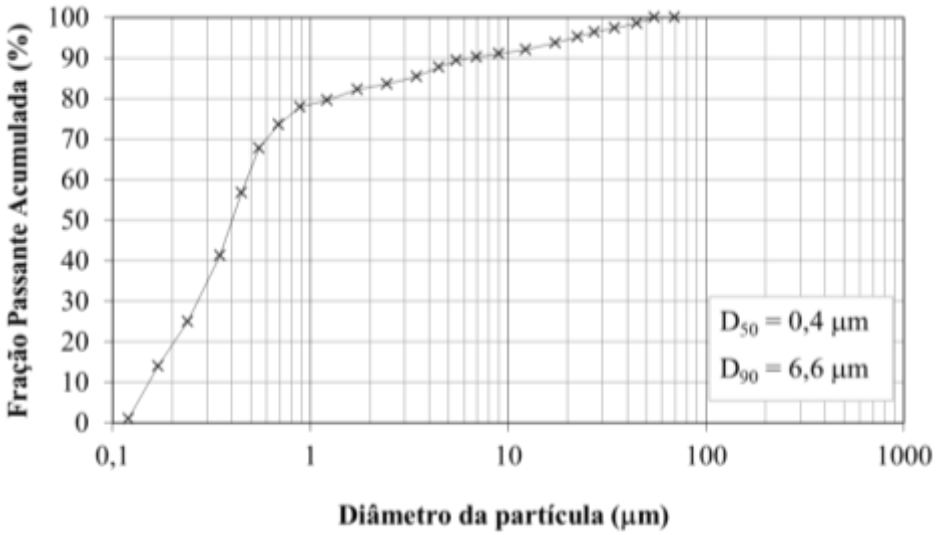


Figura 53 - Distribuição granulométrica das partículas de sílica ativa.

5.1.3. Fibras

Neste trabalho foram confeccionadas pastas fibrosas com dois diferentes tipos de fibra: fibras de polipropileno e fibras de PVA. Para análise de resultados, foram considerados os valores de módulo de elasticidade, tensão de ruptura e deformação fornecidos pelo fabricante. No entanto, utilizou-se o MEV para a obtenção de micrografias, pelas quais desejava-se a verificação do diâmetro das fibras. As fibras foram presas com fita adesiva à lateral do suporte da lâmina e foi feito um corte transversal ao comprimento das fibras para fotografar suas seções transversais. As fibras também foram dispersas na lâmina, sendo possível analisar os diâmetros de uma outra perspectiva.

5.1.3.1. Fibras de Polipropileno

A fibra de polipropileno utilizada foi a NeoFibra MF (*Neomatex*), que consiste em filamentos extremamente finos obtidos através de extrusão. Após receberem tratamentos superficiais, que facilitam sua dispersão na pasta, os filamentos são cortados dando origem a microfibras de polipropileno, mostradas na Figura 54. Na

Tabela 8 estão descritas as propriedades das microfibras, para um único filamento, fornecidas pelo fabricante.

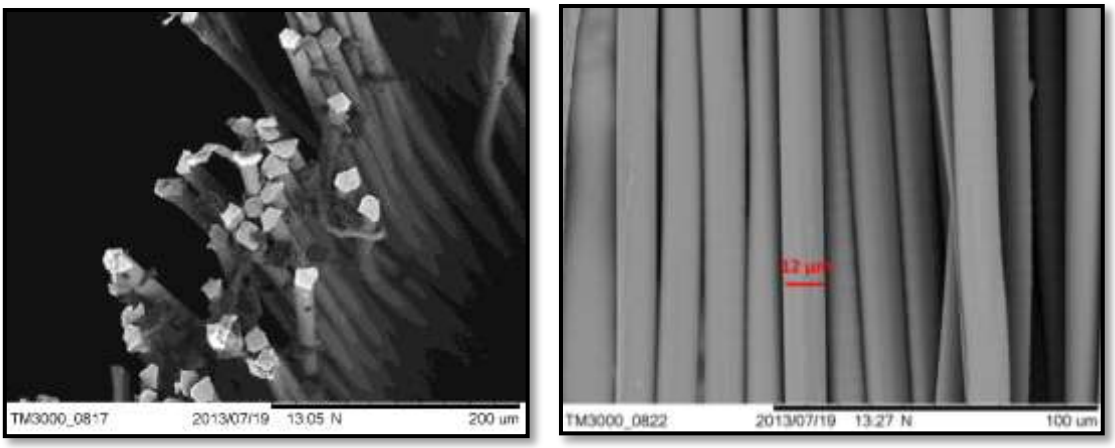
Figura 54 - Fibra de Polipropileno.

Tabela 8 – Propriedades do monofilamento de Polipropileno.

MONOFILAMENTO DE POLIPROPILENO	
Comprimento (mm)	6
Diâmetro (µm)	12
Relação de Aspecto (l/d)	500
Massa Específica (g/cm^3 – lb/gal)	0,94 – 7,85
Área Superficial Específica (m^2/kg)	366
Ponto de Fusão (°C - °F)	160 - 320
Deformação na ruptura	25%

O fabricante também informa em sua ficha técnica que a fibra de polipropileno apresenta excelente resistência alcalina, é imputrescível, quimicamente inerte e não enferruja. Além disso, indica que a fibra deve ser incorporada ao concreto fresco.

Através da microscopia não foi possível quantificar o valor do diâmetro e a forma da seção transversal das fibras ao observá-las transversalmente (Figura 55a). É possível que as seções tenham sido comprometidas pelo procedimento utilizado de corte das fibras para fazer a análise. No entanto, a observação longitudinal (Figura 55b) possibilitou a confirmação do diâmetro médio fornecido pelo fabricante.



(a) (b)

Figura 55 – Fibras de Polipropileno analisadas por MEV: (a) Análise da seção transversal; (b) Análise da seção longitudinal.

5.1.3.2. Fibra de PVA

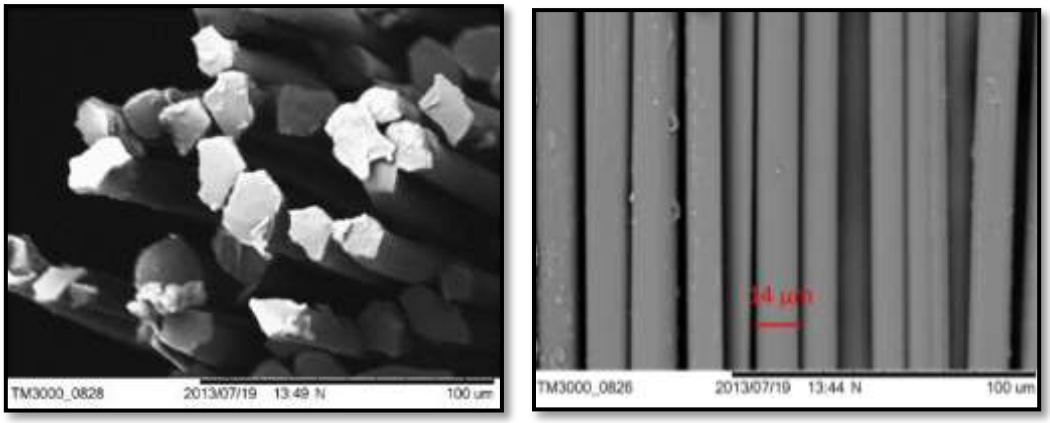
A fibra de álcool polivinílico, PVA, utilizada como reforço foi a RMH182 da *Kuraray Co* (Japão) (Figura 56). Suas propriedades, informadas pelo fabricante, podem ser vistas na Tabela 9.

Figura 56 - Fibra de PVA.

Tabela 9 – Propriedades do monofilamento de PVA.

MONOFILAMENTO DE PVA	
Comprimento (mm)	6
Diâmetro (µm)	14
Relação de Aspecto (l/d)	428
Massa Específica (g/cm^3 – lb/gal)	1,3 – 10,85
Resistência à Tração (MPa)	1900
Deformação na ruptura	5%
Módulo de Elasticidade (GPa)	43

Da mesma forma que as fibras de polipropileno, as fibras de PVA também apresentaram danos em suas seções transversais ao serem cortadas (Figura 57a). Com isso, só foi possível analisar o diâmetro da fibra tendo como base a observação da seção longitudinal da fibra, conforme mostrado na Figura 57b, onde é possível observar que a fibra apresenta diâmetro médio compatível com o valor fornecido pelo fabricante.



(a) (b)

Figura 57 - Fibras de PVA analisadas por MEV: (a) Análise da seção transversal; (b) Análise da seção longitudinal.

5.1.4. Dispersante

Neste trabalho, o aditivo químico utilizado na confecção das pastas foi o Hormitec - SP 430 (Figura 58), que é um superplastificante líquido de segunda geração, a base de naftaleno e possui um teor de sólidos que varia entre 39 e 42%. De acordo com o fabricante, sua massa específica pode variar entre 1,20 e 1,22 em g/cm^3 (10,0 e 10,2 lb/gal) e sua concentração, em relação a massa de cimento deve variar entre 0,8 e 1,5%. Dosagens inadequadas deste material podem provocar problemas em misturas cimentícias, tais como, retardo significativo da pega, incorporação de ar, aumento de exsudação e retração plástica. Ainda de acordo com o fabricante, esse aditivo é caracterizado como um aditivo superplastificante de pega normal, sendo isento de cloretos e promovendo a dispersão do material cimentício. Com isso, possibilita a produção de misturas cimentícias com um maior índice de consistência, mesmo com a redução da água de amassamento, sem afetar significativamente o tempo de pega. O material é fornecido pronto para uso e, segundo o fabricante, atende a norma NBR-11768, sendo classificados como tipo SP. O fabricante recomenda que esse material não seja adicionado à mistura seca do concreto, e sim, que deva ser introduzido juntamente com a água de amassamento, preferencialmente no final da mistura (ANCHORTEC, 2011).

Figura 58 – Superplasificante Hormitec – SP430.

5.1.5. Água

A água utilizada para a confecção das pastas foi proveniente da rede de abastecimento da cidade do Rio de Janeiro após o processo de deionização (Figura 58).

Figura 59 – Tanque de armazenamento da água deionizada.

5.2. Propriedades das Pastas no Estado Fresco

5.2.1. Massa Específica Aparente

Os valores obtidos das massas específicas da pasta de referência e das pastas fibrosas são resultado de apenas um ensaio por pasta e estão apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 – Massa Específica das Pastas Confeccionadas.

Pasta	**Massa Específica (g/cm^3) - (lb/gal)**
PREF	(1,79) – (14,90)
PP 0,50%	(1,78) – (14,85)
PP 0.75%	(1,77) – (14,85)
PVA 0,50%	(1,75) – (14,65)
PVA 0,75%	(1,73) – (14,40)

Mesmo os valores de massa específica da fibra de polipropileno (0,94g/cm^3) e da fibra de PVA (1,3g/cm^3) sendo menores que o valor de massa específica da pasta de

referência (1,79g/cm^3), não foi observada uma queda significativa no valor dessa propriedade com a substituição de parte do volume pelas fibras. As frações volumétricas de substituição de pasta por fibra forma muito baixas, sendo a massa específica do compósito regida pela massa específica da pasta de referência.

5.2.2 Água Livre

Os teores de água livre (T_{AL}) das pastas estão apresentados na Tabela 11. A Figura 60a e a Figura 60b mostram, respectivamente, o aspecto da pasta de referência, PREF, e da pasta fibrosa PVA0,50% após a finalização do ensaio, sem água exsudada. As demais pastas fibrosas apresentaram teores de água livre diferentes de zero, sendo o maior teor igual 0,12%, apresentado pela pasta PP0,50%. Não existe um limite estabelecido por norma para o teor de água exsudada em pastas cimentícias. No entanto, a norma ABNT NBR9831 (2006) recomenda um teor máximo igual a 5,9% para pastas confeccionadas apenas com cimento e água. Cabe ressaltar que tal norma apresenta requisitos para aceitação do cimento utilizado na cimentação de poços petrolíferos. Ao adotar o limite da norma como referência é possível verificar que os resultados obtidos nesse estudo são pouco significativos. O pequeno volume de fase sobrenadante apresentado por cada mistura está ilustrado na Figura 61 (PP0,50%,), Figura 62 (PP0,75%) e na Figura 63 (PVA0,75%).

Tabela 11 - Resultado de Água Livre das Pastas Produzidas.

Pasta	**T_{AL} (%)**
PREF	0,00
PP 0,50%	0,12
PP 0,75%	0,08
PVA 0,50%	0,00
PVA 0,75%	0,04

(a) (b)

Figura 60 - Ensaio de Água Livre: (a) PREF; (b) PVA0,50%.

Figura 61 – Ensaio de Água Livre da pasta PP0,50% com o volume de fase sobrenadante resultante.

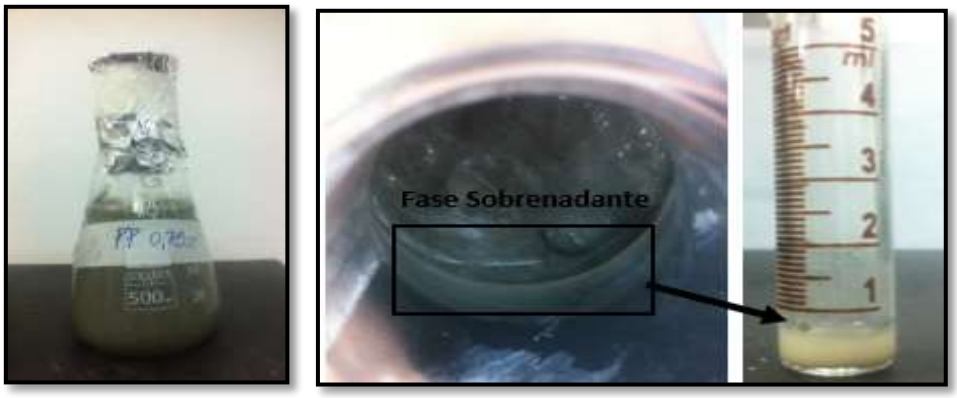


Figura 62 - Ensaio de Água Livre da pasta PP0,75% com o volume de fase sobrenadante resultante.

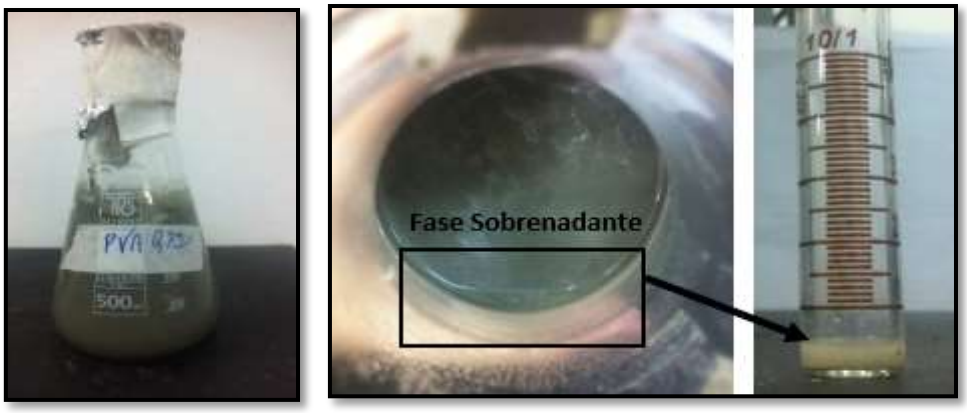


Figura 63 - Ensaio de Água Livre da pasta PVA0,75% com o volume de fase sobrenadante resultante.

5.2.3. Espalhamento

O espalhamento de cada pasta está apresentado na Tabela 12. Os resultados indicam que a inclusão de qualquer fibra, independente do teor, causou uma diminuição na fluidez da pasta, refletindo em um menor espalhamento, se comparado ao espalhamento da pasta de referência (sem reforço fibroso). Isso ocorreu porque as fibras funcionaram como obstáculos ao escoamento da pasta. A Figura 64 mostra a variação do espalhamento com o teor de fibras, que foi um pouco mais expressiva para as pastas reforçadas com fibras de polipropileno. Tal resultado pode ser devido ao fato das fibras de polipropileno apresentarem uma massa específica menor que as fibras de PVA, representando um maior consumo de fibra para um mesmo teor de substituição na pasta. Os aspectos das pastas após o espalhamento podem ser vistos na Figura 65a (PREF), Figura 65b (PP0,50%), Figura 65c (PP0,75%) e Figura 65d (PVA0,50%).

Tabela 12 - Resultado de Espalhamento das Pastas.

Pasta	Espalhamento (mm)
PREF	115,3
PP 0,50%	93,0
PP 0.75%	78,3
PVA 0,50%	100,0
PVA 0,75%	88,3

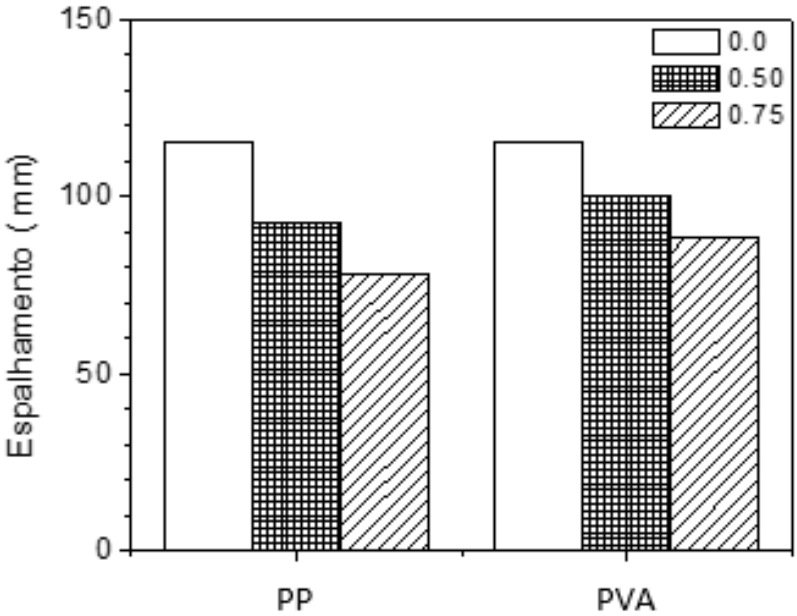
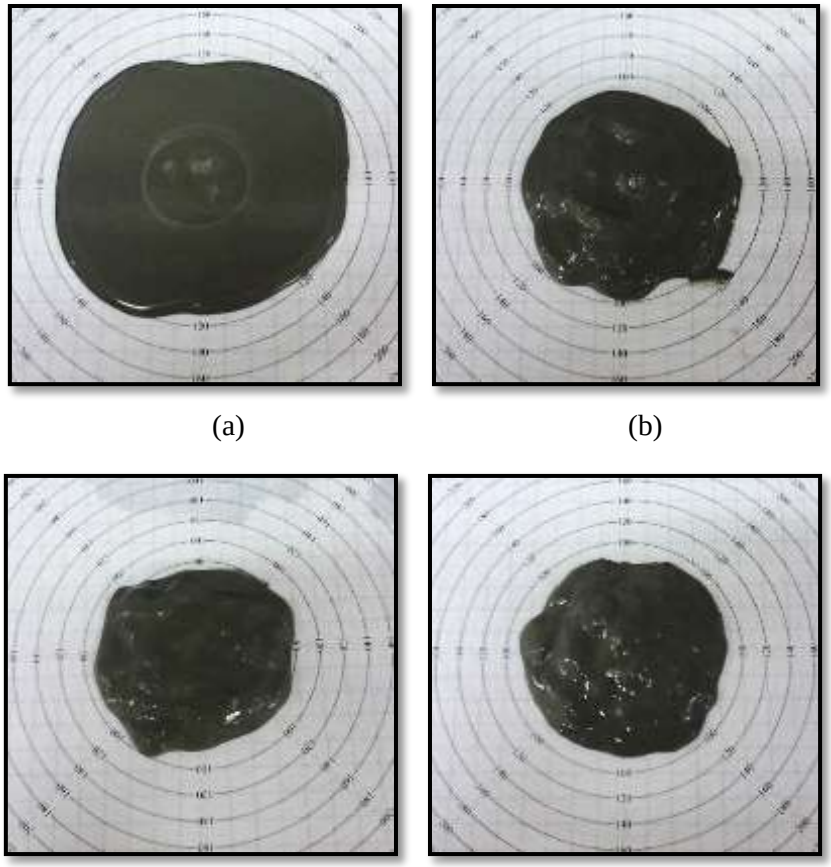


Figura 64 - Variação do espalhamento com o teor de fibras.



(a) (b)

(c) (d)

Figura 65 – Espalhamento: (a) PREF; (b) PP 0,50%; (c) Pasta PP 0,75%; (d) Pasta PVA 0,50%.

5.2.4. Reologia

5.2.4.1. Viscosímetro

Os valores médios das propriedades reológicas da pasta de referência estão apresentados na Tabela 13. Os resultados apresentados correspondem à média dos valores obtidos em quatro ensaios realizados no viscosímetro rotativo *Fann* de cilindros coaxiais. A Figura 66 mostra a curva de fluxo típica da pasta de referência. Tais propriedades foram calculadas para velocidades de rotação de 100 rpm, 200 rpm e 300 rpm.

Tabela 13 – Viscosímetro: Propriedades Reológicas da Pasta de Referência.

Propriedades Reológicas	PREF
Viscosidade Plástica [mPa.s - cP] - CV (%)	[30,00 – 30,00] - (5,8)
Limite de Escoamento [Pa - lbf/100 ft^2] - CV (%)	[3,00 – 6,27] - (19,5)
Correlação	0,9991
Gel Inicial [Pa - lbf/100 ft^2] - CV (%)	[4,50 - 9,40] - (28,6)
Gel Final [Pa - lbf/100 ft^2] - CV (%)	[23,30 – 48,66] - (4,6)

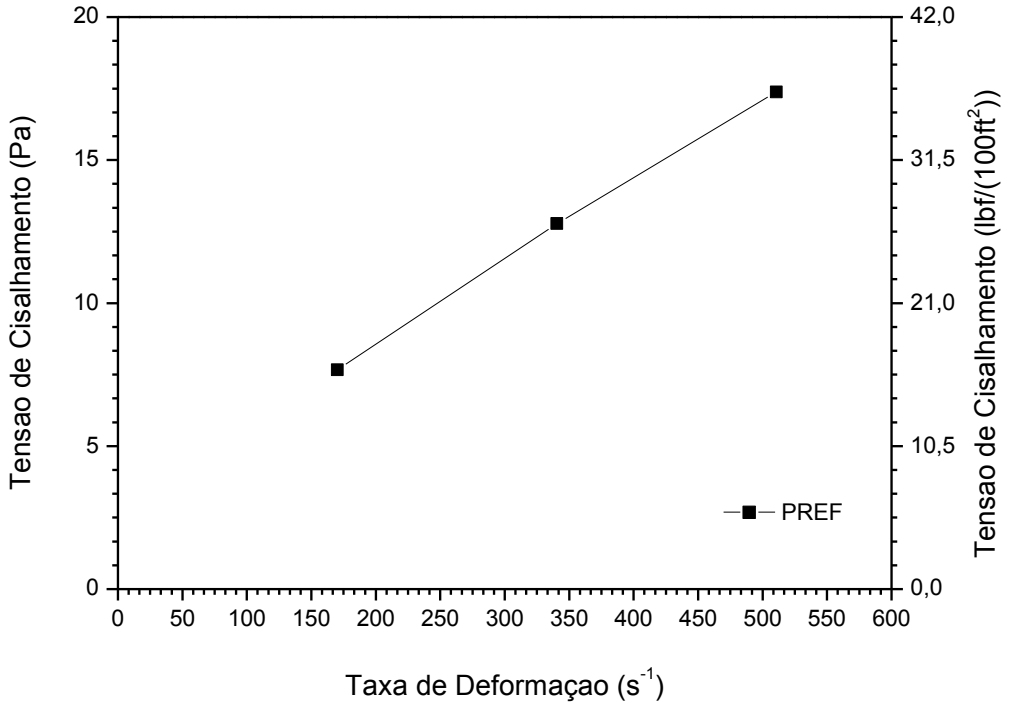


Figura 66 – Curva de fluxo da pasta de referência.

5.2.4.2. Reômetro

A Tabela 14 apresenta o sistema de palhetas usado, bem como o valor do torque máximo e do limite de escoamento obtido para cada pasta através dos ensaios realizados no reômetro. Cada valor apresentado refere-se ao resultado de apenas um ensaio por pasta. Através dos valores de torque gerados pela palheta no tempo foi possível plotar

um gráfico tensão de cisalhamento *versus* tempo, sendo o limite de escoamento dado pela máxima tensão de cisalhamento do gráfico.

Tabela 14 – Reômetro: Limite de Escoamento das Pastas Confeccionadas.

Pasta	**Palheta**	**Torque Máximo (%)**	**Limite de Escoamento (Pa - lbf/100 ft^2)**
PREF	VANE – 71	40,64	16,26
	VANE - 72	10,68	17,09
PVA 0,50%	VANE - 72	49,39	79,02
PVA 0,75%	VANE - 72	66,50	106,40
PP 0,50%	VANE - 73	18,81	150,48
PP 0.75%	VANE - 73	41,24	348,24

Visando uma comparação das propriedades reológicas entre todas as pastas confeccionadas, a pasta de referência também foi caracterizada com o reômetro. No entanto, para a realização de uma comparação quantitativa entre todas as patas, seria necessário que todos os ensaios fossem realizados com a mesma palheta. Partindo dessa ideia, em um primeiro momento, por meio de diversas tentativas, avaliou-se a possibilidade de utilização de uma única palheta para realizar os ensaios de todas as pastas produzidas. No entanto, segundo o fornecedor, o torque máximo gerado por uma palheta deve ser maior que 10% e menor que 100% para que o resultado adquirido seja confiável. Seguindo essa recomendação, a utilização de uma mesma palheta para todas as pastas não foi possível, sendo necessário o uso de palhetas diferentes para algumas misturas. Vale ressaltar que quanto maior for o número de série da palheta, menor é o raio da seção circular formada pelas suas pás (Tabela 5) e, consequentemente menor é a sua área de arraste. Considerando o torque gerado como uma medida de resistência ao fluxo, quanto maior for a área de arraste gerada pela palheta ou quanto mais viscosa for a pasta, maior será a resistência ao fluxo, gerando um maior torque. Seguindo essa ideia, pastas mais fluídas precisarão de uma palheta com maior seção circular para que uma maior resistência ao fluxo possa ser criada e o torque máximo gerado não fique abaixo do limite de 10%. Os resultados da pasta de referência apresentados na Tabela 14

indicam que o torque máximo gerado foi maior ao se utilizar uma palheta com maior seção circular (VANE-71). Em relação às pastas fibrosas reforçadas com fibras de polipropileno, as mesmas, por serem mais viscosas que a pasta de referência, demandaram por uma palheta com menor área de arraste para que o torque gerado não excedesse o limite de 100%, sendo essa relação tão maior quanto mais viscosa for a pasta. Baseando-se na necessidade de diminuir a área de arraste conforme o torque máximo excede o limite estipulado, pode-se concluir que cada palheta caracteriza uma faixa de viscosidade, que engloba valores maiores conforme o número de série da palheta aumenta. Sendo assim, é possível avaliar qualitativamente a viscosidade das pastas produzidas neste trabalho, podendo-se dizer que as pastas fibrosas produzidas com fibras de polipropileno se apresentaram mais viscosas, conforme também mostrado através dos resultados obtidos pelo ensaio de espalhamento.

Considerando uma mesma palheta, pode-se dizer que quanto maior for a fração volumétrica de fibras utilizada maior será o torque máximo gerado, implicando em uma maior viscosidade. A mesma análise pode ser feita para o limite de escoamento, visto que a inserção de fibras dificulta a colocação da pasta em movimento, representando um maior limite de escoamento. Tal comportamento pode ser observado na Figura 67, que mostra as curvas de tensão de cisalhamento *versus* tempo para as pastas PREF, PVA0,50% e PVA0,75%, todas ensaiadas com a palheta VANE-72. A Figura 68 mostra o mesmo comportamento de aumento no valor de limite de escoamento para as pastas PP0,50% e PP0,75%, que foram ensaiadas com o sistema fornecido pela palheta VANE-73.

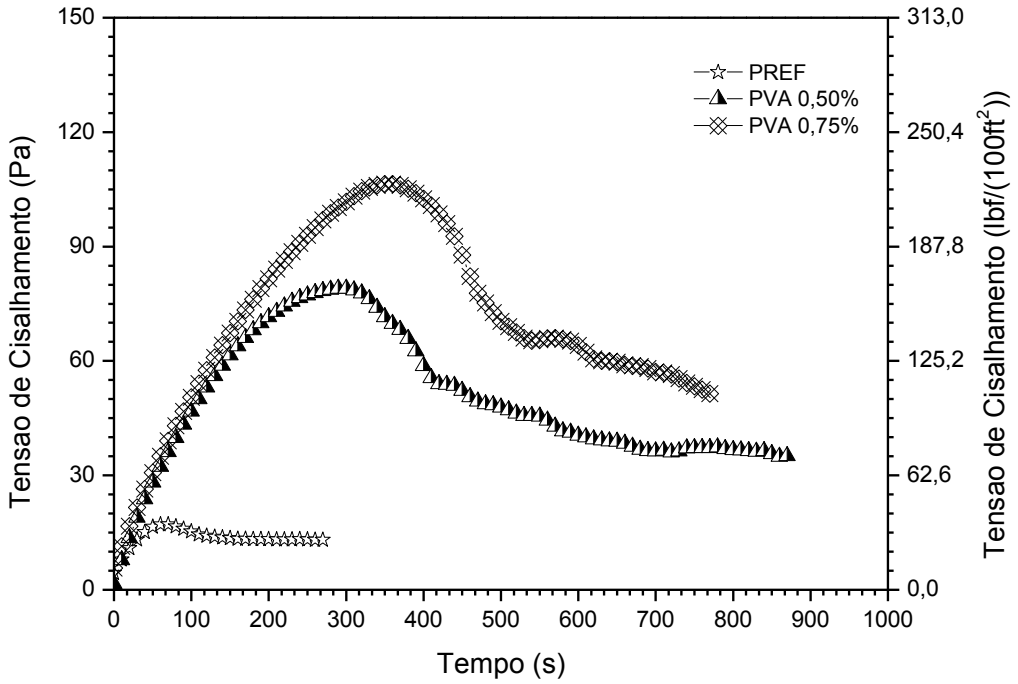


Figura 67 – Curvas tensão de cisalhamento *versus* tempo para as pastas PREF, PVA0,50% e PVA0,75%.

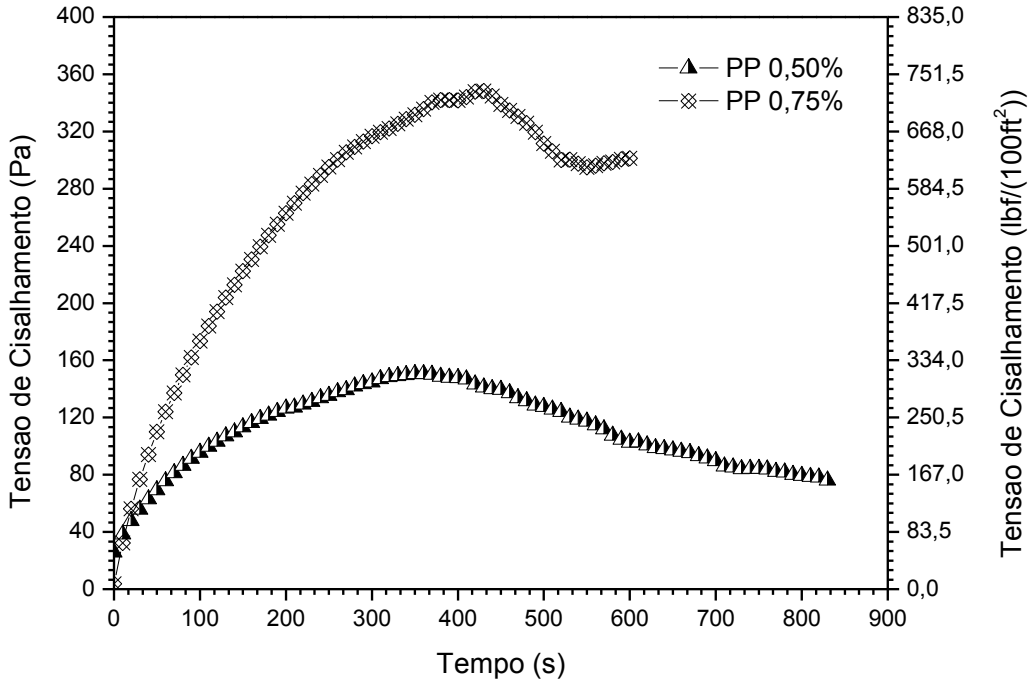


Figura 68 - Curvas tensão de cisalhamento *versus* tempo para as pastas PP0,50% e PP0,75%.

5.3. Propriedades das Pastas no Estado Endurecido

5.3.1. Estabilidade

Para cada pasta o ensaio de estabilidade foi realizado em quatro corpos de prova, com exceção das pastas PP 0,75% e PVA 0,5%, onde o ensaio foi realizado em cinco corpos de prova para cada mistura. Os resultados de rebaixamento, massa específica de topo (ME_{TOPO}) e fundo (ME_{FUNDO}) e diferença entre as massas específicas de fundo e topo (ΔME) estão apresentados na Tabela 15. Todas as pastas atenderam ao limite para diferença entre massas específicas de fundo e topo ($\Delta ME \leq 0{,}06$ g/cm^3). Além disso, para todos os corpos de prova ensaiados não foram verificados rebaixamentos após suas desmoldagens. Por estes motivos, todas as pastas foram classificadas como estáveis.

Tabela 15 – Estabilidade das Pastas Confeccionadas.

Pasta	CP	Rebaixamento (mm)	ME_{TOPO} (g/cm^3) - (lb/gal)	ME_{FUNDO} (g/cm^3) - (lb/gal)	ΔME (g/cm^3) - (lb/gal)
PREF	1	0	(1,80) – (15,02)	(1.81) – (15,12)	(0.01) – (0,08)
	2	0	(1,80) – (15,02)	(1.81) – (15,12)	(0.01) – (0,08)
	3	0	(1,80) – (15,02)	(1,80) – (15,02)	(0.00) – (0,00)
	4	0	(1,80) – (15,02)	(1.81) – (15,12)	(0.01) – (0,08)
PP 0,50%	1	0	(1.79) – (14,94)	(1.80) – (15,02)	(0.01) – (0.08)
	2	0	(1.79) – (14,94)	(1.80) – (15,02)	(0.01) – (0.08)
	3	0	(1.79) – (14,94)	(1.80) – (15,02)	(0.01) – (0.08)
	4	0	(1.79) – (14,94)	(1.79) – (14,94)	(0.00) – (0.00)
PP 0,75%	1	0	(1.78) – (14,85)	(1.79) – (14,94)	(0.01) – (0.08)
	2	0	(1.79) – (14,94)	(1.79) – (14,94)	(0.00) – (0.00)
	3	0	(1.78) – (14,85)	(1.79) – (14,94)	(0.01) – (0.08)
	4	0	(1.79) – (14,94)	(1.79) – (14,94)	(0.00) – (0.00)
	5	0	(1.78) – (14,85)	(1.79) – (14,94)	(0.01) – (0.08)
PVA 0,50%	1	0	(1,80) – (15,02)	(1,80) – (15,02)	(0.00) – (0,00)
	2	0	(1.79) – (14,94)	(1.80) – (15,02)	(0.01) – (0.08)
	3	0	(1.79) – (14,94)	(1.79) – (14,94)	(0.00) – (0.00)
	4	0	(1.79) – (14,94)	(1.79) – (14,94)	(0.00) – (0.00)
	5	0	(1,80) – (15,02)	(1,80) – (15,02)	(0.00) – (0,00)
PVA 0,75%	1	0	(1.79) – (14,94)	(1.79) – (14,94)	(0.00) – (0.00)
	2	0	(1.79) – (14,94)	(1.79) – (14,94)	(0.00) – (0.00)
	3	0	(1.79) – (14,94)	(1.80) – (15,02)	(0.01) – (0.08)
	4	0	(1.79) – (14,94)	(1.81) – (15,12)	(0.02) – (0.017)

5.3.2. Comportamento sob Compressão Uniaxial

As curvas tensão *versus* deformação de todos os corpos de prova ensaiados da pasta de referência e das pastas reforçadas com os dois teores de fibras de polipropileno e de PVA são apresentadas no Anexo A1.

As curvas típicas tensão *versus* deformação da pasta de referência e das pastas reforçadas com teores de 0,50% e 0,75% de polipropileno estão apresentadas na Figura 69. Os valores médios de resistência à compressão de ruptura ($f_{c,RUP}$), deformação axial de ruptura ($\varepsilon_{A,RUP}$), módulo de elasticidade (E) e seus respectivos coeficientes de variação estão apresentados na Tabela 16 e correspondem aos valores médios de seis corpos de prova por mistura.

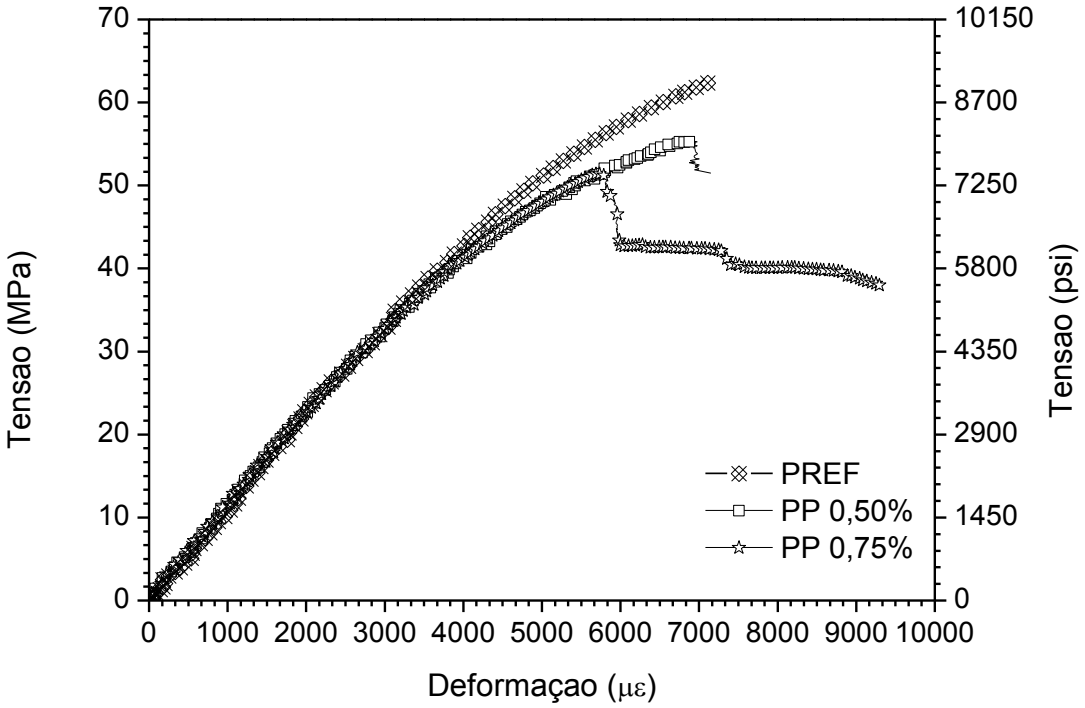


Figura 69 - Curvas típicas tensão *versus* deformação da pasta de referência e das pastas reforçadas com fibras de polipropileno.

.

Tabela 16 - Valores médios das propriedades mecânicas na compressão uniaxial da pasta de referência e das pastas reforçadas com polipropileno.

Pasta	**$f_{c,RUP}$ - CV (MPa – psi) – (%)**	**E - CV (GPa – 1000 psi) – (%)**	**$\varepsilon_{A,RUP}$ – CV (με – %)**
PREF *	(63,2 – 9166,4) – (4,2)	(12,1 – 1754,9) – (3,6)	7157,0 – 7,6
PP 0,50%	(54,2 – 7861,0) – (3,2)	(11,8 – 1711,5) – (10,6)	6232,0 – 10,5
PP 0.75%	(52,9 – 7672,5) – (3,8)	(11,5 – 1667,9) – (3,0)	5797,3 – 5,9

*Valores relativos à média de sete corpos de prova.

Pelos valores apresentados na Tabela 16 é possível notar que a inserção de fibras de polipropileno alterou as propriedades mecânicas do compósito, implicando em uma redução significativa da resistência à compressão e da deformação de pico, em relação à pasta de referência. A redução dessas propriedades foi maior conforme mais fibras foram adicionadas à mistura. Observou-se que a adição de 0,50% e 0,75% de fibras provocou, respectivamente, uma redução de 14,2% e 16,7% na resistência à compressão e de 12,9% e 19,0% na deformação axial de pico, em relação à pasta de referência. Considerando os coeficientes de variação, pode-se dizer que não houve variação significativa no valor do módulo de elasticidade dos compósitos, em relação à pasta de referência. É possível que isso se deva às baixas frações volumétricas de fibra utilizadas.

Segundo TOLEDO (1997), defeitos são introduzidos à matriz à medida que fibras são incorporadas à mesma, contribuindo para o aumento da porosidade do material, e consequente, perda de resistência. Esses defeitos podem ser maximizados pelo aumento da quantidade de fibras na mistura, uma vez que a mesma se torna mais rígida e menos trabalhável. Tal perda de trabalhabilidade, relacionado à adição de fibras, foi evidenciado nesta pesquisa por meio dos resultados obtidos através dos ensaios de espalhamento e reologia (Seção 5.2.3 e Seção 5.2.4). Tais resultados indicaram as pastas reforçadas com fibras de polipropileno como as mais prejudicadas em relação à perda de trabalhabilidade, sendo essa perda mais significativa para a pasta PP0,75%. Com base nisso e nos resultados apresentados pela Tabela 16, é possível concluir que o uso desse tipo de fibra pode contribuir para a introdução de defeitos

significativos na matriz, aumentando a porosidade da mesma. Outro fator que contribui para esse aumento de porosidade é o fato das fibras de polipropileno apresentam baixa aderência química à matriz cimentícia, favorecendo a formação de uma zona de transição fibra-matriz mais porosa. Esse aumento de porosidade reflete em uma redução da resistência à compressão do compósito, já que as fibras de polipropileno possuem menor rigidez que a matriz. Com isso, a redução de resistência da matriz não consegue ser compensada pelo reforço, resultando em perda de resistência para o compósito com a adição de fibras.

Através da Figura 69, observa-se que adição de 0,75% de fibras de polipropileno teve uma influência significativa no comportamento pós-pico do material, conseguindo manter uma resistência pós-fissuração para valores maiores de deformação, aumentando a deformação última do compósito. Esse ramo descendente (pós-pico) é uma medida da fragilidade do material, sendo o mesmo mais frágil quanto mais íngreme for o ramo. Considerando que a adição de fibras pode conduzir a um material mais dúctil, observa-se que a pasta PP0,75% conseguiu obter esse comportamento de maior ductilidade.

A Figura 70 apresenta as curvas típicas tensão *versus* deformação da pasta de referência e das pastas fibrosas de PVA, produzidas com os teores de 0,50% e 0,75% de fibra. Os valores médios de resistência à compressão ($f_{c,RUP}$), deformação axial de pico ($\varepsilon_{A,RUP}$), módulo de elasticidade (E) e seus respectivos coeficientes de variação estão apresentados na Tabela 17 e correspondem aos valores médios de seis corpos de prova por mistura.

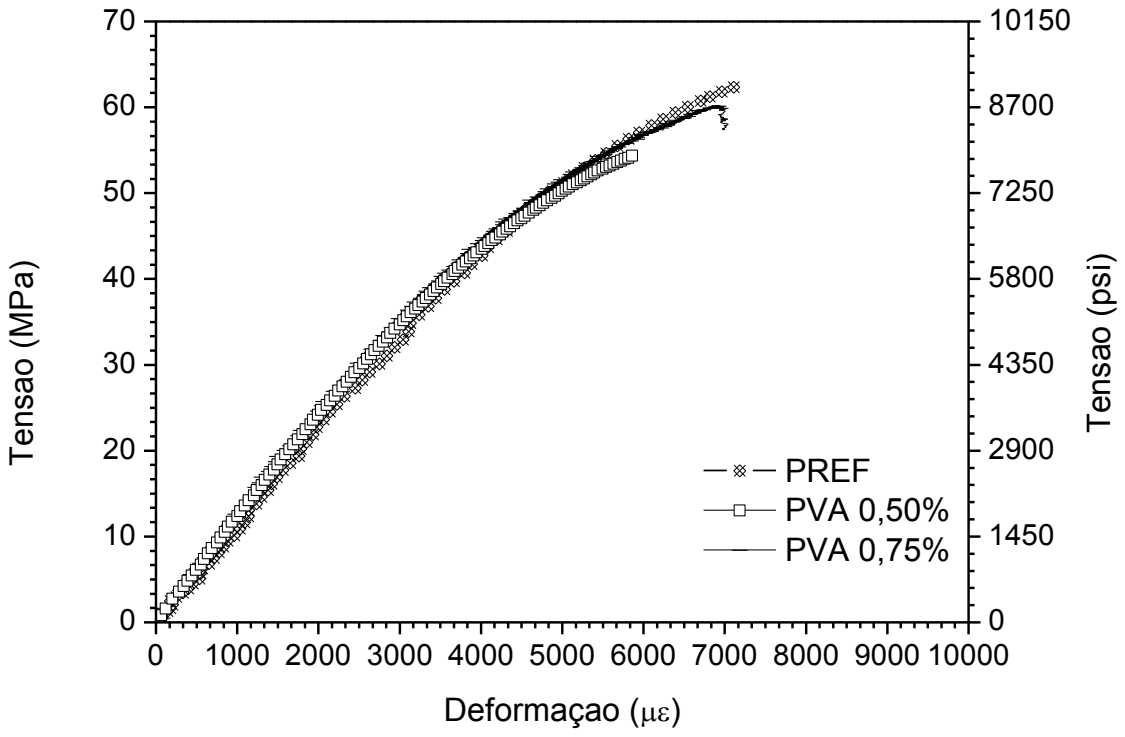


Figura 70 - Curvas típicas tensão *versus* deformação da pasta de referência e das pastas reforçadas com fibras de PVA.

Tabela 17 - Valores médios das propriedades mecânicas na compressão uniaxial da pasta de referência e das pastas reforçadas com PVA.

Pasta	**$f_{c,RUP}$ - CV (MPa – psi) – (%)**	**E - CV (GPa – 1000 psi) – (%)**	**$\varepsilon_{A,RUP}$ – CV (με – %)**
PREF *	(63,2 – 9166,4) – (4,2)	(12,1 – 1754,9) – (3,6)	7157,0 – 7,6
PVA 0,50%	(54,1 – 7846,5) – (6,0)	(12,2 – 1769,5) – (3,5)	5755,6 – 10,3
PVA 0,75%	(60,0 – 8702,3) – (2,0)	(12,1 – 1754,9) – (2,7)	6869,5 – 2,5

*Valores relativos à média de sete corpos de prova.

Pelos valores apresentados na Tabela 16, considerando os coeficientes de variação, é possível notar que a inserção de fibras de PVA, independente do teor, não provocou variação no valor do módulo de elasticidade dos compósitos, em relação à pasta de referência. É possível que isso se deva às baixas frações volumétricas de fibra

utilizadas. Para a pasta reforçada com 0,75% de fibra de PVA, considerando os coeficientes de variação, também não foram observadas alterações nos valores das demais propriedades mecânicas desse compósito, em relação à matriz. Houve uma tendência de redução, em relação à pasta de referência, nos valores de resistência à compressão e deformação axial de pico para o compósito com 0,50% de fibra de PVA, em 15% e 19,6%, respectivamente.

Conforme discutido nos resultados de tensão-deformação apresentados pelos compósitos de fibra de polipropileno, a adição de fibras na matriz diminui a trabalhabilidade da mesma, o que pode contribuir para que defeitos sejam introduzidos no compósito, refletindo um aumento de porosidade e, consequente redução da resistência à compressão. Como um maior teor de fibras implica em uma menor trabalhabilidade, como foi evidenciado neste trabalho através dos resultados de reologia e espalhamento obtidos, espera-se que, quanto mais fibras sejam incorporadas à matriz, um compósito com menor resistência seja gerado. Analisando os resultados de espalhamento e reologia dos compósitos reforçados com fibras de PVA, observa-se uma menor trabalhabilidade para a pasta PVA0,75%. Com base nesses resultados, esperava-se que a pasta PVA0,75% apresentasse, em relação à pasta de referência, uma redução maior na resistência à compressão do que a pasta PP0,50%, em relação à matriz. Observando as curvas tensão *versus* deformação obtidas para esses compósitos e os valores apresentados na Tabela 17, pode-se notar que esse comportamento não ocorreu e a pasta PP0,50% apresentou maiores reduções na resistência à compressão e na deformação uniaxial de pico do que a pasta PP0,75%. Tal comportamento pode ser explicado por uma ruptura precoce dos compósitos reforçados com 0,50% de fibras de PVA, que pode ocorrer devido a erros durante a execução do ensaio, ou até mesmo por um mau faceamento das amostras, não eliminando corretamente as imperfeições, que funcionam como pontos de concentração de tensões.

Como fibras de PVA apresentam uma alta aderência química à matriz cimentícia (MAGALHÃES, 2010), a deposição de uma maior quantidade de produtos hidratados na região interfacial, criada pela adição da fibra, será observada. Tal comportamento diminui a porosidade da interface matriz-fibra, refletindo em uma menor queda de resistência quando são utilizados compósitos com fibras de PVA ao invés de compósitos reforçados com fibras de polipropileno

Por outro lado, a elevada aderência química entre fibras PVA e matriz cimentícia reduz a atuação das mesmas no comportamento pós-pico do compósito. Como essas fibras dificilmente sofrem arrancamento após a fissuração do compósito, elas oferecem ao mesmo uma capacidade de absorção de energia pós-pico muito baixa ou até mesmo inexistente, quando o compósito é submetido a esforços de compressão. Esse comportamento pôde ser observado neste trabalho.

De acordo com TOLEDO (1997), quanto maior for a aderência entre fibra e matriz, mais eficientemente a fibra agirá de forma a manter a matriz coesa, pois maior será a mobilização de aderência cisalhante friccional na interface para que ocorra a propagação da fissura. Nesse caso, as fibras de PVA causam um maior efeito de confinamento da matriz do que as fibras de polipropileno, o que pode ser observado nas figuras dos modos de ruptura das pastas após o ensaio de compressão.

Os modos de ruptura de sete corpos de prova da pasta de referência, PREF, estão ilustrados na Figura 71. Analisando a figura é possível notar que todos os corpos de prova apresentaram modo de ruptura cônico, colunar e cisalhado.

Figura 71 – Modos de ruptura da pasta de referência, PREF.

Os modos de ruptura de todos os corpos de prova das pastas fibrosas, PP0,50% e PP0,75%, estão ilustrados na Figura 72 e na Figura 73, respectivamente. Os modos de fratura das pastas reforçadas com fibras de polipropileno foram predominantemente dos tipos colunar e cisalhado.

Figura 72 - Modos de ruptura da pasta PP0,50%.

Figura 73 - Modos de ruptura da pasta PP0,75%.

Os modos de ruptura de todos os corpos de prova da pasta fibrosa PVA0,50% estão ilustrados na Figura **80**74. Analisando a figura é possível notar que todos os corpos de prova apresentaram modo de ruptura do tipo cisalhado e colunar.

Figura 74 - Modos de ruptura da pasta PVA0,50%.

5.3.3. Comportamento sob Tração na Flexão

As curvas carga *versus* deslocamento de todos os corpos de prova ensaiados da pasta de referência e das pastas fibrosas são apresentadas no Anexo A2.

As curvas típicas carga *versus* deslocamento da pasta de referência e das pastas reforçadas com teores de 0,50% e 0,75% de polipropileno estão apresentadas na Figura 75. Os valores médios e os coeficientes de variação de carga e deslocamento de primeira fissura, resistência à tração na flexão, assim como os valores de carga máxima pós-fissuração e seus valores correspondentes de tensão e deformação, estão apresentados na Tabela 18. Com exceção dos resultados da pasta PP0,75%, que correspondem a valores médios de três corpos de prova, os demais resultados correspondem a valores médios de cinco corpos de prova por ensaio.

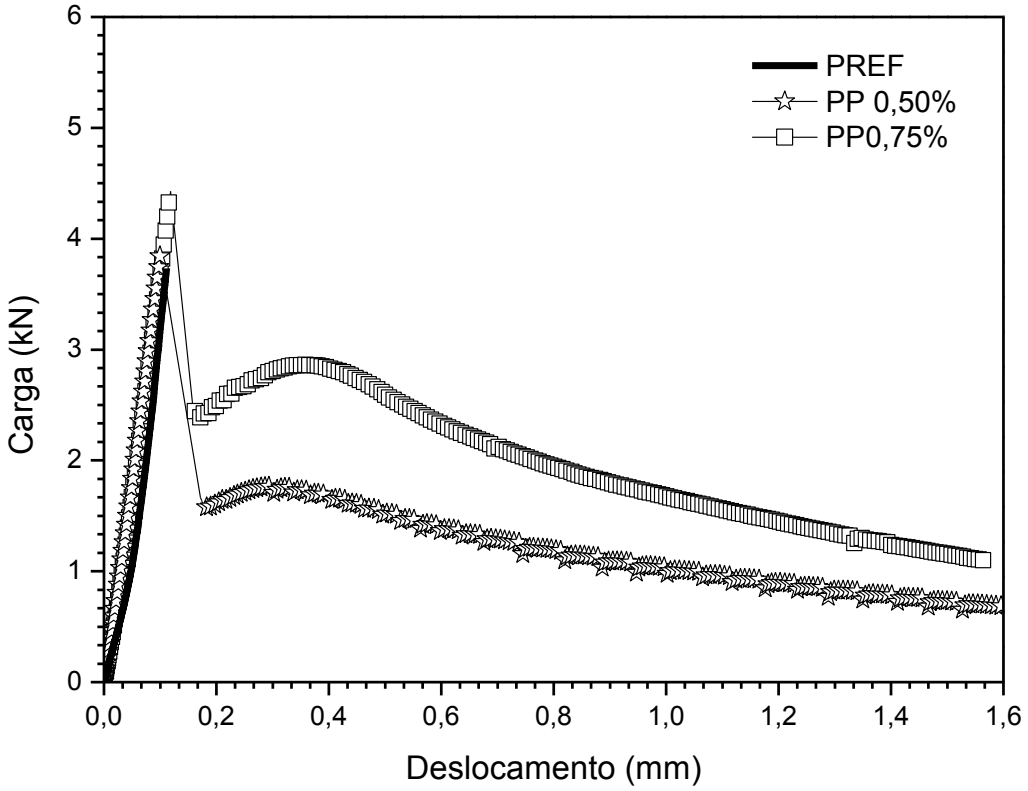


Figura 75 - Curvas carga *versus* deslocamento das pastas reforçadas com fibra de polipropileno.

Tabela 18 - Resultados médios de resistência à tração na flexão das pastas reforçadas com polipropileno.

Pasta	**Primeira Fissura**			**Pós- Fissuração**		
	Carga – CV (kN - %)	**$f_{F_1^a F}$ – CV (MPa - %)**	**δ_{1^aF} – CV (mm - %)**	**Carga – CV (kN - %)**	**f_{F_PF} – CV (MPa - %)**	**δ_{PF} – CV (mm - %)**
PREF	3,7 – 7,8	5,2 – 8,2	0,1110 – 9,6	–	–	–
PP 0,50%	3,9 – 5,4	5,4 – 3,3	0,1018 – 9,9	1,8 – 3,4	2,6 – 5,9	0,2819 – 7,3
PP * 0.75%	4,7 – 4,2	6,7 – 4,6	0,1299 – 6,3	2,9 – 7,4	4,2 – 8,5	0,3436 – 2,7

A Figura 76 apresenta as curvas típicas carga *versus* deslocamento da pasta de referência e das pastas fibrosas de PVA, produzidas com os teores de 0,50% e 0,75% de fibra. Os valores médios e os coeficientes de variação de carga e deslocamento de primeira fissura, resistência à tração na flexão, assim como os valores de carga máxima pós-fissuração e seus valores correspondentes de tensão e deformação, estão apresentados na Tabela 19. Os resultados apresentados correspondem a valores médios de cinco corpos de prova por ensaio.

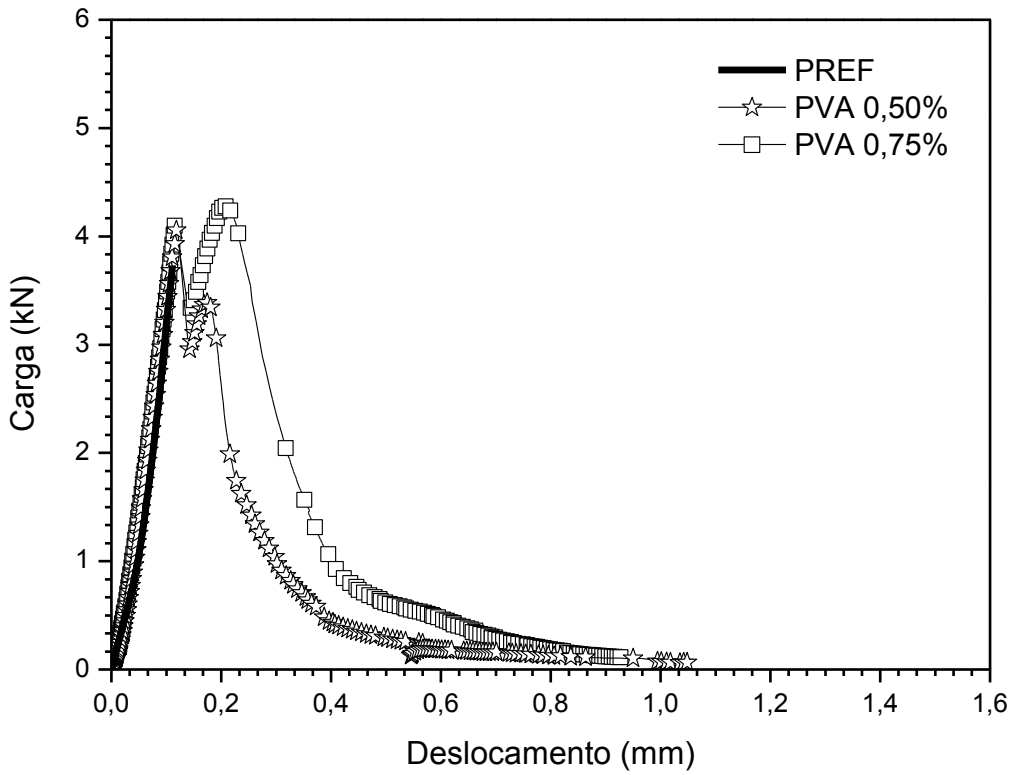


Figura 76 - Curvas carga *versus* deslocamento das pastas reforçadas com fibra de PVA.

Tabela 19 - Resultados médios de resistência à tração na flexão das pastas reforçadas com PVA.

Pasta	**Primeira Fissura**			**Pós- Fissuração**		
	Carga – CV (kN - %)	**$f_{F_1^a F}$ – CV (MPa - %)**	**δ_{1^aF} – CV (mm - %)**	**Carga – CV (kN - %)**	**f_{F_PF} – CV (MPa - %)**	**δ_{PF} – CV (mm - %)**
PREF	3,7 – 7,8	5,2 – 8,2	0,1110 – 9,6	–	–	–
PVA 0,50%	4,2 – 6,8	5,7 – 6,6	0,1177 – 2,3	3,4 – 10,3	4,7 – 9,7	0,1778 – 5,8
PVA 0.75%	4,2 – 3,8	5,9 – 2,6	0,1153 – 6,8	4,3 – 5,3	60 – 5,2	0,1898 – 9,3

Observando todos os resultados apresentados na Tabela 18 e na Tabela 19, bem como pelas curvas típicas apresentadas, é possível notar que, considerando os coeficientes de variação, a inclusão de fibras não proporcionou variação significativa nos valores de resistência à tração na flexão dos compósitos, em relação a pasta de referência. Isso pode ser explicado pelo uso de fibras curtas, que não possuem

comprimento suficiente para transferir tensões ao ponto de aumentar a resistência do compósito.

Dessas curvas pode-se ver que, em geral, o comportamento dos compósitos é perfeitamente elástico até a primeira fissura. Para as curvas de todos os compósitos é possível perceber que a capacidade de carga cai imediatamente após a ocorrência da primeira fissura. No entanto, logo em seguida, nota-se que a capacidade de carga volta a crescer com o aumento da deflexão (deslocamento). A carga atinge um valor máximo, denominado de carga máxima pós fissuração e, a partir desse ponto, começa a diminuir gradualmente até a ruptura do compósito. Esse comportamento se assemelha ao comportamento descrito na seção 3.3.1.2, que está ilustrado na Figura 14. Para os compósitos reforçados com o mesmo tipo de fibra é possível notar a influência da teor de fibra sobre o comportamento pós-pico, onde para maiores frações volumétricas houve uma menor redução de carregamento. No geral, a adição de fibras curtas de polipropileno e PVA impede a ruptura da viga após a fissuração da matriz, sendo que o comportamento pós-pico também é dependente do tipo de fibra utilizada. Comparando a Figura 75 com a Figura 76, percebe-se que o tipo de fibra utilizado influenciou no ganho de tenacidade do compósito, caracterizando uma maior capacidade de deformação do compósito. Após a carga máxima pós-pico, enquanto as fibras de polipropileno apresentaram uma diminuição mais gradual de carga com o avanço do deslocamento, as fibras de PVA apresentaram uma diminuição mais brusca na carga, conferindo menor tenacidade ao compósito. Além disso, a pasta PVA0,75% resultou em uma carga pós-pico que excedeu a carga de fissuração do compósito. Esses resultados podem ser explicados tanto pela interação fibra-matriz, quanto pela diferença de rigidez entre as fibras.

Os modos de ruptura de todos corpos de prova da pasta de referência, PREF, estão ilustrados na Figura 77. Analisando a figura é possível notar que todos os corpos de prova apresentaram ruptura do tipo frágil, com a abertura de apenas uma fissura, caracterizando a separação do corpo de prova em duas partes. Todas as fissuras se deram na zona de flexão pura, representada pelo terço médio dos corpos de prova.

Figura 77 - Modo de ruptura dos corpos de prova da pasta de referência, PREF.

Os modos de ruptura dos corpos de prova das pastas fibrosas, PP0,50% e PP0,75%, estão apresentados na Figura 78 e na Figura 79, respectivamente. Analisando as figuras é possível notar que todos os corpos de prova romperam apresentando uma única fissura que se propagou e, posteriormente, sofreu alargamento. Os ensaios de todos os corpos de prova foram interrompidos quando uma deflexão equivalente a 1,5 mm foi atingida. Até essa deflexão não foi observado ruptura total de nenhum corpo de prova. Todas as fissuras também se deram na zona de flexão pura.

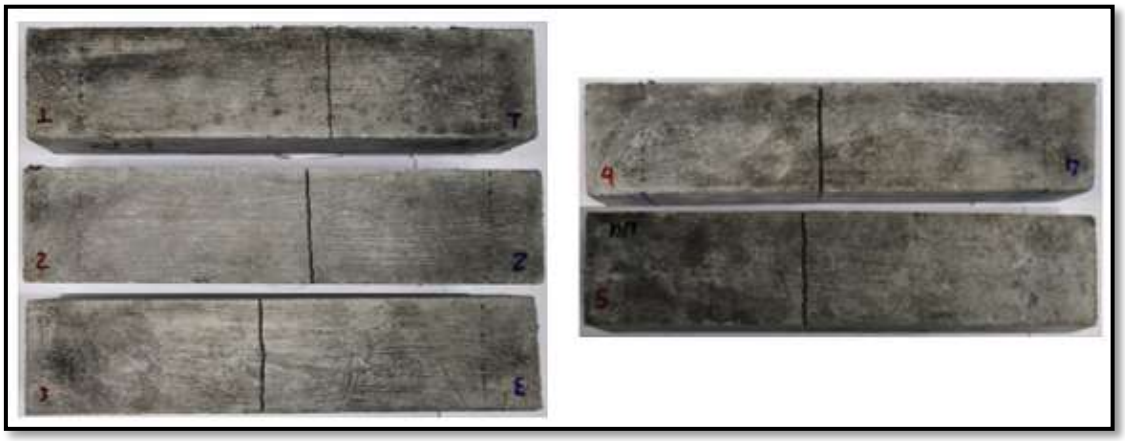


Figura 78 – Modo de ruptura dos corpos de prova da pasta PP0,50%.

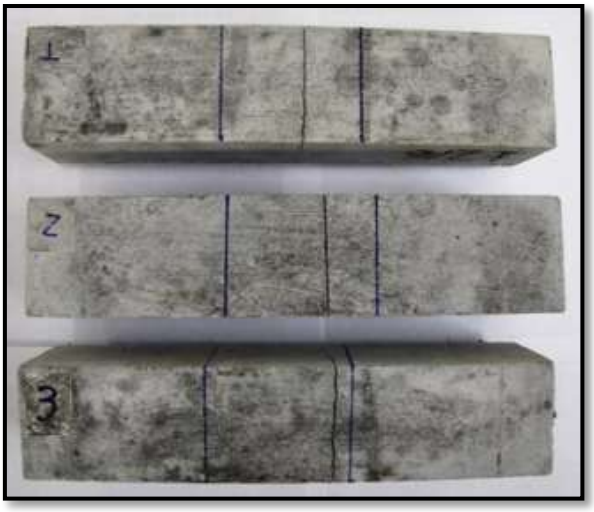


Figura 79 - Modo de ruptura dos corpos de prova da pasta PP0,75%.

Os modos de ruptura dos corpos de prova das pastas fibrosas, PVA0,50% e PVA0,75%, estão apresentados na Figura 80 e na Figura 81, respectivamente. Analisando as figuras é possível notar que todos os corpos de prova romperam apresentando uma única fissura que se propagou e, posteriormente, sofreu alargamento. Os ensaios de todos os corpos de prova foram interrompidos quando uma deflexão equivalente a 1,0 mm foi atingida. Até essa deflexão não se observou ruptura total de nenhum corpo de prova. Os ensaios não foram conduzidos até a deflexão de 1,5 mm, visto que em 1,0 mm a carga já atingia valores bem próximos de zero. Todas as fissuras também se deram na zona de flexão pura.

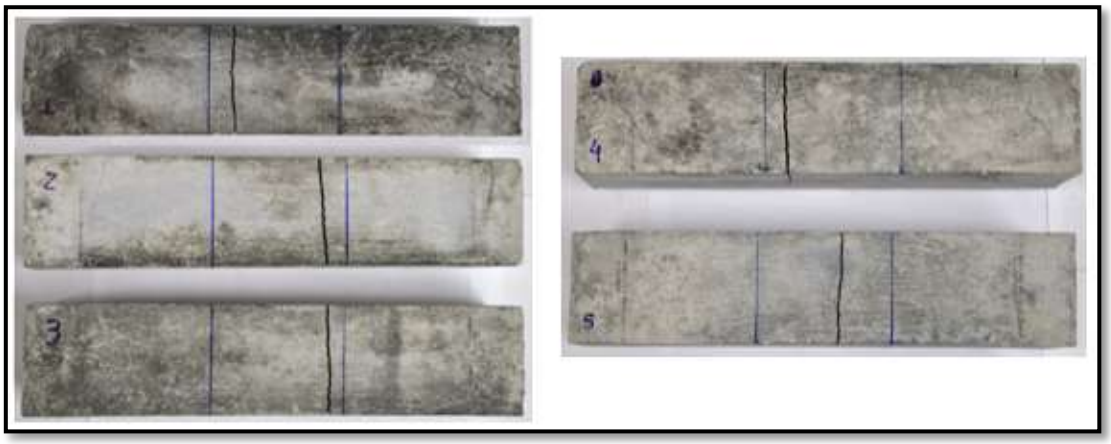


Figura 80 - Modo de ruptura dos corpos de prova da pasta PVA0,50%.

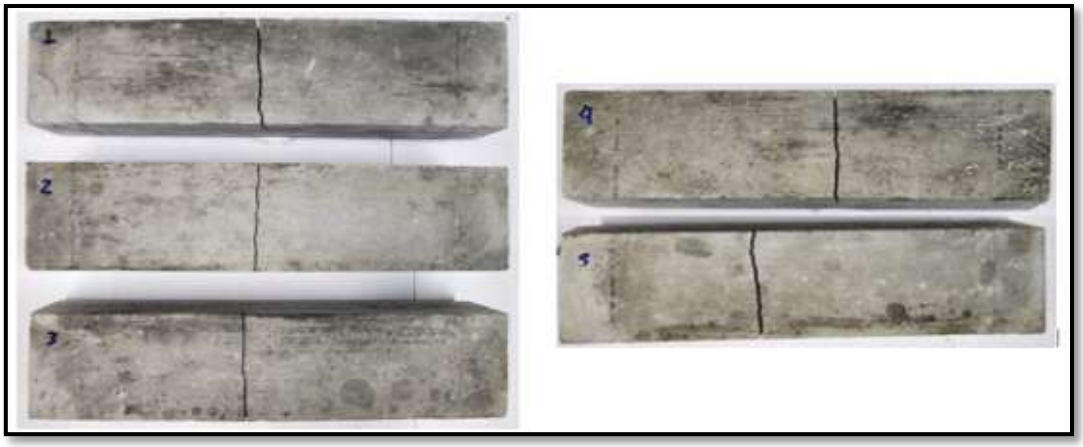


Figura 81 - Modo de ruptura dos corpos de prova da pasta PVA0,75%.

Observando-se as curvas carga-deflexão e os corpos de prova rompidos, pode-se ver que existe uma relação entre o número de fissuras que aparecem no corpo de prova e o número de que vezes em que a carga na curva carga-deflexão reduz de valor temporariamente.

5.3.3.1. Índice de Tenacidade

Os índices de tenacidade dos compósitos, calculados de acordo com a norma japonesa JCI-JSCESF-4 (1983), e seus respectivos coeficientes de variação estão apresentados na Tabela 20. Os valores apresentados referem-se à média dos corpos de prova ensaiados. Com base na teoria apresentada na seção 4.4.3.1, considerando um corpo de prova com L=180mm, a tenacidade Tb deveria ser calculada até a deflexão limite de 1,2 mm, caracterizando o índice de tenacidade FT150. No entanto, como pode ser visto na Tabela 20, os compósitos com fibra de PVA já apresentavam cargas muito baixas a deflexões de 1 mm. Como forma de poder comparar o índice de tenacidade entre os compósitos de fibras diferentes, definiu-se o cálculo da tenacidade e do seu índice até a deflexão limite de 1 mm, caracterizando o índice de tenacidade FT180.

Tabela 20 - Valores médios do índice de tenacidade de acordo com a norma japonesa.

Pasta	Tenacidade – CV (kN.mm - %)	FT180 – CV (MPa - %)
PP 0,50%	1,51 – 3,7	2,2 – 3,2
PP 0.75%	2,31 – 4,5	3,3 – 5,6
PVA 0,50%	0,87 – 13,2	1,2 – 12,5
PVA 0.75%	1,17 – 11,5	1,7 – 12,3

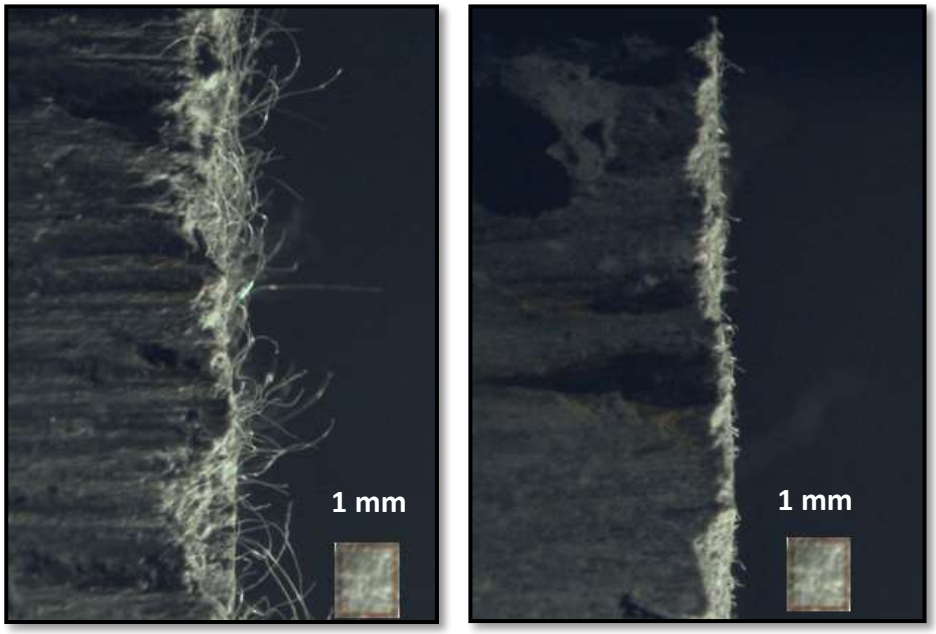
Assim, os valores obtidos para os índices de tenacidade refletem o comportamento das curvas carga *versus* deslocamento dos compósitos, discutido na seção 5.3.3. As pastas produzidas com fibras de polipropileno tiveram uma maior capacidade de absorção de energia. Mesmo não atingindo altos valores de carga máxima pós-fissuração, como os compósitos de fibra de PVA, os compósitos reforçados com fibras de polipropileno conseguiram maior capacidade de deformação, mantendo uma certa constância de carga pós-fissuração. Essa maior dissipação de energia é proveniente da necessidade de se arrancar a fibra da matriz para que ocorra a ruptura do compósito. Como fibras de PVA possuem boa aderência a matrizes cimentícias (MAGALHÃES, 2010), o grau de arrancamento que sofrem antes de romperem é menor, o que caracteriza uma menor capacidade de deformação do compósito reforçado com esse tipo de fibra. Independentemente do tipo de fibra utilizado, os resultados mostram que uma maior tenacidade foi alcançada para os compósitos reforçados com um maior teor de fibras. Com base na análise de todas as pastas produzidas, a pasta reforçada com 0,75% de fibra de polipropileno (PP0,75%) foi a que apresentou uma maior capacidade de absorção de energia.

5.3.3.2. Análise Microscópica

Como forma de melhor compreender o diferente comportamento na região-pós pico entre as curvas carga *versus* deslocamento dos compósitos com diferentes fibras, realizou-se microscopia eletrônica de varredura (MEV) na região tracionada da superfície fratura de cada compósito. Foram escolhidas amostras das pastas PP0,75% e

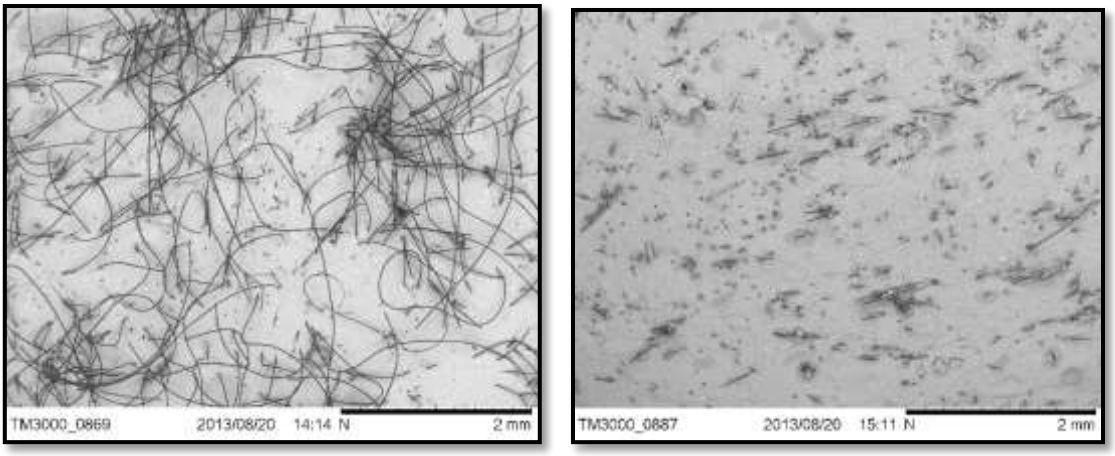
PVA0,75%. A análise feita tinha como objetivo melhor entender o comportamento de cada tipo de fibra na interface matriz-fibra e a partir disso poder concluir algo a respeito do processo de decoesão e arrancamento das fibras.

Sabendo-se que as fibras possuem o mesmo comprimento, através das imagens, obtidas por microscopia óptica, apresentadas na Figura 82a e na Figura 82b é possível concluir que as fibras de polipropileno sofreram mais arrancamento que as fibras de PVA. Essa conclusão pôde ser tirada pelo fato das fibras de polipropileno apresentarem nas micrografias um comprimento maior não embebido na matriz. Tal fato também pôde ser observado pelas imagens obtidas no MEV, apresentadas na Figura 83a e na Figura 83b.



(a) (b)

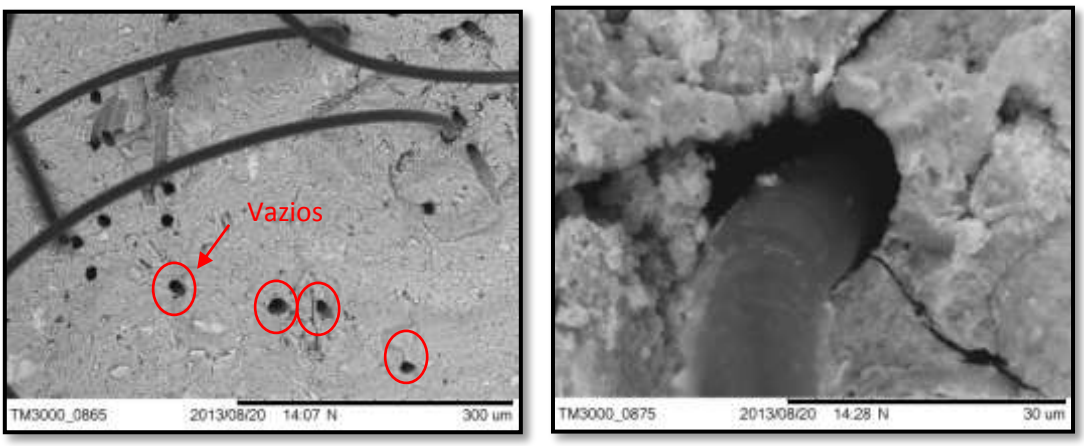
Figura 82 – Vista lateral da superfície fraturada feita por microscopia óptica: (a) Fibra de polipropileno; (b) Fibra de PVA



(a) (b)

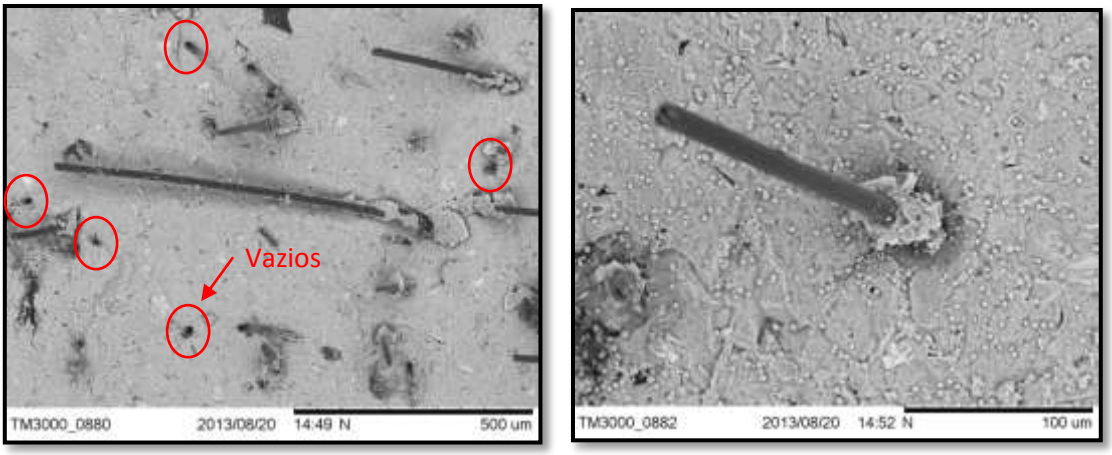
Figura 83 - Vista frontal da superfície fraturada feita por MEV: (a) Fibra de polipropileno; (b) Fibra de PVA

O maior arrancamento das fibras de polipropileno pode ser devido a sua baixa aderência com a matriz, como pode ser visto pela Figura 84a e pela Figura 84b, onde é possível notar a ausência de produtos hidratados na interface matriz-fibra, diferentemente do que ocorre com as fibras de PVA. Na Figura 85a e na Figura 85b é possível perceber grande quantidade de produtos hidratados ao longo e na interface matriz-fibra, evidenciando a boa aderência química dessas fibras com a matriz.



(a) (b)

Figura 84 – Superfície fraturada da pasta PP0,75%: (a) Vazios deixados pelas fibras arrancadas; (b) Ausência de produtos hidratados na interface fibra-matriz.



(a) (b)

Figura 85 - Superfície fraturada da pasta PVA0,75%: (a) Vazios deixados pelas fibras arrancadas; (b) Existência de produtos hidratados na interface fibra-matriz.

Após a fissuração da matriz, para que a fissura continue a se propagar, é necessário que a mesma atravesse as fibras, circundando-as (Figura 86). Quando a fibra não apresenta uma boa aderência com a matriz, a resistência que a fissura precisa vencer para continuar se propagando é menor. Isso resulta em carga máxima de pós pico menor que a carga de fissuração. No entanto, o uso de fibras com boa aderência, como as fibras de PVA, exigem que a fissura vença uma resistência de aderência muito maior para que ocorra a decoesão da fibra da matriz e a fissura possa continuar se propagando. Tal situação se reflete em uma carga pós-pico máxima maior que a carga de fissuração, a depender do volume de fibras utilizado.

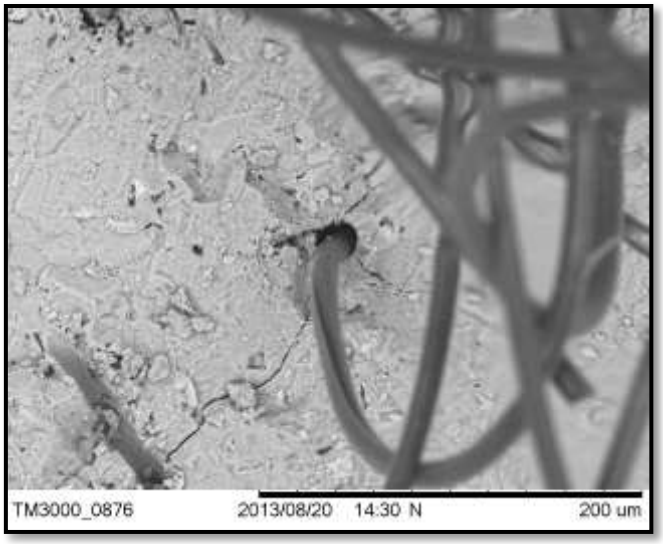
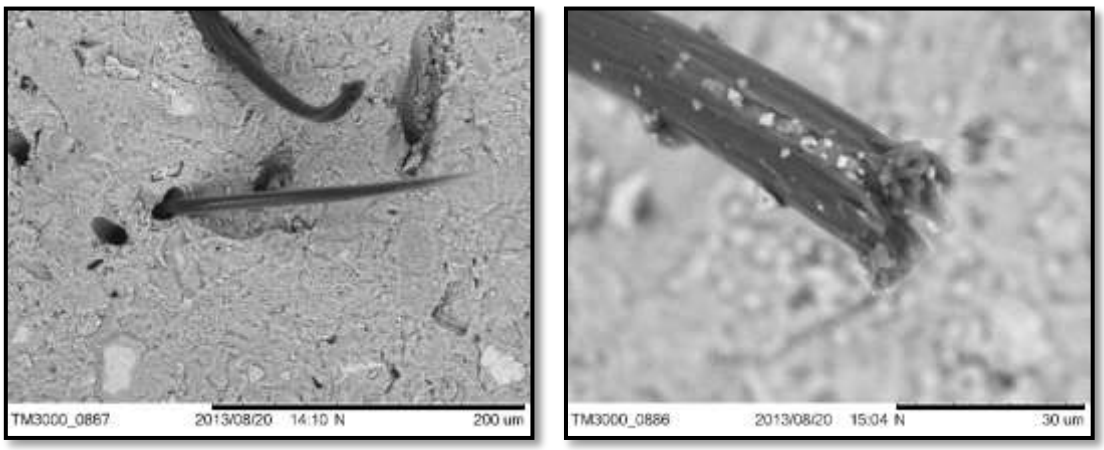


Figura 86 – Fissura circundando a fibra de baixa aderência.

Além disso, considerando as informações fornecidas pelos fabricantes, tem-se que as fibras de polipropileno são mais flexíveis que a as fibras de PVA. Através das micrografias foi possível confirmar tais informações. As fibras de polipropileno mostram uma tendência de empescoçamento, caracterizando sua maior capacidade de deformação até seu rompimento (Figura 87a). Essa propriedade, juntamente com o escorregamento da fibra pela interface, dá ao compósito uma maior capacidade de deformação. Por outro lado, conforme pode ser visto na Figura 87b, as fibras de PVA não apresentam empescoçamento, tendendo a romper mais abruptamente.



(a) (b)

Figura 87 – Forma de ruptura das fibras: (a) Fibra de polipropileno; (b) Fibra de PVA.

CAPÍTULO 6 *CONCLUSÃO*

Neste trabalho, a obtenção de pastas cimentícias de alto desempenho foi possível através do uso de cimento, sílica ativa, como adição mineral, aditivo superplastificante e fibras sintéticas poliméricas.

A sílica ativa foi escolhida como adição mineral pelos efeitos químicos e físicos que causa na matriz cimentícia, contribuindo para o aumento da sua resistência à compressão e durabilidade. A reação química pozolânica promovida por esse material aumenta a quantidade de produtos C-S-H formados, conferindo maior resistência à matriz. Além disso, por possuir partículas de granulometria inferior às partículas de cimento, a mesma funciona como fíler, diminuindo a porosidade e permeabilidade da matriz, conferindo maior durabilidade à mesma, visto que a diminuição de poros da pasta hidratada melhora o comportamento ao ataque de sulfatos e cloretos. Com base nisso, utilizou-se o MEC para a obtenção da máxima compacidade dos sólidos (cimento e sílica ativa), resultando em um teor de substituição de 32,15% de cimento por sílica.

Por outro lado, a substituição parcial de cimento por sílica ativa aumenta a demanda de água na mistura para que a mesma mantenha sua fluidez. Para que a resistência do material não fosse comprometida, optou-se pelo uso de um aditivo superplastificante. Esse tipo de aditivo, além de melhor dispersar as partículas de sílica ativa, contribui para o aumento da fluidez da mistura sem ser necessário o aumento da relação a/mc. Com base nisso, foi possível a confecção de uma pasta de referência (sem reforço fibroso) com relação a/mc de 0,50, 32,15% de sílica ativa (em relação à massa de cimento) e 1,3% de aditivo superplastificante (em relação aos sólidos da mistura).

A pasta de referência, denominada PREF, teve suas propriedades avaliadas no seu estado fresco e no seu estado endurecido. O valor de massa específica aparente obtido (14,9 lb/gal) para a pasta não fugiu do intervalo utilizado na prática para a cimentação de poços de petróleo. A pasta não apresentou exsudação ao ser submetida ao ensaio de água livre e também não apresentou variação de massa específica (ΔME) maior que 0,06 g/cm^3 e nem rebaixamento ao ser submetida ao ensaio de estabilidade, mostrando-se estável, tanto no seu estado fresco, quanto no seu estado endurecido. Suas propriedades reológicas também foram satisfatórias.

Ao ser avaliada mecanicamente, através de ensaio de compressão uniaxial e tração na flexão, a pasta de referência apresentou ruptura frágil e baixa capacidade de deformação, como esperado. Sua resistência à compressão (63,2 MPa) foi cerca de doze vezes maior que sua resistência à tração na flexão (5,2 MPa).

Como visto ao longo do trabalho, a adição de fibras em uma matriz cimentícia gerou compósitos mais dúcteis quando submetidos a esforços mecânicos. No entanto, para aplicação em poços de petróleo, a fração volumétrica e o tamanho das fibras são limitadas pelas condições de serviço impostas, como anular estreito e potência de bombeio. Um alto teor de fibras implica em um aumento na viscosidade da pasta, caracterizando uma menor trabalhabilidade e demandando maior potência de bombeio e podendo causar entupimento do anular e dos orifícios da broca. Com isso, o estudo foi direcionado para a avaliação de compósitos gerados com dois teores de fibras, 0,50% e 0,75%. As propriedades das pastas fibrosas produzidas com fibras de polipropileno (PP0,50% e PP0,75%) e das das pastas fibrosas produzidas com fibras de PVA (PVA 0,50% e PVA0,75%) também foram avaliadas no estado fresco e no estado endurecido, seguindo os mesmos ensaios realizados para a pasta de referência.

Visto que os teores de substituição de volume de pasta por fibras, 0,50% e 0,75%, foram muito pequenos, não foi observada uma variação significativa nos valores de massa específica aparente das pastas fibrosas, em relação à pasta de referência. A mesma tendência foi observada nos ensaios de água livre e estabilidade, sendo as pastas fibrosas também consideradas estáveis. Através do ensaio de espalhamento foi possível verificar uma tendência de redução de fluidez, caracterizada por uma redução de diâmetro, com a inserção de fibras, visto que as mesmas funcionam como barreiras ao fluxo da parte fluida da pasta. Essa tendência de diminuição foi maior quanto maior foi a fração volumétrica de fibras utilizada, sendo mais pronunciada para as fibras de polipropileno. Essa tendência de promover maior resistência ao fluxo também pôde ser percebida qualitativamente por meio do ensaio de reometria, utilizando o método *Vane* de medição. Tal método indicou a pasta PP0,75% como a pasta que promoveu maior resistência ao fluxo, refletindo na necessidade de utilização de uma palheta de menor diâmetro para obter a leitura do torque máximo produzido pela resistência da pasta. Através do ensaio de reometria foi possível quantificar que, para um mesmo tipo de fibra, a pasta com maior fração volumétrica apresentou o maior valor de limite de

escoamento. Com isso, foi possível concluir que, dentre todas as pastas produzidas, a pasta PP0,75% foi a que apresentou menor trabalhabilidade.

Todas as pastas fibrosas também foram avaliadas mecanicamente, sendo submetidas a ensaios de compressão uniaxial e tração na flexão. Em todos os casos, os corpos de prova apresentaram ruptura dúctil com ausência de fragmentação total.

Nos ensaios de compressão uniaxial, as pastas reforçadas com fibras de polipropileno apresentaram uma tendência de redução nos valores das suas propriedades mecânicas, conforme o teor de fibras foi aumentado. No entanto, a pasta PP0,75% apresentou um ganho de tenacidade, caracterizado por uma resistência residual pós-pico. Considerando apenas a pasta PVA0,75%, pode-se dizer que houve uma pequena redução da resistência à compressão e da deformação axial de pico quando esse volume de fibra foi adicionado à matriz. É possível que o pequeno decréscimo observado para essa pasta (PVA0,75%) tenha ocorrido devido à boa aderência química existente entre a fibra de PVA e a matriz cimentícia, diminuindo a porosidade da interface matriz-fibra, criada pela inserção de fibra. Além disso, as fibras de PVA proporcionaram melhor trabalhabilidade, se comparadas às fibras de polipropileno, como evidenciado pelos ensaios de espalhamento e reometria. Tal comportamento indica uma melhor dispersão das fibras na matriz. Quanto à pasta PVA0,50%, seria interessante a repetição dos ensaios de compressão uniaxial para verificar o comportamento da mesma para que melhores conclusões possam ser tiradas.

Em relação ao comportamento de tração na flexão foi possível perceber que a utilização de fibras curtas não aumentou a capacidade de resistência do compósito. No geral, a adição de fibras curtas de polipropileno e PVA impediu a ruptura total das vigas após a fissuração da matriz, sendo que o comportamento pós-fissuração apresentou variação em função do tipo de fibra e do teor utilizado. Em termos de capacidade de deformação pós-fissuração, pode-se dizer que todos os compósitos reforçados com fibras apresentaram ganhos nessa propriedade, em relação à pasta de referência, justificando a vantagem do uso de fibras. Independentemente do tipo de fibra utilizado, a capacidade de carga pós-fissuração foi maior quanto maior foi a fração volumétrica de fibras utilizada, representando um maior ganho de tenacidade. No entanto, mesmo os compósitos reforçados com fibras de PVA apresentando uma carga máxima pós fissuração maior que os compósitos reforçados com fibras de polipropileno, foi

observado para os compósitos de PVA uma maior taxa de decaimento de carga a partir desse ponto. Esse comportamento pode ter ocorrido em função do menor grau de arrancamento, em relação às fibras de polipropileno, sofrido pelas fibras de PVA antes da sua ruptura. Sendo assim, neste estudo, os compósitos reforçados com fibras de polipropileno apresentaram melhor comportamento que os compósitos reforçados com fibras de PVA, representado por uma maior capacidade de absorção de energia, refletido em uma maior capacidade de deformação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANCHORTEC. Disponível em: http://www.casadagua.com. Acesso em 10 de Julho. 2013, 22:20.

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2005, *Recommended Practice for Testing Well Cements*: API RP 10B-2. U.S.A.

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2002, *Specification for Cements and Materials for Well Cementing*: API Specification 10A. U.S.A.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 1994, *Standard TestMethod for Static Modulus of Elasticity and Poisson's Ratio of Concrete in Compression: ASTM C 469 – 94*.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1994, *Argamassa e concreto – Determinação Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos-de- prova cilíndricos: NBR 7222*. Rio de Janeiro, RJ.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2006, *Cimento Portland destinado à cimentação de poços petrolíferos – Requisitos e métodos de ensaio: NBR 9831*. Rio de Janeiro, RJ.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1991, *Concreto-Determinação da resistência à tração na flexão em corpos-de-prova prismáticos: NBR 12142*. Rio de Janeiro, RJ.

BALTHAR, V. K. C. B. L. M., 2010, *Caracterização físico-química e mecânica de pastas de cimento leves e fibrosas para poços de petróleo*. Tese de Doutorado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

BARBOSA, C., G., M., M., 2012, Influência da Adição do NaCl e KCl em Sistemas de Pastas contendo Silica para Poços de Petróleo em Zonas Evaporíticas e Carbonáticas.

BARNES, H., A., NGUYEN, Q., D., 2001, Rotating vane rheometry — a review. J. Non-Newtonian Fluid Mech. 98, 1–14.

BENTUR, A., MINDESS, S. Fibre reinforced cementitious composites, 1990, *Elsevier Science Publishers* LTD.

BEZERRA, U. T. *Compósitos Portland-Biopolímero para Cimentação de Poços de Petróleo.* Dissertação de Mestrado apresentado ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais – UFRN, 2006.

BROOKFIELD, 2012. *Manual de operação do reômetro modelo DV-III Ultra.*

CAETANO, L. F. GRAEFF, A. G. GARCEZ, E. O. BERNARDI, S. T. SILVA FILHO, L. C., 2004, *Compósito de matriz cimentícias reforçada com fibras.* Brasil. Porto Alegre.

CAMARINI, G., 1995, *Desempenho de misturas de cimento Portland comum e escória de alto forno submetidas à cura térmica.* Tese de Doutorado, São Paulo.

CAMPOS, G., SIMÃO, C.A., TEIXEIRA, K.C., Conceição, A.C.F. *Curso de cimentação primária*, 2002.

CAMPOS, G. *et al.*, 2005, *PROCELAB – Procedimentos e Métodos de Laboratório destinados à Cimentação de Poços Petrolíferos*, Rio de Janeiro: PETROBRAS/Schlumberger/Halliburton/BJ Services.

CASTRO, A., L., 2011, *Fibras de polipropileno e sua influência no comportamento de concretos expostos a altas temperaturas.* Cerâmica 57, 22-31.

CORREIA, R. F., 2009, *Avaliação mecânica e estrutural de pastas cimentícias para poços de petróleo submetidos à injeção de vapor*. Dissertação de Mestrado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

FALCÃO, J., L., 2008, *Sal: Geologia e Tectônica*. Capítulo XVIII, Perfuração de Formações Salíferas. Editora Beca.

FANELLA, D., NAAMAN, A. E., 1985, "Stress-Strain Properties of Fiber Reinforced Concrete in Compression", *Journal of American Concrete Institute*, v. 82, n. 4, pp. 475-483.

GARCÍA, M., I., 2007, Adição de Biopolímero em Pastas de Cimento para utilização em Poços de Petróleo. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Parana, Curitiba.

GTEP. Disponível em: http://www.neomatex.com.br. Acesso em 2 de agosto. 2009, 10:20.

HOFFMAN, A., T., 2001, *Influência da Adição de Silica Ativa, Relação água/aglomerante, temperatura e tempo de cura no coeficiente de difusão de cloretos em concreto.* Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

HOLLAWAY. L. *Polymers and polymer composites*. In: J. M. ILLSTON. Construction Materials; their nature end behavior. London: M. Lllston/E & FN Spon 2ed., 1994. P.321-358.

JAPAN CONCRETE INSTITUTE, 1983, *Method of test for flexural strength and flexural toughness of fibre reinforced concrete: JCI-SF4*, JCI Standards for test methods of fibre reinforced, Japan.

JENNINGS, M., H., 2001, *The influence of wall slip on yield stress and viscoelastic measurements of cement paste.* Cement and Concrete Research 31, 205-212.

LI, V., C., 1992, *Engineered Cementitious Composites (ECC).*

MANO, E. B. e MENDES, L.C., 1999, *Introdução a polímeros*. São Paulo: Edgar Blucher, 2 ed.

MENZEL, C.A., 1935, *Studies of High Pressure Steam Curing of Tamped Hollow Concrete Block.* J. Amer. Concrete Inst. 7, 64.

MEHTA, P. K., MONTEIRO, P. J. M., 2008, *Concreto: estrutura, propriedades e materiais*, 3ª ed., São Paulo, Editora Pini.

MIRANDA, C. R., 2008, *Pastas de cimento de alta compacidade para poços de petróleo – Processo de formulação, propriedades reológicas, resistência mecânica e química*, Tese de Doutorado, IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

MOTTA, L., A., C., 2007, *Caracterização de Fibras Curtas empregadas na Engenharia Civil.* Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, BT/PCC/450, São Paulo.

MUELLER, D.T., 2003, *Producing Stress-Resistant High-Temperature / High-Pressure Cement Formulations Through Microstructural Optimization*. Paper SPE 84562.

NELSON, E. B., GUILLOT, D., 2006, *Well Cementing*, 2ª ed., U.S.A., Schlumberger.

NEOMATEX. Disponível em: http://www.neomatex.com.br. Acesso em 2 de agosto. 2013, 10:20.

NEVILLE, A. M., 1997, *Propriedades do concreto*. 2. ed. São Paulo: Pini..

RESENDE, F. M., 2003, *Influência das fibras de aço, polipropileno e sisal no amortecimento de concretos de resistência normal e de alto desempenho*. Dissertação de Mestrado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

ROCHA, J. M. S., 2010, *Estudo da migração de gases em pastas de cimento para uso em poços de petróleo.* Dissertação de Mestrado, EQ/UFRJ, Rio de Janeiro.

ROCHA, L. A., S., AZEVEDO, C. T., 2008, *Projetos de poços de petróleo: geopressões e assentamento de colunas de revestimentos*. Editora Interciência/Petrobras, Rio de Janeiro.

TOLEDO, R. D., 1997, *Materiais compósitos reforçados com fibras naturais: caracterização experimental.* Tese de Doutorado, PUC-Rio, Rio de Janeiro.

TOLEDO, R, D., 2009, *Reologia de Compósitos com Fibras.* Apostila da disciplina Materiais compósitos à base de cimento. Rio de Janeiro.

SCHRAMM, G., 2006, *Reologia e reometria: fundamentos teóricos e práticos*; Tradução e adaptação: MOTHÉ, C. G., CORREIA, D. Z., PETRI, H. M., GONÇALVES, M., CARESTIANO, T., 2 ed., Artliber Editora, São Paulo.

SILVOSO, M. M., 2008, *Manual de utilização do programa MEC-COPPE 1.0 – Simulador de compacidade de misturas granulares secas através do Método de Empacotamento Compressível (MEC).* Rio de Janeiro.

TANESI, J., 1999, *A influência das fibras de polipropileno no controle da fissuração por retração.* Dissertação apresentada na Escola Politécnica da USP.

TANESI, J., FIGUEIREDO, A., D., 1999, *Fissuração por Retração em Concretos reforçados com fibras de polipropileno.* Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, BT/PCC/239, São Paulo.

VELASCO, R. V., 2002, *Concreto de Alto Desempenho com Fibras Submetido a Altas Temperaturas.* Dissertação de Mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.

VELASCO, R. V., 2008, *Concretos auto-adensáveis reforçados com elevadas frações volumétricas de fibras de aço: Propriedades reológicas, mecânicas e térmicas*. Tese de Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

VITORINO, F., C., 2012, Caracterização Experimental de Pastas Cimentícias Contendo Polímero SBR em pó e Microfibras de Volastonita. Dissertação de Mestrado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

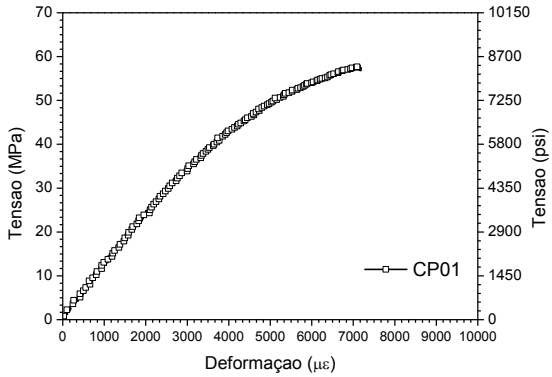
WEATHERFORD, 1986, *Cementing Program Handbook.*

ANEXOS

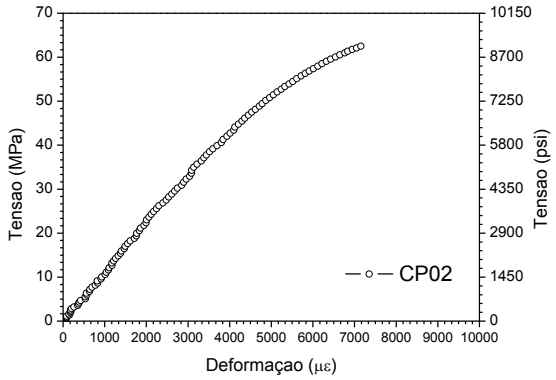
A.1. CURVAS TENSÃO-DEFORMAÇÃO REFERENTES AOS ENSAIOS DE COMPRESSÃO UNIAXIAL

A.1.1. Curvas tensão-deformação da pasta de referência, PREF.

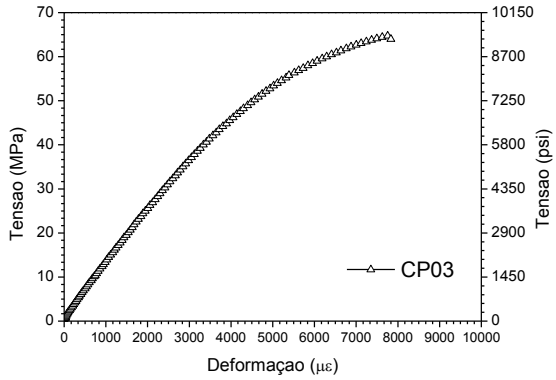
As curvas tensão *versus* deformação de todos os corpos de prova (CP01, CP02, CP03, CP04, CP05, CP06 e CP07) da pasta de referência estão apresentadas na Figura 88.



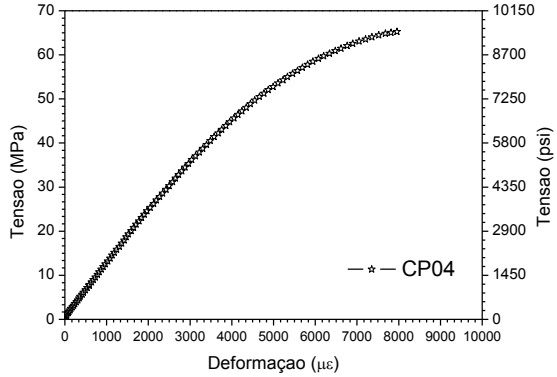
(a)



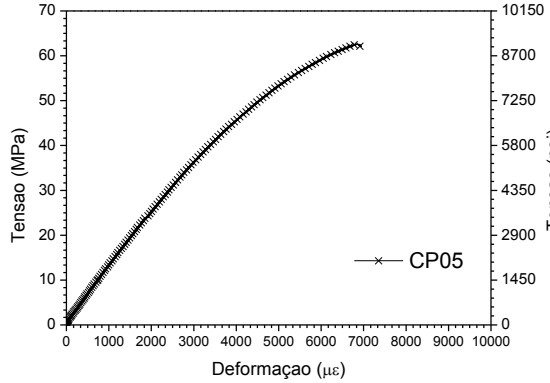
(b)



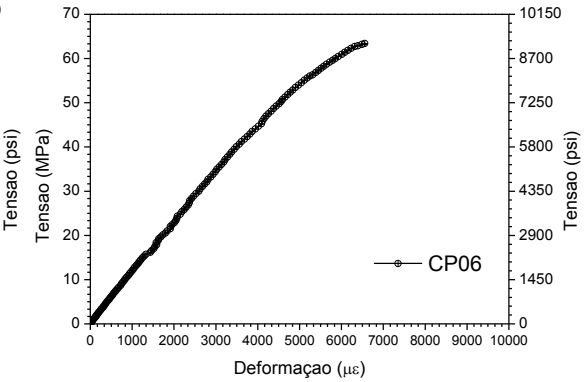
(c)



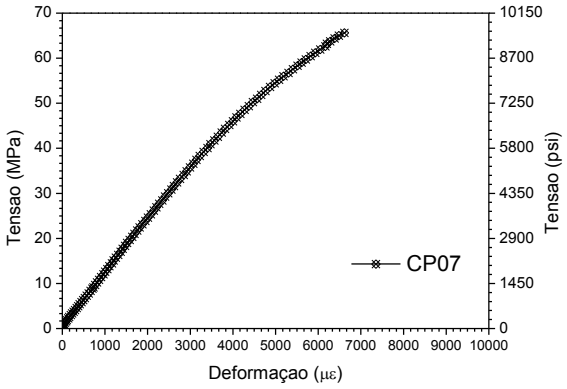
(d)



(e)



(f)

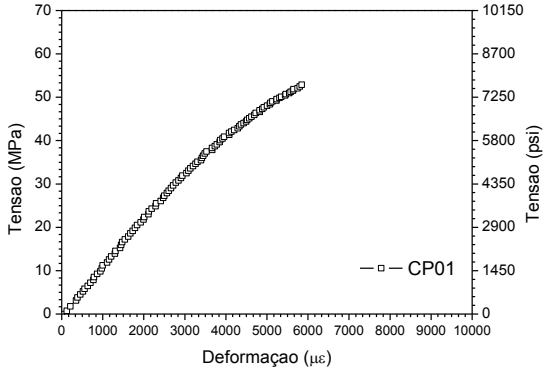


(g)

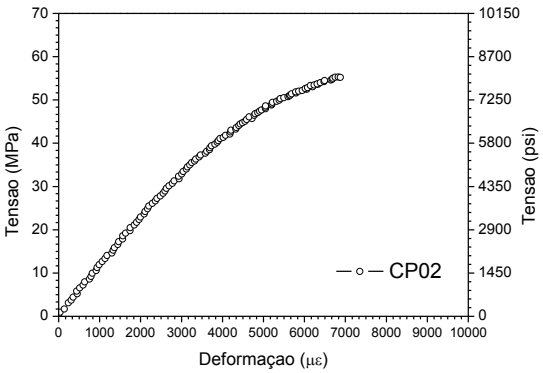
Figura 88 – Curvas tensão *versus* deformação da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05; (f) CP06.

A.1.2. Curvas tensão-deformação da pasta PP0,50%.

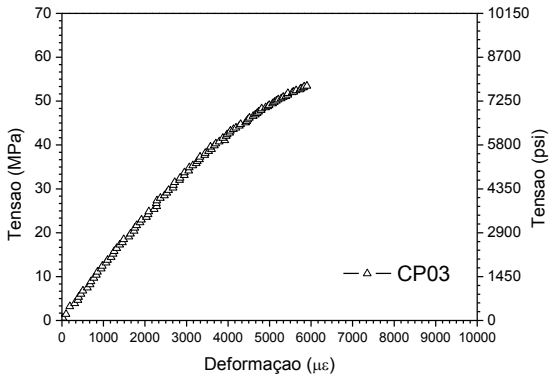
As curvas tensão *versus* deformação de todos os corpos de prova (CP01, CP02, CP03, CP04, CP05, CP06 e CP07) da pasta PP0,50% estão apresentadas na Figura 89.



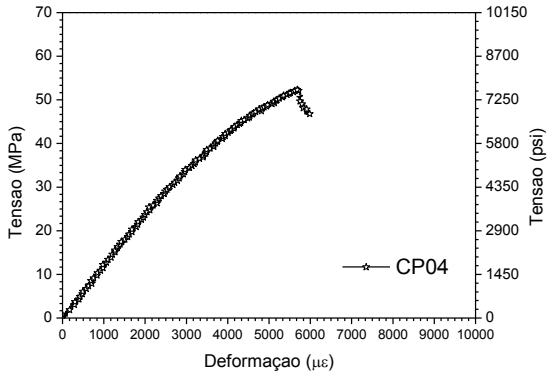
(a)



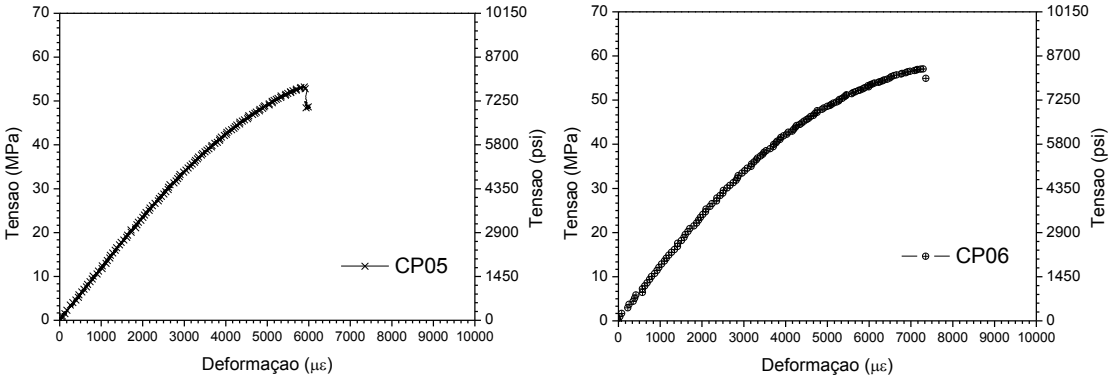
(b)



(c)



(d)

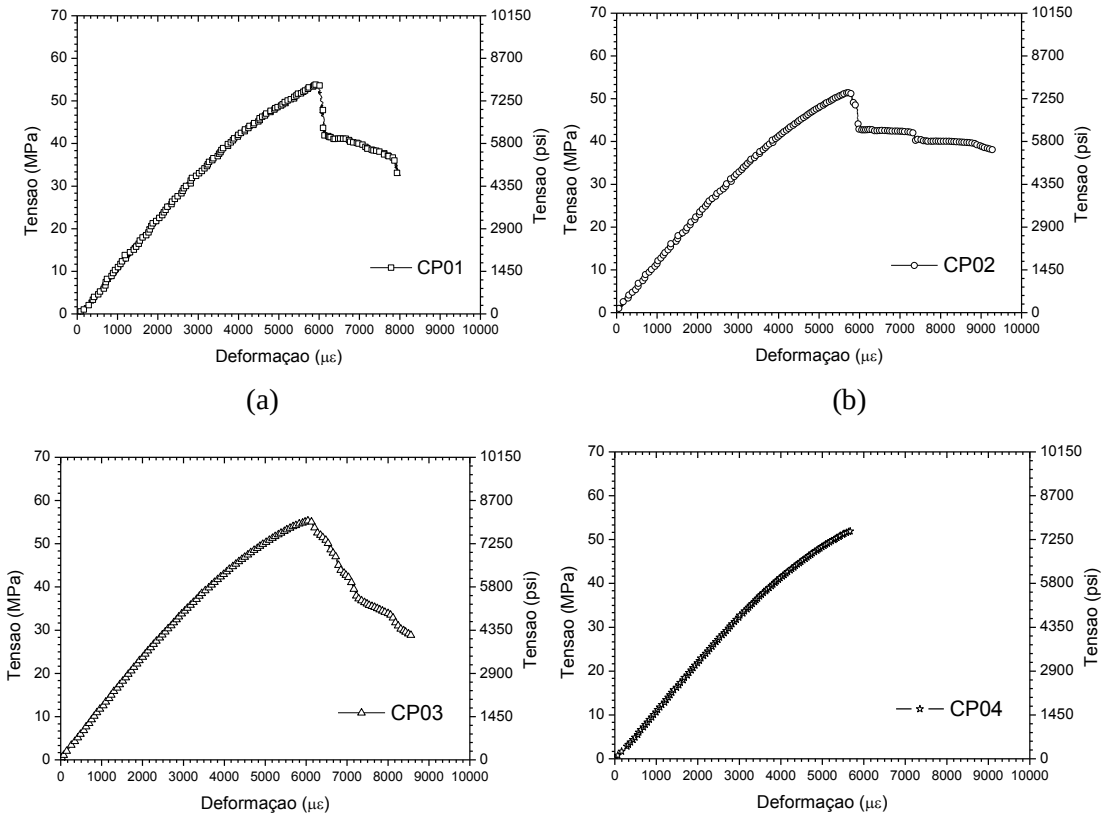


(e) (f)

Figura 89 - Curvas tensão *versus* deformação da pasta PP0,50%: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05; (f) CP06.

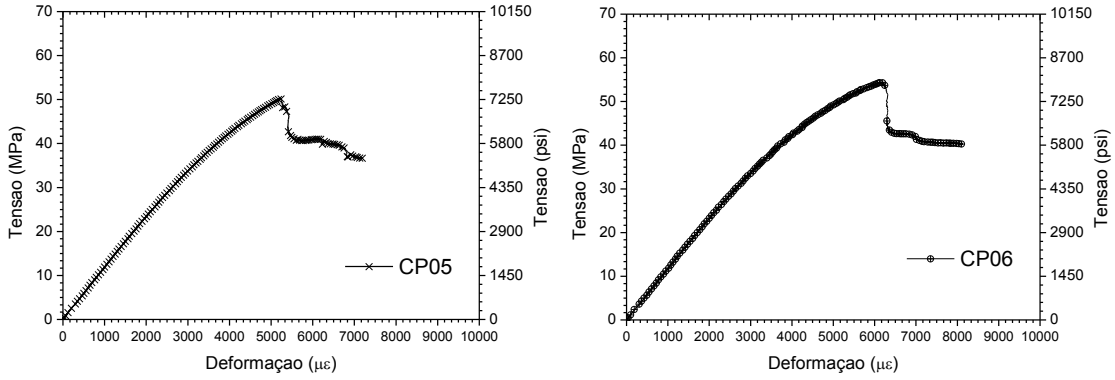
A.1.3. Curvas tensão-deformação da pasta PP0,75%.

As curvas tensão *versus* deformação de todos os corpos de prova (CP01, CP02, CP03, CP04, CP05 e CP06) da pasta PP0,75% estão apresentadas na Figura 90.



(a) (b)

(c) (d)

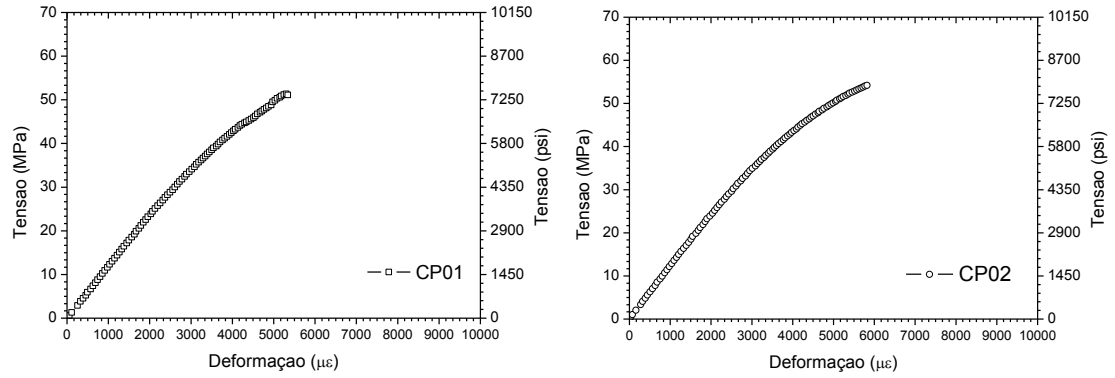


(e) (f)

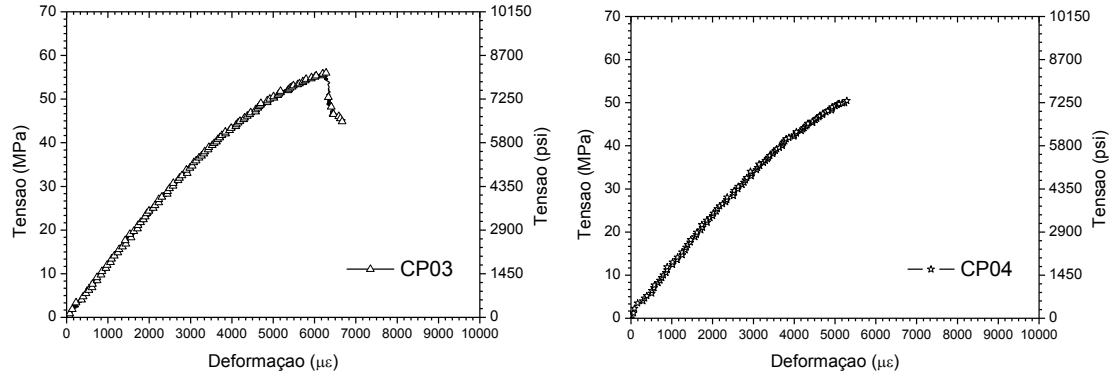
Figura 90 - Curvas tensão *versus* deformação da pasta PP0,75%: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05; (f) CP06.

A.1.4. Curvas tensão-deformação da pasta PVA0,50%.

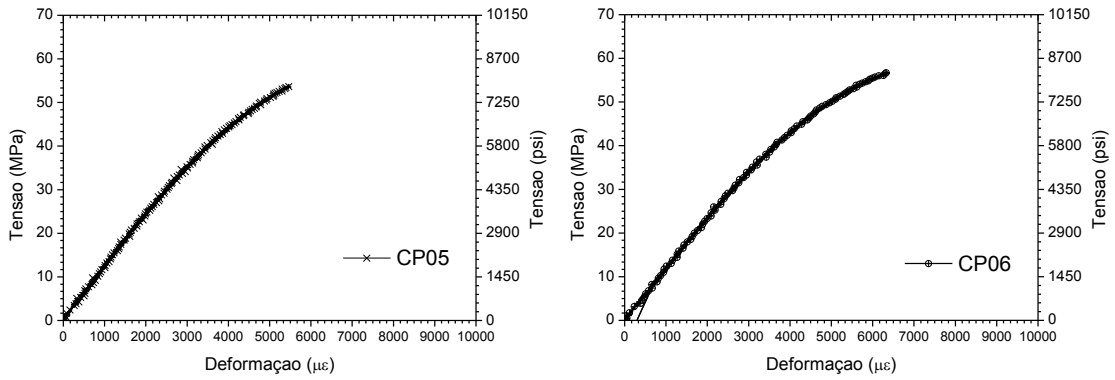
As curvas tensão *versus* deformação de todos os corpos de prova (CP01, CP02, CP03, CP04, CP05 e CP06) da pasta PVA0,75% estão apresentadas na Figura 91.



(a) (b)



(c) (d)

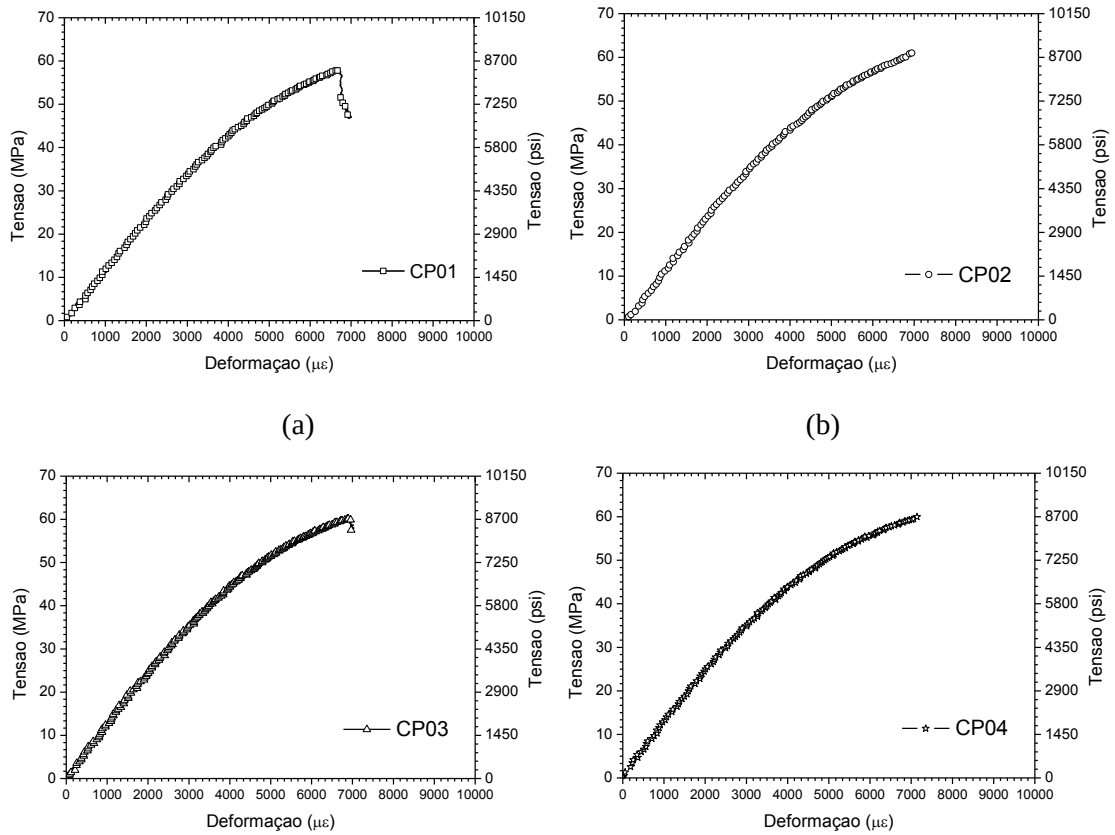


(e) (f)

Figura 91 - Curvas tensão *versus* deformação da pasta PP0,75%: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05; (f) CP06.

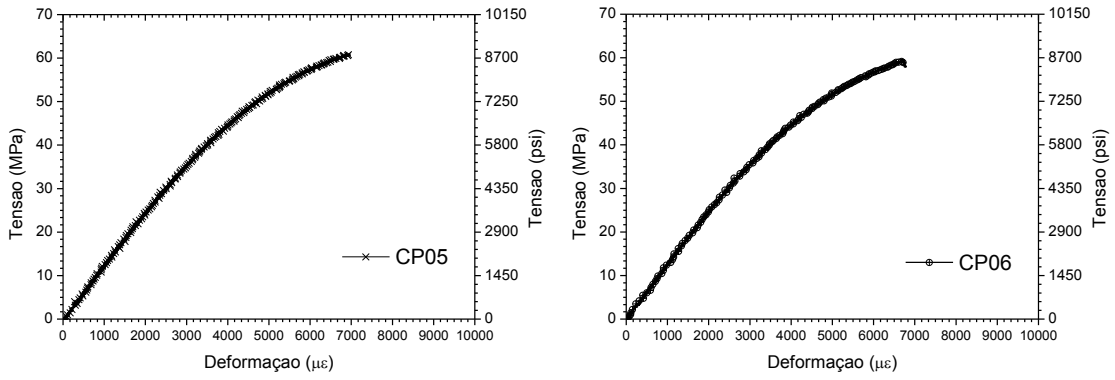
A.1.5. Curvas tensão-deformação da pasta PVA0,75%.

As curvas tensão *versus* deformação de todos os corpos de prova (CP01, CP02, CP03, CP04, CP05 e CP06) da pasta PVA0,75% estão apresentadas na Figura 92.



(a) (b)

(b) (d)



(e) (f)

Figura 92 - Curvas tensão *versus* deformação da pasta PP0,75%: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05; (f) CP06.

A.2 CURVAS CARGA-DESLOCAMENTO REFERENTES AOS ENSAIOS DE TRAÇÃO NA FLEXÃO

A.2.1. Curvas carga-deslocamento da pasta de referência, PREF.

As curvas carga *versus* deslocamento de todos os corpos de prova (CP01, CP02, CP03, CP04 e CP05) da pasta de referência estão apresentadas na Figura 93.

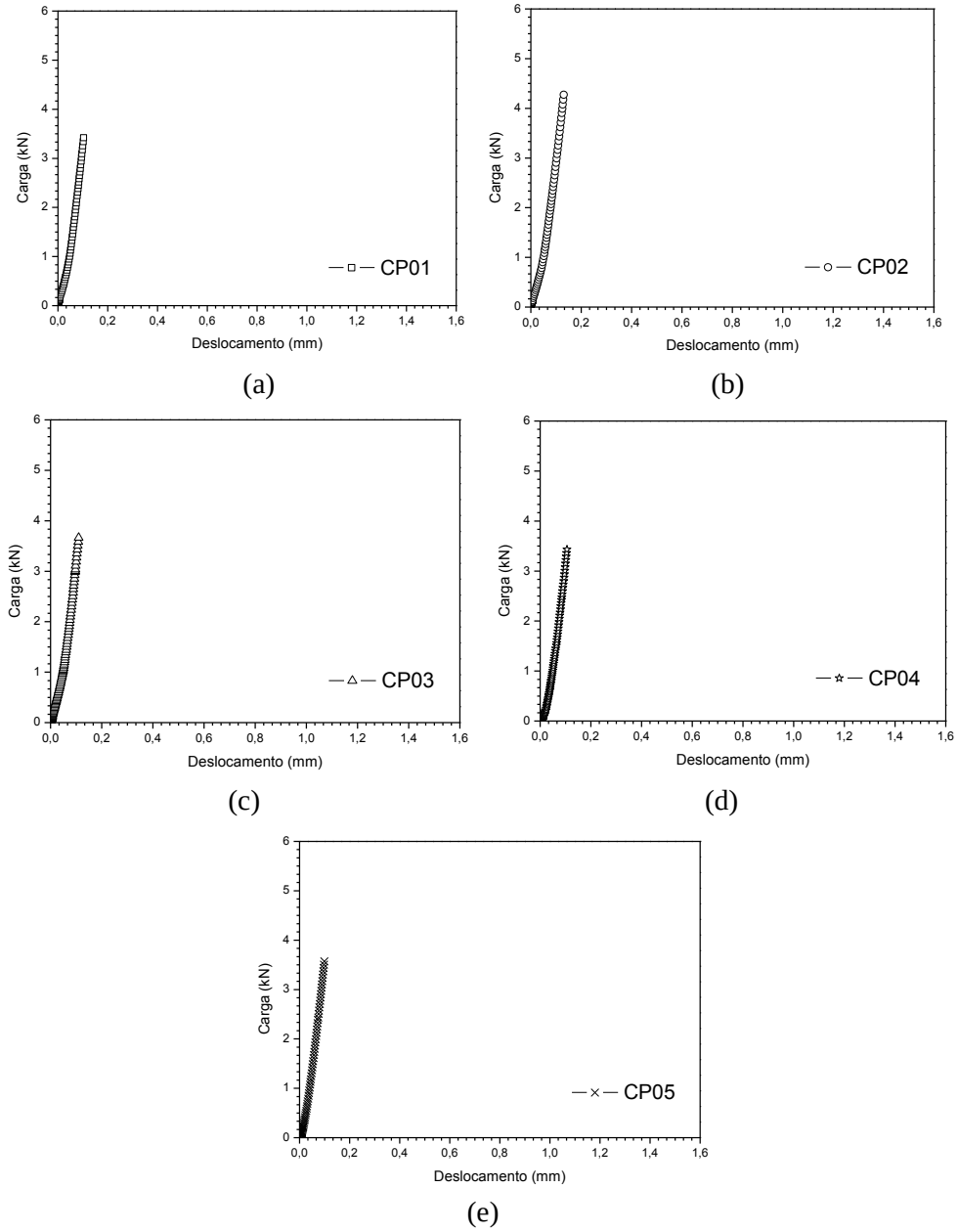


Figura 93 - Curvas carga *versus* deslocamento da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05.

A.2.2. Curvas carga-deslocamento da pasta PP0,50%.

As curvas carga *versus* deslocamento de todos os corpos de prova (CP01, CP02, CP03, CP04 e CP05) da pasta PP0,50% estão apresentadas na Figura **88** 94.

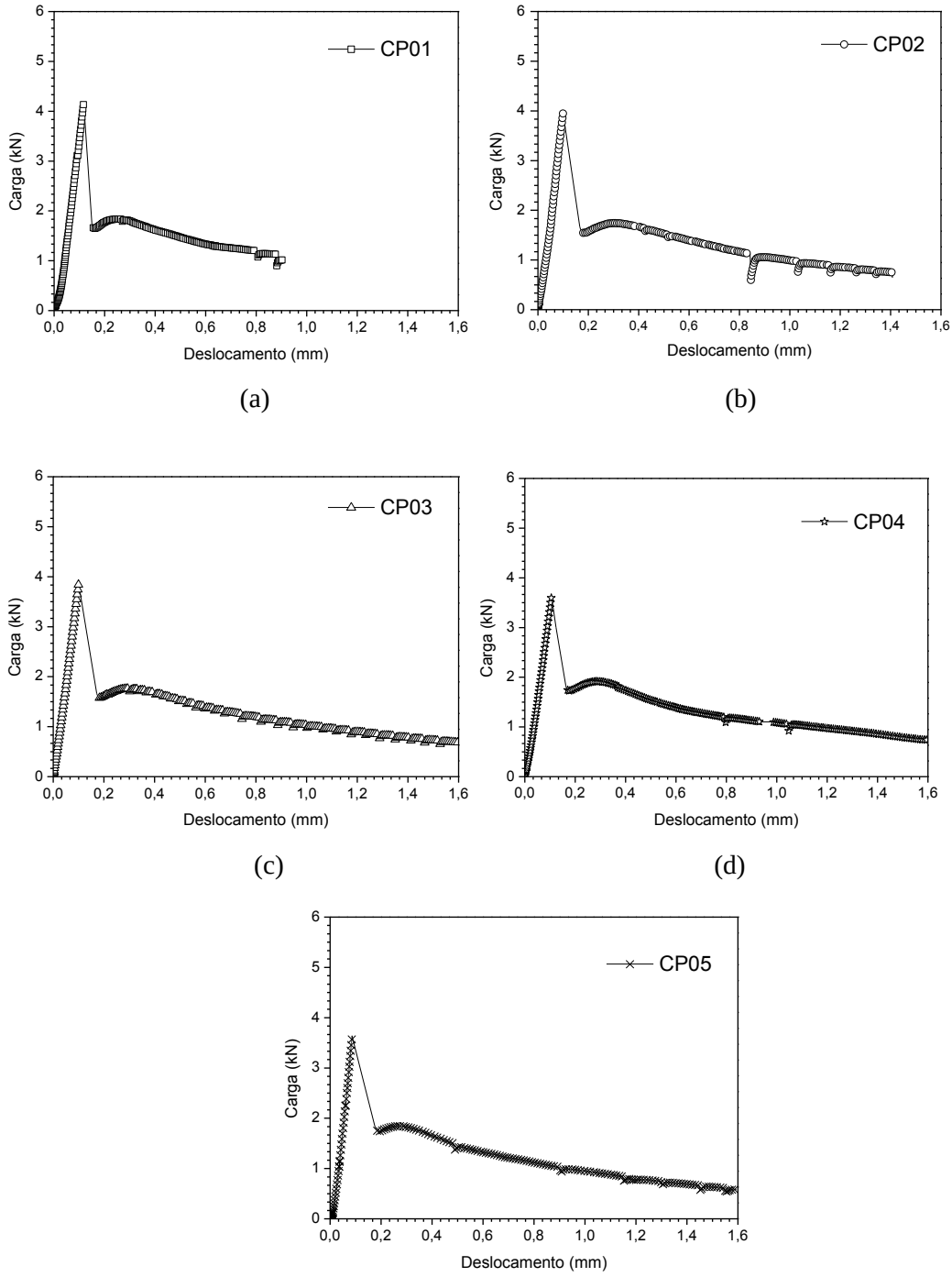
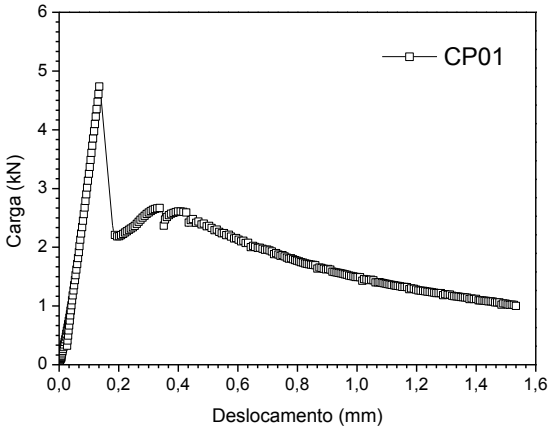


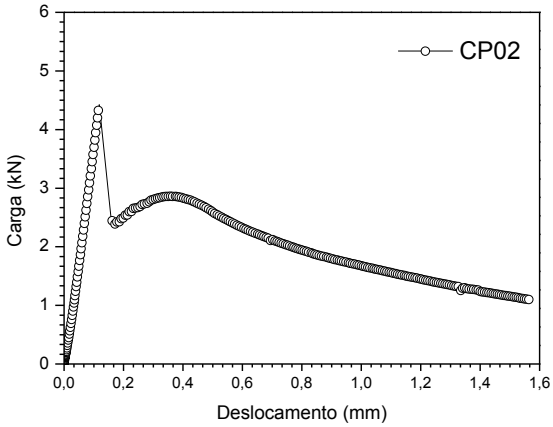
Figura 94 - Curvas carga *versus* deslocamento da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05.

A.2.3. Curvas carga-deslocamento da pasta PP0,75%.

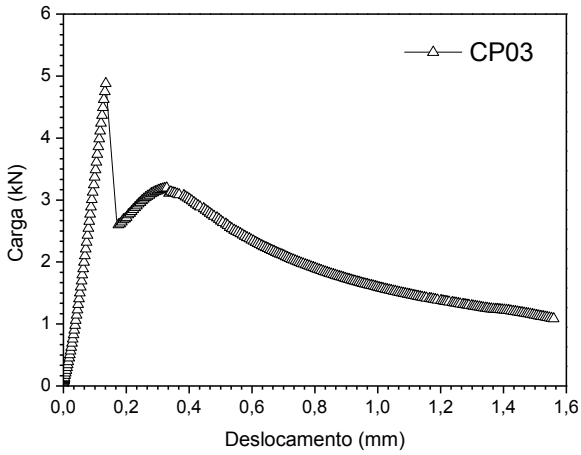
As curvas carga *versus* deslocamento de todos os corpos de prova (CP01, CP02 e CP03) da pasta PP0,75% estão apresentadas na Figura Figura **88**95.



(a)



(b)



(c)

Figura 95 - Curvas carga *versus* deslocamento da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05.

A.2.4. Curvas carga-deslocamento da pasta PVA0,50%.

As curvas carga *versus* deslocamento de todos os corpos de prova (CP01, CP02, CP03, CP04 e CP05) da pasta PVA0,50% estão apresentadas na Figura 96.

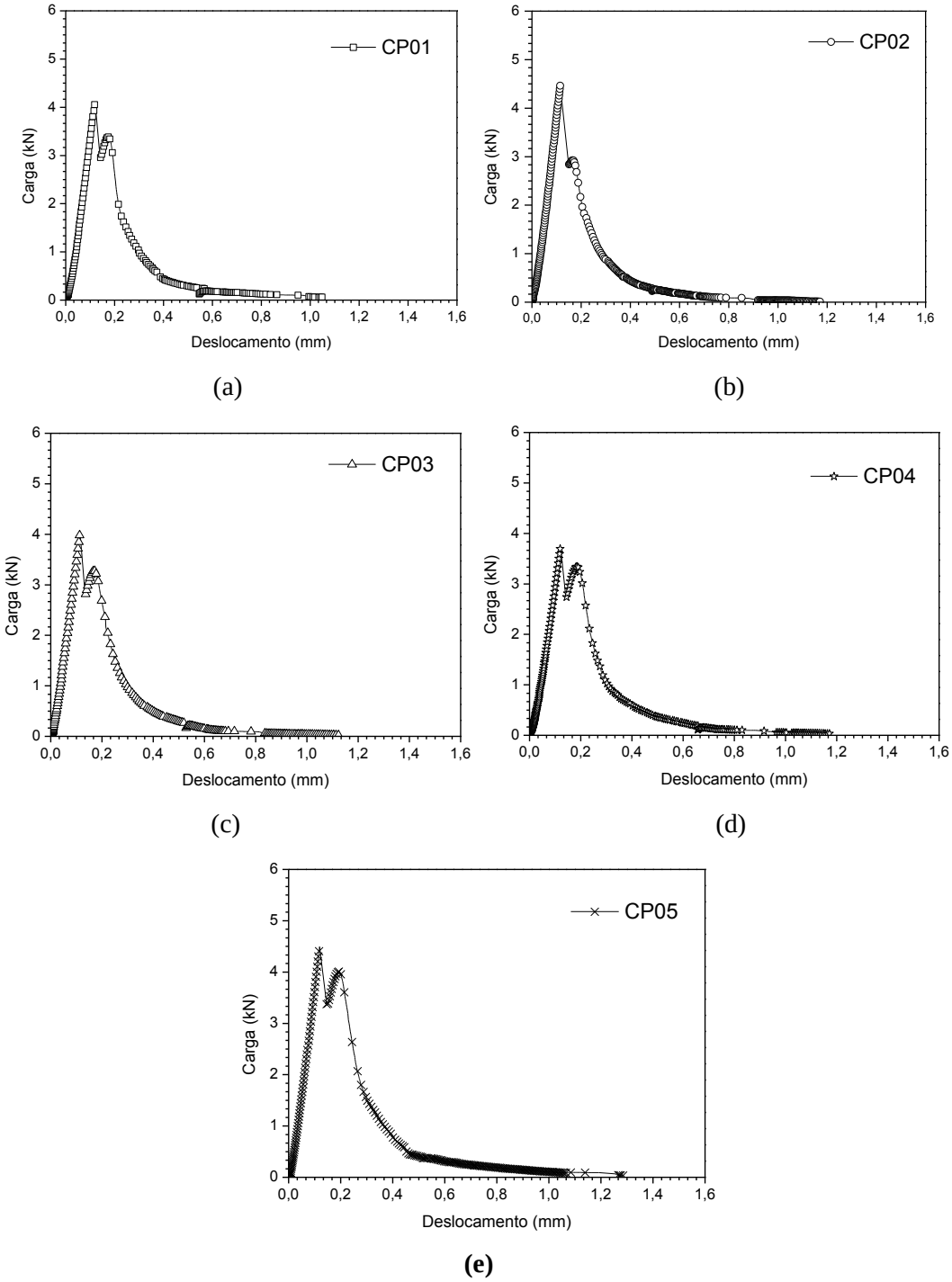


Figura 96 - Curvas carga *versus* deslocamento da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05.

A.2.5. Curvas carga-deslocamento da pasta PVA 0,75%.

As curvas carga *versus* deslocamento de todos os corpos de prova (CP01, CP02, CP03, CP04 e CP05) da pasta PVA0,75% estão apresentadas na Figura Figura **88**97.

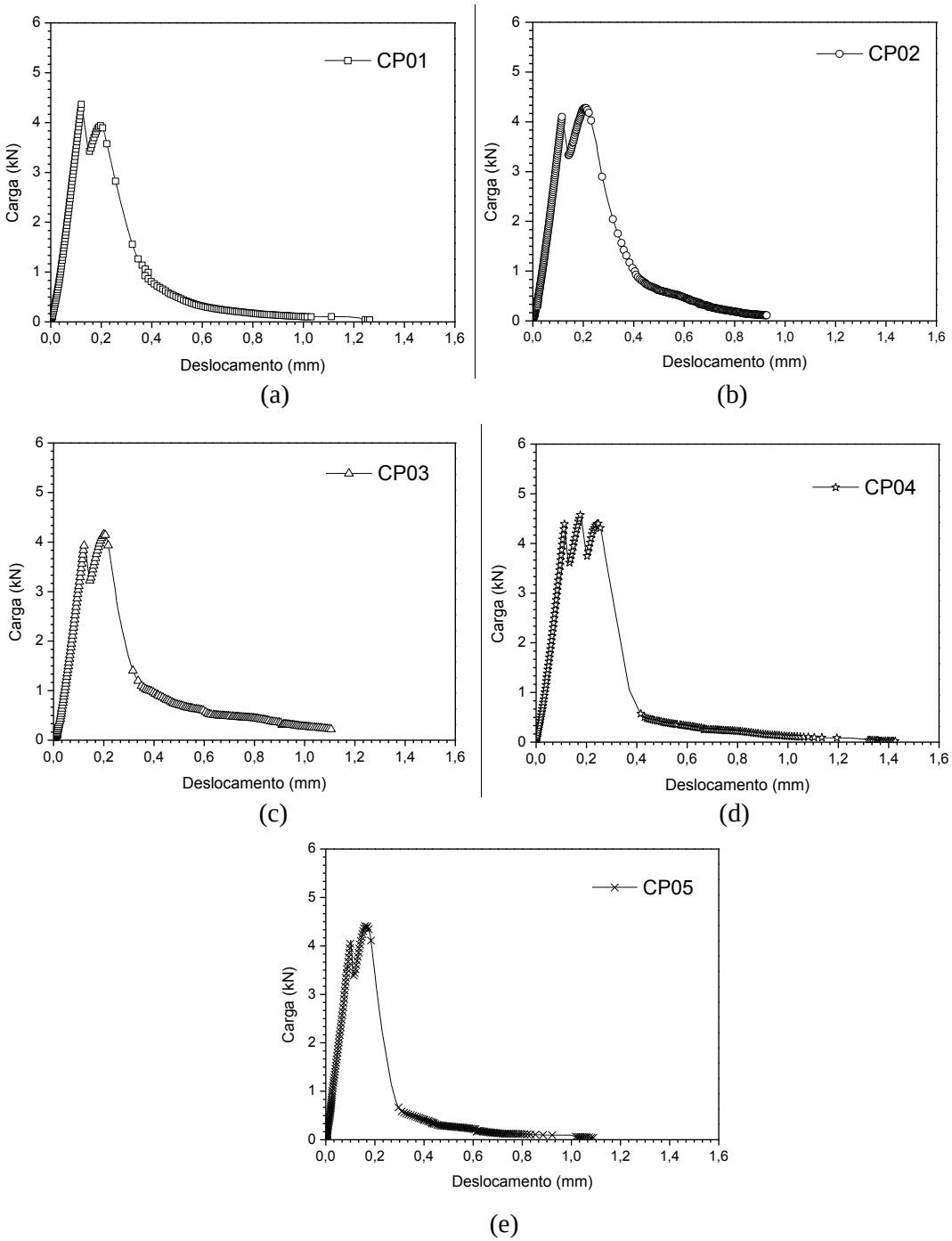


Figura 97 - Curvas carga *versus* deslocamento da PREF: (a) CP01; (b) CP02; (c) CP03; (d) CP04; (e) CP05.