

## **Estudo experimental da dissolução de rochas carbonáticas sintéticas sob condições edométricas**

### **Experimental study of the dissolution on synthetic carbonatic rocks under oedometer conditions**

DOI:10.34117/bjdv7n6-411

Recebimento dos originais: 07/05/2021

Aceitação para publicação: 18/06/2021

#### **Katia Botelho Torres Galindo**

Doutoranda do Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil - UFPE  
Campus Recife- PE. Av. Prof de Moraes Rego, 1235, Cidade universitária.  
E-mail: [katia.galindo@ufpe.br](mailto:katia.galindo@ufpe.br)

#### **Leonardo José do Nascimento Guimarães**

Doutor, Professor de Engenharia Civil - UFPE  
Campus Recife- PE. Av. Prof de Moraes Rego, 1235, Cidade universitária.  
E-mail: [leonardo@ufpe.br](mailto:leonardo@ufpe.br)

#### **Cecilia Maria Mota Silva Lins**

Doutora, Professora de Engenharia Ambiental UFRPE  
Campus Recife- PE. Rua Dom Manuel de Medeiros, s/n - Dois Irmãos.  
E-mail: [cecilia.lins@ufrpe.br](mailto:cecilia.lins@ufrpe.br)

#### **Analice França Lima Amorim**

Doutora, Professora de Engenharia Civil - UFPE  
Campus Recife- PE. Av. Prof de Moraes Rego, 1235, Cidade universitária.  
E-mail: [Analice.amorim@ufpe.br](mailto:Analice.amorim@ufpe.br)

#### **RESUMO**

O principal objetivo desta pesquisa foi o desenvolvimento de estudos experimentais para avaliar o comportamento de rochas sintéticas durante a dissolução com um fluido reativo, utilizando uma célula edométrica modificada. Para isto, ensaios de caracterização física (porosidade, densidade e índice de vazios) e resistência foram realizados antes e após a dissolução com o fluido reativo. Devido as condições edométricas, quando se inicia o processo de dissolução devido a percolação do fluido ácido na amostra, os valores da tensão horizontal aumentam à medida em que as deformações plásticas ocorrem. Este comportamento reflete também nas deformações volumétricas das amostras, onde a deformação alcançada foi de 6,6% e 11,51%, nas características físicas com o aumento da porosidade em 8% e 53% e nas propriedades mecânicas com a diminuição da resistência mecânica em 9,5% e 33% para as amostras com cimento e sem cimento respectivamente. Esse comportamento é devido a degradação que ocorre pela interação com o fluido reativo que afetam suas características iniciais. Esses resultados refletem processos que acontecem quando rochas entram em contato com fluidos reativos, seja pela acidificação do reservatório por armazenamento geológico de CO<sub>2</sub>, recuperação avançada de petróleo ou gás, podendo causar danos irreversíveis nas rochas.

**Palavras-chaves:** Rocha carbonática sintética, Célula edométrica, Fluido reativo.

## ABSTRACT

The main objective of this research was the development of experimental studies to evaluate the behavior of synthetic rocks during the dissolution with a reactive fluid using an modified edometric cell. For this, physical characterization tests (porosity, density and void ratio), and strength were performed before and after dissolution with the reactive fluid. Due to the edometric conditions (zero lateral strain) when dissolution begins to occur with the acidic fluid in the sample, the values of the horizontal stress evolve as the dissolution of the minerals of the samples occurs. This behavior also reflects the volumetric strain of the samples, where the obtained deformation was of 6.6% and 11.51%, in the physical characteristics with the increase of the porosity in 8% and 53% and for the mechanical properties with the decrease of rock strength in 9.5% and 33% for the samples with cement and without cement respectively. This behavior is due to degradation occurring through interaction with the reactive fluid that affect its initial characteristics. These results reflect processes that occur when rocks come into contact with reactive fluids, either by acidification of the reservoir by geological storage of CO<sub>2</sub>, advanced recovery of oil or gas, and may cause irreversible damage to the rocks.

**Keywords:** Synthetic carbonatic rock; Oedometric cell; Reactive Fluid

## 1 INTRODUÇÃO

Projetos para extração e injeção de fluidos a altas profundidades aumentam sensivelmente os riscos geomecânicos, devido à dissolução do mineral, alterações de pressão, temperatura e a saturação que afetam o estado de tensão da rocha reservatório.

Estes processos acima citados podem gerar o efeito *water-weakening*, fenômeno que está associado ao enfraquecimento da rocha devido à interação físico-química entre a rocha e o fluido, podendo resultar em deformações, afetando o comportamento mecânico da rocha, diminuindo sua resistência quando submetidas às variadas condições de carregamento, podendo assim levar ao enfraquecimento pela perda de rigidez ou resistência mecânica, ocasionando por exemplo, a compactação e subsidência do reservatório (AUSTAD et al 2007; KORSNES et al 2008; SILVA 2012; LINS et al., 2015; GALINDO et al., 2019).

Dessa maneira, na Engenharia de Reservatório o entendimento dos processos geomecânicos e geoquímicos de forma acoplada, provocados pela interação da rocha com um fluido reativo, possui extrema importância. Nesse contexto, [análises de tensão e deformação obtidos no ensaio](#) através do ensaio [edométrico](#) são importantes para entender o comportamento de resposta de uma amostra [quando seu estado de tensões é modificado](#)

[e quando em contato com fluidos reativos gerando consequências na maioria das vezes irreversíveis.](#)

Nesse sentido, diversos autores têm investigado esse tema, incluindo (CASTELLANZA & NOVA, 2004; SHIN & SANTAMARINA, 2009; MERODO et al., 2007; MELO et al., 2012; CIANTIA et al., 2013; VIEIRA et al., 2017; FEDRIZZI, 2018; GALINDO et al., 2019; MENDONÇA et al., 2021), que apresentam contribuições sobre o comportamento complexo de solos cimentados e rochas.

Dentre as contribuições realizadas por esses autores está a realização de ensaios edométricos com amostras de rochas carbonáticas cimentadas artificialmente, o que permitiu a avaliação dos efeitos ocorridos durante a sua dissolução química.

Estes autores desenvolveram células edométricas modificadas para avaliar as mudanças da tensão horizontal causada pela dissolução mineral. Realizando ensaios com estas células modificadas foi possível determinar a trajetória de tensões durante a exposição da rocha a um fluido reativo sob tensão vertical constante.

Com o intuito de realizar a investigação do comportamento geomecânico da rocha ao sofrer a aplicação de uma sobrecarga, Castellanza e Nova (2004) construíram uma célula edométrica modificada com medição da tensão horizontal para avaliar os efeitos mecânicos provocados pela dissolução química em dois tipos de rocha calcárias brandas, um calcarenito e uma rocha artificial composta por areia sílica cimentada com cal.

Essa célula foi construída em bronze com diâmetro de 55,7mm e 22mm de altura, com válvulas de entrada e saída de fluxo no topo e na base. Nesse ensaio os deslocamentos horizontais foram medidos através de LVDT e strain gauges e as amostras utilizadas foram de rochas calcárias brandas e de uma rocha artificial composta de areia sílica cimentada com cal.

Já no trabalho de Merodo et al., (2001) também foi construído um equipamento edométrico modificado, mas com um anel de confinamento construído em bronze fino com diâmetro de 62,5mm e 25mm de altura. Esse anel foi especialmente projetado para permitir pequenos deslocamentos horizontais, os quais foram medidos com extensômetros de alta resolução. Nesse ensaio foi utilizada uma amostra de areia de sílica artificialmente cimentada com cal, e carregada até uma tensão de 458 kPa, em seguida foi imposta uma condição de fluxo ascendente de uma solução de ácido acético.

Em seguida, baseado nas recomendações de Castellanza e Nova (2004), Lins et al. (2015) desenvolveu uma célula edométrica modificada constituída por uma liga de

bronze-alumínio, com seção transversal cilíndrica composta por um anel de 70mm de diâmetro, 65mm de altura, 0,8mm de espessura e válvulas de entrada e saída para percolação do fluido localizadas na base e no topo da célula. As amostras utilizadas nos ensaios consistiram de uma mistura de esferas de vidro, com 2mm de diâmetro, e de cloreto de sódio (NaCl).

Dessa maneira, baseado nesses estudos de Castellanza & Nova (2004), Merodo et al (2007) e Lins et al. (2015), esse artigo apresenta um ensaio de dissolução com uma célula edométrica modificada, tendo como principal motivação o desenvolvimento de estudos experimentais com rochas carbonáticas sintéticas, com a finalidade de compreender os fenômenos hidromecânicos e químicos que podem ocorrer e alterar as características iniciais da rocha. Amostras de rochas sintéticas são utilizadas nesta pesquisa com o intuito de representar e compreender os impactos nas propriedades mecânicas, hidráulicas e químicas das rochas devido ao processo de dissolução. Além disso, atualmente, vários autores (CASTELLANZA & NOVA, 2004; SHIN & SANTAMARINA, 2009; MERODO et al., 2007; MELO et al., 2012; CIANTIA et al., 2013; VIEIRA et al., 2017; FEDRIZZI, 2018; GALINDO et al., 2019; MENDONÇA et al., 2021) estão colaborando com o frequente o estudo do comportamento de rochas reservatórios submetidos ao ataque químico a partir de amostras sintéticas, devido ao melhor controle de suas propriedades e características.

## **2 MATERIAIS E MÉTODOS**

### **2.1 ENSAIO COM EDÔMETRO MODIFICADO**

Os ensaios de dissolução com a rocha carbonática sintética foram realizados a partir de ensaios edométricos com medida de tensão horizontal e percolação de um fluido ácido (ácido acético com concentração de 10%), de acordo com a metodologia experimental empregada por Lins et al. (2015) e por Castellanza e Nova (2004), com o intuito de avaliar o comportamento do estado de tensões e deformações de uma rocha carbonática sintética. Os detalhes da metodologia do procedimento experimental estão descritos em Galindo et. (2019).

A célula edométrica utilizada foi desenvolvida na Universidade Federal de Pernambuco com base na célula utilizada por Lins et al. (2015). Assim, esta célula é constituída por uma liga de bronze-alumínio, em que o anel de confinamento tem uma

secção transversal cilíndrica de 7,0cm de diâmetro, 4,0cm de altura, 0,8mm de espessura, sendo projetada especialmente para medir pequenas deformações radiais e tensões horizontais, como ilustra a Figura 1.

Figura 1. Célula edométrica modificada



Para este procedimento foram produzidos dois tipos de rochas carbonáticas cimentadas artificialmente, uma sem cimento recomendada por Melo et al., (2015) e a outra com cimento proposta por Vieira et al., (2017), para realização das análises experimentais.

## 2.2 ENSAIO DA CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E MECÂNICA DAS AMOSTRAS

Foram realizados procedimentos para a caracterização física das amostras, como a determinação da densidade, porosidade e índice de vazios a partir do procedimento do picnômetro de acordo com a NBR 6508.

E para as análises mecânicas foram realizados ensaios de resistência a compressão uniaxial, que teve como objetivo de determinar e comparar a resistência e deformabilidade de amostras de rochas. Os ensaios foram executados antes e após a percolação do fluido reativo.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**1 é possível analisar a comparação dos parâmetros obtidos para os resultados da porosidade ( $\emptyset$ ), índice de vazios ( $e$ ) e densidade das partículas ( $\rho_g$ ) das amostras sintéticas com e sem cimento.

Tabela 1. Avaliação da porosidade das amostras

Amostra	$\rho_g$	e	$\emptyset$ (%)
S/Cimento (antes dissolução)	1,6	0,57	35
C/Cimento (antes dissolução)	1,6	0,6	37
S/Cimento (depois dissolução)	1,5	1,2	54
S/Cimento (depois dissolução)	1,5	0,8	44

As rochas sintéticas produzidas no laboratório têm características de rochas “muito brandas” por apresentar porosidade entre 10 a 40 %. Após a dissolução nota-se um aumento na porosidade de aproximadamente 54 % na rocha sem cimento e 19 % na rocha com cimento quando comparado com os valores iniciais. Esses valores são refletidos nos valores de resistência.

Na análise dos ensaios de dissolução realizados com os dois tipos de amostras, é possível observar que durante a fase de carregamento, a tensão horizontal efetiva aumenta decorrente da carga de compressão aplicada em ambas as rochas (Fig. 2a e 3a). Já na fase de dissolução com o ácido, a tensão horizontal aumenta mais expressivamente na rocha sem cimento, ocasionando uma maior deformação plástica horizontal de compressão na rocha sem cimento.

De acordo com Lins et al., (2015), esse aumento da tensão também está ligado diretamente com o desenvolvimento da deformação plástica horizontal de expansão quando a amostra é submetida a condições edométricas.

Este comportamento reflete também nas deformações volumétricas das amostras, onde na Figura 2 b e 3 b observa-se que a deformação alcançada na rocha com cimento é de 6,6 %, já a rocha sem cimento chegou a deformar cerca de 11,5 %. Esse comportamento é decorrente da perda de massa e dissolução das ligações entre os grãos da amostra.

Figura 2. Dissolução com carregamento vertical de 400 kPa da Rocha sem cimento: a) tensão horizontal efetiva e 2; b) deformação volumétrica.

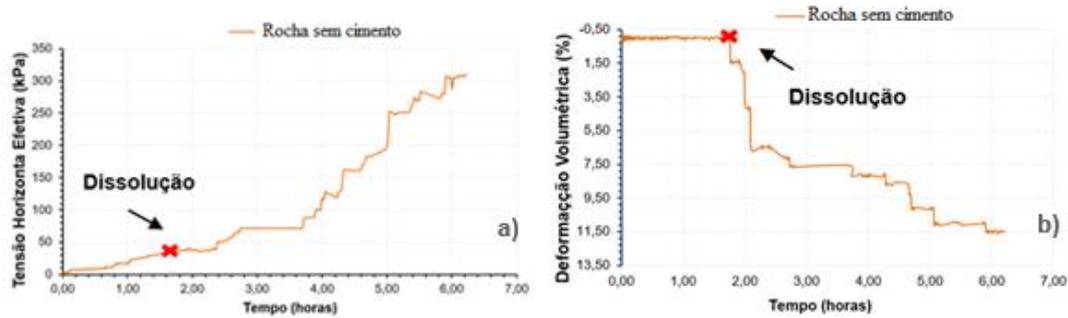
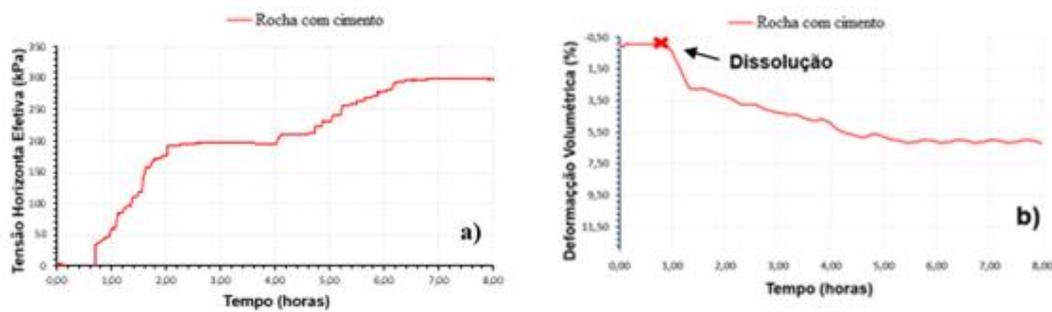


Figura 3. Dissolução com carregamento vertical de 400 kPa da Rocha com cimento: a) tensão horizontal efetiva e 2; b) deformação volumétrica

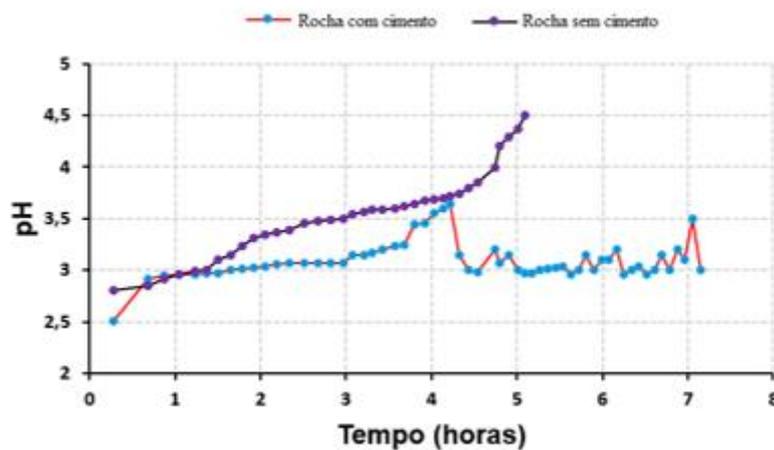


No mesmo tempo em que a deformação aumenta, a tensão horizontal efetiva também aumenta, mas em ritmos diferentes. Ao final do ensaio, as deformações volumétricas diminuem progressivamente conforme a velocidade de reação. Este comportamento representa fenômenos como o de compactação induzida pela degradação da amostra devido ao intemperismo pelo ataque químico, pela dissolução dos minerais de calcita. Esse comportamento também foi apresentado nos estudos de Castellaza e Nova (2004) e Merodo et al (2007).

Ainda nesta etapa, é verificada a dissolução do mineral de calcita na solução, evidenciado pelo aumento nos valores do pH, a medida que os minerais de calcita são dissolvidos na solução, sendo influenciado da mesma forma pelo aumento das tensões horizontais, como observado na Fig 4 Uma vez que o fluxo do ácido é mantido constante, como a dissolução prossegue com o tempo, os íons de  $H^+$  são consumidos por reação, aumentando assim o valor da solução. Os minerais de calcita quando em contato com uma solução ácida, dissociam imediatamente e tamponam a solução tornando-a menos ácida.

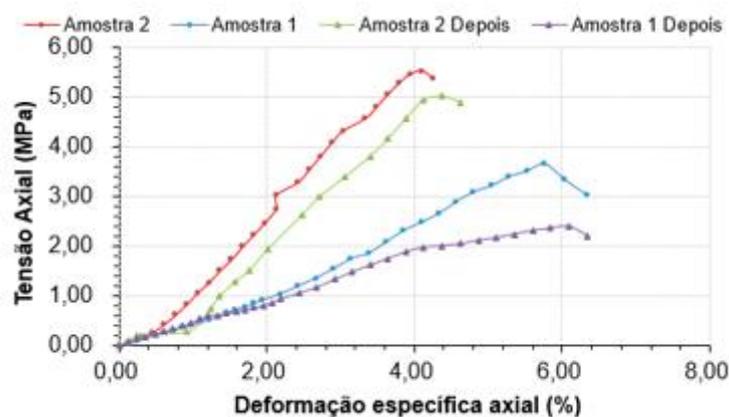
Esse processo de dissolução das rochas vem sendo estudada para explicar os processos de intemperismo químico (natural ou artificial) como resultado de processos geológicos ou de engenharia, tais como a estimulação de reservatórios de petróleo, degradação do mineral, sequestro geológico de dióxido de carbono, diagênese e dissolução/formação de hidratos, lteração e dos patrimônios (GALINDO et al.,2019; SOUZA e RIBEIRO (2021).

Fig. 4. Valores do pH durante a dissolução com fluido reativo das rochas.



No ensaio de compressão uniaxial foi obtido o gráfico da curva de tensão *versus* deformação (Figura 5) representando a comparação da resistência das duas amostras sintéticas antes e após a dissolução dos minerais, onde a amostra 1 corresponde a rocha sem cimento e a amostra 2 se refere a amostra com cimento.

Fig. 5. Resultados do ensaio de compressão uniaxial.



A resistência máxima de compressão obtida antes da dissolução pela rocha com cimento é maior do que a obtida para a rocha sem cimento. Verifica-se que as duas amostras têm comportamento físicos e mecânicos característico de uma rocha muito branda, pois deformam bastante antes de romper, ainda que no gráfico se observa que a rocha sem cimento alcança sua resistência máxima com maiores deformações, já a rocha com cimento alcança sua resistência máxima com menores deformações.

Após a dissolução é possível observar que a rocha sem cimento (amostra 1) perde mais resistência do que a rocha com cimento (amostra 2) quando comparado a variação percentual das suas resistências antes e depois da dissolução, cerca de 51% e 10% respectivamente.

Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** é possível observar as tensões e deformações máximas bem como módulo de Young ou módulo de elasticidade das duas amostras. Foi calculado o módulo de elasticidade médio ( $E_{min}$ ) caracterizando pelo valor máximo de tensão antes da ruptura da amostra.

Tabela 2. Determinação da tensão, deformação e módulo de Young das amostras.

Amostra	UCS (Mpa)	Deformação Axial (%)	Módulo Young ( $E_{min}$ )
S/Cimento (antes dissolução)	3,65	5,79	0,63
C/Cimento (antes dissolução)	5,39	4,25	1,27
S/Cimento (depois dissolução)	2,41	6,34	0,38
S/Cimento (depois dissolução)	4,90	4,62	1,06

#### 4 CONCLUSÕES

A partir dos ensaios com a célula edométrica modificada foi possível concluir que quando começa a ocorrer a dissolução devido a percolação do fluido ácido na amostra, os valores da tensão horizontal aumentam à medida em que as deformações plásticas ocorrem, ou seja, é a reação da amostra que tende a se dilatar devido a tensão vertical aplicada e a degradação das ligações entre os grãos.

A partir dos ensaios com a célula edométrica modificada foi possível concluir que quando começa a ocorrer a dissolução devido a percolação do fluido ácido na amostra, os valores da tensão horizontal aumentam à medida em que as deformações plásticas

ocorrem, ou seja, é a reação da amostra que tende a se dilatar devido a tensão vertical aplicada e a degradação das ligações entre os grãos. Este comportamento reflete também nas deformações volumétricas das amostras, onde observa-se que a deformação alcançada na rocha com cimento é de 6,6%, já a rocha sem cimento chegou a deformar cerca de 11,5%. Verificou-se também alterações nas características físicas com o aumento da porosidade em 19% e 53% e nas propriedades mecânicas com a diminuição da resistência mecânica em 10% e 51% para as amostras com cimento e sem cimento respectivamente. O enfraquecimento das amostras é evidente nas análises, devido a degradação que ocorre pela interação com o fluido reativo que afetam suas características iniciais.

A importância do estudo experimental em amostras de rochas sintéticas é de melhor representar e compreender os impactos nas propriedades mecânicas, hidráulicas, térmicas e químicas das rochas quando em contato com um fluido reativo.

## REFERÊNCIAS

1. AUSTAD, T. et al (2008). Seawater in Chalk: An EOR and Compaction Fluid. Society of Petroleum Engineers. doi:10.2118/118431-PA.
2. CASTELLANZA, R., and NOVA, R. (2004). "Oedometric tests on artificially weathered carbonatic soft rocks." J. Geotech. Geoenviron. Eng., 130(7).
3. CIANTIA MO, HUECKEL T. (2013) Weathering of stressed submerged stressed calcarenites: chemo-mechanical coupling mechanisms. Geotechnique 63(9):768–785.
4. FEDRIZZI, R. M. et al., (2018). Artificial carbonate rocks: Synthesis and petrophysical characterization. UENF, BRAZIL.
5. GALINDO, K. B. T.; LINS, C. M. M. S.; LIMA, A.; Guimaraes, L.J.N.; SILVA, K. C. L. Hydro-mechanic behavior of synthetic carbonate rocks subjected to injection of a reactive fluid. In: 53rd US Rock Mechanics / Geomechanics Symposium held, New York, New York. 53rd US Rock Mechanics / Geomechanics Symposium held in New York, New York USA, 2019.
6. KORSNES, R.I., STRAND, S., HOFF, O., PEDERSEN, T., MADLAND, M.V., AUSTAD, T. Does the chemical interaction between seawater and chalk affect the mechanical properties of chalk? Eurock 2006, Multiphysics Coupling and Long Term Behaviour in Rock Mechanics- Cottheim, A.V., Charlier, R., Thimus, J.F. and Tshibangu, J.P. (eds), Taylor & Francis, London, (2006), pp. 427-434. ISBN 0 415 41001 0
7. KORSNES, R.I.; MADLAND, M.V., VORLAND, K.A.N, HILDEBRAND-HABEL, T., KRISTIANSSEN, T.G.;HIORTH, A. Enhanced Chemical Weakening of Chalk due to Injection of CO2 Enriched Water. 29° International Symposium of the Society of Core Analysts, Abu Dhabi. pp. 1-12, 2008.
8. LINS, C.M.M.S, GUIMARÃES, L., LIMA A., GOMES, I. (2015) Numerical and Experimental Analysis of Horizontal Stress Changes and Soil Collapse During Chemical Dissolution in a Modified Oedometer Cell. International Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, Soils and Rocks. V.39, n. 1, p 4-12, January 2015.
9. MELO, L. M. P.; Leonardo José do N. Guimarães ; LINS, C. M. M. ; LIMA, A. Experimental numerical analysis of synthetic carbonate rock subjected to the injection of a reactive fluid. In: VIII Brazilian Symposium on Unsaturated Soils, 2015, Fortaleza. NSAT 2015 VIII Brazilian Symposium on Unsaturated Soils, 2015.

10. MENDONÇA, A. M. G. D.; SOUZA, L. M. C.; LIRA, Y. C.; NETO, V. F. S.; LUZ, T. E. B.; NUNES, C. G. L.; PEREIRA, P. H. S.; DINIZ, M. I. L. Concreto produzido com agregado reciclado: determinação das propriedades físicas. *Brazilian Journal of Development*, Curitiba, v.7, n. 5, p.44142-44153 may.2021.
11. MERODO, F. J., et al., (2007). Coupling transport of chemical species and damage of bonded geomaterials. *Comp. & Geotechnics* 34(4). 200-215.
12. NBR- ANBT- 12025/12. Ensaio de compressão simples de corpos de prova cilíndricos- Método de ensaio.
13. SHIN, H., & SANTAMARINA, J. C. (2009). Mineral dissolution and the evolution of  $k_0$ . *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 135(8), 1141-1147.
14. SILVA, N.V.S. (2012). Capillary and Chemical Compaction Modeling in Oil Reservoirs. Doctoral thesis. Department of Civil Engineering, Federal University of Pernambuco, Pernambuco, Brazil, 122 p.
15. SOUZA, C, M,; RIBEIRO, R. C. C. Influência do processo de urbanização e das condições meteorológicas na deterioração das rochas das fachadas do monumento histórico do Paço Imperial. *Brazilian Journal of Development*, Curitiba, v.7, n.5, p.52618-52629 may 2021.
16. VALLEJOS, J. A., SUZUKI, K., BRZOVIC, A., IVARS, D. M. Application of Synthetic Rock Mass modeling to veined core-size samples, *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, Volume 81, 2016, Pages 47-61.
17. VIEIRA, K. N. ; JESUS, L. L. ; LIMA, A. ; Guimaraes, L.J.N. (2017). Acid Dissolution Analysis of Artificial Carbonate Rock Cemented With Cp V - Ari. In: 9th Brazilian Congress of Research and Development in Oil and Gas, 2017, Maceió, 2017.