



CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DE PASTA CIMENTÍCIA HÍBRIDA  
COMPOSTA POR MICROFIBRAS DE VOLASTONITA E FIBRAS DE AÇO FLEXÍVEIS  
PARA UTILIZAÇÃO EM POÇOS PETROLÍFEROS

Davidson Gomes Parente

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

Orientador(es): Romildo Dias Toledo Filho  
Fabrício de Campos Vitorino

Rio de Janeiro

Agosto de 2014

CARACTERIZAÇÃO EXPERIMENTAL DE PASTA CIMENTÍCIA HÍBRIDA  
COMPOSTA POR MICROFIBRAS DE VOLASTONITA E FIBRAS DE AÇO FLEXÍVEIS  
PARA UTILIZAÇÃO EM POÇOS PETROLÍFEROS

Davidson Gomes Parente

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

Examinado por:

---

Prof. Romildo Dias Toledo Filho, D.Sc.

---

Fabrcio de Campos Vitorino, M.Sc.

---

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

---

Prof. Eduardo de Moraes Rego Fairbairn, Dr.Ing.

---

Prof. Elaine Garrido Vazquez, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

AGOSTO de 2014

Parente, Davidson Gomes

Caracterização Experimental de Pasta Cimentícia Híbrida composta por Microfibras de Volastonita e Fibras de aço Flexíveis para Utilização em Poços Petrolíferos/ Davidson Gomes Parente. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2014.

XVI, 85 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Romildo Dias Toledo Filho

Projeto de Graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Curso de Engenharia Civil, 2014.

Referências Bibliográficas: p. 73-77.

1. Pastas de Cimentação. 2. Cimentação de poços. 3. Poços petrolíferos. 4. Pastas híbridas. 5. Pastas com volastonita. 6. Pastas com fibras de aço. 7. FibraFlex. 8. Comportamento reológico. 9. Comportamento Mecânico. I. Toledo Filho, Romildo Dias. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Civil. III. Título.

# Agradecimentos

*Este documento eu dedico como presente aos meus pais, Francisco Parente e Francisca Parente. É a forma de agradecimento por todo o amor, paciência e dedicação que tiveram comigo. Não chegaria nem perto de onde estou se não fosse por eles. Muito obrigado!*

*Para Talita Mesquita, meu amor, companheira e amiga, eu agradeço por sempre estar ao meu lado. Todas as frustrações, tristezas e alegrias, não só deste projeto, mas de toda minha vida de graduando, você estava lá para partilhar comigo. Este trabalho é só mais um dos sucessos que iremos dividir daqui pra frente. Eu te amo!*

*Agradeço à minha irmã, Débora Parente, e ao meu irmão, Emerson Parente, que mesmo não muito presentes, sei que me apoiaram e torceram por mim em todos os momentos.*

*Ao meu orientador, Romildo Toledo Filho: muitíssimo obrigado! Você esteve presente quando precisei e confiou em mim quando fui pedir este projeto, apesar do prazo apertado e do pouco tempo que tinha disponível.*

*Não poderia agradecer menos ao meu “tutor”, Fabrício Vitorino. Dedicou-se de forma espetacular, sempre me auxiliando desde as dúvidas mais banais até os momentos mais estressantes do fim do projeto. Você vai longe, cara! E seu projeto vai ficar bonito demais!*

*Agradeço a todos os técnicos que me auxiliaram no laboratório, mas em especial, ao técnico Clodoaldo. Do primeiro ao último dia trabalhando contigo, você me ensinou algo novo, não só em como fazer os ensaios, mas como enxergar as pessoas de outra forma. Não me esquecerei de você, amigo. Obrigado!*

*Aos amigos, amigas e colegas do curso de Engenharia Civil, deixo meu agradecimento pela batalha que travamos ombro a ombro. Vencemos os professores, os estágios, as matérias, a falta de tempo, as noites sem dormir. Enfim, saímos vitoriosos, como Engenheiros Cívicos.*

*Gabriel Nascimento, mais um passo para o financiamento dos seus filmes foi dado.*

*Um obrigado coletivo a todos os alunos, pesquisadores e funcionários do LabEST que, direta ou indiretamente, me ajudaram: Dimas, Thiago Grabois, Saulo, Andrielli, Yemcy, Camila Abelha, Otávio, Samantha, Karyne... Todos. Agradeço ao pessoal da SEEL pela compreensão e paciência durante o período que lá estive a trabalhar, a forma como tudo ocorreu foi essencial para a execução deste trabalho. Obrigado também aos meus familiares mais distantes, que sabiam da minha jornada e torceram por mim. Agradeço a todos que me auxiliaram e não foram citados acima: toda a ajuda, independente de sua origem, foi vital.*

*Por fim, deixo uma nota de saudades para o Guido, meu gato. Era minha válvula de escape e a alegria após um dia estressante. Saudades.*

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

Caracterização Experimental de Pasta Cimentícia Híbrida composta por Microfibras de Volastonita e Fibras de aço Flexíveis para Utilização em Poços Petrolíferos

Davidson Gomes Parente

Agosto/2014

Orientador: Romildo Dias Toledo Filho

Curso: Engenharia Civil

Esta pesquisa visa a caracterização física e mecânica de pastas de cimento reforçada por 5% de microfibras mineral de volastonita e diferentes teores (0,25-0,75%) de fibras de aço flexíveis para utilização em bainhas de cimento de poços petrolíferos. A bainha de cimentação de poços de petrolíferos confere suporte mecânico e vedação hidráulica, garantindo a integridade do tubo de revestimento e da parede do poço. Para isto, a pasta cimentícia deve ser formulada de forma a garantir comportamento adequado tanto no estado fresco como no estado endurecido. O estudo e a utilização de novos tipos de materiais, como os reforços fibrosos, possibilitaram um avanço significativo na área de cimentação de poços, tendo em vista a sua capacidade de aumentar sua resistência às solicitações mecânicas impostas e com isso estender sua vida útil.

No presente estudo foram estudadas cinco pastas, dosadas utilizando-se o modelo de empacotamento compressível (MEC) proposto por De Larrard *et al.*, 1999. Para a caracterização das pastas no estado fresco foram realizados ensaios de massa específica aparente, fluído livre e propriedades reológicas. No estado endurecido foram realizados ensaios de resistência à compressão uniaxial, resistência à tração direta, resistência à tração na flexão, resistência à tração por compressão diametral, índice de vazios, absorção de água, massa específica, estabilidade física e permeabilidade à gás nitrogênio. Os resultados obtidos indicam que, com a adição do reforço fibroso metálico, há ganhos consideráveis de resistência na flexão e tração e ganhos de tenacidade; em contrapartida, percebe-se uma tendência à queda da resistência à compressão e aumentos significativos da viscosidade plástica e do limite de escoamento.

*Palavras-chave:* cimentação, poços, pastas, fibras, volastonita, fibraflex.

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

Experimental Characterization of Hybrid Cement Paste composed of Wollastonite Micro-fibers and Flexible Metallic Fibers for use in Oil Wells

Davidson Gomes Parente

August/2014

Advisor: Romildo Dias Toledo Filho

Course: Civil Engineering

This research aims at the physical and mechanics characterization of cement pastes reinforced by 5% of wollastonite microfibers and by different volumetric fraction (0,25-0,75%) of steel flexible fibers for use in cement sheath of oil well. The cement sheath of oil wells confers mechanical and hydraulic seal support, ensuring the integrity of the casing and the well wall. For this, the cement paste should be formulated to ensure proper behavior both in fresh as in the hardened state. The study and the use of new types of materials such as fibrous reinforcements allowed a significant advance in the field of well cementing with a view to their ability to increase their resistance to mechanical stresses and thereby extend its life.

The present study evaluated five cement pastes developed within the framework of the Compressive Packing Model (CPM) proposed by De Larrard *et al.*, 1999. In the fresh state the pastes were evaluated by density, free water and rheology properties. In the hardened condition strength tests were performed at uniaxial compression, direct tension resistance, tensile strength in bending, tensile strength by diametrical compression, void ratio, water absorption, density, physical stability and permeability to nitrogen gas. The results indicate that with the addition of metallic fibrous reinforcement, there are major gains in flexural strength, traction and toughness; however, we can see a downward trend in compressive strength and significant increases in plastic viscosity and yield value.

*Keywords:* cementing, pastes, fibers, wollastonite, fibraflex.

## Sumário

1	Introdução .....	1
1.1	Relevância do Tema .....	1
1.2	Objetivos .....	1
1.3	Estrutura do Trabalho .....	2
2	Referencial Teórico .....	3
2.1	Princípios de Perfuração de Poços Petrolíferos .....	3
2.2	Tipos de Cimentação.....	5
2.2.1	Cimentação Primária .....	5
2.2.2	Cimentação Secundária .....	5
2.3	Cimentação de Elevada Complexidade.....	6
2.3.1	Poços em grandes profundidades (HPHT).....	6
2.3.2	Poços com Injeção Cíclica de Vapor.....	7
2.3.3	Poços em zonas de sal.....	7
2.4	Adição de Fibras em Matrizes Cimentícias .....	8
2.4.1	Pastas com microfibras de volastonita .....	8
2.4.2	Compósitos cimentícios com fibras de aço.....	9
3	Programa Experimental .....	11
3.1	Materiais .....	11
3.2	Métodos de Caracterização dos Materiais .....	11
3.2.1	Granulometria .....	11
3.2.2	Massa Específica .....	12
3.2.3	Microscopia eletrônica de varredura .....	12
3.2.4	Composição química .....	12
3.2.5	Difração por raios X .....	13
3.2.6	Análise térmicas .....	14
3.2.7	Conteúdo de fluído livre da pasta de cimento .....	14
3.2.8	Resistência à compressão da pasta de cimento endurecida .....	15
3.2.9	Propriedades reológicas da pasta de cimento .....	16
3.2.10	Tempo de espessamento da pasta de cimento.....	17
3.3	Dosagem, Processo de Mistura e Cura das Pastas .....	19
3.3.1	Dosagem da pasta de referência.....	19
3.3.2	Dosagem da pasta com volastonita .....	21
3.3.3	Dosagem das pastas híbridas de volastonita e fibras de aço.....	21
3.3.4	Processo de Mistura .....	23

3.3.5	Cura das Pastas.....	25
3.4	Propriedades das Pastas no Estado Fresco.....	26
3.4.1	Propriedades Reológicas e Tixotrópicas das Pastas.....	26
3.4.2	Fluído livre .....	31
3.4.3	Massa específica Aparente na Fase Líquida.....	32
3.5	Propriedades das Pastas no Estado Endurecido .....	33
3.5.1	Comportamento Mecânico sob Compressão Uniaxial.....	33
3.5.2	Comportamento Mecânico sob Tração na Flexão .....	34
3.5.3	Comportamento Mecânico sob Compressão Diametral .....	35
3.5.4	Comportamento Mecânico sob Tração Direta.....	37
3.5.5	Estabilidade .....	38
3.5.6	Absorção Total, Índice de Vazios e Massa Específica .....	39
3.5.7	Permeabilidade a Gás Nitrogênio .....	40
4	Apresentação e Discussão dos Resultados.....	42
4.1	Propriedades dos Materiais Utilizados.....	42
4.1.1	Cimento Portland classe G.....	42
4.1.2	Sílica Ativa .....	43
4.1.3	Microfibras de volastonita .....	45
4.1.4	Fibras de aço FibraFlex.....	46
4.1.5	Superplastificante e Antiespumante .....	47
4.1.6	Aditivo modificador de viscosidade VMA .....	47
4.2	Propriedades das Pastas no Estado Fresco .....	48
4.2.1	Comportamento Reológico e Tixotropia.....	48
4.2.2	Fluído livre e Massa específica Aparente na Fase Líquida.....	53
4.3	Propriedades das Pastas no Estado Endurecido .....	54
4.3.1	Comportamento Mecânico sob Compressão Uniaxial.....	54
4.3.2	Comportamento Mecânico sob Tração na Flexão .....	57
4.3.3	Comportamento Mecânico sob Compressão Diametral .....	60
4.3.4	Comportamento Mecânico sob Tração Direta.....	63
4.3.5	Estabilidade .....	66
4.3.6	Absorção Total, Índice de Vazios e Massa Específica .....	67
4.3.7	Permeabilidade à Gás Nitrogênio .....	69
5	Considerações Finais.....	70
5.1	Propriedades das Pastas no Estado Fresco .....	70
5.2	Propriedades das Pastas no Estado Endurecido .....	70
5.3	Limitações Críticas .....	71



5.4 Sugestões para Trabalhos Futuros .....	72
Referências Bibliográficas .....	73
ANEXOS .....	78
Curvas Tensão <i>versus</i> Deformação referente aos ensaios de compressão uniaxial	78
Curvas tensão de cisalhamento <i>versus</i> taxa de cisalhamento referente aos ensaios de reologia .....	83

## Índice de Figuras

Figura 1: janela operacional de poço petrolífero (a) e modelo esquemático de fases e revestimento de um poço (b). Apud BARGHIGIANI (2013). .....	4
Figura 2: representação gráfica de zona de falha da cimentação. Retirado de THOMAS (2004). .....	5
Figura 3: granulômetro a laser da Malvern Mastersizer. Retirado de VITORINO (2012). .....	11
Figura 4: picnomêtro a gás AccuPyc 1340. Retirado de VITORINO (2012). .....	12
Figura 5: aparelho de espectrometria de fluorescência de raios X. Retirado de VITORINO (2012). .....	13
Figura 6: difratômetro BRUKER modelo D8 FOCUS. Retirado de VITORINO (2012). .....	13
Figura 7: aparelho de análises térmicas SDT Q600. Retirado de VITORINO (2012)... ..	14
Figura 8: ensaio de fluído livre ambiente. A- pasta em repouso; B- água sobrenadante; e C- obtenção de massa e volume de água sobrenadante. Retirado de VITORINO (2012). .....	15
Figura 9: máquina de ensaios universais da SHIMADZU, modelo EMIC 100 kN. Retirado de VITORINO (2012). .....	16
Figura 10: viscosímetro Chandler Engineering, modelo 3506. Retirado de VITORINO (2012). .....	16
Figura 11: consistômetro pressurizado da Chandler Engineering modelo 7222. Retirado de VITORINO (2012). .....	18
Figura 12: aspecto da pasta de referência confeccionada com relação a/mc de 0,50. Retirado de BARGHIGIANI (2013). .....	20
Figura 13: curva Tempo de Escoamento versus Dosagem de Superplastificante. Retirado de BARGHIGIANI, 2013. .....	20
Figura 14: balança de precisão com incerteza de 0,01g (a); misturador Waring Blendor da Chandler Engineering, modelo 30-60, capacidade de 1 L (b); e misturador Waring Blendor da Chandler Engineering, modelo 30-70, capacidade de 4 L (c). .....	23
Figura 15: consistômetro atmosférico modelo 1200 da Chandler Engineering (a); misturador planetário (b); e balança de altíssima precisão, com incerteza de 0,0001g (c). .....	24
Figura 16: banho térmico para rampa de aquecimento de 23°C a 74°C. .....	25
Figura 17: evolução da resistência da pasta de referência. Retirado de CORREIA (2009). .....	26
Figura 18: reômetro Brookfield Engineering modelo DV-III ULTRA (HB) ligado à um computador com software Rheocalc (a) e viscosímetro da FANN, modelo 35A (b). .....	27

Figura 19: modelos de palhetas Vane, da esquerda para a direita: V-71, V-72, V-73 e V-74 (a); desenho esquemático de palheta Vane (b); e recipiente utilizado para os ensaios de reologia (c).....	28
Figura 20: proveta de 250 mL para determinação do teor de fluido livre. ....	32
Figura 21: balança de lama para ensaio de massa específica aparente. Adaptado de CORREIA (2009).....	33
Figura 22: setup do ensaio de resistência à compressão uniaxial. Retirado de VITORINO (2012).....	34
Figura 23: setup do ensaio de resistência à tração na flexão. Retirado de VITORINO (2012). ....	35
Figura 24: área sob curva típica de ensaio de tração na flexão de pastas de cimento frágeis. Retirado de VITORINO (2012). ....	35
Figura 25: setup do ensaio de resistência sob compressão diametral. ....	36
Figura 26: corpo de prova rompido (a) e gráfico tensão versus tempo de ensaio a compressão diametral (b). ....	36
Figura 27: setup do ensaio de resistência sob tração direta.....	37
Figura 28: determinação do módulo de elasticidade sob tração direta. Retirado de VITORINO (2012).....	38
Figura 29: ensaio de estabilidade: tubo decantador (a); corpo de prova fracionado (b) – imagem retirada de PROCELAB (CAMPOS, 2005); e pesagem do corpo de prova em balança de precisão com suporte (c). ....	39
Figura 30: estufa de 40°C (a), placa de aquecimento com corpos de prova saturados (b) e pesagem hidrostática dos corpos de prova (c).....	40
Figura 31: permeâmetro à gás nitrogênio (a), corpo de prova cortado e preparado para o ensaio (b) e borracha de silicone ultra-rígida para vedação (c).....	41
Figura 32: resultados de difração de raios X (a) e termogravimetria (b) do Cimento Portland classe G. Retirado de VITORINO (2012).....	42
Figura 33: análise granulométrica do cimento Portland classe G (VITORINO, 2012)..	43
Figura 34: resultados de difração de raios X (a) e termogravimetria (b) da sílica ativa (VITORINO, 2012).....	44
Figura 35: análise granulométrica da sílica ativa (BALTHAR, 2010). ....	44
Figura 36: resultados de difração de raios X (a) e termogravimetria (b) das microfibras de volastonita (VITORINO, 2012).....	45
Figura 37: microfibras de volastonita observadas por microscopia eletrônica de varredura (VITORINO, 2012). ....	46
Figura 38: foto das fibras de aço (FibraFlex) a olho nu (a) e em microscópio óptico (b) (SAINT-GOBAIN SEVA, [s.d.]).....	47
Figura 39: parâmetros obtidos através da aplicação do modelo reológico de Herschel-Bulkley. Limite de Escoamento (a), Índice de Consistência (b), Índice de Comportamento (c) e Viscosidade Plástica (d). ....	49

Figura 40: pontos médios ascendentes e curva de fluxo pelo método de Herschel-Bulkley das pastas PRSA (a), PE-W5 (b), PE-W5F25 (c), PE-W5F50 (d) e PE-W5F75 (e); e curvas de fluxo geradas pelo método de Herschel-Bulkley (linhas tracejadas) (f).....	50
Figura 41: grau de tixotropia das pastas PRSA, PE-W5, PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75.....	51
Figura 42: estudo do fluxo e orientação das fibras em solução translúcida (Carbopol), para limite de escoamento de 25 Pa (a) e 70 Pa (b). Retirado de BOULEKBACHE et al. (2010).....	52
Figura 43: explicação para orientação de fibras em fluxo radial (a) e fluxo linear canalizado (b). Retirado de BOULEKBACHE et al. (2010). ....	53
Figura 44: curvas típicas tensão versus deformação axial das pastas analisadas.....	54
Figura 45: curvas típicas tensão versus deformação lateral das pastas analisadas. ...	55
Figura 46: módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson sob compressão uniaxial das pastas analisadas.....	56
Figura 47: modos de fratura, mistura PRSA. Corpos de prova, da esquerda para a direita, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15 e 16. ....	56
Figura 48: modos de fratura, mistura PE-W5. Corpos de prova, da esquerda para a direita, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3. ....	57
Figura 49: modos de fratura, mistura PE-W5F25. Corpos de prova, da esquerda para a direita, 1.1, 1.2, 2.1, 2.2, 3.1 e 3.2. ....	57
Figura 50: modos de fratura, mistura PE-W5F50. Corpos de prova, da esquerda para a direita, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3. ....	57
Figura 51: modos de fratura, mistura PE-W5F75. Corpos de prova, da esquerda para a direita, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3. ....	57
Figura 52: curvas típicas de carga versus deflexão das misturas analisadas. ....	58
Figura 53: valores de tenacidade determinado pelo ensaio de tração na flexão para todas as pastas, em cada estágio do ensaio. ....	59
Figura 54: modos de fratura, mistura PE-W5. Corpos de prova, da esquerda para a direita e de cima para baixo, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3.....	60
Figura 55: modos de fratura, mistura PE-W5F50. Corpos de prova, da esquerda para a direita e de cima para baixo, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3.....	60
Figura 56: modos de fratura, mistura PE-W5F75. Corpos de prova, da esquerda para a direita e de cima para baixo, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3.....	60
Figura 57: influência dos teores de fibras de aço flexíveis na resistência à tração por compressão diametral.....	61
Figura 58: modo de fratura, mistura PE-W5. Colunas da esquerda para a direita: corpos de prova 1, 2 e 3; linhas de cima para baixo: topo, meio e base de cada corpo de prova. ....	61

Figura 59: modo de fratura, mistura PE-W5F25. Colunas da esquerda para a direita: corpos de prova 1, 2 e 3; linhas de cima para baixo: topo, meio e base de cada corpo de prova. ....	62
Figura 60: modo de fratura, mistura PE-W5F50. Colunas da esquerda para a direita: corpos de prova 1, 2 e 3; linhas de cima para baixo: topo, meio e base de cada corpo de prova. ....	62
Figura 61: modo de fratura, mistura PE-W5F75. Colunas da esquerda para a direita: corpos de prova 1, 2 e 3; linhas de cima para baixo: topo, meio e base de cada corpo de prova. ....	62
Figura 62: curvas típicas de tensão versus deformação da cada mistura analisada. ..	63
Figura 63: valores de tenacidade determinado pelo ensaio de tração direta para as pastas ensaiadas, em cada estágio do ensaio. ....	65
Figura 64: modo de fratura sob tração direta das misturas PE-W5 (a), PE-W5F25 (b), PE-W5F50 (c) e PE-W5F75 (d). ....	66
Figura 65: evolução da absorção (a), índice de vazios (b) e massa específica real (c) com o aumento do teor de fibras de aço na mistura híbrida e com adição de microfibras de volastonita. ....	68
Figura 66: permeabilidade intrínseca das pastas PRSA, PE-W5, PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75. ....	69
Figura 67: curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PR. ....	78
Figura 68: curvas tensão versus deformação lateral de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PR. ....	78
Figura 69: curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5. ....	79
Figura 70: curvas tensão versus deformação lateral de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5. ....	79
Figura 71: curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F25. ....	80
Figura 72: curvas tensão versus deformação lateral de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F25. ....	80
Figura 73: curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F50. ....	81
Figura 74: curvas tensão versus deformação lateral de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F50. ....	81
Figura 75: curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F75. ....	82
Figura 76: curvas tensão versus deformação lateral de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F75. ....	82

Figura 77: curvas de tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento para as amostras da mistura PRSA. ....	83
Figura 78: curvas de tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento para as amostras da mistura PE-W5.....	84
Figura 79: curvas de tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento para as amostras da mistura PE-W5F25.....	84
Figura 80: curvas de tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento para as amostras da mistura PE-W5F50.....	85
Figura 81: curvas de tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento para as amostras da mistura PE-W5F75.....	85

## Índice de Tabelas

Tabela 1: fatores de tensão cisalhante e constante da mola do viscosímetro Chandler Engineering, modelo 3506.....	17
Tabela 2: progressão de temperatura e pressão para ensaio de tempo de espessamento. Retirado de NBR 9831:2006. ....	18
Tabela 3: dosagem da pasta de referência em kg/m <sup>3</sup> [% de massa em relação ao cimento].....	21
Tabela 4: dosagem da pasta com volastonita em kg/m <sup>3</sup> [% de massa em relação ao cimento].....	21
Tabela 5: dosagem das pastas híbridas em kg/m <sup>3</sup> [% de massa em relação ao cimento]. ....	22
Tabela 6: tabela de dimensões de palhetas tipo Vane. ....	28
Tabela 7: tabela de velocidades, tempo e taxa de cisalhamento para etapa 1, 2 ou 3 do ensaio em reologia e tixotropia realizado em reômetro, com dimensões de palheta e recipiente definidas. ....	30
Tabela 8: resultados da análise de fluorescência de raio-X do Cimento Portland classe G. ....	42
Tabela 9: propriedades reológicas do cimento Portland classe G. ....	43
Tabela 10: determinação das propriedades de bombeamento do cimento Portland classe G. ....	43
Tabela 11: resultados de análise de fluorescência da sílica ativa. ....	44
Tabela 12: resultados de análise de fluorescência das microfibras de volastonita. ....	45
Tabela 13: características físicas das microfibras de volastonita. ....	46
Tabela 14: características físicas das fibras de aço (FibraFlex).....	47
Tabela 15: parâmetros obtidos através da aplicação do modelo reológico de Herschel-Bulkley, Viscosidade Plástica e R <sup>2</sup> do ajuste teórico feito pelo modelo de Herschel-Bulkley. ....	48
Tabela 16: resultados dos ensaios de fluido livre e massa específica aparente para cada pasta ensaiada. ....	54
Tabela 17: média e coeficiente de variação dos valores da resistência a compressão uniaxial, deformação uniaxial e lateral, módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson das pastas analisadas. ....	55
Tabela 18: valores médios e coeficientes de variação para cargas últimas; e tensões, deflexões e tenacidade últimas e de primeira fissura para ensaio de tração na flexão. ....	58
Tabela 19: valores médios e coeficientes de variação para cargas últimas; módulo de elasticidade à tração; e tensões, deslocamentos e tenacidade últimas e de primeira fissura para ensaio de tração direta.....	64

Tabela 20: resultados dos ensaios de estabilidade para as diversas amostras estudadas.....	66
Tabela 21: média e coeficiente de variação dos valores de absorção, índice de vazios, massa específica seca, massa específica saturada e massa específica real das pastas analisadas.....	67



# 1 Introdução

## 1.1 Relevância do Tema

Novos desafios na área de exploração de hidrocarbonetos apresentam condições cada vez mais adversas para a implantação e operação de poços petrolíferos. A descoberta da camada pré-sal no ano de 2007, na região que engloba o norte da Bacia de Campos ao sul da Bacia de Santos, é um exemplo de cenário onde há uma grande adversidade operacional, contudo é também de fundamental importância produtiva. O petróleo presente nesta área impulsionou um grande avanço tecnológico e econômico das regiões produtoras nos últimos anos, o que se converteu em benefícios para a população local (MARTINS *et al.*, 2013).

A cimentação de poços de petróleo é parte vital da exploração de hidrocarbonetos. O desenvolvimento e estudo de pastas de cimento com maiores capacidades de deformação, resistência mecânica elevada e baixa permeabilidade se tornou um pré-requisito para projetos de poços petrolíferos de alta complexidade como os da camada pré-sal. A exploração destas zonas apresentam problemas como elevados gradientes de pressão e temperatura, ataques por fluidos corrosivos e deformações impostas devido à fluência da camada de sal (NELSON e GUILLOT, 2006).

Além de ser necessária a obtenção de pastas de cimento com capacidades mecânicas que suportem as solicitações impostas pela formação geológica destes locais, a operação de cimentação e exploração trazem outros fatores que devem ser levados em consideração. A técnica de injeção cíclica de vapor, por exemplo, gera gradientes de temperaturas que chegam à 300°C, obrigando a se ter uma bainha de cimento que não perca sua integridade. A cimentação primária é determinante para uma boa qualidade e produtividade do poço petrolífero; falhas neste processo podem obrigar a realização de cimentações secundárias, ou até mesmo o fechamento permanente do poço, acarretando em custos de produção (CAMPOS *et al.*, 2002).

Fica evidente para a indústria de óleo e gás a importância de estudos cada vez mais aprofundados para novas formulações de pastas de cimento, as quais devem apresentar excelentes capacidades mecânicas, baixa permeabilidade e manterem aceitáveis propriedades reológicas.

## 1.2 Objetivos

O objetivo deste trabalho é a caracterização física e mecânica de pastas de cimento fibrosas com alta tenacidade e resistência mecânica para utilização em cimentação de poços petrolíferos sujeitos a elevados gradientes de temperatura e deformações impostas. Para tal, foi proposto pastas híbridas contendo microfibras minerais de volastonita no teor de 5% e três teores de fibras de aço flexíveis (0,25, 0,50 e 0,75%). Uma pasta dosada com fator água-materiais cimentantes (a/mc) de 0,50, com 32,15% de sílica ativa e 1,30% de aditivo superplastificante foi utilizada como referência.

Os materiais utilizados na composição das pastas fibrosas foram submetidos a análises termogravimétricas, difração de raios X, granulometria, massa específica e composição química por espectrometria por fluorescência de raios X de energia dispersiva. As pastas foram ensaiadas no estado fresco (reologia, presença de fluido livre e massa específica aparente) e no estado endurecido (estabilidade dimensional, permeabilidade a gás, índice de vazios, absorção total, massa específica real, resistência à compressão uniaxial, resistência à tração na flexão, resistência à compressão diametral e resistência à tração direta).

### **1.3 Estrutura do Trabalho**

Este trabalho está organizado em sete capítulos, descritos a seguir.

O capítulo 1 é a introdução aqui retratada, em que são tratados de forma superficial a relevância do tema e os objetivos da pesquisa.

O capítulo 2 expõe o referencial teórico sobre a cimentação de poços petrolíferos, as operações de cimentação de elevada complexidade e apresenta discussões sobre pastas modificadas com volastonita e fibras de aço.

No capítulo 3 é apresentado o programa experimental, que engloba o processo de dosagem, mistura e cura das pastas, assim como os procedimentos, técnicas de ensaio e equações para caracterização física e mecânica dos materiais e pastas estudadas. Os ensaios de caracterização das misturas constituíram suas propriedades reológicas e suas características físicas e mecânicas.

No capítulo 4 são apresentadas as propriedades dos materiais adotados e os resultados obtidos através dos ensaios realizados para a pasta de referência, para as pastas contendo reforço com microfibras de volastonita e as pastas híbridas de volastonita com fibras de aço flexíveis.

O capítulo 5 traz a conclusão do trabalho realizado, apresentando os resultados mais relevantes.

O capítulo 6 traz as referências bibliográficas utilizadas para a realização deste trabalho.

No capítulo 7 estão os anexos.

## 2 Referencial Teórico

### 2.1 Princípios de Perfuração de Poços Petrolíferos

Em poços petrolíferos produtores, após a perfuração de uma de suas fases, é necessário que um revestimento seja instalado ao longo da zona perfurada. O espaço anular entre a formação rochosa e o tubo de revestimento é preenchido com pasta de cimento, visando o isolamento hidráulico e estabilidade estrutural do poço. Tais procedimentos também asseguram o prosseguimento da perfuração da próxima fase com maior segurança.

A cimentação de poços petrolíferos iniciou em 1903, quando o material cimentício foi usado para bloquear fluxo de água de uma zona próxima a de produção de óleo. Em 1910, A. A. Perkins adotou o uso de plugs de topo e de fundo no processo de cimentação, o que se tornou a base do atual método de cimentação de poços petrolíferos. Em 1927, a Lone Star Cement Co. desenvolveu o primeiro cimento específico para utilização em poços. Nos anos seguintes até a atualidade, diversos estudos foram realizados para se encontrar novos materiais, novas combinações e novas técnicas para aperfeiçoar o processo (PLÁCIDO, [s.d.]).

A perfuração do poço de petróleo se dá em diversas fases, determinadas basicamente pela trajetória do poço e pelas geopressões obtidas em cada ponto. A densidade do líquido de perfuração e a pressão aplicada nele durante a perfuração dependem diretamente das pressões de poro e das tensões existentes nas regiões ao longo do poço. O fluido de perfuração é de suma importância no processo de perfuração do poço, uma vez que ele dá suporte estrutural ao poço, evitando assim problemas como o desmoronamento das paredes do poço que podem levar ao aprisionamento da coluna de perfuração e até mesmo ao fechamento do poço. Para cada profundidade, segundo exposto por Soares e Siqueira (1999), as pressões de poros (mínima) e pressões de colapso (máxima) definem uma janela operacional (Figura 1a). Em relação a esta janela operacional, determina-se, de forma otimizada, a massa específica do fluido de perfuração (que não deve ser maior que as pressões de colapso ou menor que as pressões de poros) o diâmetro das brocas de perfuração e o tubo de revestimento (Figura 1b).

A variação do diâmetro do revestimento é classificada de acordo com a função que exercem, sendo, segundo Thomas *et al.* (2004), dividido em quatro categorias: revestimento condutor, revestimento de superfície, revestimento intermediário e revestimento de produção.

O revestimento condutor é o primeiro revestimento assentado, servindo como suporte estrutural aos demais revestimentos que serão descidos pelo poço futuramente, protegendo contra lixiviação de sedimentos e da contaminação das zonas rasas da formação pelo fluido de perfuração.

O revestimento de superfície possui principal função de proteger os aquíferos da contaminação de fluidos de perfuração, óleo, gás, etc. Também dá suporte estrutural aos revestimentos posteriores e protege o poço contra sedimentos inconsolidados. O

anular entre a formação e o revestimento é cimentado por toda a sua extensão, diferentemente do revestimento condutor.

O revestimento intermediário tem função de dar suporte estrutural ao poço e proteger a formação contra ruptura ou contaminação. Sua utilização é determinada pela variação das pressões de poros e de ruptura da formação (ou seja, pela utilização de fluidos de perfuração mais leves ou mais pesados), podendo ser utilizado mais de um revestimento intermediário para poços mais profundos.

Por fim, o revestimento de produção é determinante para a eficiência da produção de hidrocarbonetos, sendo o último a ser instalado e devendo apresentar grande resistência a esforços e deformações, isolar o reservatório e isolar zonas de água da zona produtora. Pela sua importância, este revestimento deve possuir o um processo de cimentação de alta qualidade, revestindo toda a coluna de produção (usualmente).

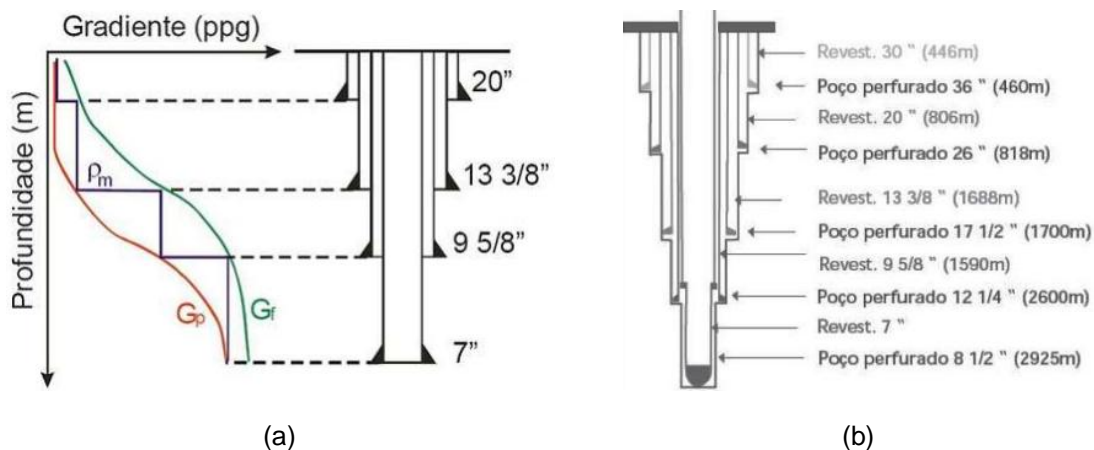


Figura 1: janela operacional de poço petrolífero (a) e modelo esquemático de fases e revestimento de um poço (b). Apud BARGHIGIANI (2013).

Tendo em vista a complexidade da operação de cimentação, diversos fatores devem ser analisados para se determinar o tipo de pasta de cimento e os aditivos especiais a serem utilizados, sendo as principais: a profundidade, a pressão e temperatura do reservatório, a técnica de extração, as condições da formação, o tamanho da coluna de revestimento, as condições do poço (presença de sal, gás e etc.), o fluido de perfuração a ser utilizado, dentre outros. Portanto, Bosma *et al.* (1999) dizem que a pasta de cimento a ser utilizada deve preencher todo o espaço anular entre a tubulação e a formação rochosa e ser projetada para que, apresente adequadas propriedades de densidade, trabalhabilidade, tempo de espessamento, perda de fluido, resistir a ataques químicos do ambiente e desenvolvimento de resistência mecânica em consonância com as necessidades do projeto.

## 2.2 Tipos de Cimentação

### 2.2.1 Cimentação Primária

O preenchimento principal do espaço entre o revestimento do poço e a formação por uma pasta de cimento caracteriza o processo de cimentação primária. Tal tarefa é realizada com o objetivo de suportar as cargas axiais nas tubulações, dar estabilidade e aderência entre a tubulação e formação, proteger a tubulação contra corrosão e isolar a formação impedindo a entrada de fluidos e perdas de circulação.

Algumas características de cada poço e da formação devem ser levadas em contas no planejamento da pasta a ser utilizada e no processo de cimentação, entre elas: temperatura de circulação de fundo do poço, temperatura estática do fundo do poço, gradiente geotérmico, vazão de operação, etc. A qualidade da cimentação é sempre verificada depois de decorrido o tempo de cura previamente estabelecido em projeto, buscando trechos com vazios e/ou fissuras na região cimentada (Figura 2). Evitar a ocorrência de falhas é essencial para evitar custos de manutenção e reparos, processos geralmente caros e complexos.

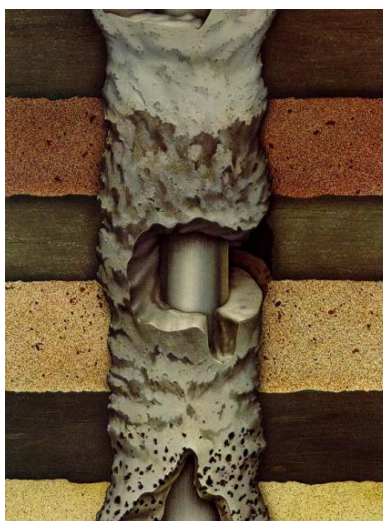


Figura 2: representação gráfica de zona de falha da cimentação. Retirado de THOMAS (2004).

### 2.2.2 Cimentação Secundária

A cimentação secundária abrange as operações realizadas no anular com objetivo de corrigir falhas na cimentação primária. São elas tampões de cimento, recimentação e *squeeze* (SMITH, 1990).

Processos de tamponamento de um trecho interno de um poço com o objetivo de abandoná-lo de forma temporária ou definitiva, resolver problemas de perdas de circulação ou criar base para desvios de perfuração, são realizados através de tampões de cimento. Nessa operação, um certo volume de pasta é injetado até o ponto de interesse do poço (LIMA, 2004).

Quando há problemas de vazios na cimentação primária, pode-se realizar a recimentação do poço. Tal processo só é possível quando há a re-circulação da pasta pelo espaço anular do poço com retorno na superfície. Para tal, o revestimento do poço é canhoneado e a pasta é bombeada através da coluna, pressurizando-a pelo anular (THOMAS, 2004).

O processo de *squeeze*, ou compressão de cimento, tem objetivo de reparar falhas localizadas no poço petrolífero, como vazamentos no revestimento e falhas locais da cimentação primária. Caso haja problema de vedação hidráulica no anular cimentado, a correção da cimentação primária é realizada por meio do canhoneio do revestimento seguido da compressão do cimento na região com falha (THOMAS, 2004).

## 2.3 Cimentação de Elevada Complexidade

Além dos fatores explicitados em 2.1, para certos casos específicos de localização, condições de operação e condições da formação, as condições de contorno para o processo de cimentação de poços petrolíferos tornam o projeto mais complexo. Poços em grandes profundidades, expostos a elevadas temperaturas e pressão; poços sujeitos à injeção cíclica de vapor; e poços em zonas de sal são três exemplos de situações de elevado grau de dificuldade, detalhados a seguir.

### 2.3.1 Poços em grandes profundidades (HPHT)

Smith (1990 *apud* VITORINO 2012) cita os problemas e o que deve ser verificado quando se necessita executar a cimentação de poços petrolíferos de grandes profundidades. Com o aumento da profundidade, as condições encontradas em poços rasos se apresentam muito mais críticas, exigindo maior controle e atenção no projeto da pasta a ser utilizada. Temperaturas e pressões altíssimas, fluidos corrosivos, diminuição no espaço anular entre o revestimento e a formação, diferença de temperatura maiores que 40°C entre o fundo e a cabeça do poço, fluidos de perfuração muito mais pesados, operação de cimentação demorada, dentre outros, são exemplos de situações críticas que poderão ser encontradas segundo Smith (1990 *apud* VITORINO, 2012).

De acordo com Goodwin *et al.* (1992 *apud* VITORINO, 2012) em poços sujeitos a altas temperaturas, o problema se agrava nas zonas de menores temperaturas, tendo em vista a geração de tensões axiais de tração na bainha devido ao gradiente térmico, que podem gerar microfissuras na região cimentada. A pressão elevada também pode gerar tensões na bainha de cimento, ocasionando também a sua microfissuração. Ainda há um agravante quando a coluna de revestimento sofre resfriamento, fazendo-a contrair e permitindo o aparecimento de microfissuras na bainha e o descolamento da bainha de cimentação do tubo de revestimento.

Outro grande desafio na cimentação de poços petrolíferos em grandes profundidades, segundo Wray *et al.* (2009 *apud* VITORINO, 2012), é desenvolver pastas cimentícias

mais dúcteis, com baixo módulo de elasticidade e alto coeficiente de Poisson. Poços petrolíferos em grandes profundidades estão sujeitos a altas temperaturas e pressões, apresentando uma situação em que a pasta consiga resistir as grandes deformações impostas.

### 2.3.2 Poços com Injeção Cíclica de Vapor

A técnica de injeção de vapor em altas temperaturas em poços petrolíferos para a recuperação de reservatórios, quando seus mecanismos naturais se tornam ineficientes para a produção de hidrocarbonetos, começou a ser utilizada pelos anos de 1930 em um reservatório arenítico no Texas, Estados Unidos (HERNÁNDEZ, 2006 *apud* CORREIA, 2009).

Porém, pesquisas realizadas por Dean e Torres (2002), Pederson et al. (2006) e Stiles (2006) verificaram que o ganho de produtividade na produção de óleo em reservatórios recuperados por injeção de vapor veio acompanhado de um incremento de água oriunda de aquíferos perto da zona de produção. Tal fato é resultado da perda de isolamento hidráulico por fissuração radial da bainha de cimento do poço, que tem como principal causa as tensões tangenciais de tração devido a expansão do tubo de revestimento.

Pesquisas foram realizadas por Correia (2009) para a determinação e caracterização de pastas de cimentação com adição de microfibras de volastonita, látex de polímero SBR, uma mistura híbrida com volastonita e látex de polímero SBR e um compósito SHCC (“*Strain Hardening Cementitious Composites*”) submetida às condições de injeção de vapor cíclico. Todas as pastas foram comparadas a uma pasta de referência, dosada com 40% em massa de sílica ativa. Os compósitos SHCC não apresentaram parâmetros reológicos adequados para a cimentação de poços de petróleo, porém sua capacidade mecânica em relação ao gradiente geotérmico e sua abertura média de fissuras, junto com a pasta híbrida, apresentaram os melhores resultados.

### 2.3.3 Poços em zonas de sal

Segundo Infante (1989), poços em zonas de sal são submetidos a grandes tensões, tendo em vista suas características elasto-plásticas. Há uma redução progressiva do diâmetro do poço ainda no processo de perfuração, ocasionando enfraquecimento da broca de perfuração e do *drill collar*. Para mitigar tal situação, são utilizados fluidos de perfuração com densidades usualmente maiores. Geralmente são formulações a base de óleo ou sal. Maia *et al.* (2005 *apud* VITORINO, 2012) cita que a previsão das deformações impostas pela formação salina permitem a escolha da densidade do fluido a ser utilizado.

Tendo em vista as elevadas tensões e deformações aplicadas no poço, a bainha de cimento deve ser projetada para ter uma grande capacidade de absorção de energia

(tenacidade), além de resistir aos ataques pela troca iônica do sódio no cimento (FORD, 1982 *apud* VITORINO, 2012). Pastas utilizando fibras e polímeros na sua composição são opções para este tipo de bainha (BALTHAR, 2010).

## 2.4 Adição de Fibras em Matrizes Cimentícias

Matrizes cimentícias naturalmente apresentam comportamento frágil sob solicitações mecânicas, possuindo baixa capacidade de deformação à tração e criticamente influenciada pela propagação de fissuras. Por quatro décadas diversos pesquisadores estudam a adição de reforços fibrosos sobre compósitos cimentícios a fim de vencer esta pequena capacidade de deformação. Ficou evidenciado que a adição de fibras influencia diretamente o comportamento mecânico da matriz, em muitos casos agregando controle de fissuração, costurando as fissuras e redistribuindo as tensões no compósito, o que reflete em melhorias de tenacidade e ductilidade da mistura. A interação das fibras com a matriz também influencia o comportamento mecânico da mistura, mudando-o conforme o tipo e o volume de fibras utilizado (CORREIA, 2009; BALTHAR, 2010).

### 2.4.1 Pastas com microfibras de volastonita

A utilização de microfibras de volastonita em compósitos cimentícios foi tema de diversas pesquisas nos últimos anos (VITORINO, 2012; BALTHAR, 2010; RANSINCHUNG *et al.*, 2010; CORREIA, 2009; MATHUR *et al.*, 2007; HEINOLD *et al.*, 2002; GU *et al.*, 1993; LOW *et al.*, 1992; entre outros).

Verificou-se através de estudos termogravimétricos que a adição de microfibras de volastonita pode afetar a quantidade e a taxa de formação de produtos de hidratação em matrizes cimentícias sem haver interações químicas entre as fibras e a matriz cimentícia (VITORINO, 2012; LOW *et al.*, 1992). Mostrou-se também que a densificação da matriz reforçada com fibras de volastonita é causada pelo depósito dos produtos provenientes da hidratação do cimento sobre a superfície dos cristais de volastonita, o que impede a migração da água entre os poros, limitando o grau de hidratação dos materiais (VITORINO, 2012; LOW *et al.*, 1992; GU *et al.*, 1993). Estudos por difração de raios X e análises térmicas observaram picos não hidratados nas matrizes cimentícias reforçadas com microfibras de volastonita, indicando um menor grau de hidratação (VITORINO, 2012, RANSINCHUNG *et al.*, 2010).

Foi verificado que a distribuição dos poros reduzia com o aumento do tempo de hidratação (LOW *et al.*, 1992) e que a porosidade da interface fibra-matriz era mais significativa nas primeiras idades do material, sendo menos significativa que a porosidade da matriz de cimento em idades mais avançadas (GU *et al.*, 1993). Correia (2009) observou redução na porosidade de 8 e 17% para frações volumétricas de volastonita em pastas de cimentação de 2,3 e 4,6%, respectivamente. Vitorino (2012) observou uma grande diminuição na permeabilidade a gás nitrogênio das misturas



com adição de microfibras de volastonita comparadas à pasta de referência, além de reduções na porosidade e absorção de água.

Heinold *et al.* (2002) observaram que a resistência à compressão de pastas de cimento reforçadas com fibras de volastonita aumentou cerca de 16% em relação a pasta de referência quando curadas em temperaturas de 82°C e 54°C. Correia (2009) verificou que pastas com reforço de volastonita tiveram aumentos de até 14% na resistência à compressão e de 17% no módulo de elasticidade. Ransinchung *et al.* (2010) verificou que argamassas reforçadas com microfibras de volastonita comparadas a argamassas sem adição atingiram aumentos de até 10,5% na resistência à compressão. Balthar (2010) observou acréscimos de até 15,5% na resistência à compressão uniaxial e de 24,6% no módulo de elasticidade em pastas reforçadas com teor de 10% de volastonita. Em seus estudos Vitorino (2012) encontrou aumentos de 13,5% e 14,8% na resistência à compressão uniaxial e no módulo de elasticidade, respectivamente, para os maiores teores de volastonita (7,5%) em pastas de cimentação.

Para a resistência à tração na flexão, Vitorino (2012) verificou aumentos de 152% na carga de ruptura, 65,5% na capacidade de deflexão e 14,6 vezes na tenacidade em misturas reforçadas com volastonita comparadas a uma pasta de referência. Balthar (2010) observou aumentos de 76 e 75% na resistência à tração sob compressão diametral e tração na flexão, respectivamente, para as pastas reforçadas com volastonita em relação a uma pasta de referência. Correia (2009) também verificou o comportamento de pastas reforçadas com volastonita sob tração na flexão, em que observou um aumento de 26% na resistência do material.

Correia (2009), Balthar (2010) e Vitorino (2012) verificaram que aumentos no teor de microfibras de volastonita em pastas cimentícias ocasionaram aumentos na viscosidade plástica e no limite de escoamento na mistura, comparados a pasta de referência. Correia (2009), por exemplo, observou aumentos de 230% no limite de escoamento das misturas reforçadas com microfibras de volastonita.

#### *2.4.2 Compósitos cimentícios com fibras de aço*

Segundo Velasco (2008) concretos reforçados com fibras em seu estado plástico, mesmo sendo trabalháveis após vibração, apresentam uma estrutura enrijecida em relação ao concreto sem reforço fibroso. Portanto, para altas frações volumétricas há redução de trabalhabilidade da mistura. Esta redução ocorre para fibras mais longas e com maior relação de aspecto (relação entre o comprimento e o diâmetro da fibra).

A produção de compósitos cimentícios reforçados com fibras de aço deve atentar para a distribuição aleatória e a garantia de dispersão uniforme destas, evitando-se a segregação das fibras na matriz de cimento e a formação de novelos, o que ocasionaria a redução da resistência mecânica do material (VELASCO, 2008). A má distribuição de fibras no concreto funcionam como imperfeições, prejudicando o comportamento mecânico da mistura.

A orientação das fibras de aço em compósitos cimentícios influenciam a resposta destas na fase de pós-fissuração, apresentando aumentos de tenacidade e resistência à tração na flexão em compósitos com fibras orientadas na direção dos esforços (BOULEKBACHE, 2010). Segundo Boulekbache (2010), a orientação de fibras de aço é determinada pelo fluxo imposto na mistura e pela viscosidade da mistura. Ele evidencia que para concretos comuns e auto-adensáveis, que possuem baixa viscosidade usualmente, há uma boa orientação das fibras durante seu fluxo; já para concretos de alto desempenho, com altos valores de viscosidade plástica, a orientação das fibras continua randômica após seu fluxo e sua distribuição apresenta-se imperfeita.

Hameed *et al.* (2013) verificou o comportamento mecânico na flexão de concretos reforçados com fibras de aço flexíveis (FibraFlex) e fibras de aço de carbono (Dramix), observando que o comportamento mecânico das misturas dependem fortemente das propriedades físicas e mecânicas das fibras. Em relação a uma mistura de referência sem fibras, foi verificado um aumento de 4,0 a 7,5% no momento resistente das vigas reforçadas com fibras de aço FibraFlex.

Turatsinze *et al.* (1996) observou o comportamento das fibras na fase de microfissuramento da matriz de cimento, antes da carga de pico. Nesse contexto, as fibras FibraFlex agem logo nas primeiras ocorrências de microfissuramento, restringindo sua propagação e melhorando o comportamento antes e após a carga de pico. Este comportamento é explicado pela boa aderência das fibras com a matriz de cimento, caracterizado pelo formato retangular da fibra (o que gera uma grande área específica) e pela sua superfície rugosa. Com o aumento progressivo das fissuras, Hameed *et al.* (2013) verificaram que as fibras de aço contribuem para resistir as tensões solicitantes e melhoram a resposta do compósito em termos de capacidade de carga, aumento da deflexão e menores aberturas de fissuras. Em seus estudos, Hammed *et al.* (2013), verificou que, em relação à ruptura da FibraFlex, quando a tensão solicitante em uma fibra excede sua tensão de ruptura, a fibra se rompe ao invés de ser arrancada da matriz de cimento.

## 3 Programa Experimental

### 3.1 Materiais

Para a realização do programa experimental do presente estudo, que consiste na elaboração de pastas de cimento com reforço em microfibras de volastonita e fibras de aço, foram utilizados: água deionizada; cimento portland classe G, produzido pela empresa Holcim em Cantagalo – Rio de Janeiro; sílica ativa produzida pela empresa Camargo Corrêa, localizada em Laranjeiras – Sergipe; microfibras de volastonita fornecidas pela JG Energyarc; Fibras de aço produzidas pela Saint-Gobain Seva – França, modelo FibraFlex FF20E0; Aditivo superplastificante de terceira geração, produzido pela Anchoortec – Quartzolit, modelo Hormitec SP430, em solução aquosa; Agente anti-espumante modelo D-AIR3000 disponibilizado pela Halliburton e apresentado no estado líquido; e Aditivo modificador de viscosidade modelo Rheomac UW 410, produzido pela BASF.

### 3.2 Métodos de Caracterização dos Materiais

Os materiais utilizados para a produção das pastas estudadas foram caracterizadas experimentalmente a partir dos procedimentos descritos a seguir.

#### 3.2.1 Granulometria

A granulometria das partículas de sílica ativa foram determinados pelo método de sedigrafia, que consiste em determinar indiretamente a razão de sedimentação por incidência de raios X (NAIME, 1998). O sedígrafo usado foi o Sedigraph 5100 da Micrometrics do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM).

Para determinar a granulometria do cimento, foi utilizado a técnica de determinação de granulometria à laser no aparelho da Malvern Mastersizer do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 3) com dispersante em álcool etílico P.A..



Figura 3: granulômetro a laser da Malvern Mastersizer. Retirado de VITORINO (2012).

### 3.2.2 Massa Específica

As massas específicas do cimento, sílica ativa e volastonita foram determinadas em um picnômetro a gás, produzido pela Micrometrics, modelo AccuPyc 1340 do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 4). A partir de uma amostra do material com massa conhecida, é determinado o volume da mesma através de variações de pressão de gás Hélio em um recipiente de volume calibrado.



Figura 4: picnômetro a gás AccuPyc 1340. Retirado de VITORINO (2012).

### 3.2.3 Microscopia eletrônica de varredura

A morfologia das microfibras de volastonita foi visualizada através de um microscópio eletrônico de varredura modelo JEOL JSM-6460 LV, com captação de sinais de elétrons secundários e retroespalhados, do LABMIC/COPPE/UFRJ.

O equipamento tem um princípio de funcionamento em que um feixe de elétrons principal é gerado a partir de um filamento de tungstênio operando a 20 kV e as imagens são obtidas pelos elétrons secundários, utilizando amostras previamente aderidas por adesivo condutor de carbono em porta amostras de latão e recobertas por fina camada de ouro através de um metalizador.

### 3.2.4 Composição química

A espectrometria por fluorescência de raios X de energia dispersiva foi a técnica utilizada para a determinação da composição química do cimento, sílica ativa e microfibra de volastonita. Tal técnica emite radiações gama de alta energia sobre as amostras, excitando os elétrons da última camada, que vão para as camadas mais exteriores dos átomos. Após certo período, quando os elétrons voltam ao seu estado normal, há uma liberação da energia adquirida pela radiação gama. Tal liberação acontece de forma singular para cada elemento, possibilitando a identificação de cada composto presente nas substâncias.

Este ensaio foi realizado em aparelho do LabEst/COPPE/UFRJ, modelo SHIMADZU EDX 720 (Figura 5).



Figura 5: aparelho de espectrometria de fluorescência de raios X. Retirado de VITORINO (2012).

### 3.2.5 Difração por raios X

Utilizando o difratômetro BRUKER, modelo D8 FOCUS, com radiação de cobre, operando a 40 kV e 40 mA do LabEst/COPPE/UFRJ (Figura 6), as composições mineralógicas do cimento, sílica ativa e volastonita foram determinadas através dos sólidos cristalinos presentes em suas composições. O processo de difração por raios X parte da premissa que os planos cristalinos dos átomos distam entre si na mesma ordem de grandeza do comprimento de onda de raios X, o que gera difrações de ângulos diferenciados para cada cristal presente no material.

As fases cristalinas foram determinadas realizando-se varreduras com velocidade angular de 0,02°/s e intervalo de medida entre os ângulos de Bragg de 10° a 70°.



Figura 6: difratômetro BRUKER modelo D8 FOCUS. Retirado de VITORINO (2012).

### 3.2.6 Análise térmicas

Para realizar as análises térmicas do cimento, sílica ativa e volastonita utilizadas neste projeto, foi utilizado o equipamento SDT Q600 (Figura 7). O processo de análise térmica verifica o fluxo de calor e as mudanças no peso do material desde 27°C a 1000°C. Tal técnica esta associada às reações e transições sofridas pelo material durante esta rampa de temperatura.

O equipamento ensaia 10 mg de amostra em uma atmosfera inerte de cadinho de platina, aplicando uma taxa de aumento de temperatura de 10°C/min e com um fluxo máximo de gás nitrogênio de 100 mL/min. Para eliminar a fluído livre presente no material, a rampa de temperatura é pausada em 35°C durante 60 minutos, recomeçando logo após.



Figura 7: aparelho de análises térmicas SDT Q600. Retirado de VITORINO (2012).

### 3.2.7 Conteúdo de fluído livre da pasta de cimento

Seguindo as recomendações da NBR 9831 (2006), o ensaio de fluído livre do cimento foi realizado da seguinte forma: uma pasta de cimento com fator água/cimento de 0,44 foi pesada, preparada e homogeneizada a 27°C; 760g dessa pasta misturada e homogeneizada foram vertidos em um Erlenmeyer, aferindo a massa em balança de precisão com incerteza de 0,01g; veda-se a boca do Erlenmeyer para que não haja evaporação da fluído livre da pasta; após vedado, este é posto em repouso em superfície plana e isenta de vibrações por um período de 2 horas; por fim, decorrido este tempo, o fluído livre presente é coletado com uma pipeta, transferido para uma proveta graduada e registra-se o volume de fluído livre encontrado.

Para determinar o teor de fluído livre presente no cimento, a Equação 1 abaixo é utilizada.

$$T_{fl} = \frac{V_{fl} \cdot \rho}{mp} \times 100 \quad (1)$$

Onde  $T_{fl}$  é o teor de fluido livre do cimento, em porcentagem;  $V_{fl}$  é o volume de fluido livre medido na proveta graduada, em mililitros;  $\rho$  é a densidade da pasta, em g/cm<sup>3</sup>; e  $m_p$  é a massa inicial da pasta pesada, em gramas.



Figura 8: ensaio de fluido livre ambiente. A- pasta em repouso; B- água sobrenadante; e C- obtenção de massa e volume de água sobrenadante. Retirado de VITORINO (2012).

### 3.2.8 Resistência à compressão da pasta de cimento endurecida

Os ensaios para determinação da resistência à compressão do cimento seguiram as especificações descritas na NBR 9831 (2006). Foi utilizado o equipamento da SHIMADZU para ensaios universais, modelo EMIC com capacidade de 100 kN (Figura 9), do LabEst/COPPE/UFRJ. A pasta de cimento, após realizada o preparo, homogeneização e moldagem (moldes cúbicos com 50,8 mm de aresta), foi curada por um período de 8 horas em banho térmico, com parte das amostras em banho a 38°C e outra parte em banho a 60°C.

Antes da realização dos ensaios, os corpos de prova foram resfriados, secos e medidos com paquímetro. Durante a realização do ensaio, duas taxas de carregamento foram aplicadas: 6,9 MPa/min e 27,6 MPa/min, sendo esta taxa para os corpos de prova que apresentaram resistência maiores que 3,45 MPa e aquela para corpos de prova com resistência menor que 3,45 Mpa.

A resistência à compressão de cada corpo de prova é calculada dividindo a força de ruptura pela área de sua seção transversal. Todos os resultados são expressos em MPa.



Figura 9: máquina de ensaios universais da SHIMADZU, modelo EMIC 100 kN. Retirado de VITORINO (2012).

### 3.2.9 Propriedades reológicas da pasta de cimento

As propriedades reológicas do cimento portland classe G utilizado nesta pesquisa foram determinadas de acordo com o modelo reológico de Bingham. Seguindo as recomendações prescritas na NBR 9831 (2006), os ensaios foram realizados em um viscosímetro de cilindros coaxiais de leituras diretas, nas temperaturas de 27 e 52°C, da empresa Chandler Engineering, modelo 3506 (Figura 10). O equipamento utilizado possui rotor fator R1 (diâmetro de 3,68 cm e comprimento útil de 5,84 cm) e Bob fator B1 (diâmetro 3,45 cm e comprimento útil de 3,80 cm). Portanto, a distância entre o rotor e o Bob é de 1,17 mm.



Figura 10: viscosímetro Chandler Engineering, modelo 3506. Retirado de VITORINO (2012).



O ensaio seguiu o seguinte procedimento: preparo e homogeneização da pasta de cimento conforme descreve a NBR 9831 (2006), vertendo a mistura no copo do viscosímetro com a temperatura determinada para o ensaio; levanta-se o copo do viscosímetro com o rotor funcionando com uma taxa de cisalhamento de  $511 \text{ s}^{-1}$  por 60 segundos; em seguida, aplica-se taxas descendentes, em intervalos de 20 segundos,  $340 \text{ s}^{-1}$  e  $170 \text{ s}^{-1}$ , anotando-se a deflexão máxima ao final de cada intervalo; recondiciona-se a pasta com uma taxa de cisalhamento de  $511 \text{ s}^{-1}$  por 60 segundos seguidos de repouso de 10 segundos (gel inicial); após isto, aplica-se uma taxa de  $5,1 \text{ s}^{-1}$ , anotando a deflexão máxima; deixa-se a pasta em repouso por 10 minutos; por fim, aplica-se novamente uma taxa de  $5,1 \text{ s}^{-1}$ , anotando a deflexão máxima (gel final).

Para a determinação dos parâmetros reológicos a serem utilizados no modelo reológico de Bingham (taxa de deformação e a tensão de cisalhamento em cada leitura), as Equações 2, 3 e 4 são utilizadas.

$$\gamma = \frac{2\omega R_0^2}{R_0^2 - R_1^2} \quad (2)$$

$$\omega = \frac{2\pi\Omega}{60} \quad (3)$$

$$\tau = F_\tau F_m \theta \quad (4)$$

Onde,  $\gamma$  é a taxa de deformação, em  $\text{s}^{-1}$ ;  $\omega$  é a velocidade angular do rotor, em  $\text{s}^{-1}$ ;  $R_0$  é o raio interno do rotor, em cm;  $R_1$  é o raio externo do Bob, em cm;  $\Omega$  é a velocidade de rotação do rotor, em rpm;  $\tau$  é a tensão de cisalhamento, em Pa;  $F_\tau$  é o fator de tensão de cisalhamento do viscosímetro para uma dada combinação “rotor-bob”;  $F_m$  é o coeficiente da mola de torção do instrumento; e  $\theta$  é a leitura do viscosímetro, em graus.

Para determinação do limite de escoamento ( $\tau_0$ ) e a viscosidade plástica ( $\mu$ ), é utilizado a Equação 5 do modelo de Bingham.

$$\tau = \tau_0 + \mu\gamma \quad (5)$$

*Tabela 1: fatores de tensão cisalhante e constante da mola do viscosímetro Chandler Engineering, modelo 3506.*

<b>Bob</b>	<b><math>F_\tau</math> (lbf/100 pés<sup>2</sup>)</b>	<b><math>F_\tau</math> (Pa)</b>	<b><math>F_m</math></b>	<b>Tipo de mola</b>
B1	1,07	0,51	1	F1

### 3.2.10 Tempo de espessamento da pasta de cimento

Para a realização do ensaio de tempo de espessamento da pasta de cimento, foi utilizado o consistômetro pressurizado da Chandler Engineering, modelo 7222 (Figura 11) do Centro de Pesquisas e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES/PETROBRAS). O ensaio foi realizado de acordo com as recomendações dadas na NBR 9831 (2006), que descreve: a pasta de cimento previamente

homogeneizada é vertida em uma célula do consistômetro pressurizado, aplicando-se uma rampa de temperatura e pressão sobre a amostra. Tal rampa segue os valores descritos na Tabela 2, abaixo; mede-se o tempo necessário para que a amostra atinja a consistência de 100  $U_c$  (unidade Bearden). Este valor é o tempo de espessamento da pasta; no processo de rampa até 100  $U_c$ , são aferidos os valores de consistência inicial da amostra, correspondente ao tempo necessário para se alcançar 25, 50 e 75% do valor de consistência de 100  $U_c$ ; a consistência máxima é aferida no período de 15 a 30 minutos do ensaio, limitado ao valor de 30  $U_c$ .

*Tabela 2: progressão de temperatura e pressão para ensaio de tempo de espessamento. Retirado de NBR 9831:2006.*

<b>Tempo (min)</b>	<b>Pressão (MPa [psi])</b>	<b>Temperatura (°C)</b>
0	6,9 [1000]	27
2	9,0 [1300]	28
4	11,0 [1600]	30
6	13,1 [2000]	32
8	15,2 [2200]	34
10	17,3 [2500]	36
12	19,3 [2800]	37
14	21,4 [3100]	39
16	23,4 [3400]	41
18	25,5 [3700]	43
20	27,6 [4000]	44
22	29,6 [4300]	46
24	31,7 [4600]	48
26	33,8 [4900]	50
28	35,6 [5100]	53



*Figura 11: consistômetro pressurizado da Chandler Engineering modelo 7222. Retirado de VITORINO (2012).*

## 3.3 Dosagem, Processo de Mistura e Cura das Pastas

### 3.3.1 Dosagem da pasta de referência

A utilização de pastas cimentícias para revestimento em poços petrolíferos faz com que cada vez mais se busque misturas otimizadas, com ótima resistência mecânica, menor porosidade e baixa permeabilidade. Portanto, este estudo de dosagem objetivou uma pasta de referência que apresentasse alto desempenho mecânico e físico e estabilidade. Para tal, foi empregado o conceito de máximo empacotamento granular seco através do método do empacotamento compressível, proposto por De Larrard *et al.* (1999).

Inicialmente, esta tecnologia de otimização de partículas fora utilizada em misturas de concreto, tendo em vista as exigências crescentes do mercado em termos de resistência e durabilidade das estruturas. Porém, este conceito tem sido vastamente empregado nos últimos anos para dosagem de pastas de cimento como revestimento de poços petrolíferos (PAIVA, 2008; MIRANDA, 2008; CORREIA, 2009; BALTHAR, 2010 e VITORINO, 2012).

O método do empacotamento compressível proposto por De Larrard (1999) consiste em otimizar a mistura granular seca, promovendo a máxima compacidade de seus componentes e a correlaciona com as propriedades reológicas do concreto e com suas propriedades no estado endurecido (BALTHAR, 2010).

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%).

Para determinar a relação água/materiais cimentícios ( $a/mc$ ) para pastas cimentícias de compacidade otimizada, o teor de água na pasta fluida deve originar uma porosidade entre 35% e 45% (MIRANDA, 2008). Portanto, foram definidos teores  $a/mc$  iguais a 0,35, 0,40, 0,45 e 0,50, sendo este último adotado usando como base a pasta de referência produzida por Fagundes (2012).

Testes qualitativos foram realizados e as pastas apresentaram alta viscosidade após misturadas, como ilustrado na Figura 12, abaixo. Tal comportamento pode ser explicado devido à adição de sílica ativa (SA) na pasta cimentícia. A SA possui área específica elevada, com valor médio entre 20.000 e 25.000  $m^2/kg$  (MEHTA e MONTEIRO, 1994), e uma granulometria mais fina que o cimento, o que leva à densificação da zona de transição, produzindo uma microestrutura mais densa e homogênea, com reduzido volume de vazios, e, conseqüentemente, a uma maior demanda de água na mistura. Para não comprometer as propriedades mecânicas da pasta em estudo, a adição de aditivo superplastificante foi adotada para a manutenção da trabalhabilidade da mistura sem afetar o teor  $a/mc$  (NEVILLE, 1997).

Determinou-se um teor ótimo de aditivo superplastificante através de ensaios de Compatibilidade e Ponto de Saturação para pasta com relação  $a/mc$  de 0,50, sendo

esta a escolhida para o estudo e nomeada para este documento como PRSA (BARGHIGIANI, 2013).



Figura 12: aspecto da pasta de referência confeccionada com relação a/mc de 0,50. Retirado de BARGHIGIANI (2013).

A Figura 13 mostra as curvas de tempo de escoamento versus teor de aditivo, obtidas para a pasta produzida com relação a/mc de 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 13, o teor ótimo de aditivo foi igual a 1,3%.

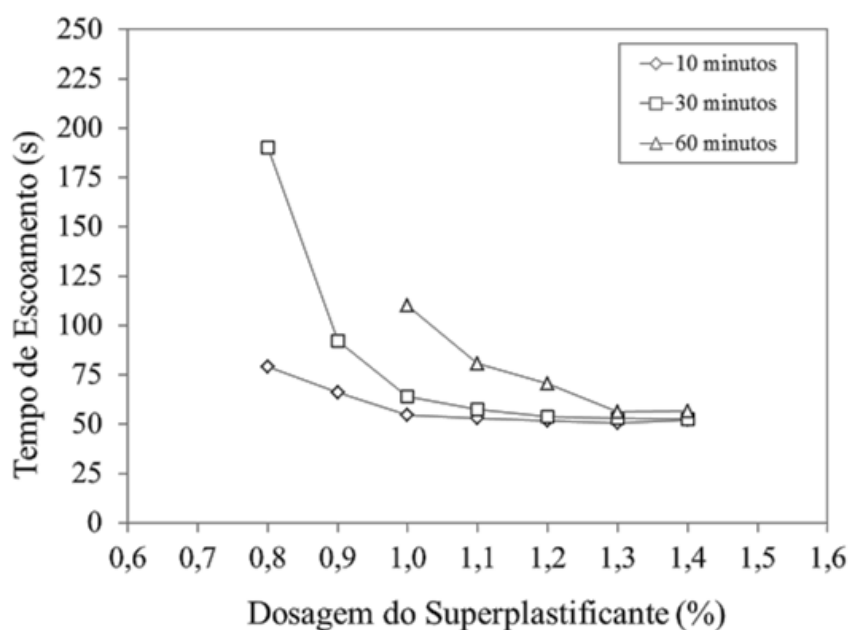


Figura 13: curva Tempo de Escoamento versus Dosagem de Superplastificante. Retirado de BARGHIGIANI, 2013.

A dosagem dos materiais empregados para a confecção da pasta de referência PRSA está apresentada na Tabela 3, abaixo.

Tabela 3: dosagem da pasta de referência em kg/m<sup>3</sup> [% de massa em relação ao cimento]

<b>Materiais</b>	<b>PRSA (kg/m<sup>3</sup>)</b>
<i>Cimento</i>	892,07 [100,0]
<i>Sílica Ativa</i>	286,80 [32,15]
<i>Superplastificante*</i>	38,32 [1,30]
<i>Água*</i>	566,45 [50,0]

\* em relação ao teor de materiais cimentícios.

### 3.3.2 Dosagem da pasta com volastonita

A adição de microfibras de volastonita na pasta de referência foi realizada em relação ao volume total de pasta. O teor de 5,0% [17,1% em relação à massa de cimento] foi utilizado pois foi verificado em estudos prévios que este teor leva a um aumento na resistência à compressão, tração e deformações. Além de manter um aceitável comportamento reológico (BALTHAR 2010; VITORINO 2012). Esta mistura ficou denominada como PE-W5.

A dosagem dos materiais para confecção da pasta fibrosa PE-W5 está apresentada na Tabela 4, abaixo.

Tabela 4: dosagem da pasta com volastonita em kg/m<sup>3</sup> [% de massa em relação ao cimento]

<b>Materiais</b>	<b>PE-W5 (kg/m<sup>3</sup>)</b>
<i>Cimento</i>	847,46 [100,0]
<i>Sílica Ativa</i>	272,46 [32,15]
<i>Volastonita</i>	145,00 [17,11]
<i>Superplastificante*</i>	36,40 [1,30]
<i>Água*</i>	538,13 [50,0]

\* em relação ao teor de materiais cimentícios.

### 3.3.3 Dosagem das pastas híbridas de volastonita e fibras de aço

Para melhorar a capacidade de deformação das pastas estudadas, foi utilizada a adição de fibras de aço flexíveis da Saint-Gobain, FibraFlex. Segundo Velasco (2008), a maior contribuição das fibras de aço em matrizes frágeis acontece na região de pós-fissuração, pois as fibras funcionam como uma ponte de ligação entre as fissuras, redistribuindo as tensões.

As fibras de aço foram adicionadas à pasta PE-W5 através da substituição parcial do volume total de pasta. Três teores de fibras de aço foram estudados, 0,25%, 0,50% e 0,75%, gerando três diferentes misturas híbridas. Posteriormente foram nomeadas PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75 respectivamente.

Foi adicionado às misturas híbridas um teor de antiespumante de 0,30% em relação à massa de cimento, no intuito de reduzir a quantidade de bolhas de ar formadas no processo de mistura.

De acordo com o descrito no item 3.3.4, a adição das fibras de aço acontece após a mistura inicial da fase granular com a fase líquida em misturador da Chandler Engineering modelo 30-60, com capacidade para 1 L, ou modelo 30-70, com capacidade para 4 L. O teor de aditivo superplastificante (1,30%), utilizado para a pasta de referência e PE-W5, se manteve para as pastas híbridas. Todavia, após a adição das fibras de aço (teores de 0,50 e 0,75%) na pasta com volastonita, foi observada uma tendência de segregação das fibras de aço. Portanto, foi utilizado um aditivo modificador de viscosidade (VMA) para mitigar este problema. Testes qualitativos de inspeção visual e espalhamento da pasta foram realizados para se determinar um teor ótimo de VMA, buscando uma pasta que apresentasse bom arraste das fibras de aço, sem segregação e/ou formação de grumos respeitando a melhor fluidez possível.

Primeiramente, foram testados os teores de 0,025% e 0,050% de VMA (em relação a massa de cimento) para a mistura PE-W5F75. Para o primeiro teor, a mistura apresentou um bom arraste, porém houve segregação das fibras de aço após um tempo curto da pasta em repouso. Para o segundo teor, a pasta apresentou ótimo arraste e nenhuma segregação, porém sua fluidez ficou comprometida, apresentando alta viscosidade. Dois novos teores intermediários foram testados em seguida: 0,035% e 0,045%. A mistura com teor de VMA de 0,035% também obteve segregação das fibras de aço. Finalmente, o teor de 0,045% de VMA se apresentou como ideal para a mistura em questão, mantendo um bom arraste, nenhuma segregação e uma fluidez aceitável.

Em seguida, dois teores de VMA (0,020 e 0,030%) foram testados para a mistura PE-W5F50. A primeira apresentou segregação e formação de grumos no fundo do recipiente e a segunda apresentou-se ideal, com arraste total das fibras de aço, nenhuma formação de grumos ou segregação de fibras, e com fluidez aceitável.

A dosagem dos materiais para confecção das pastas híbridas do presente estudo está apresentada na Tabela 5.

*Tabela 5: dosagem das pastas híbridas em kg/m<sup>3</sup> [% de massa em relação ao cimento].*

<b>Materiais</b>	<b>PE-W5F25 (kg/m<sup>3</sup>)</b>	<b>PE-W5F50 (kg/m<sup>3</sup>)</b>	<b>PE-W5F75 (kg/m<sup>3</sup>)</b>
<i>Cimento</i>	845,34 [100,0]	843,23 [100]	841,11 [100,0]
<i>Sílica Ativa</i>	271,78 [32,15]	271,10 [32,15]	270,42 [32,15]
<i>Volastonita</i>	144,64 [17,11]	144,28 [17,11]	143,92 [17,11]
<i>FibraFlex</i>	18,00 [2,13]	36,00 [4,27]	54,00 [6,42]
<i>VMA</i>	0,00 [0,0]	0,094 [0,011]	0,140 [0,017]
<i>Antiespumante</i>	2,54 [0,30]	2,53 [0,30]	2,52 [0,30]
<i>Superplastificante*</i>	36,31 [1,30]	36,22 [1,30]	36,12 [1,30]
<i>Água*</i>	536,78 [50,0]	535,44 [50,0]	534,09 [50,0]

\* em relação ao teor de materiais cimentícios.

### 3.3.4 Processo de Mistura

O processo de mistura realizado nesta pesquisa seguiu o recomendado por Campos (2005), descrito no manual de cimentação PROCELAB. As fases granulares, constituídas de cimento, sílica ativa e microfibras de volastonita, foram pesadas em balança de precisão com incerteza de 0,01 g (Figura 14a). Estes materiais foram homogeneizados manualmente dentro de um saco plástico, por um período máximo de 2,0 minutos, antes de serem adicionados à fase líquida. A fase líquida também foi pesada em balança de precisão, diretamente no copo do misturador. Os equipamentos adotados foram os misturadores de palhetas *Waring Blendor* da Chandler Engineering, modelo 3060, com capacidade de 1 L (Figura 14b) ou Chandler Engineering, modelo 3070, com capacidade de 4 L (Figura 14c). Ambos possuem cronômetro e tacômetro para controle preciso do tempo e da velocidade de rotação das hélices do misturador.



Figura 14: balança de precisão com incerteza de 0,01g (a); misturador Waring Blendor da Chandler Engineering, modelo 30-60, capacidade de 1 L (b); e misturador Waring Blendor da Chandler Engineering, modelo 30-70, capacidade de 4 L (c).

O manual de cimentação PROCELAB (CAMPOS, 2005) orienta que seja utilizada uma velocidade de 4000 rpm por 15,0 s para adição da fase seca à mistura, seguida de uma velocidade de 12000 rpm por mais 35,0 s. De acordo com Vorkinn (1993), esse processo de mistura aplica sobre a pasta uma energia por unidade de massa de 5,9 kJ/kg. Portanto, tendo em vista que o aditivo superplastificante de terceira geração adotado nesta pesquisa leva aproximadamente 10,0 minutos para surtir efeito na mistura, foi calculado para este tempo uma nova velocidade que mantivesse a mesma energia de mistura por unidade de massa previamente estabelecida. Para realizar este ajuste, foi utilizada a equação de Vorkinn *et al.* (1993 *apud* BALTHAR, 2010).

$$\Omega = \frac{60}{2\pi} \sqrt{\frac{E}{M} \cdot \frac{V}{kt}} \quad (6)$$

Onde,  $E/M$  é a energia de mistura por unidade de massa da pasta (kJ/kg);  $k$  é uma constante experimental dada por VORKIN *et al.* (1993) igual a  $6,1 \times 10^{-8}$ ;  $V$  é o volume da pasta ( $m^3$ );  $\Omega$  é a velocidade das palhetas do misturador (rpm); e  $t$  é o tempo de mistura.

Para os ensaios de estabilidade, fluído livre, reologia e massa específica aparente, Campos (2005) orienta a utilização de consistômetro atmosférico (Figura 15a). A matriz misturada é vertida para a célula do consistômetro modelo 1200 Chandler Engineering e colocada para homogeneizar durante 20 minutos à temperatura de 27°C. Após o término, a mistura é inspecionada visualmente e homogeneizada manualmente por 5,0 s, utilizando a própria palheta da célula do consistômetro.

A mistura das pastas híbridas foi realizada como descrito a seguir: Após a mistura da fase granular com a fase líquida no misturador (Figura 14b e Figura 14c), a pasta é inspecionada visualmente e lançada em um misturador planetário da Hobart (Figura 15b), com velocidade de 136 rpm, para adição das fibras de aço. Em volumes de pasta de 600 mL, a adição das fibras ocorre em um tempo máximo de 3,0 minutos para a pasta com maior teor de reforço fibroso. O ato de verter as fibras deve ser cuidadoso, dispersando-as sobre a pasta uniformemente, a fim de evitar a formação de grumos. Para as misturas PE-W5F50 e PE-W5F75, a adição de aditivo VMA ocorre após todo lançamento das fibras de aço. Por isso, o equipamento foi desligado e religado por mais 5,0 minutos para completa homogeneização e ação do VMA. O aditivo modificador de viscosidade deve ser previamente pesado em balança de altíssima precisão, com incerteza de 0,0001g (Figura 15c).



Figura 15: consistômetro atmosférico modelo 1200 da Chandler Engineering (a); misturador planetário (b); e balança de altíssima precisão, com incerteza de 0,0001g (c).



### 3.3.5 Cura das Pastas

Após o processo de mistura, as pastas são vertidas para moldes metálicos em duas camadas, sendo os moldes previamente preparados com desmoldante em graxa. A fim de evitar bolhas de ar provenientes do processo de mistura dos materiais (VITORINO, 2012) ao se verter a cada camada da pasta, são realizados dois procedimentos distintos: movimentos uniformes, lentos e circulares com auxílio de bastão de vidro por 30 segundos para as pastas sem fibras de aço (PRSA e PE-W5); e 30 golpes leves ao redor do molde, para cada camada, com auxílio de espátula de metal para as pastas híbridas de microfibra de volastonita e fibras de aço (PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75).

Realizado o procedimento de moldagem, a cura das formulações se deu de acordo com o adotado por Vitorino (2012). As misturas foram levadas para ambiente úmido (~98%) e fechado durante 24 horas a fim de evitar a perda de água dos materiais para o ambiente. Decorrido este intervalo de tempo, as formulações foram desmoldadas, limpas e identificadas, para então serem submetidas à cura em banho térmico à 74°C por um período de oito dias. Dois banhos térmicos são utilizados para o processo de cura: o primeiro tem a finalidade de executar rampa de temperatura de 22 à 74°C, numa taxa de aquecimento de aproximadamente 0,33 °C/min (Figura 16); e o segundo possui temperatura constante de 74°C, com intuito de armazenar os corpos de prova até o término do período de cura.



*Figura 16: banho térmico para rampa de aquecimento de 23°C a 74°C.*

Ao fim do tempo estabelecido para a cura dos corpos de prova e duas horas antes do ensaio a ser realizado, o material é transferido para um béquer contendo água a 74°C, de volume compatível com o tamanho e quantidade de corpos de prova moldados, onde permaneciam para resfriar naturalmente até a temperatura ambiente. A temperatura de 74°C foi empregada para simular a condição de um poço vertical com 5900 m de profundidade (incluindo lâmina d'água e com gradiente geotérmico de 2°C por 100 m de profundidade). Correia (2009) realizou um estudo de resistência à

compressão de pastas de cimentação curadas em banho térmico (50°C) ao longo de 28 dias. Constatou-se que após 9 dias de cura, o material já apresentava ~90% da resistência à compressão apresentada em 28 dias (Figura 17).

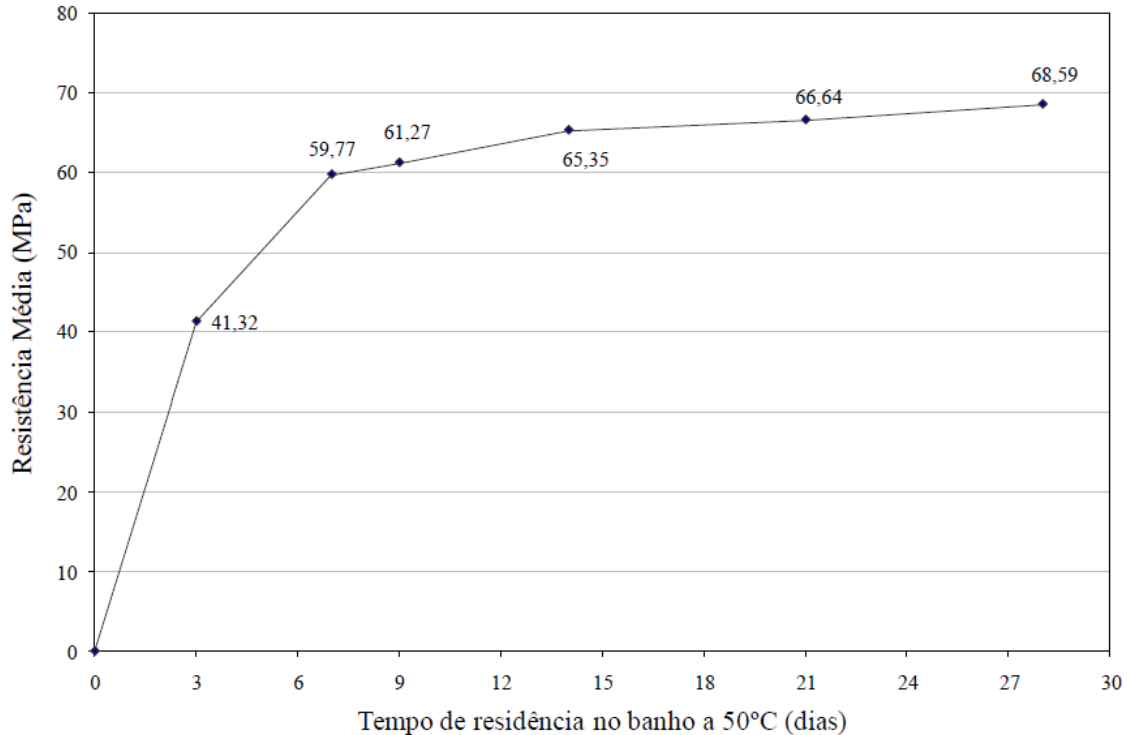


Figura 17: evolução da resistência da pasta de referência. Retirado de CORREIA (2009).

## 3.4 Propriedades das Pastas no Estado Fresco

### 3.4.1 Propriedades Reológicas e Tixotrópicas das Pastas

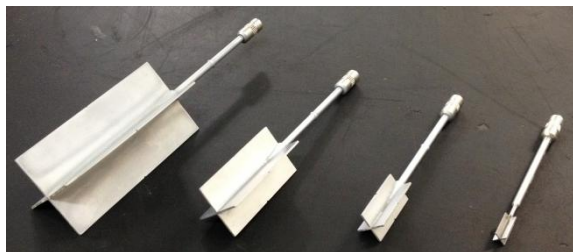
Os ensaios para determinação das propriedades reológicas e tixotrópicas das pastas em estudo foram realizados em reômetro produzido pela Brookfield Engineering Laboratories – Estados Unidos, modelo DV-III Ultra (HB), em conjunto com software controlador Brookfield Rheocalc, disponibilizado pela própria empresa (Figura 18a) do LabEST/COPPE/UFRJ. Inicialmente, os planos para a realização dos ensaios de reologia envolviam a utilização de viscosímetro de cilindros coaxiais modelo FANN 35A (Figura 18b), também do LabEST/COPPE/UFRJ, porém as pastas com fibras de aço não responderiam de forma correta ao ensaio, tendo em vista o espaço reduzido (muito menor que as dimensões das próprias fibras) entre o rotor e o “Bob” do aparelho.



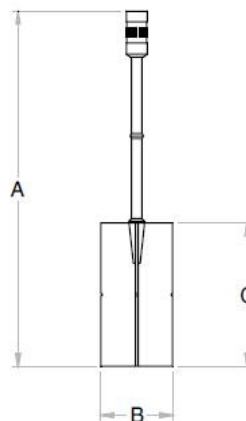
Figura 18: reômetro Brookfield Engineering modelo DV-III ULTRA (HB) ligado à um computador com software Rheocalc (a) e viscosímetro da FANN, modelo 35A (b).

Os tipos de palhetas utilizadas nesta campanha experimental foram do tipo *Vane*, disponibilizadas em quatro modelos diferentes e nomeados V-71, V-72, V-73 e V74 (Figura 19a). As dimensões de cada palheta *Vane* estão expostas na Tabela 6 e ilustradas na Figura 19b. Para as pastas PRSA, PE-W5 e PE-W5F25, a palheta modelo V-72 foi escolhida; para as pastas PE-W5F50 e PE-W5F75, a palheta modelo V-73 foi escolhida. Para a realização do ensaio foi confeccionado um recipiente cilíndrico com o fundo selado utilizando um material rígido de poli-cloreto de vinila (PVC). O recipiente possui diâmetro externo de 4,789 cm, diâmetro interno de 3,878 cm e profundidade de 13,794 cm, totalizando uma capacidade máxima de pasta de 162,93 cm<sup>3</sup> (Figura 19c).

A escolha do tipo de palheta e do recipiente a ser realizado no ensaio foi determinado pelos seguintes fatores, em ordem de importância: o diâmetro do recipiente deveria ser maior que o comprimento da fibra metálica; o raio (virtual) da palheta, para aumentar a confiabilidade dos valores obtidos de tensão de cisalhamento e taxa de cisalhamento, não deveria ser menor que a metade do valor do raio do recipiente (BROOKFIELD ENGINEERING LABS., [s.d.]); a medida de torque obtido pelo reômetro (em porcentagem) deve ficar limitado entre 10% e 100%. Caso ultrapassasse o valor de 110% em algum estágio de velocidade do ensaio, o equipamento não aquisitava aquele ponto, acionando a parada de emergência (BROOKFIELD ENGINEERING LABS., [s.d.]);



(a)



(b)



(c)

Figura 19: modelos de palhetas Vane, da esquerda para a direita: V-71, V-72, V-73 e V-74 (a); desenho esquemático de palheta Vane (b); e recipiente utilizado para os ensaios de reologia (c).

Tabela 6: tabela de dimensões de palhetas tipo Vane.

Palheta	Comprimento - C (cm [pol.])	Diâmetro - B (cm [pol.])
V-71	6,878 [2,708]	3,439 [1,354]
V-72	4,338 [1,708]	2,167 [0,853]
V-73	2,535 [0,998]	1,267 [0,499]
V-74	1,176 [0,463]	0,589 [0,232]

As pastas foram misturadas e homogeneizadas segundo os procedimentos descritos no item 3.3.4. A mistura é então vertida para o recipiente e levado para o reômetro, previamente preparado para a execução do ensaio. A preparação do equipamento e do software se dá de acordo com as especificações apresentadas em BROOKFIELD RHEOCALC® APPLICATION SOFTWARE, disponibilizado pela BROOKFIELD ENGINEERING LABS. Foi realizada uma rampa de velocidade, que se repetiu por 3 vezes. A Tabela 7 mostra a rampa de velocidade, o tempo total e a taxa de cisalhamento imposta para os ensaios.

Segundo Gunasekaran (2003), a geometria Vane é similar ao sistema de cilindros coaxiais, exceto que o cilindro interior (ou “Bob”) é substituído pela palheta Vane. Portanto, pode ser adotada para esta palheta uma geometria virtual cilíndrica de diâmetro igual ao seu próprio diâmetro. Conseqüentemente, as fórmulas para se determinar os parâmetros reológicos (tais quais a taxa de cisalhamento, a tensão de cisalhamento e a viscosidade) para uma geometria cilíndrica podem ser consideradas para a palheta Vane (Equações 7, 8 e 9). Por outro lado, Barnes and Nguyen (2001) observam que tal premissa é válida para palhetas Vane com quatro ou mais lâminas em baixas rotações (abaixo de 10 rpm), pois o material preso entre as lâminas da palheta funcionam como um corpo rígido, não havendo fluxos secundários entre as lâminas. Barnes et al. (1993) afirmam que, em uma velocidade de rotação crítica, a linha de fluxo gerada pela rotação da palheta se quebra, gerando dois fluxos. Ambos

necessitam de mais energia que a linha de fluxo padrão, fazendo com que a viscosidade do líquido fique aparentemente maior. Ele também recomenda que tal efeito deve ser levado em conta se as viscosidades medidas são menores que 10 mPa.s. Como neste trabalho foram adotadas altas velocidades de rotação da palheta, um teste comparativo para a pasta de referência (menos viscosa que as demais) foi realizado em viscosímetro de cilindros coaxiais modelo FANN 35A (Figura 18b) para verificar a validade dos dados encontrados para as pastas ensaiadas no reômetro e verificou-se que há uma boa aproximação entre os resultados.

$$\dot{\gamma} = \frac{2\omega \cdot R_c^2 \cdot R_b^2}{x^2(R_c^2 - R_b^2)} \quad (7)$$

$$\tau = \frac{M}{2\pi \cdot R_b^2 \cdot L} \quad (8)$$

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (9)$$

Onde,  $\dot{\gamma}$  é a taxa de cisalhamento, em  $s^{-1}$ ;  $\tau$  é a tensão de cisalhamento, em dynes/cm<sup>2</sup>;  $\eta$  é a viscosidade, em poise;  $\omega$  é a velocidade angular da palheta, em rad/s ( $\omega = \left(\frac{2\pi}{60}\right)N \rightarrow N = rpm$ );  $R_c$  é o raio do recipiente, em centímetros;  $R_b$  é o raio da palheta, em centímetros;  $x$  é o raio onde a taxa de cisalhamento está sendo calculada;  $M$  é o torque aplicado pelo equipamento, em dyne-cm; e  $L$  é o comprimento da palheta, em centímetros.

Tabela 7: tabela de velocidades, tempo e taxa de cisalhamento para etapa 1, 2 ou 3 do ensaio em reologia e tixotropia realizado em reômetro, com dimensões de palheta e recipiente definidas.

Velocidade (rpm [rad/sec])	Tempo Etapa (s)	Tempo Acumulado (s)	V-72	V-73
			Taxa de Cisalhamento ( $s^{-1}$ )	Taxa de Cisalhamento ( $s^{-1}$ )
3 [0,31]	10,0	10,0	0,913585427	0,703401398
5 [0,52]	10,0	20,0	1,522642378	1,172335663
7 [0,73]	10,0	30,0	2,131699329	1,641269928
10 [1,05]	10,0	40,0	3,045284755	2,344671326
30 [3,14]	10,0	50,0	9,135854265	7,034013977
60 [6,28]	10,0	60,0	18,27170853	14,06802795
100 [10,47]	10,0	70,0	30,45284755	23,44671326
150 [15,71]	10,0	80,0	45,67927133	35,17006988
200 [20,94]	10,0	90,0	60,9056951	46,89342651
210 [21,99]	10,0	100,0	63,95097986	49,23809784
200 [20,94]	10,0	110,0	60,9056951	46,89342651
150 [15,71]	10,0	120,0	45,67927133	35,17006988
100 [10,47]	10,0	130,0	30,45284755	23,44671326
60 [6,28]	10,0	140,0	18,27170853	14,06802795
30 [3,14]	10,0	150,0	9,135854265	7,034013977
10 [1,05]	10,0	160,0	3,045284755	2,344671326
7 [0,73]	10,0	170,0	2,131699329	1,641269928
5 [0,52]	10,0	180,0	1,522642378	1,172335663
3 [0,31]	10,0	190,0	0,913585427	0,703401398

O ensaio comparativo da pasta de referência em viscosímetro FANN 35A aconteceu de acordo com as especificações de Campos (2005), em PROCELAB. O equipamento utilizado possui rotor fator R1 (diâmetro de 3,68 cm e comprimento útil de 5,84 cm) e Bob fator B1 (diâmetro 3,45 cm e comprimento útil de 3,80 cm). A pasta foi misturada segundo o item 3.3.4, sendo vertida no copo do viscosímetro logo em seguida. A temperatura de 27°C foi controlada durante todo o ensaio. O copo do viscosímetro foi levantado até a altura do cilindro externo, que já se encontrava em uma taxa de cisalhamento de 5,1  $s^{-1}$ , mantendo-a por 30 segundos. Em seguida, foram aplicadas taxas ascendentes e descendentes de cisalhamento de 5, 10, 51, 102, 170, 340 e 511  $s^{-1}$ , mantendo em cada etapa por 10 segundos. Ao final de cada 10 s, a deflexão angular foi verificada e anotada. Os parâmetros reológicos foram calculados conforme Equações 2, 3 e 4.

A análise dos dados, tanto para os ensaios realizados no reômetro quanto para o ensaio no viscosímetro, foi feito de acordo com o modelo reológico de Herschel-Bulkley, dado pela Equação 10.

$$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n \quad (10)$$

Onde,  $\tau$  é a tensão de cisalhamento;  $\tau_0$  é o limite de escoamento;  $k$  é o índice de consistência;  $\dot{\gamma}$  é a taxa de cisalhamento; e  $n$  é o índice de comportamento.

A viscosidade plástica das pastas estudadas foi determinada de acordo com dedução matemática realizada por Ferraris e De Larrard (1998) apresentada na Equação 11.

$$\mu_0 = 1000 \times \frac{3k}{(n+2)} \cdot \dot{\gamma}_{m\acute{a}x}^{n+1} \quad (11)$$

Onde,  $\mu_0$  é a viscosidade plástica, em mPa.s; e  $\dot{\gamma}_{m\acute{a}x}$  é a taxa de cisalhamento máxima do ensaio, em  $s^{-1}$ .

Segundo Miranda (2008), quando uma pasta de cimento é deixada em repouso, haverá floculação e esta floculação é revertida quando se mistura a pasta com energia suficiente. Isso caracteriza o fenômeno de tixotropia em pastas de cimento, característicos de fluídos pseudoplásticos. A energia de cisalhamento devido a tixotropia foi obtida através da área do gráfico entre as curvas ascendentes e descendentes do gráfico de tensão de cisalhamento *versus* taxa de cisalhamento (MEWIS, 1979; BARNES et al, 1993; SCHRAMM, 2000).

### 3.4.2 Fluído livre

O ensaio de fluído livre seguiu a recomendação de Campos (2005), descrito no manual PROCELAB. As pastas para a realização dos ensaios foram misturadas conforme especificado no item 3.3.4. Então, um volume igual a 250 mL desta pasta foi vertido em proveta de vidro graduada, sendo a mesma vedada e posicionada em local isento de vibrações por um período de 2 horas (Figura 20). Após este tempo, a fase sobrenadante, caso houvesse, foi removida com auxílio de seringa e medida seu volume. O teor de fluído livre obedece a equação 3.12.

$$T_{fl} = \frac{V_{fl}}{V_p} \times 100 \quad (12)$$

Onde,  $T_{fl}$  é o teor de fluído livre, em porcentagem;  $V_{fl}$  é o volume de fluído livre medido na proveta graduada, em mililitros; e  $V_p$  é o volume inicial de pasta, em mililitros.

Para as pastas com teores de 0,50% e 0,75% de fibras de aço, tendo em vista a viscosidade da pasta e o pequeno diâmetro da proveta, o ato de verter a amostra necessitou a utilização de um funil.



Figura 20: proveta de 250 mL para determinação do teor de fluido livre.

### 3.4.3 Massa específica Aparente na Fase Líquida

A determinação do massa específica aparente foi realizada através da utilização de balança de lama, conforme descrito em PROCELAB (CAMPOS, 2005). As pastas foram misturadas e homogeneizadas, conforme descrito no item 3.3.4; a mistura foi então vertida dentro do recipiente da balança de lama (Figura 21) até quase o transbordo do mesmo, atentando para não haver vazios ou ar aprisionado; a tampa é então colocada, girando-a de forma lenta, e pressionada para o excesso de pasta sair pelo orifício; pressiona-se o orifício com um dedo para limpar e secar o aparelho, sem deixar adentrar água no recipiente da balança; e, por fim, o conteúdo é pesado deslocando-se o cursor até a posição de equilíbrio, indicada por um nível de bolha.

As pastas que possuem fibras de aço, na etapa de verter a pasta no recipiente da balança de lama, foi colocado o mínimo possível de excesso de pasta tendo em vista que as fibras de aço não conseguem sair pelo orifício da tampa. Caso não se coloque o mínimo necessário para preencher a balança de lama, a matriz sem fibras iria ser expelida pelo orifício, ficando na balança uma proporção irreal de fibras de aço na mistura.

Os resultados obtidos são expressos em  $\text{g/cm}^3$  e  $\text{lb/gal}$ .



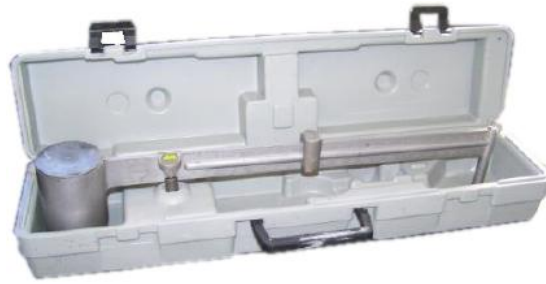


Figura 21: balança de lama para ensaio de massa específica aparente. Adaptado de CORREIA (2009).

## 3.5 Propriedades das Pastas no Estado Endurecido

### 3.5.1 Comportamento Mecânico sob Compressão Uniaxial

Para os ensaios de resistência à compressão uniaxial, foram obedecidas as recomendações da norma NBR5739 (2007). Utilizou-se a prensa de ensaios universal da Shimadzu com capacidade de 350 kN e capacidade de realizar ensaios com temperaturas de até 1200°C, do LabEST/COPPE/UFRJ. Os corpos de prova foram moldados e curados, respectivamente, de acordo com os itens 3.3.4 e 3.3.5, utilizando-se moldes cilíndricos de base removível com 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura. Antes da realização dos ensaios, os corpos de prova foram faceados em seu topo e em sua base utilizando torno mecânico para planificação. Este procedimento é realizado a fim de aumentar a superfície de contato do corpo de prova com a máquina de ensaio e evitar que haja ruptura por concentrações de tensões.

Foi utilizada uma velocidade de carregamento de 0,005 mm/min. Os deslocamentos axiais foram medidos através de dois LVDT, posicionados na zona central dos corpos de prova (Figura 22). Para os deslocamentos axiais, foram colados, diametralmente opostos, extensômetros elétricos tipo PA-06-1000BA-120L da Excel Sensores à meia altura do corpo de prova. O módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson foram calculados de acordo com as recomendações da norma ASTM C 469.

$$E_c = \frac{S_2 - S_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (13)$$

$$\nu = \frac{\varepsilon_{t2} - \varepsilon_{t1}}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (14)$$

Onde,  $E_c$  é o módulo de elasticidade, em GPa;  $\nu$  é o coeficiente de Poisson;  $S_2$  é a tensão de compressão correspondente a 40% da tensão máxima, em MPa;  $S_1$  é a tensão correspondente à deformação  $\varepsilon_1$ , em MPa;  $\varepsilon_1$  é a deformação longitudinal de  $5 \times 10^{-5}$  (mm/mm  $\times 10^{-6}$ );  $\varepsilon_2$  é a deformação correspondente à tensão de compressão  $S_2$ , em (mm/mm  $\times 10^{-6}$ );  $\varepsilon_{t1}$  é a deformação transversal produzido por  $S_1$ ; e  $\varepsilon_{t2}$  é a deformação transversal produzido por  $S_2$ ;

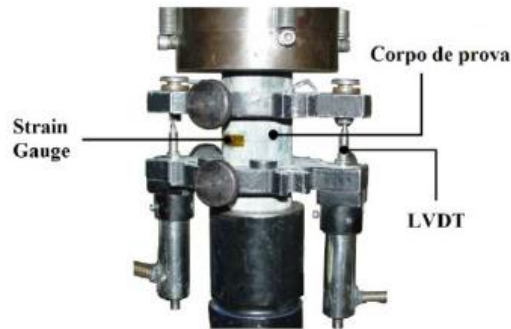


Figura 22: setup do ensaio de resistência à compressão uniaxial. Retirado de VITORINO (2012).

### 3.5.2 Comportamento Mecânico sob Tração na Flexão

A realização dos ensaios de tração na flexão aconteceu na máquina de ensaios universais da Shimadzu 350 kN e com a capacidade de realizar ensaios com temperaturas de até 1200°C do LabEST/COPPE/UFRJ. Foram usados corpos de prova prismáticos com seção transversal de 50 por 50 mm e comprimento de 228 mm posicionados sobre apoios distantes em 180 mm (Figura 23). Foi utilizado um carregamento com taxa de 0,04 mm/min. O deslocamento do corpo de prova foi medido através de um LVDT posicionado e centralizado sob o corpo de prova. O cálculo da resistência à tração na flexão seguiu as recomendações da NBR 12142 (2010). A Equação 15 foi utilizada nos casos em que a ruptura ocorria no terço central do corpo de prova ou a Equação 16 para ruptura fora do terço central (até 5%).

$$f = \frac{P \cdot L}{bh^2} \quad (15)$$

$$f = \frac{3P \cdot a}{bh^2} \quad (16)$$

Onde,  $f$  é a tensão de tração na flexão, em MPa;  $P$  é a carga de ruptura do corpo de prova, em kN;  $L$  é a dimensão do vão entre os apoios, igual a 180 mm;  $b$  é a dimensão da base do corpo de prova, em milímetros;  $h$  é altura da seção do corpo de prova, em milímetros; e  $a$  é a distância da ruptura para o apoio mais próximo, limitado a  $0,28L$ , em milímetros.

O cálculo da tenacidade é obtido através da área abaixo da curva plotada no gráfico cargas (kN) versus deslocamento (mm) (Figura 24). A tenacidade é calculada em três pontos diferentes para as pastas com comportamento de pós-fissuração, partindo sempre da origem até: a 1ª fissura do material, a tensão máxima do corpo de prova e a deformação máxima do material (Figura 23). O valor obtido foi expresso em J.



Figura 23: setup do ensaio de resistência à tração na flexão. Retirado de VITORINO (2012).

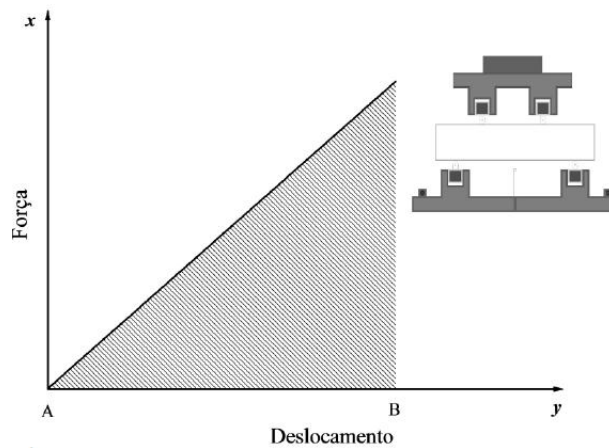


Figura 24: área sob curva típica de ensaio de tração na flexão de pastas de cimento frágeis. Retirado de VITORINO (2012).

### 3.5.3 Comportamento Mecânico sob Compressão Diametral

Os ensaios de compressão diametral seguiram as especificações citadas na NBR 7222 (2011). Foi aplicada uma solitação de carregamento de 0,3 mm/min na prensa Wykeham Farrance com célula de carga de 200 kN do LabEST/COPPE/UFRJ. Os corpos de prova utilizados foram discos de 50 mm de diâmetro e 25 mm de espessura, provenientes do corte de corpos de prova moldados com 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura. A resistência à tração por compressão diametral foi calculada através da Equação 17.

$$f_d = \frac{2P}{D.L.\pi} \quad (17)$$

Onde,  $f_d$  é a resistência à tração por compressão diametral do corpo de prova, em MPa;  $P$  é a carga de ruptura do corpo de prova, em kN;  $D$  é o diâmetro do corpo de prova, em milímetros; e  $L$  é a espessura do corpo de prova, em milímetros.



Figura 25: setup do ensaio de resistência sob compressão diametral.

O comportamento de pós-fissuração não é possível ser verificado no ensaio de compressão diametral, tendo em vista a impossibilidade de se garantir uma distribuição uniforme de tensões após a ocorrência da primeira fissura do material ( $\sigma_{1^{a} \text{fiss. CD}}$ ). A Figura 26a, mostra um corpo de prova dosado com fibras e ensaiado por compressão diametral após a ocorrência da primeira fissura. Fica claro que, após o rompimento, o local de aplicação de carga perde sua uniformidade devido à fissura do corpo de prova. Portanto, a premissa de distribuição de cargas previamente adotada pelo ensaio, em que é gerado um esforço de tração no interior do corpo de prova devido a sua compressão diametral, não pode ser adotada após o rompimento. Os esforços no corpo de prova não podem ser previstos nesse estágio, gerando uma configuração de tensões única para cada ensaio.

A Figura 26b ilustra o gráfico tensão *versus* tempo de um ensaio de tração por compressão diametral, onde é visualizado o ponto de rompimento do corpo de prova. Este trabalho adotou apenas os valores da tensão de primeira fissura para todas as misturas.

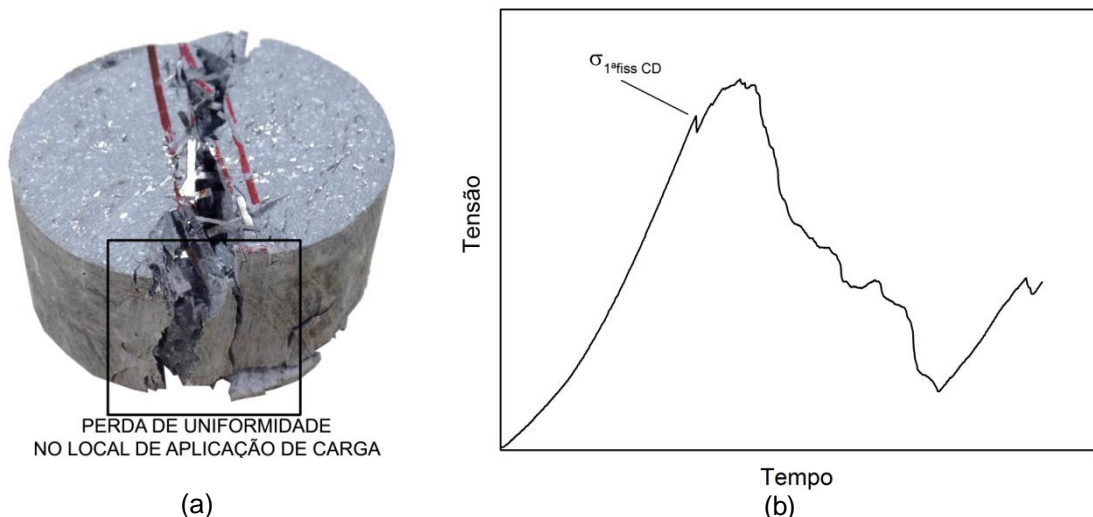


Figura 26: corpo de prova rompido (a) e gráfico tensão versus tempo de ensaio a compressão diametral (b).

### 3.5.4 Comportamento Mecânico sob Tração Direta

A determinação do comportamento mecânico sob tração direta foi realizada utilizando corpos de prova retangulares com dimensões de 60 x 20 x 350 mm com velocidade de carregamento de 1,0 mm/min (Figura 27). Os ensaios foram realizados na máquina de ensaios universais da SHIMADZU, modelo EMIC de 100 kN. O valor da tensão resistida pelo corpo de prova é determinado através da Equação 18.

$$f_{td} = F_r / A_{cp} \quad (18)$$

Onde,  $f_{td}$  é a tensão sob tração direta, em MPa;  $F_r$  é a carga aplicada, em kN; e  $A_{cp}$  é a área da seção transversal do corpo de prova, em mm<sup>2</sup>.

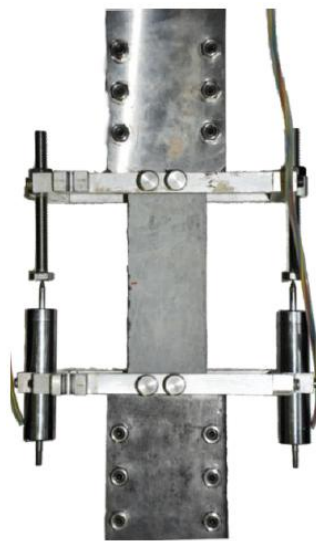


Figura 27: setup do ensaio de resistência sob tração direta.

Para determinação do módulo de elasticidade sob tração direta ( $E_{td}$ ) foi calculado o coeficiente angular da fase linear elástica da curva tensão *versus* deformação. Tal coeficiente é determinado a partir da deformação de  $5 \times 10^{-5}$  mm/mm até 40% da tensão de 1ª fissura do material (Figura 28).

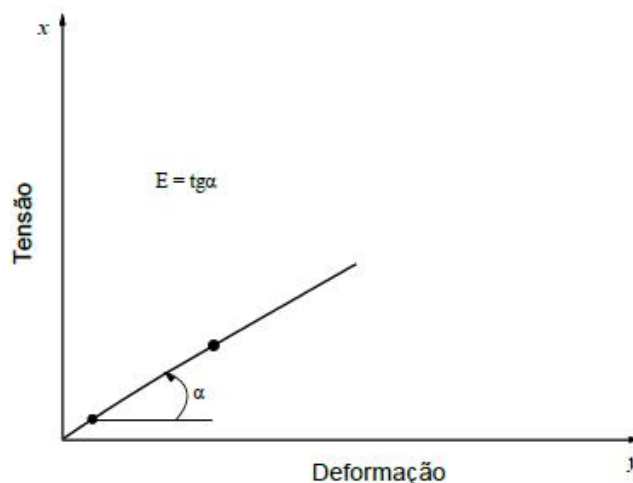


Figura 28: determinação do módulo de elasticidade sob tração direta. Retirado de VITORINO (2012).

A determinação da tenacidade foi realizada de acordo com o exposto em 3.5.2. O valor obtido foi expresso em J/mm<sup>2</sup>.

### 3.5.5 Estabilidade

Os ensaios de estabilidade foram realizados seguindo as recomendações do PROCELAB (CAMPOS, 2005). As formulações foram misturadas conforme o item 3.3.4. As pastas foram vertidas em tubo decantador (Figura 29a) em duas camadas de pasta, seguindo dois procedimentos distintos: movimentos uniformes, lentos e circulares com auxílio de bastão de vidro por 30 segundos para as pastas sem fibras de aço (PRSA e PE-W5); e 30 golpes leves ao redor do molde, para cada camada, com auxílio de espátula de metal, para as pastas com fibras de aço (PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75). Após a moldagem, o tubo decantador foi fechado e levado para banho térmico a 27°C, onde permaneceu por 24 horas. Passado este período, as amostras foram desmoldadas, verificando a possível ocorrência de rebaixamento de topo das pastas. As amostras foram então lavadas, identificadas e cortadas em quatro partes de tamanhos aproximadamente iguais. Cada fração foi identificada como T (topo), M1 (meio 1), M2 (meio 2) e B (base) (Figura 29b), de acordo com seu posicionamento. Em seguida, todas as frações dos corpos de prova foram submersos em água por um período de 40 minutos. Por fim, as massas de cada fração foram determinadas em balança de precisão, com incerteza de 0,01 g. A primeira pesagem foi realizada com as frações imersa na água e sem tocar o fundo nem as laterais do recipiente ( $m_{suspensa}$ ), e a segunda pesagem também imersa na água, porém apoiadas no fundo do recipiente ( $m_{apoiado}$ ) (Figura 29c).

As pastas seriam consideradas estáveis se a maior diferença de massa específica calculada (Equação 19) entre as seções ( $\Delta\rho$ ) fosse menor que 0,06 g/cm<sup>3</sup> e o rebaixamento de topo menor ou igual a 5,0 mm. Caso os critérios de estabilidade não fosse obtido, as pastas deveriam sofrer reformulações na dosagem.

$$\rho_n = \frac{m_{\text{apoiado}}}{m_{\text{suspense}}} \quad (19)$$

Onde,  $\rho_n$  é massa específica (g/cm<sup>3</sup>);  $m_{\text{apoiado}}$  é a massa submersa da amostra tocando o fundo do recipiente (g); e  $m_{\text{suspense}}$  é a massa submersa da amostra sem tocar os fundos e nem as laterais do recipiente (g).

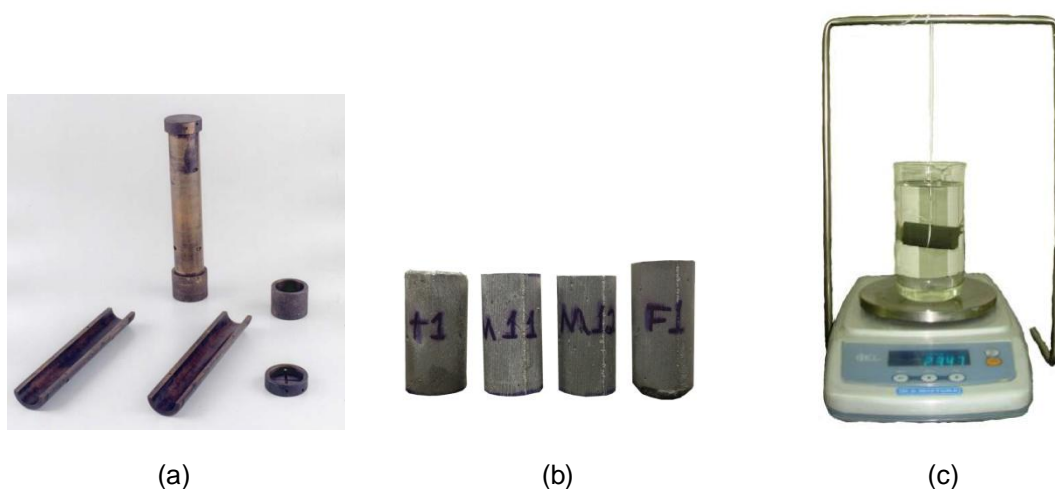


Figura 29: ensaio de estabilidade: tubo decantador (a); corpo de prova fracionado (b) – imagem retirada de PROCELAB (CAMPOS, 2005); e pesagem do corpo de prova em balança de precisão com suporte (c).

### 3.5.6 Absorção Total, Índice de Vazios e Massa Específica

Para a determinação da absorção total, índice de vazios e massa específica, foram seguidas as recomendações da NBR 9778 (2009). Foram moldados corpos de prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura, de acordo com o item 3.3.4 e 3.3.5. Após a cura do material, os corpos de prova foram levados para estufa à 40°C (Figura 30a), onde foram deixados até atingirem constância de massa. Segundo a NBR 9778 (2009), a constância de massa é obtida quando duas pesagens sucessivas das amostras, espaçadas de 24 horas, não difiram em mais de 0,5% da menor massa. Este valor de massa obtido é definido como massa seca do material ( $m_s$ ). O segundo estágio do ensaio é a imersão dos corpos de prova em água durante 72 horas, a fim de que haja saturação do corpo de prova. Após esse período, os corpos de prova imersos são levados para aquecer em uma placa de aquecimento, em que a energia de aquecimento deve ser o suficiente para que a água com os corpos de prova entre em ebulição num período de 15 a 30 minutos. A temperatura de 100°C deve ser mantida por um período de 5 horas (Figura 30b). Em seguida, a placa é desligada e o conjunto água mais corpos de prova são resfriados naturalmente até a temperatura ambiente. Para finalizar o ensaio, as massas dos corpos de prova são aferidas individualmente, primeiramente através de pesagem hidrostática (Figura 30c) – em que é determinado a massa imersa ( $m_i$ ) –, seguido de secagem superficial do corpo de prova e pesagem normal, em balança de precisão – sendo determinado a massa saturada do corpo de prova ( $m_{sat}$ ). As Equações 20, 21 e 22 determinam os valores

do índice de vazios ( $I_V$ ), absorção ( $A$ ) e massa específica real ( $\rho_r$ ) dos corpos de prova, respectivamente.

$$I_V = \frac{m_{sat} - m_s}{m_{sat} - m_i} \times 100 \quad (20)$$

$$A = \frac{m_{sat} - m_s}{m_s} \times 100 \quad (21)$$

$$\rho_r = \frac{m_s}{m_s - m_i} \quad (22)$$

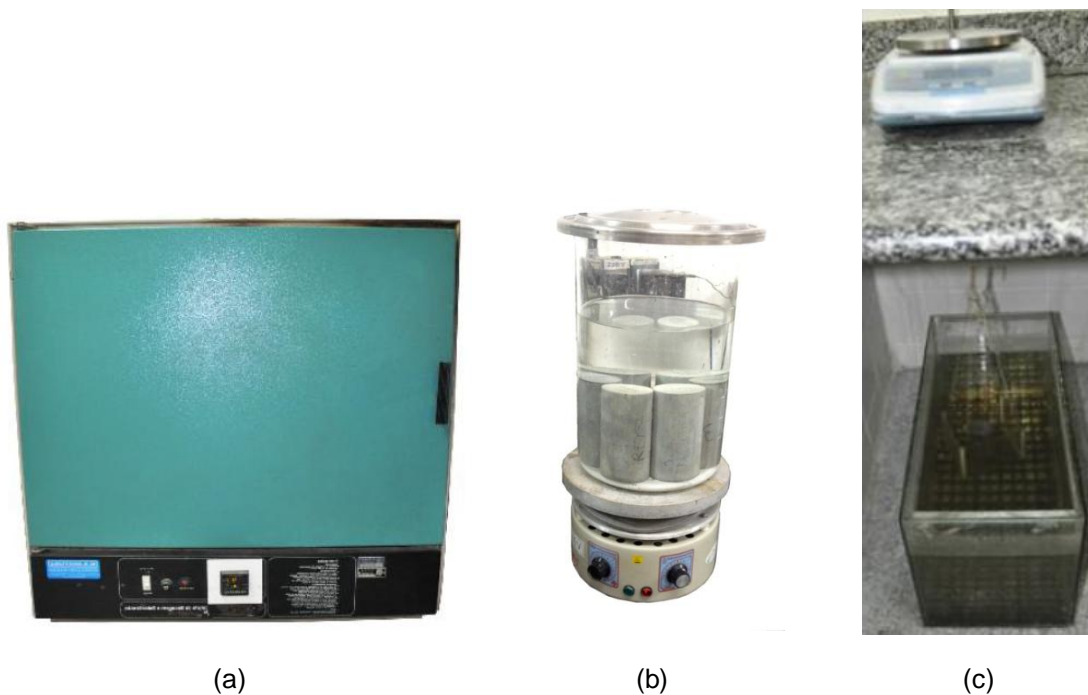


Figura 30: estufa de 40°C (a), placa de aquecimento com corpos de prova saturados (b) e pesagem hidrostática dos corpos de prova (c).

### 3.5.7 Permeabilidade a Gás Nitrogênio

O ensaio de permeabilidade a gás nitrogênio foi proposto por Cabrera & Lynsdale (1988) e se apresentou viável para este trabalho. Para realização do mesmo, foi utilizado um permeâmetro a gás nitrogênio (Figura 31a) do LabEST/COPPE/UFRJ. Foram moldados 3 corpos de provas cilíndricos de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura para cada mistura. O procedimento de mistura, homogeneização da pasta e moldagem dos corpos de prova seguiram os descritos no item 3.3. Decorrido o tempo normal de cura, cada corpo de prova foi cortado em 3 partes iguais em forma de disco, cada um com 50 mm de diâmetro e 25 mm de altura (Figura 31b). Após isso, os corpos de prova foram direcionados para estufa a 40°C para secagem e obtenção de constância de massa, segundo a NBR 9778 (2009).



Os discos tiveram suas laterais envolvidas por fita adesiva de alumínio a fim de evitar que houvesse fluxo vertical pelas bordas entre a amostras e a borracha de silicone utilizada no ensaio. Para o posicionamento do corpo de prova no permeâmetro, foi utilizado um anel de vedação de borracha de silicone ultra-rígida (Figura 31c), previamente moldada. O sistema foi então fechado com tampa de aço e preso por um parafuso central. Em seguida, foi aplicado um fluxo de gás nitrogênio sobre a amostra, fixando um valor de pressão de 0,20 MPa, medido e controlado através de manômetros. Esta pressão foi mantida por um tempo mínimo de 15 minutos, a fim de se estabilizar o fluxo de gás nitrogênio dentro do sistema.

Em seguida, as leituras foram realizadas. Verifica-se a vazão do gás através da pipeta graduada instalada a jusante do sistema do permeâmetro, medindo o tempo necessário para que uma bolha percorresse um volume específico da pipeta graduada. Para cada amostra, 10 leituras foram realizadas. Por fim, aplicou-se a Lei de Darcy para fluidos compressíveis com o intuito de obter a permeabilidade do material (Equação 23).

$$k = \frac{2 \cdot \eta \cdot Q \cdot h \cdot P_2}{A(P_1^2 - P_2^2)} \quad (23)$$

Onde,  $k$  é a permeabilidade, em  $\text{m}^2$ ;  $\eta$  é a viscosidade do gás nitrogênio na temperatura de ensaio, em  $\text{Ns}/\text{m}^2$ ;  $Q$  é a vazão do gás, em  $\text{m}^3/\text{s}$ ;  $h$  é a altura da amostra, em metro;  $A$  é a área da seção transversal da amostra, em  $\text{m}^2$ ;  $P_2$  é a pressão na qual a vazão é medida (pressão atmosférica), em  $\text{N}/\text{m}^2$ ; e  $P_1$  é a pressão de gás aplicada, em  $\text{N}/\text{m}^2$ .

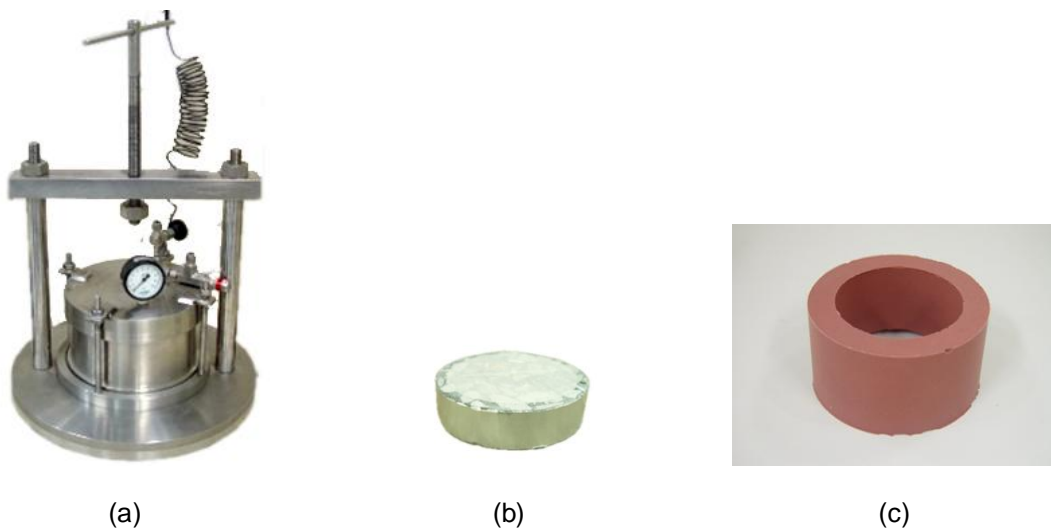


Figura 31: permeâmetro à gás nitrogênio (a), corpo de prova cortado e preparado para o ensaio (b) e borracha de silicone ultra-rígida para vedação (c).

## 4 Apresentação e Discussão dos Resultados

### 4.1 Propriedades dos Materiais Utilizados

#### 4.1.1 Cimento Portland classe G

O cimento utilizado possui massa específica de 3,25 g/cm<sup>3</sup> [27,12 lbm/gal] e sua composição química, realizada por fluorescência, mostrou composição de 70% de óxidos de cálcio, 16,1% de óxidos de silício, 5,6% de óxido de ferro e 3,2% de óxido de alumínio (Tabela 8). Fases típicas de silicatos  $\beta$ -C<sub>2</sub>S e C<sub>3</sub>S e aluminatos C<sub>3</sub>A e C<sub>4</sub>AF foram encontradas através da técnica de difração por raio-X (Figura 32a). Análises termogravimétricas apresentaram picos referentes aos silicatos, aluminatos (100-150°C) e hidróxido de cálcio (380-450°C) (Figura 32b). Por outro lado, o teor de água total combinada apontou valor inferior a 1% o que pode ter sido gerado devido a uma pré-hidratação inicial do cimento em virtude das condições de estocagem e transporte do material (VITORINO, 2012).

Tabela 8: resultados da análise de fluorescência de raio-X do Cimento Portland classe G.

Composição química do cimento classe G										
Óxidos	CaO	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	SrO	TiO <sub>2</sub>	MnO	ZnO
Teor (%)	70,2	16,0	5,6	3,9	3,2	0,5	0,3	0,2	0,1	0,2

Fonte: VITORINO (2012).

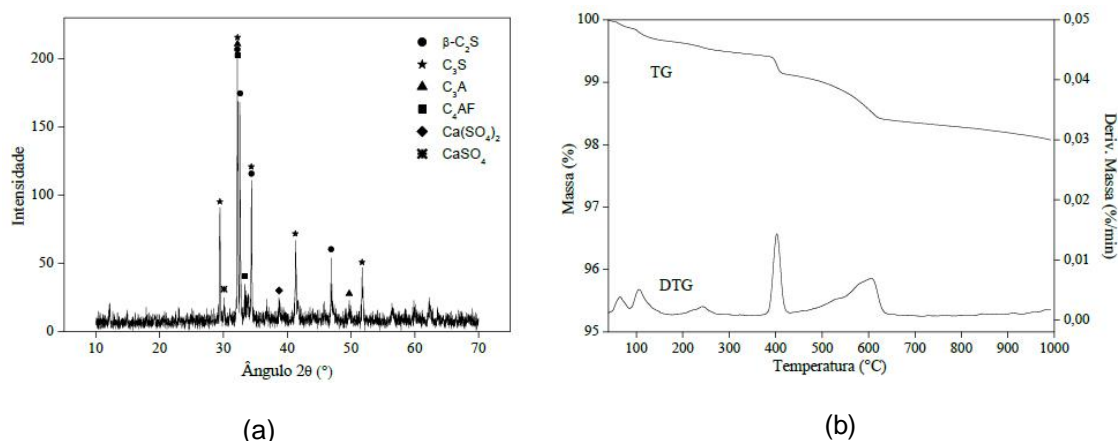


Figura 32: resultados de difração de raios X (a) e termogravimetria (b) do Cimento Portland classe G. Retirado de VITORINO (2012).

A análise granulométrica do cimento evidencia um tamanho médio de partículas ( $D_{50}$ ) de 15,6  $\mu\text{m}$  e um  $D_{80}$  de 31,6  $\mu\text{m}$  (Figura 33). A resistência a compressão média foi de 4,7 MPa [678,9 psi] para a cura em 38°C e para cura em 60°C foi de 10,35 MPa [1501,1 psi]. O teor de fluido livre à temperatura ambiente foi de 3,2%. Os valores de resistência e fluido livre estão dentro dos limites estabelecidos pela NBR 9831 (2006).

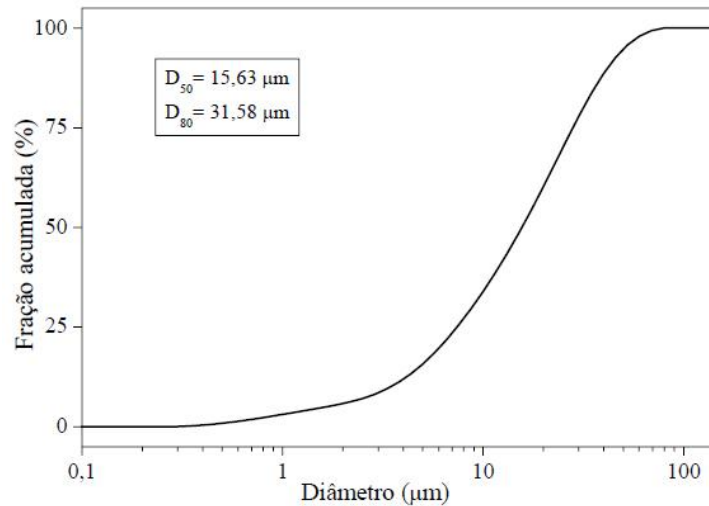


Figura 33: análise granulométrica do cimento Portland classe G (VITORINO, 2012).

Propriedades reológicas, tempo de espessamento e consistência do cimento Portland classe G são apresentadas nas Tabelas 9 e 10, abaixo. Todos os valores obtidos estão de acordo com o norma NBR 9831 (2006).

Tabela 9: propriedades reológicas do cimento Portland classe G.

Temperatura	LE (Pa [lbf/100 pés <sup>2</sup> ]) – CV (%)	VP (mPa.s [cP] – CV (%))	GI (Pa [lbf/100 pés <sup>2</sup> ]) – CV (%)	GF (Pa [lbf/100 pés <sup>2</sup> ]) – CV (%)
<b>27°C</b>	32,8 [68,5] – 21,9	84,0 [84,0] – 10,4	4,9 [10,3] – 18,4	5,3 [11,0] – 21,5
<b>52°C</b>	35,1 [73,3] – 1,3	71,0 [71,0] – 3,7	5,3 [11,0] – 10,7	8,9 [18,6] – 9,0

Fonte: VITORINO (2012).

Tabela 10: determinação das propriedades de bombeamento do cimento Portland classe G.

Tempo para atingir 100 Uc (min)	Tempo para atingir 50 Uc (min)	Consistência (Uc)				Consistência máxima (Uc) de 15 a 30 minutos
		Tempo de espessamento				
		0%	25%	50%	75%	
97	71	54	30	31	53	30

Fonte: VITORINO (2012).

#### 4.1.2 Sílica Ativa

A sílica ativa utilizada possui massa específica de 2,37 g/cm<sup>3</sup> [19,78 lbf/gal] e sua composição química, realizada por fluorescência de raio-X, mostrou composição de 94,5% de óxidos de silício (Tabela 11). Pelo difratograma (Figura 34a), pode ser observado um alto grau de amorfismo entre 11 e 35°C e pequenos picos de carbeto de silício e quartzo. Pela análise térmica (Figura 34b), vemos uma perda de massa da ordem de 0,5% entre as temperaturas de 40 e 100°C, as quais estão relacionadas a um pequeno ganho de umidade durante o transporte, manuseio e estocagem do material (VITORINO, 2012). Outra perda de massa da ordem de 1,5% (435 a 900°C) foi atribuída à liberação de CO<sub>2</sub> pela volatilização de materiais carbonáticos

(VITORINO, 2012; NITA, 2006; e VERESHCHAGIN, 2004). A massa residual de sílica ativa foi de 96,9%.

Tabela 11: resultados de análise de fluorescência da sílica ativa.

Composição química da sílica ativa						
Óxidos	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO
Teor (%)	94,5	1,2	1,8	0,9	0,8	0,6

Fonte: VITORINO (2012).

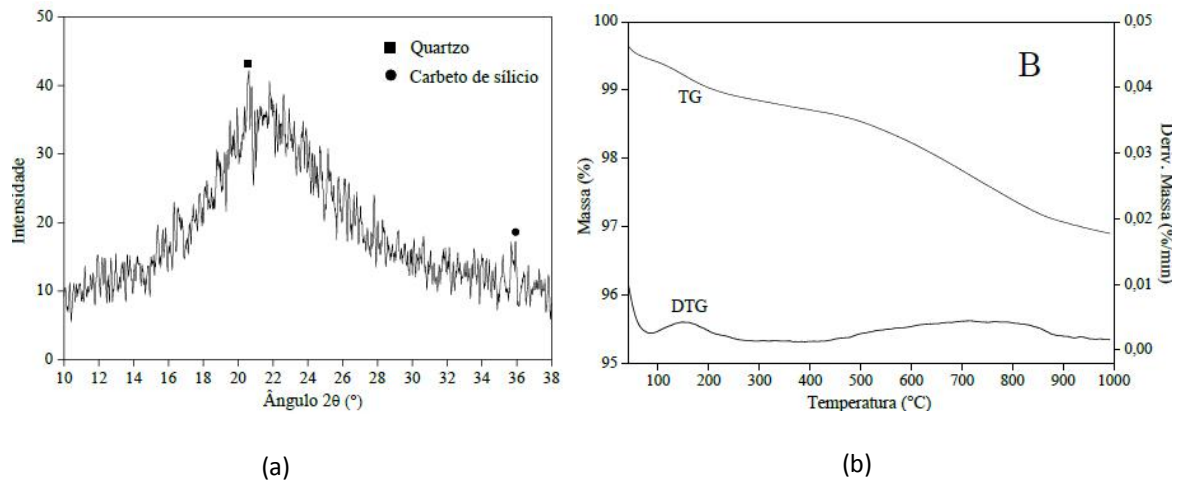


Figura 34: resultados de difração de raios X (a) e termogravimetria (b) da sílica ativa (VITORINO, 2012).

A análise granulométrica, exposta na Figura 35 abaixo, da sílica ativa evidencia um tamanho médio de partículas ( $D_{50}$ ) de 0,40  $\mu\text{m}$  e um  $D_{80}$  de 2,0  $\mu\text{m}$ .

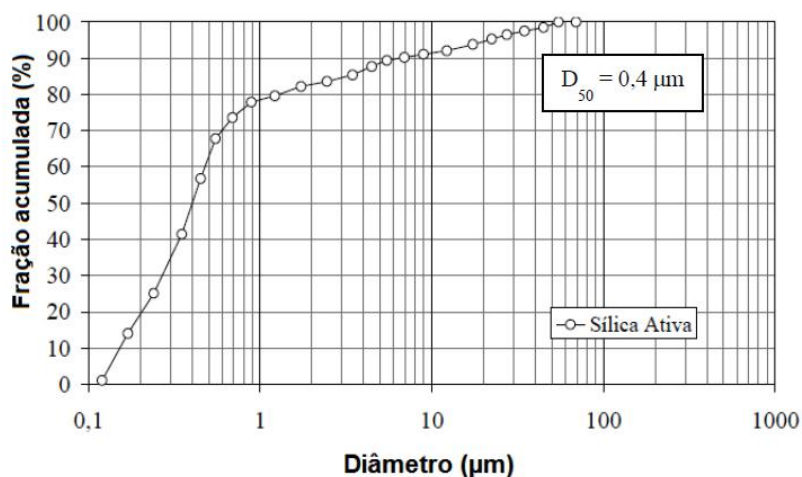


Figura 35: análise granulométrica da sílica ativa (BALTHAR, 2010).

### 4.1.3 Microfibras de volastonita

A microfibras de volastonita utilizada neste projeto possui massa específica de 3,05 g/cm<sup>3</sup> [25,45 lbm/gal], coloração branca e sua composição química, realizada por fluorescência, mostrou composição de 54,5% de óxidos de cálcio e 43,6% de óxido de silício (Tabela 12). Fases típicas de volastonita (CaO.SiO<sub>2</sub>), SiO<sub>2</sub> e CaO foram observadas em sua composição mineralógica (Figura 36a).

Tabela 12: resultados de análise de fluorescência das microfibras de volastonita.

Composição química das microfibras de volastonita										
Óxidos	CaO	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	SrO	TiO <sub>2</sub>	MnO	ZnO
Teor (%)	70,2	16,0	5,6	3,9	3,2	0,5	0,3	0,2	0,1	0,1

Fonte: VITORINO (2012).

Os resultados de microscopia eletrônica de varredura apresentaram partículas com morfologia acicular (Figura 37). A análise termogravimétrica mostrou perdas de cerca de 1,0% de sua massa entre 550 e 710°C, a qual pode ser atribuída à dissociação do CaCO<sub>3</sub> (Figura 36b) (VITORINO, 2012). Outras características físicas foram verificadas por Silva (1999) e Formagini (2005) e estão expostas na Tabela 13.

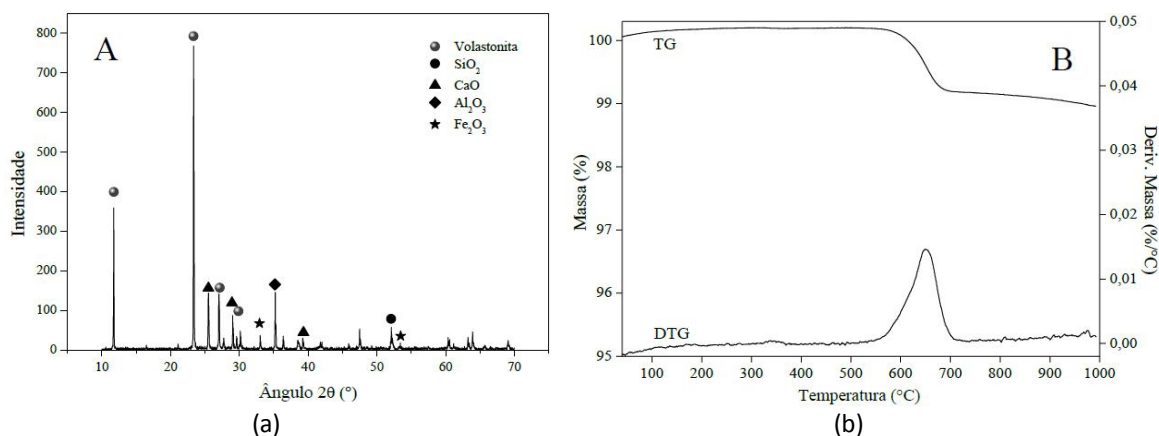


Figura 36: resultados de difração de raios X (a) e termogravimetria (b) das microfibras de volastonita (VITORINO, 2012).

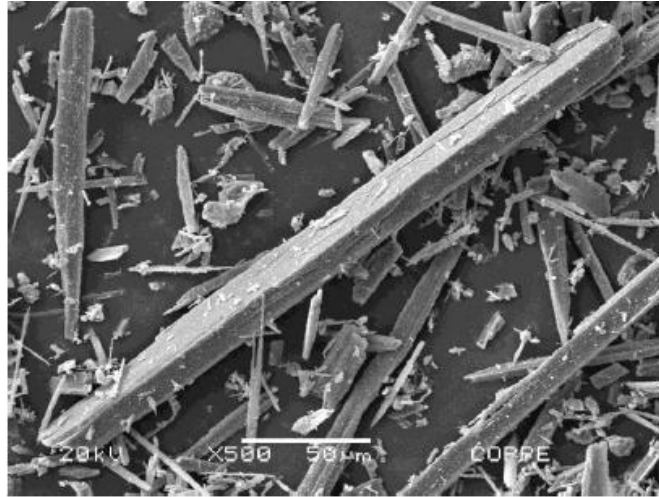


Figura 37: microfibras de volastonita observadas por microscopia eletrônica de varredura (VITORINO, 2012).

Tabela 13: características físicas das microfibras de volastonita.

<b>Características físicas das microfibras de volastonita</b>	
<i>pH (10% diluída)</i>	9,9
<i>Coeficiente de expansão térmica (mm/mm/°C)</i>	$6,5 \times 10^{-6}$
<i>Ponto de fusão (°C)</i>	1540
<i>Relação de aspecto (l/d)</i>	15
<i>Módulo de elasticidade (GPa [ksi])</i>	120 [17404,5]

Fonte: SILVA (1999) e FORMAGINI (2005).

#### 4.1.4 Fibras de aço FibraFlex

As fibras de aço utilizadas são produzidas pela Saint-Gobain Seva, na França, nomeadas FibraFlex. São compostas de metais amorfos  $(Fe,Cr)_{80}$  e  $(P,C,Si)_{20}$ , apresentando excelente resistência à corrosão em ambientes salinos (cloretos e sulfatos) e em ambientes ácidos (SAINT-GOBAIN SEVA, [s.d.]). Testes de corrosão realizados com solução em HCl (0,1 N) e  $FeCl_3$  (0,4 N) apresentaram nenhuma reação sobre as fibras de aço em 24 horas de aplicação (SAINT-GOBAIN SEVA, [s.d.]). A Tabela 14 apresenta algumas características das fibras.

Tabela 14: características físicas das fibras de aço (FibraFlex).

<b>Características físicas das fibras de aço (FibraFlex)</b>	
<i>Fibra Referenciada (Saint-Gobain Seva)</i>	<i>FF20E0</i>
<i>Formato da seção transversal</i>	<i>Retangular</i>
<i>Comprimento (mm)</i>	<i>20,0</i>
<i>Largura (mm)</i>	<i>1,0</i>
<i>Espessura (μm)</i>	<i>24</i>
<i>Qtd. de fibras/kg</i>	<i>275.000</i>
<i>Área específica m<sup>2</sup>/kg</i>	<i>11,6</i>
<i>Tensão de Tração (MPa)</i>	<i>≥ 1400</i>
<i>Módulo de Elasticidade (GPa [ksi])</i>	<i>140 [20305,3]</i>

Fonte: SAINT-GOBAIN SEVA ([s.d.]) e HAMEED et al. (2013)



(a)



(b)

Figura 38: foto das fibras de aço (FibraFlex) a olho nu (a) e em microscópio óptico (b) (SAINT-GOBAIN SEVA, [s.d.]).

#### 4.1.5 Superplastificante e Antiespumante

O aditivo superplastificante Hormitec apresenta-se em solução aquosa e, segundo o fabricante, possui massa específica de  $\sim 1,20 \text{ g/cm}^3$  [ $\sim 10,01 \text{ lb/gal}$ ] e teor de sólidos de  $\sim 40\%$ .

O aditivo antiespumante D-AIR3000, de acordo com o fabricante, possui concentrações de silicone inferiores a 60% e massa específica de  $1,00 \text{ g/cm}^3$  [ $8,34 \text{ lbm/gal}$ ].

#### 4.1.6 Aditivo modificador de viscosidade VMA

O aditivo modificador de viscosidade (VMA) se apresenta em pó branco, baseado em polímeros de celulose de alto peso molecular. Segundo a BASF, o aditivo não possui retenção de finos e apresenta massa específica real de  $0,68$  a  $0,72 \text{ g/cm}^3$  [ $5,60$  a  $5,99 \text{ lbm/gal}$ ] e massa específica aparente de  $0,55$  a  $0,59 \text{ g/cm}^3$  [ $4,57$  a  $4,90 \text{ lbm/gal}$ ].

## 4.2 Propriedades das Pastas no Estado Fresco

### 4.2.1 Comportamento Reológico e Tixotropia

A Tabela 15 e a Figura 39 expressam os valores médios calculados do limite de escoamento ( $\tau_0$ ), índice de consistência ( $k$ ), índice de comportamento ( $n$ ) e viscosidade plástica ( $\mu_0$ ) para a pasta de referência e para as pastas fibrosas. A Figura 40 apresenta as curvas de fluxo média das misturas estudadas com seus respectivos desvios padrão. A Figura 41 apresenta o grau de tixotropia das pastas estudadas.

Tabela 15: parâmetros obtidos através da aplicação do modelo reológico de Herschel-Bulkley, Viscosidade Plástica e  $R^2$  do ajuste teórico feito pelo modelo de Herschel-Bulkley.

Pasta	Limite de Escoamento (Pa) – CV (%)	Índice de Consistência (adimensional) – CV (%)	Índice de Comportamento (adimensional) – CV (%)	Viscosidade Plástica (mPa.s [cP]) – CV (%)	$R^2$ – CV (%)
<b>PRSA</b>	7,54 – 5,34	0,165 – 10,75	0,794 – 5,65	66,3 [66,3] – 5,27	0,990 – 0,51
<b>PE-W5</b>	13,90 – 8,89	0,191 – 1,70	0,943 – 9,29	125,8 [125,8] – 7,75	0,975 – 3,65
<b>PE-W5F25</b>	16,52 – 11,56	0,189 – 89,71	1,051 – 24,65	206,5 [206,5] – 8,71	0,968 – 2,61
<b>PE-W5F50</b>	33,56 – 27,51	0,726 – 26,61	0,870 – 18,57	458,5 [458,5] – 29,65	0,715 – 46,4
<b>PE-W5F75</b>	56,51 – 28,41	0,496 – 22,88	1,146 – 1,87	828,4 [828,4] – 15,33	0,733 – 8,23



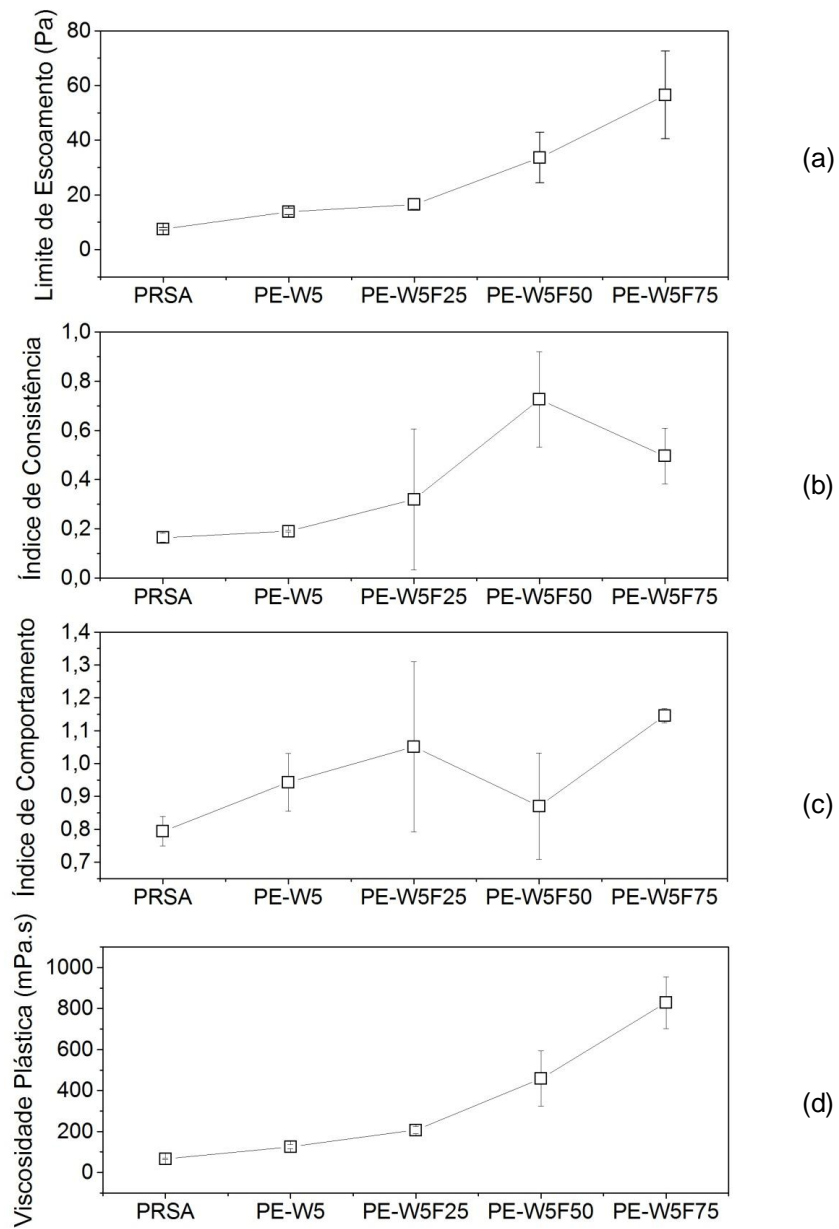


Figura 39: parâmetros obtidos através da aplicação do modelo reológico de Herschel-Bulkley. Limite de Escoamento (a), Índice de Consistência (b), Índice de Comportamento (c) e Viscosidade Plástica (d).

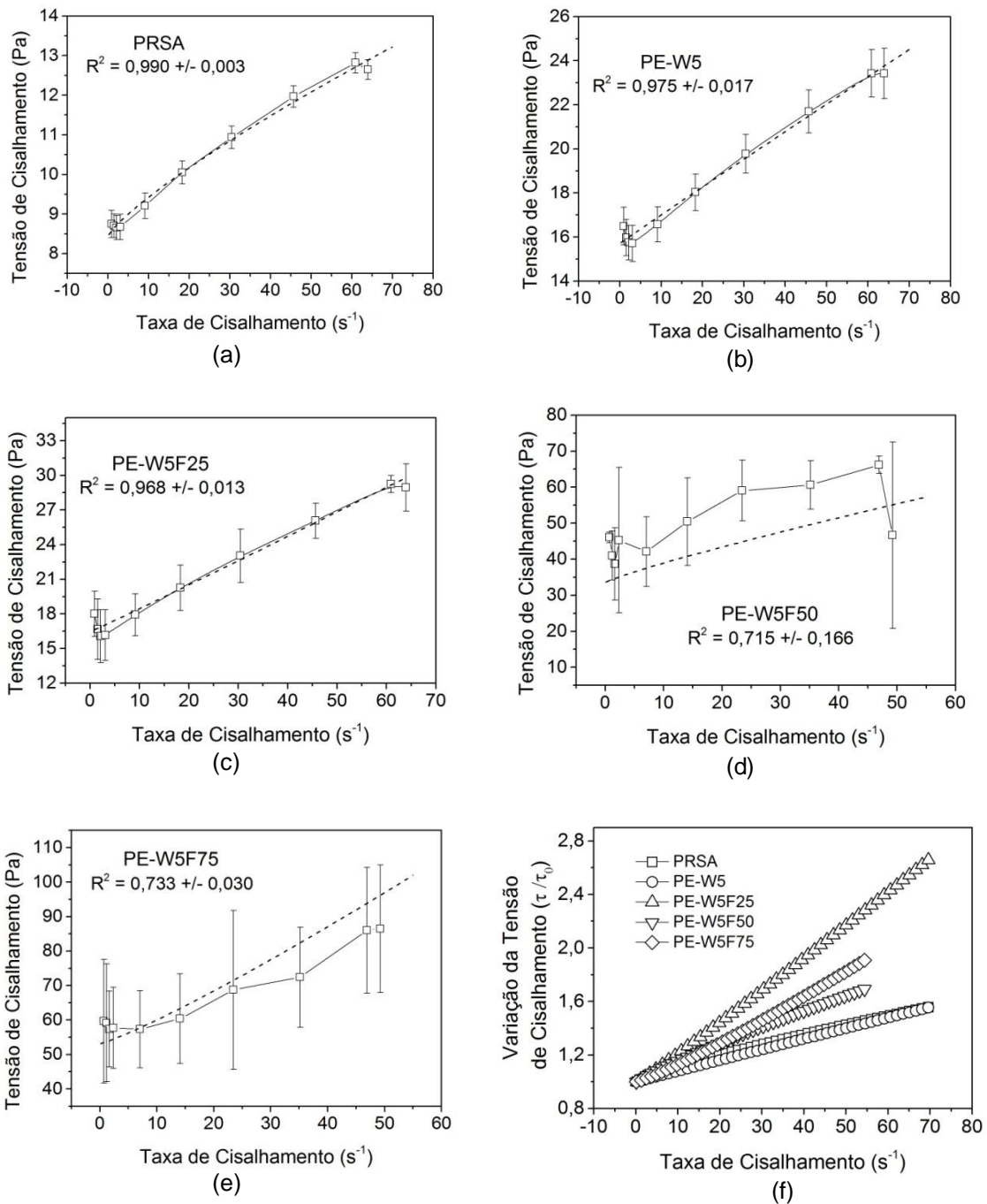


Figura 40: pontos médios ascendentes e curva de fluxo pelo método de Herschel-Bulkley das pastas PRSA (a), PE-W5 (b), PE-W5F25 (c), PE-W5F50 (d) e PE-W5F75 (e); e curvas de fluxo geradas pelo método de Herschel-Bulkley (linhas tracejadas) (f).

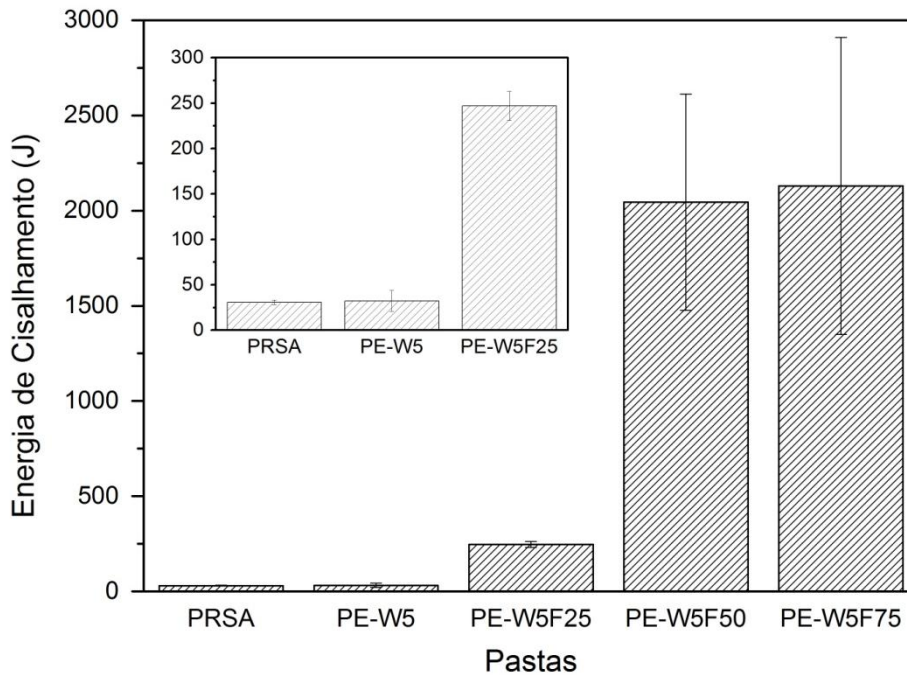


Figura 41: grau de tixotropia das pastas PRSA, PE-W5, PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75.

Foi observado que para as pastas híbridas (PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75), a tensão de cisalhamento inicial, na primeira rampa de velocidade (parte ascendente) apresentou um pico muito elevado (Anexos - Figuras 79, 80 e 81). Este comportamento não se repetiu na segunda e nem na terceira rampa, indicando uma mudança da estrutura da pasta. Observações visuais foram realizadas com as misturas híbridas imergindo apenas metade da palheta do reômetro nas pastas. Tal procedimento mostrou que, nas primeiras velocidades, a dispersão aleatória das fibras criava uma barreira física, a qual levava a necessidade de uma maior tensão cisalhante para por a pasta em fluxo. Vencida esta primeira barreira de tensão e com o prosseguimento do ensaio as fibras se orientavam em torno da palheta de forma radial, acompanhando o fluxo da pasta. Boulekbache *et al.* (2010) estudou o efeito do fluxo na orientação de fibras de aço, onde sugeriu que o alinhamento das fibras acontece devido ao perfil de velocidade do fluxo da pasta. Ou seja, a velocidade da mistura varia de zero nas paredes até um máximo ao longo da linha de centro do fluxo (Figuras 42a, 42b, 43a e 43b). Stähli *et al.* (2008) sugere que diferentes velocidades de fluxo afetam as fibras e podem causar sua reorientação de forma perpendicular à direção do fluxo. Ele também sugere que uma mistura fibrosa, na presença de velocidades relativas de translação e rotação, fará com que o fluido exerça forças e momentos hidrodinâmicos nas fibras; este efeito é maior em uma velocidade de fluxo maior ou quando a velocidade pode afetar as fibras por mais tempo.

Portanto, a interpretação dos parâmetros reológicos pelo modelo de Herschel-Bulkley (Tabela 15 e Figura 40) para as pastas híbridas foram realizadas com os dados médios aquisitados na segunda rampa ascendente de velocidade, após a orientação das fibras na mistura. A energia de cisalhamento (Figura 41) foi determinada para a primeira repetição da rampa de velocidade. Para as pastas PRSA e PE-W5, os parâmetros reológicos foram obtidos através da primeira rampa de velocidade.

Os valores de limite de escoamento (LE), viscosidade plástica (VP) e energia de cisalhamento aumentaram consideravelmente com o acréscimo de fibras de aço. Para PE-W5F75, LE e VP aumentaram 7,5 e 12,5 vezes em relação à PRSA, respectivamente, e PE-W5F25 atingiram 2,2 e 3,1 vezes os valores encontrados para PRSA, nos mesmos parâmetros respectivamente. O aumento de LE e VP para a pasta com volastonita (PE-W5) foi de 84% e 89,7%, respectivamente, em relação à pasta de referência.

Tanto o índice de comportamento quanto o índice de consistência apresentaram tendência de aumento com o acréscimo de fibras na mistura. Apesar da grande dispersão obtida para as misturas híbridas, especialmente para a PE-W5F50, foi observado um aumento de 200% no índice de consistência da pasta PE-W5F75, em relação à pasta PRSA, e de 44% para o índice de comportamento da mesma pasta, também em relação à pasta de referência.

Devido ao elevado desvio padrão nos resultados de energia de cisalhamento das pastas PE-W5F50 e PE-W5F75, tais valores não podem ser comparados entre si com exatidão. O aumento neste parâmetro para PE-W5F75 foi de 69,5 vezes, em relação a PRSA. O aumento na energia de cisalhamento de PE-W5F25 e PE-W5, em relação à PRSA, foi de 706,6% e 5,1%, respectivamente.

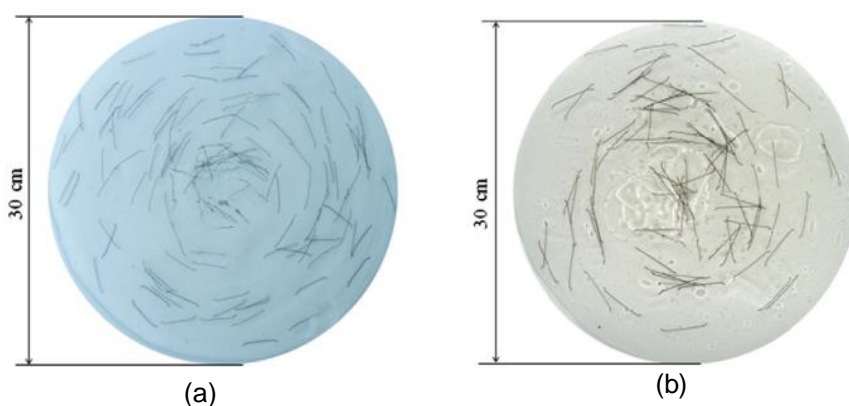


Figura 42: estudo do fluxo e orientação das fibras em solução translúcida (Carbopol), para limite de escoamento de 25 Pa (a) e 70 Pa (b). Retirado de BOULEKBACHE et al. (2010).

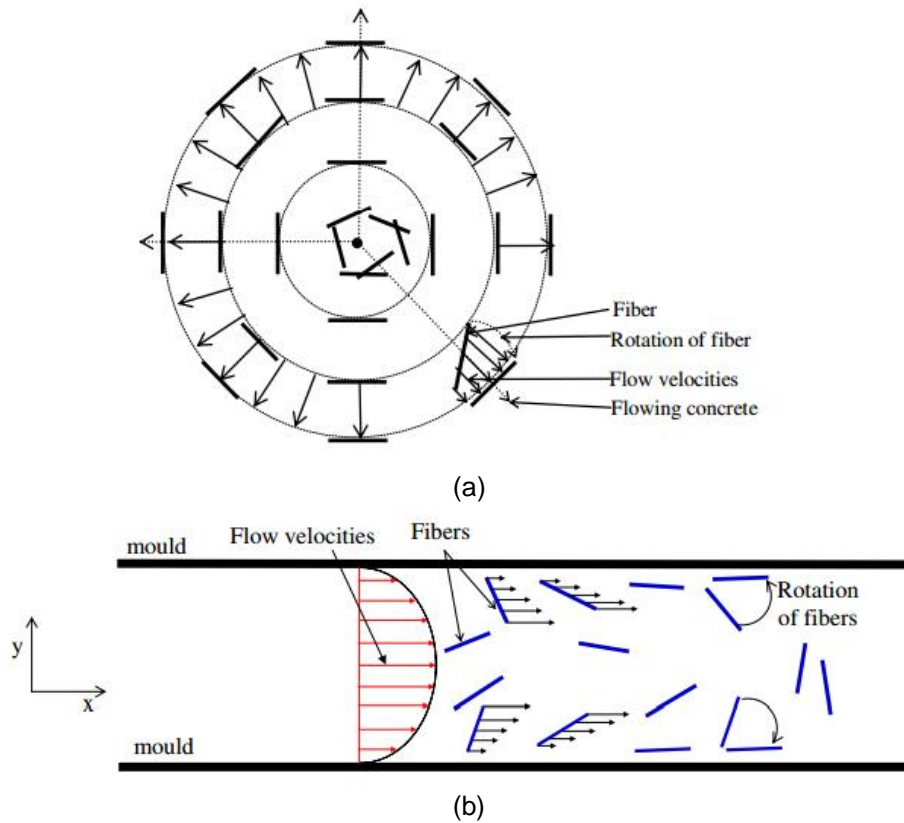


Figura 43: explicação para orientação de fibras em fluxo radial (a) e fluxo linear canalizado (b). Retirado de BOULEKBACHE et al. (2010).

#### 4.2.2 Fluido livre e Massa específica Aparente na Fase Líquida.

Os ensaios de fluido livre e de massa específica aparente ( $\rho_{aparente}$ ) foram realizados para todas as misturas em estudo. Para os ensaios de fluido livre, nenhuma das pastas apresentou fase sobrenadante. Na Tabela 16, temos as médias dos resultados para cada pasta ensaiada.

A adição de fibras de aço aumentou a massa específica aparente das misturas, o que não foi observado nas pasta PE-W5, em relação à PRSA. Nota-se um aumento máximo de 6,8% no massa específica aparente para a pasta PE-W5F75 para a pasta de referência.

Tabela 16: resultados dos ensaios de fluido livre e massa específica aparente para cada pasta ensaiada.

Pasta	$T_{fl}$ (%) – CV (%)	$\rho_{aparente}$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho_{aparente}$ (lb/gal)
PRSA	0	1,75	14,60
PE-W5	0	1,75	14,60
PE-W5F25	0	1,84	15,36
PE-W5F50	0	1,85	15,45
PE-W5F75	0	1,87	15,61

## 4.3 Propriedades das Pastas no Estado Endurecido

### 4.3.1 Comportamento Mecânico sob Compressão Uniaxial

As curvas típicas de tensão *versus* deformação axial e deformação lateral para a pasta de referência, misturas PE-W5 e as misturas híbridas estão dispostas nas Figura 44 e Figura 45. Os valores médios e seus respectivos coeficientes de variação de resistência à compressão  $f_c$ , deformação lateral  $\varepsilon_{c,lat}$  e deformação axial  $\varepsilon_{c,axial}$  para as tensões de pico estão apresentados na Tabela 17. Os valores de módulo de elasticidade  $E_c$  e o coeficiente de poisson  $\nu$ , são apresentados na Tabela 17 e na Figura 46.

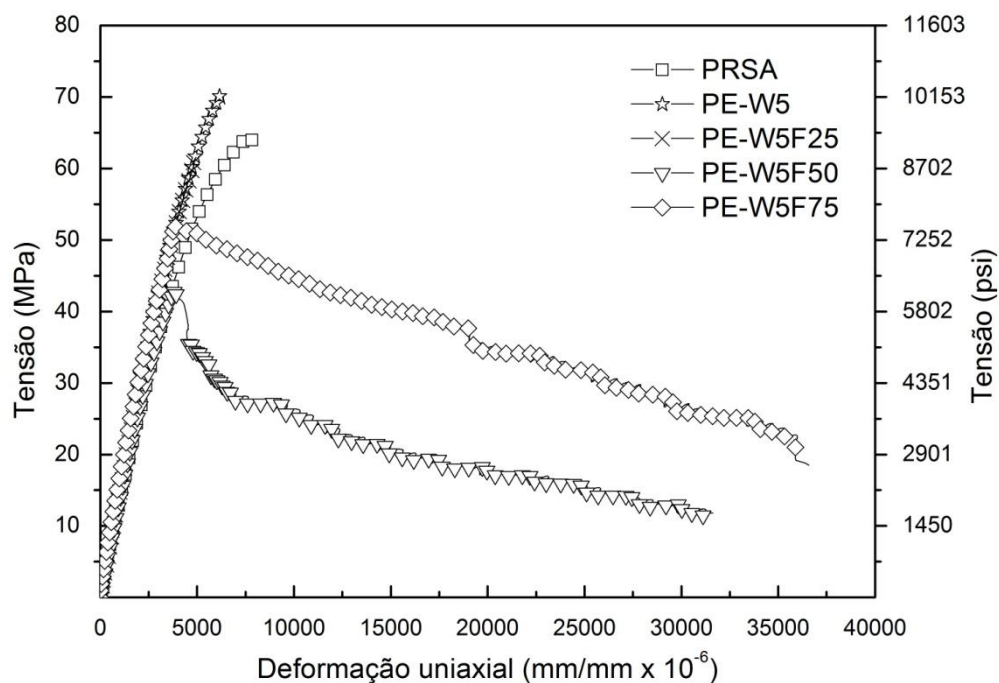


Figura 44: curvas típicas tensão versus deformação axial das pastas analisadas.

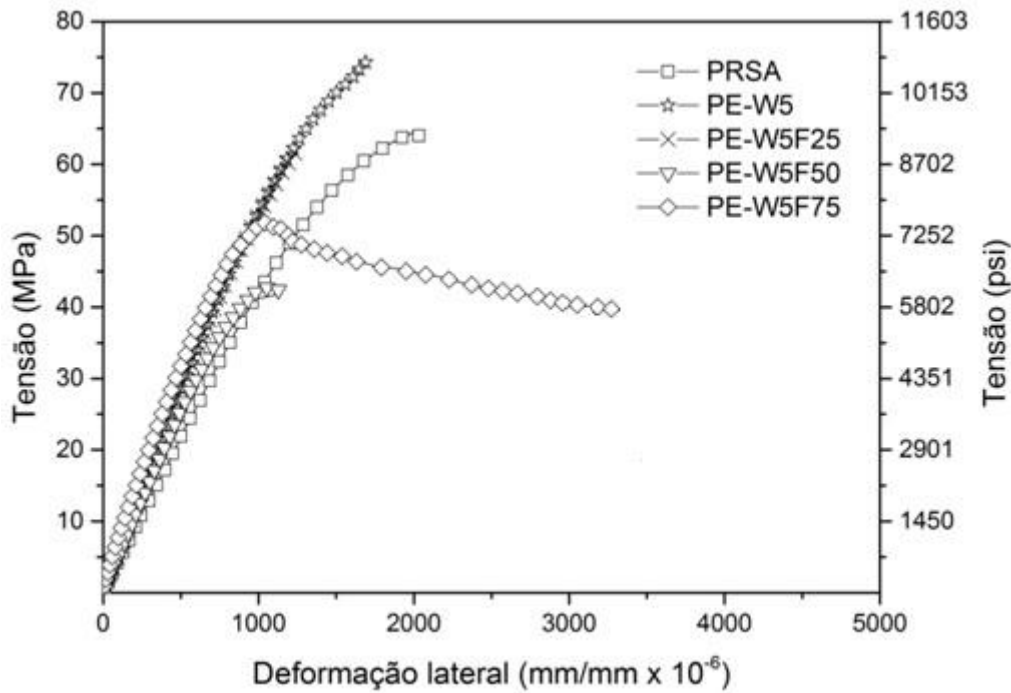


Figura 45: curvas típicas tensão versus deformação lateral das pastas analisadas.

Tabela 17: média e coeficiente de variação dos valores da resistência a compressão uniaxial, deformação uniaxial e lateral, módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson das pastas analisadas.

Pasta	$f_c$ (MPa) – CV (%)	$\epsilon_{c,axial}$ ( $\mu\epsilon$ ) – CV (%)	$\epsilon_{c,lateral}$ ( $\mu\epsilon$ ) – CV (%)	$E_c$ (GPa) – CV (%)	$\nu$ – CV (%)
PRSA	64,08 – 2,19	7165,7 – 8,27	1935,6 – 9,00	11,88 – 4,28	0,28 – 4,96
PE-W5	66,12 – 9,52	5507,6 – 15,0	1515,9 – 17,9	14,37 – 9,34	0,27 – 7,57
PE-W5F25	61,35 – 1,83	4924,9 – 2,51	1300,7 – 11,5	14,26 – 4,75	0,25 – 6,44
PE-W5F50	51,73 – 15,1	4795,4 – 14,1	1276,3 – 17,2	13,72 – 6,02	0,25 – 1,51
PE-W5F75	52,34 – 4,03	4551,4 – 4,33	1735,8 – 7,49	14,11 – 7,77	0,25 – 4,41

A análise da Figura 44 e Figura 45 indica que a mistura com microfibras de volastonita apresentou um aumento de 3,2% na tensão de ruptura em relação à pasta de referência. Todavia, a adição das fibras de aço nas misturas híbridas causaram uma diminuição neste mesmo parâmetro. Estas reduções foram de 4,3% para PE-W5F25, 19,3% para PE-W5F50 e de 18,3% para PE-W5F75.

Quanto as deformações axiais e laterais de pico, verificou-se reduções com a adição de fibras. A deformação axial de pico obteve diminuições de 23,1, 31,3, 33,1 e 36,5% para PE-W5, PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75, respectivamente. Na deformação lateral de pico, a mistura com o maior teor de fibras de aço (PE-W5F75) apresentou redução de 10,3% enquanto PE-W5, PE-W5F25 e PE-W5F50 atingiram 21,7, 32,8 e 34,1%, respectivamente, em relação á pasta de referência.

Em relação a PRSA, o valor máximo obtido foi de 20,9% para a pasta PE-W5. O coeficiente de Poisson obteve reduções, em média, de 10,7% para todas as pastas híbridas em relação à pasta de referência e 7,4% em relação à pasta PE-W5. Nota-se que a adição de volastonita à pasta de referencia levou a um consecutivo aumento do módulo de elasticidade de todas as misturas que a continha. O módulo de elasticidade das pastas híbridas e das pastas com volastonita apresentaram valores semelhantes. Como pode ser observado nas Figuras 44 e 45. As pastas PRSA, PE-W5 e PE-W5F25 apresentaram ruptura de forma frágil. Já as pastas híbridas com 0,50% e 0,75% de fibras de aço notou-se comportamento de pós-fissuração. Os modos de fratura predominantes das pastas foram do tipo colunar e cisalhante (Figuras 47, 48, 49, 50 e 51).

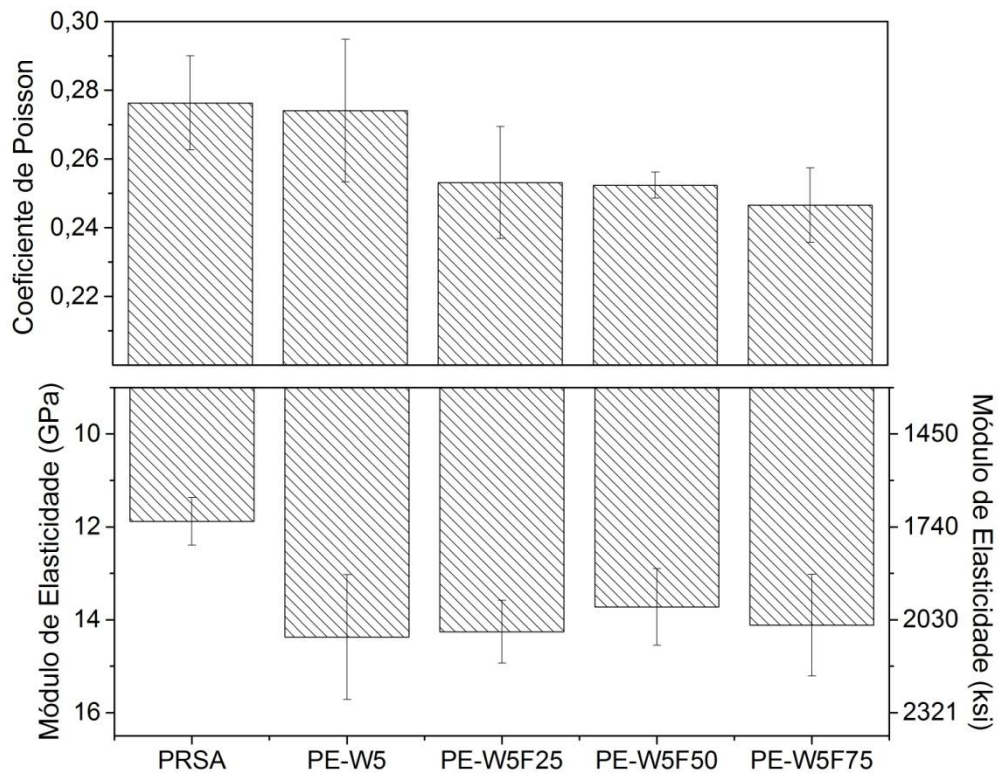


Figura 46: módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson sob compressão uniaxial das pastas analisadas.



Figura 47: modos de fratura, mistura PRSA. Corpos de prova, da esquerda para a direita, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15 e 16.





Figura 48: modos de fratura, mistura PE-W5. Corpos de prova, da esquerda para a direita, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3.



Figura 49: modos de fratura, mistura PE-W5F25. Corpos de prova, da esquerda para a direita, 1.1, 1.2, 2.1, 2.2, 3.1 e 3.2.



Figura 50: modos de fratura, mistura PE-W5F50. Corpos de prova, da esquerda para a direita, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3.



Figura 51: modos de fratura, mistura PE-W5F75. Corpos de prova, da esquerda para a direita, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3.

### 4.3.2 Comportamento Mecânico sob Tração na Flexão

As curvas típicas dos ensaios de tração na flexão para todas as misturas ensaiadas estão representadas na Figura 52. Os valores médios e os respectivos coeficientes de variação da Carga Última e da Carga de 1ª fissura; da tensão, deflexão e tenacidade correspondente a primeira fissura ( $f_{1^a\text{ fiss.}}$ ,  $T_{1^o\text{ fiss.}}$  e  $\delta_{1^a\text{ fiss.}}$ ); da tensão e tenacidade

última ( $f_{ult.}$  e  $T_{ult.}$ ); da tenacidade ( $T_{total}$ ); e da deflexão total ( $\delta_{total}$ ) estão dispostas na Tabela 18.

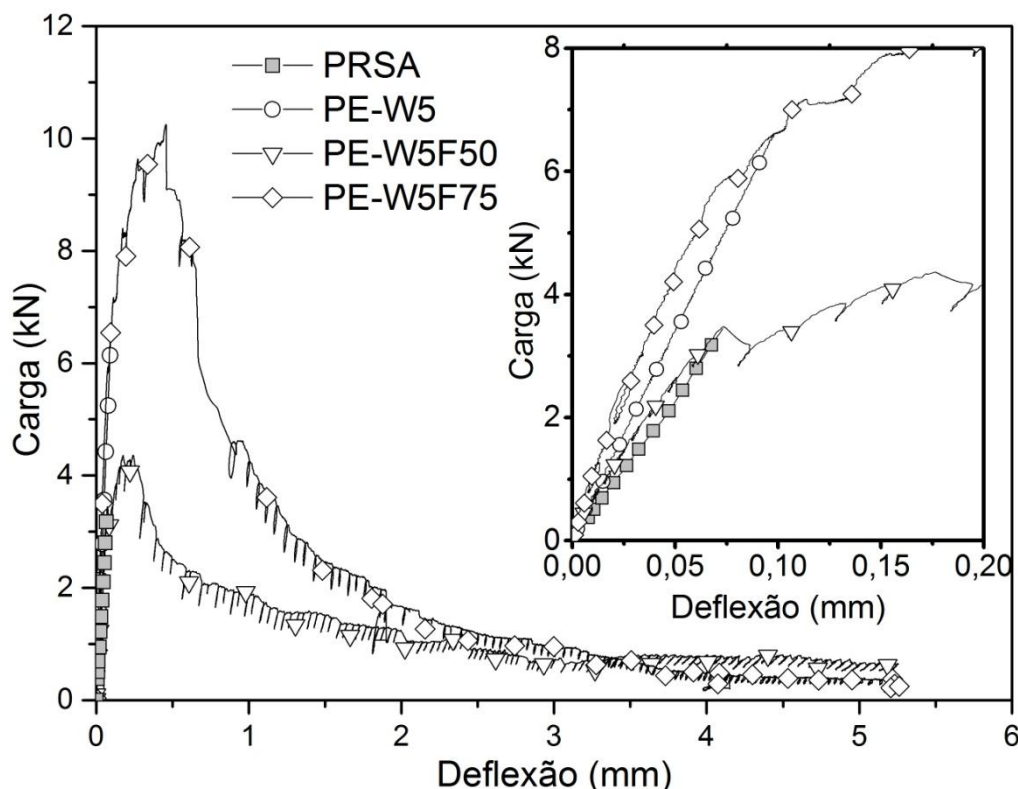


Figura 52: curvas típicas de carga versus deflexão das misturas analisadas.

Tabela 18: valores médios e coeficientes de variação para cargas últimas; e tensões, deflexões e tenacidade últimas e de primeira fissura para ensaio de tração na flexão.

Parâmetros	Pastas			
	PRSA	PE-W5	PE-W5F50	PE-W5F75
Carga 1ª Fiss. (kN) – CV (%)	= Carga Ult	= Carga Ult	2,95 – 32,9	5,89 – 21,3
Carga Ult. (kN) – CV (%)	2,69 – 10,3	5,82 – 17,1	4,88 – 9,8	9,57 – 16,8
$f_{1ª\text{ fis.}}$ (MPa) – CV (%)	= $f_{ult.}$	= $f_{ult.}$	4,55 – 40,1	7,91 – 21,1
$f_{ult.}$ (MPa) – CV (%)	4,23 – 11,5	8,90 – 16,3	7,52 – 9,7	12,8 – 16,8
$\delta_{1ª\text{ fis.}}$ (mm) – CV (%)	0,09 – 13,1	0,11 – 15,7	0,050 – 40,1	0,080 – 70,9
$\delta_{total}$ (mm) – CV (%)	= $\delta_{1ª\text{ fis.}}$	= $\delta_{1ª\text{ fis.}}$	4,57 – 27,1	4,69 – 13,5
$T_{1ª\text{ fis.}}$ (J) – CV (%)	0,19 – 15,8	1,09 – 13,4	0,43 – 58,7	2,32 – 74,4
$T_{ult.}$ (J) – CV (%)	= $T_{1ª\text{ fis.}}$	= $T_{1ª\text{ fis.}}$	2,80 – 66,3	13,1 – 28,4
$T_{total}$ (J) – CV (%)	= $T_{1ª\text{ fis.}}$	= $T_{1ª\text{ fis.}}$	5,50 – 28,3	21,4 – 20,8

A análise da Figura 52 e da Tabela 18, mostra que, para as pastas híbridas, há um aumento na tensão última. Já para as pastas PE-W5 e para a pasta de referência, não ocorre o comportamento de pós-fissuração. As tensões de 1ª fissura, em relação à PRSA, aumentaram 21,5 e 53,7% para as pastas PE-W5F50 e PE-W5F75, respectivamente. As tensões últimas aumentaram 124, 53 e

203% para as pastas PE-W5, PE-W5F50 e PE-W5F75, respectivamente, comparado à tensão de ruptura da pasta de referência.

Em relação aos valores de deflexão, comparados à pasta de referência, a pasta PE-W5 alcançou aumento de 22,2% para o valor de deflexão máxima. As pastas PE-W5F50 e PE-W5F75, para a deflexão de 1ª fissura comparado à PRSA, diminuiu em 56,7 e 15,6%, respectivamente. Para a deflexão última das pastas híbridas, observou-se que as pastas PE-W5F50 e PE-W5F75 alcançaram, respectivamente, ganhos da ordem de 56,3 e 54,8 vezes ao valor observado para deformação máxima de PRSA.

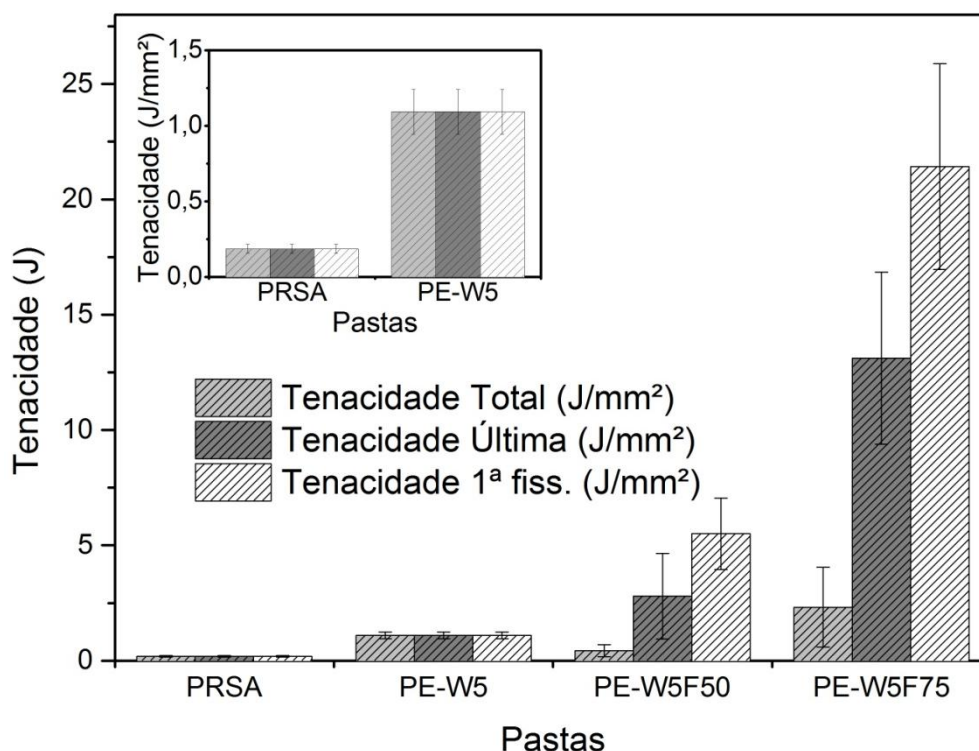


Figura 53: valores de tenacidade determinado pelo ensaio de tração na flexão para todas as pastas, em cada estágio do ensaio.

A Figura 53 e a Tabela 18, demonstram uma tendência de aumento da tenacidade com o incremento no teor de fibras de aço flexíveis. A tenacidade total, em relação à PRSA, aumentou 112,6 vezes para PE-W5F75 e 15,2 vezes para a pasta PE-W5F50. A tenacidade última das pastas PE-W5F75 e PE-W5F50, comparadas à pasta de referência, aumentou 53,1 e 7,9, respectivamente. Já a tenacidade de 1ª fissura apresentou aumentos 8,9 e 2,68 para as pastas PE-W5F75 e PE-W5F50, respectivamente, comparadas à PRSA. Como a pasta PE-W5 não possui comportamento de pós-fissuração, a tenacidade de 1ª fissura, tenacidade última e tenacidade total são iguais. Se comparados à PRSA, vemos um aumento de 5,7 vezes.

Os modos de fratura das pastas estudadas são apresentados nas Figuras 54, 55 e 56.



Figura 54: modos de fratura, mistura PE-W5. Corpos de prova, da esquerda para a direita e de cima para baixo, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3.

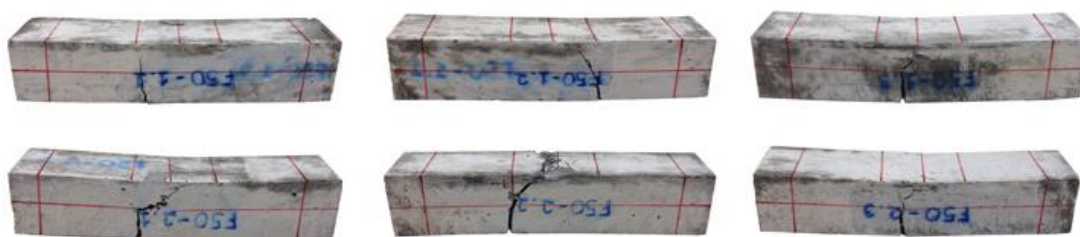


Figura 55: modos de fratura, mistura PE-W5F50. Corpos de prova, da esquerda para a direita e de cima para baixo, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3.

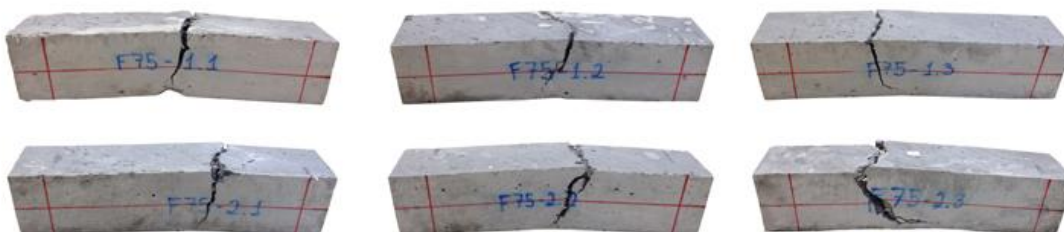


Figura 56: modos de fratura, mistura PE-W5F75. Corpos de prova, da esquerda para a direita e de cima para baixo, 1.1, 1.2, 1.3, 2.1, 2.2 e 2.3.

### 4.3.3 Comportamento Mecânico sob Compressão Diametral

A Figura 57 abaixo mostra os resultados de resistência à compressão diametral média de primeira fissura de todas as amostras estudadas bem como o desvio padrão dos valores obtidos. Foram realizados entre 12 e 15 ensaios por mistura.

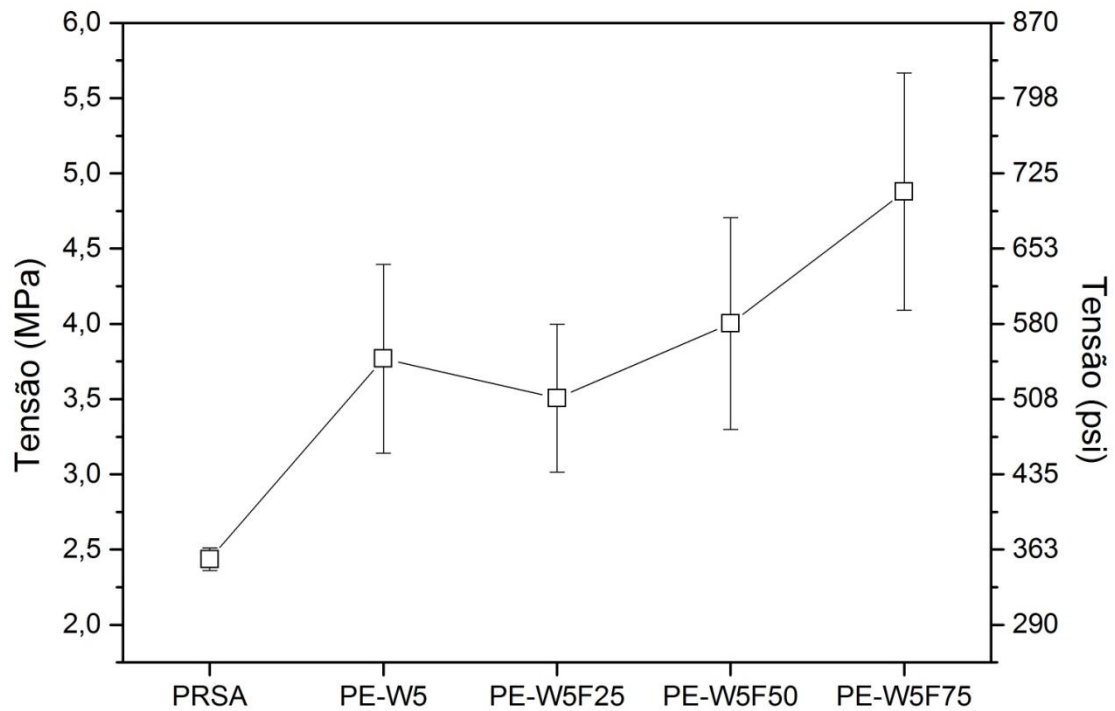


Figura 57: influência dos teores de fibras de aço flexíveis na resistência à tração por compressão diametral.

A análise do gráfico mostra uma tendência de aumento da resistência com o aumento do teor de fibras flexíveis na mistura. A mistura PE-W5 mostra acréscimo de resistência em comparação à pasta de referência de 54,7%. Em relação à pasta de referência, observa-se um aumento de 43,9%, 64,3% e 100,3% para as misturas PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75, respectivamente.

As Figuras 58, 59, 60 e 61 apresentam o modo de fratura das pastas estudadas.



Figura 58: modo de fratura, mistura PE-W5. Colunas da esquerda para a direita: corpos de prova 1, 2 e 3; linhas de cima para baixo: topo, meio e base de cada corpo de prova.



Figura 59: modo de fratura, mistura PE-W5F25. Colunas da esquerda para a direita: corpos de prova 1, 2 e 3; linhas de cima para baixo: topo, meio e base de cada corpo de prova.

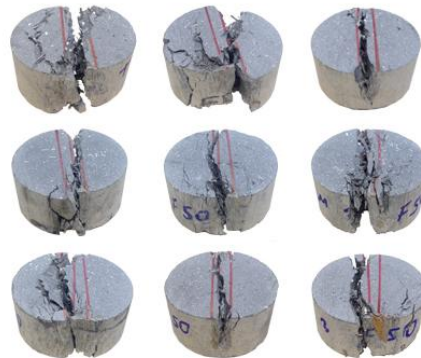


Figura 60: modo de fratura, mistura PE-W5F50. Colunas da esquerda para a direita: corpos de prova 1, 2 e 3; linhas de cima para baixo: topo, meio e base de cada corpo de prova.

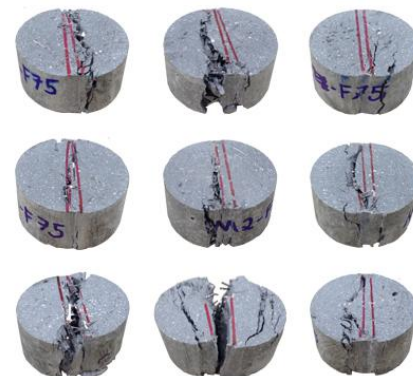


Figura 61: modo de fratura, mistura PE-W5F75. Colunas da esquerda para a direita: corpos de prova 1, 2 e 3; linhas de cima para baixo: topo, meio e base de cada corpo de prova.

#### 4.3.4 Comportamento Mecânico sob Tração Direta

As curvas típicas de todas as amostras ensaiadas sob tração direta (tensão *versus* deformação) estão apresentadas na Figura 62. Os valores médios e seus respectivos coeficientes de variação para a tensão de 1ª fissura ( $f_{1^a\ fiss.}$ ), tensão última ( $f_{ult.}$ ), carga última, módulo de elasticidade à tração ( $E_{td}$ ), deformação de 1ª fissura ( $l_{1^a\ fiss.}$ ) e deformação total ( $l_{total}$ ) encontram-se na Tabela 19. Os valores encontrados para as tenacidades de 1ª fissura ( $T_{1^a\ fiss.}$ ), última ( $T_{ult.}$ ) e total ( $T_{total}$ ) estão apresentados na Figura 63 e na Tabela 19.

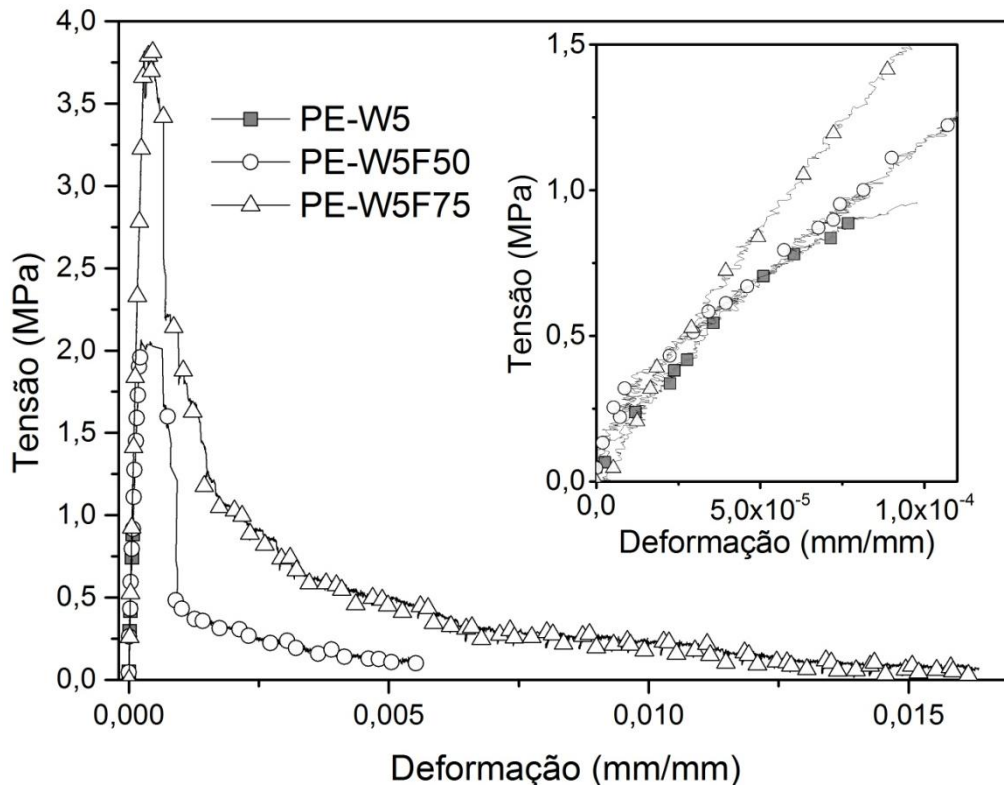


Figura 62: curvas típicas de tensão versus deformação da cada mistura analisada.

Tabela 19: valores médios e coeficientes de variação para cargas últimas; módulo de elasticidade à tração; e tensões, deslocamentos e tenacidade últimas e de primeira fissura para ensaio de tração direta.

Parâmetros	Pastas		
	PE-W5	PE-W5F50	PE-W5F75
Carga 1ª Fiss. (kN) – CV (%)	= Carga Ult.	1,79 – 21,0	3,54 – 18,1
Carga Ult. (kN) – CV (%)	1,06 – 10,1	2,02 – 10,9	3,83 – 9,98
$f_{1^a\ fiss.}$ (MPa) – CV (%)	= $f_{ult.}$	1,73 – 19,1	3,41 – 16,4
$f_{ult.}$ (MPa) – CV (%)	0,87 – 9,16	1,93 – 8,73	3,69 – 9,17
$l_{1^a\ fiss.}$ (mm) – CV (%)	0,013 – 40,8	0,036 – 35,1	0,038 – 14,2
$l_{total}$ (mm) – CV (%)	= $\delta_{1^a\ fiss.}$	0,752 – 8,73	2,29 – 30,7
$T_{1^o\ fiss.}$ (J/mm <sup>2</sup> ) – CV (%)	0,06 – 41,7	0,32 – 38,4	0,40 – 38,0
$T_{ult.}$ (J/mm <sup>2</sup> ) – CV (%)	= $T_{1^o\ fiss.}$	0,41 – 10,8	0,90 – 20,4
$T_{total}$ (J/mm <sup>2</sup> ) – CV (%)	= $T_{1^o\ fiss.}$	1,01 – 13,6	2,42 – 26,4
$E_{td}$ (GPa) – CV (%)	12,5 – 6,14	9,68 – 18,3	13,4 – 16,9

A análise dos resultados apresentados na Figura 62 e na Tabela 19, mostra uma tendência de aumento da tensão de 1º fissura com o aumento no teor de fibras de aço flexíveis. Comparado à pasta PE-W5 (sem fibras fibraflex), observa-se um incremento de 98,8% e 291,9% na tensão de 1ª fissura para as pastas PE-W5F50 e PE-W5F75, respectivamente (comportamento também observado nos ensaio de tração na flexão). Em relação à tensão de 1ª fissura, a tensão última obteve aumentos de 8,2% e 11,6% para as pastas PE-W5F50 e PE-W5F75, respectivamente.

O deslocamento de 1ª fissura das pastas PE-W5F75 e PE-W5F50, comparadas à PE-W5, obtiveram aumentos de 192% e 177% respectivamente. Já o deslocamento total apresentou uma tendência de aumento com o acréscimo do teor de fibras. O deslocamento da pastas PE-W5F75 foi 204% maior que o da pasta PE-W5F50.

A Figura 63 mostra que uma tendência de aumento de tenacidade com o aumento no teor de fibras de aço flexíveis. A tenacidade total aumentou 40 vezes para PE-W5F75 e 15 vezes para PE-W5F50, comparadas à PE-W5. Já a tenacidade última, em relação à PRSA, mostrou incrementos de 16 e 6,8 vezes para as pastas PE-W5F75 e PE-W5F50, respectivamente. A tenacidade de 1ª fissura também apresentou tendência de aumento com o incremento de fibras de aço, sendo 6,7 vezes maior para PE-W5F75 e 5,3 vezes maior para PE-W5F50, se utilizando PE-W5 como referência.



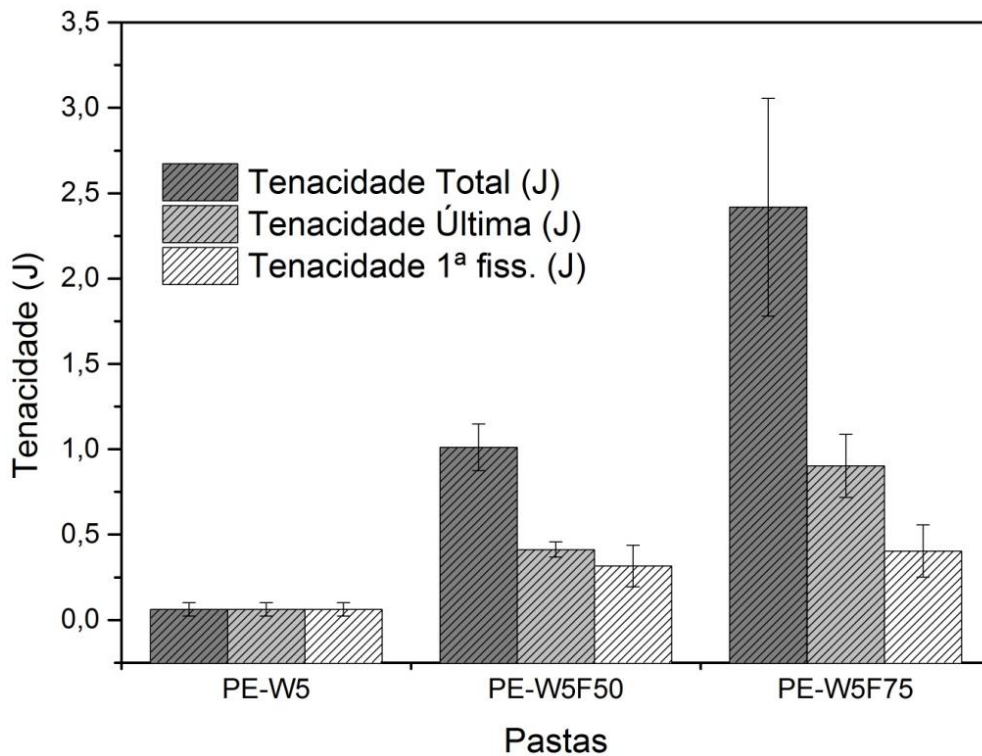


Figura 63: valores de tenacidade determinado pelo ensaio de tração direta para as pastas ensaiadas, em cada estágio do ensaio.

O modo de fratura dos corpos de prova submetidos à tração direta pode ser visualizado na Figura 64. Nota-se que pode ter ocorrido concentração de tensões nas garras que prendem os corpos de prova ao equipamento o que pode ter levado estes a falharem próximos as extremidades.



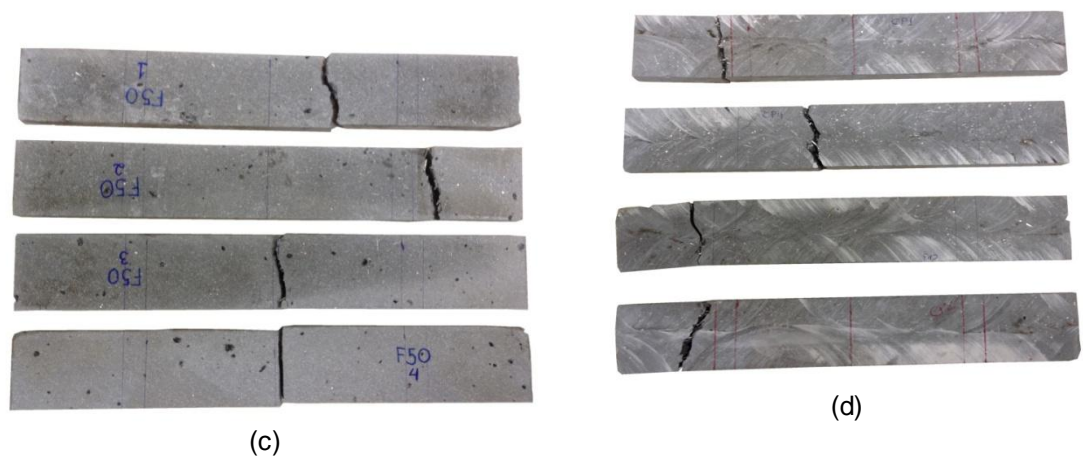


Figura 64: modo de fratura sob tração direta das misturas PE-W5 (a), PE-W5F25 (b), PE-W5F50 (c) e PE-W5F75 (d).

### 4.3.5 Estabilidade

Os valores médios de densidade e seus respectivos coeficientes de variação dos ensaios de estabilidade das pastas híbridas de volastonita com fibras de aço estão apresentados na Tabela 20.

Tabela 20: resultados dos ensaios de estabilidade para as diversas amostras estudadas.

Pasta	Rebaixamento (mm)	$\rho_T$ (g/cm <sup>3</sup> ) [lbm/gal ] - CV (%)	$\rho_{MI}$ (g/cm <sup>3</sup> ) [lbm/gal ] - CV (%)	$\rho_{MII}$ (g/cm <sup>3</sup> ) [lbm/gal ] - CV (%)	$\rho_B$ (g/cm <sup>3</sup> ) [lbm/gal ] - CV (%)	$\Delta\rho_{T-B}$ (g/cm <sup>3</sup> ) [lbm/gal ]
PRSA	0	1,791 [14,92] - 1,62	1,795 [14,95] - 1,66	1,807 [15,05] - 2,19	1,801 [15,00] - 2,04	0,011 [0,092]
PE-W5	0	1,824 [15,19] - 2,92	1,844 [15,36] - 2,00	1,830 [15,24] - 2,78	1,830 [15,24] - 2,86	0,007 [0,058]
PE-W5F25	0	1,879 [15,65] - 0,26	1,881 [15,67] - 0,42	1,877 [15,63] - 0,96	1,889 [15,73] - 0,72	0,010 [0,083]
PE-W5F50	0	1,891 [15,75] - 0,69	1,897 [15,80] - 0,66	1,893 [15,77] - 0,52	1,898 [15,81] - 0,21	0,008 [0,067]
PE-W5F75	0	1,904 [15,86] - 0,64	1,898 [15,81] - 0,52	1,915 [15,95] - 0,63	1,909 [15,90] - 0,79	0,005 [0,042]

Analisando as diferenças de densidade entre o topo e a base dos corpos de prova das pastas ensaiadas e tomando como base o valor máximo para estas diferenças estabelecido nos procedimentos do PROCELAB (CAMPOS *et al.*, 2005), todas as pastas foram consideradas estáveis pois estavam abaixo do limite estabelecido de 0,06 g/cm<sup>3</sup> [0,5 lbm/gal].

### 4.3.6 Absorção Total, Índice de Vazios e Massa Específica

A Tabela 21 e a Figura 65 apresentam os resultados médios de massa específica real, índice de vazios e absorção água total e seus respectivos desvios padrão, para todas as pastas ensaiadas. Foram realizados seis ensaios por pasta.

Tabela 21: média e coeficiente de variação dos valores de absorção, índice de vazios, massa específica seca, massa específica saturada e massa específica real das pastas analisadas.

Pasta	A (%) – CV (%)	$I_v$ (%) – CV (%)	$\rho_s$ (g/cm <sup>3</sup> ) [lbm/gal] – CV (%)	$\rho_{sat}$ (g/cm <sup>3</sup> ) [lbm/gal] – CV (%)	$\rho_r$ (g/cm <sup>3</sup> ) [lbm/gal] – CV (%)
<b>PRSA</b>	5,34 – 1,63	9,22 – 1,36	1,73 [14,41] – 0,26	1,82 [15,16] – 0,18	1,90 [15,82] – 0,12
<b>PE-W5</b>	5,02 – 4,65	8,90 – 4,66	1,77 [14,74] – 0,49	1,86 [15,49] – 0,53	1,95 [16,24] – 0,69
<b>PE-W5F25</b>	4,65 – 7,92	8,32 – 7,44	1,79 [14,91] – 0,68	1,87 [15,71] – 0,48	1,95 [16,24] – 0,53
<b>PE-W5F50</b>	4,70 – 0,84	8,42 – 1,11	1,79 [14,91] – 0,57	1,88 [15,65] – 0,58	1,96 [16,32] – 0,65
<b>PE-W5F75</b>	4,78 – 6,69	6,67 – 6,80	1,81 [15,07] – 0,50	1,90 [15,82] – 0,63	1,99 [16,57] – 0,91

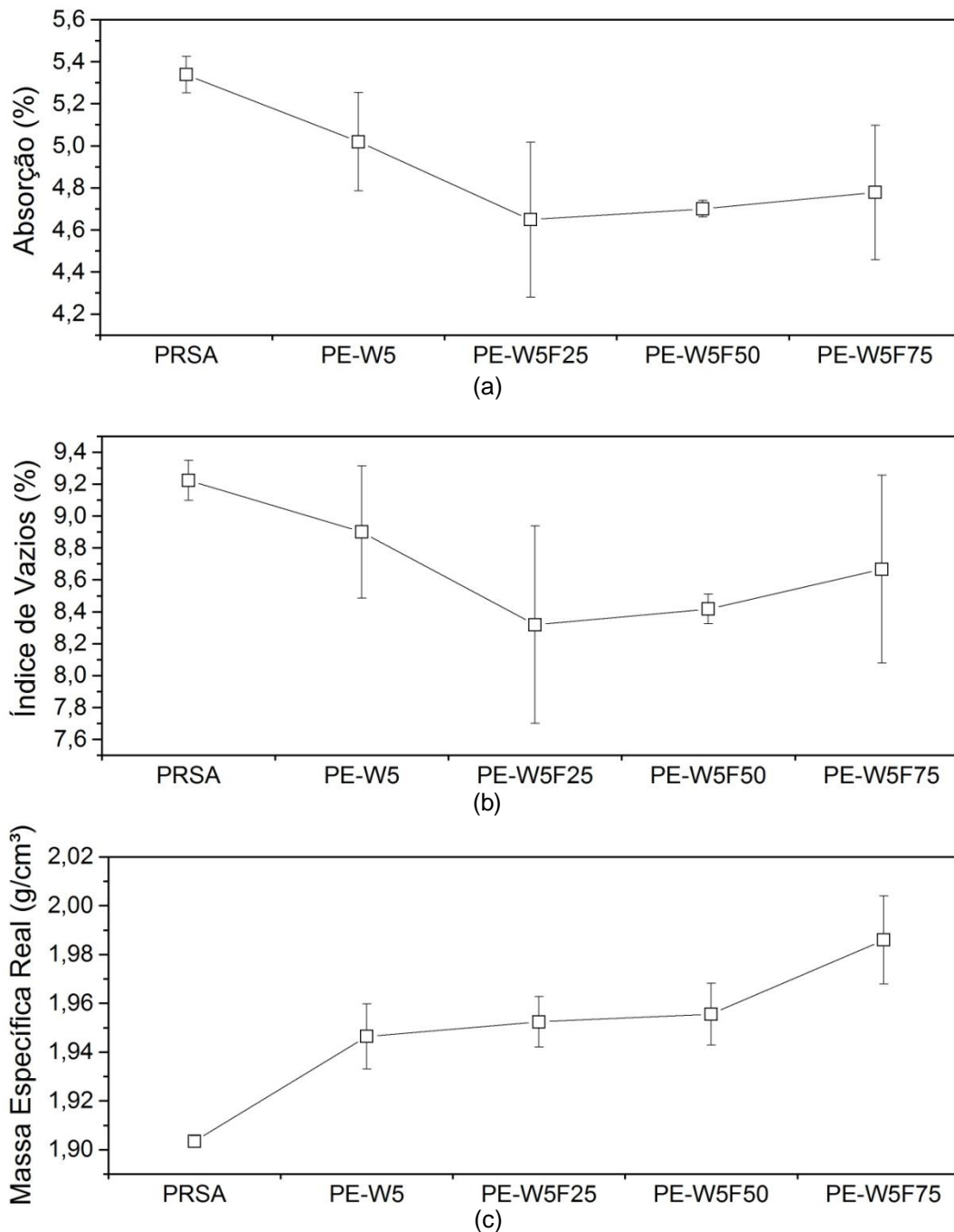


Figura 65: evolução da absorção (a), índice de vazios (b) e massa específica real (c) com o aumento do teor de fibras de aço na mistura híbrida e com adição de microfibras de volastonita.

A análise da Figura 65 mostra uma tendência de diminuição na absorção e no índice de vazios e de aumento da massa específica real com o incremento no teor de fibras de aço nas pastas híbridas. Inversamente, a mistura PE-W5 apresentou reduções nos valores de absorção total de água e índice de vazios. Comparados a pasta de referência, PE-W5, PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75 obtiveram aumentos de 2,26%, 2,57%, 2,74% e 4,34%, em seu massa específica real, respectivamente. O índice de vazios apresentou diminuições de 3,51%, 9,81%, 8,74% e 6,03% para as misturas PE-W5, PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75 respectivamente. A absorção alcançou valores de -6,0%, 12,9%, 12,0% e 10,5% para as misturas PE-W5, PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75, respectivamente.

### 4.3.7 Permeabilidade à Gás Nitrogênio

Nos ensaios de permeabilidade à gás Nitrogênio, foram realizados 6 ensaios por mistura. Os valores médios e os respectivos desvios padrão da permeabilidade intrínseca de cada mistura estão apresentados na Figura 66.

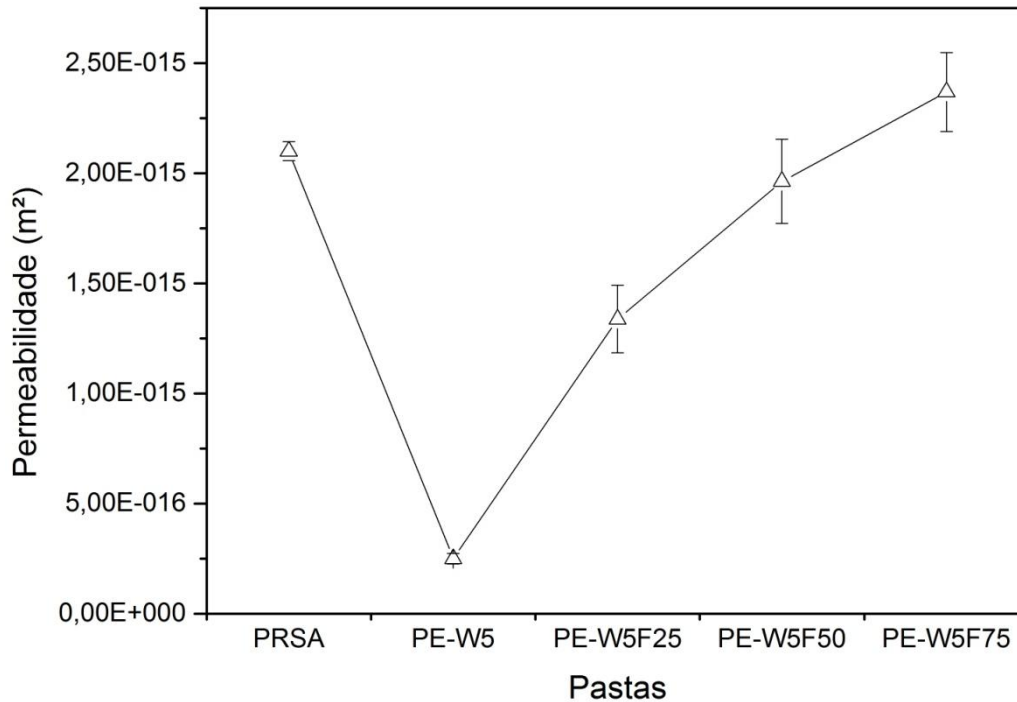


Figura 66: permeabilidade intrínseca das pastas PRSA, PE-W5, PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75.

Observa-se que o aumento no teor de fibraflex à matriz leva a consecutivos aumentos da permeabilidade destas pastas. Comparadas à pasta PRSA, as pastas híbridas PE-W5F25 e PE-W5F50 são 57% e 7% menos permeáveis e a pasta PE-W5F75 é 11% mais permeável. Por outro lado, em relação à pasta de referência, a permeabilidade da mistura PE-W5 foi 8,41 vezes menor. Vitorino (2012) encontrou resultados semelhantes utilizando diferentes teores de volastonita em uma matriz cimentícia e verifica que esta diminuição está relacionada à menor porosidade e menor absorção total de água apresentada por estes. Além de um melhor refinamento de poros da matriz já que a volastonita apresenta ótima compatibilidade química.

## 5 Considerações Finais

### 5.1 Propriedades das Pastas no Estado Fresco

Os ensaios de reologia e tixotropia mostraram um comportamento pseudoplástico com definição de limite de escoamento das pastas estudadas. Porém, para as pastas híbridas, tal comportamento só pôde ser analisado corretamente pelo modelo de Herschel-Bulkley após a reordenação das fibras de aço na matriz. Foi verificado que a aleatoriedade das fibras aumenta consideravelmente os valores de tixotropia estudados, chegando a valores 69,5 vezes maior que o encontrado para a pasta de referência. Além do limite de escoamento, a viscosidade plástica, o índice de comportamento e o índice de consistência apresentaram tendência de aumento com o acréscimo de fibras de aço.

Nenhuma das pastas estudadas apresentou teor de fluido livre à temperatura ambiente. A massa específica aparente tendeu a aumentar com o acréscimo do teor de fibras nas pastas híbridas, ficando até 6,8% maior para a pasta com 0,75% de fibras de aço (PE-W5F75) em relação à pasta de referência (PRSA).

### 5.2 Propriedades das Pastas no Estado Endurecido

A pasta de referência, a pasta reforçada com microfibras de volastonita e todas as pastas híbridas ficaram dentro do critério de estabilidade definido em PROCELAB (CAMPOS, 2005). A massa específica real mostrou tendência de aumento com o incremento de fibras de aço na mistura, chegando a um valor de incremento máximo de 4,34% em relação à pasta de referência. Já o índice de vazios e a absorção total das pastas híbridas se mostraram menores que a pasta de referência e que a pasta reforçada apenas com microfibras de volastonita; o teor de fibras de aço também influenciou nesses parâmetros, mostrando uma expectativa, entre as pastas híbridas, de aumento no índice de vazios e na absorção total com teores maiores.

A permeabilidade da pasta reforçada com microfibras de volastonita (PE-W5) mostrou-se muito reduzida em relação à permeabilidade da pasta de referência. Porém, a adição de fibras de aço nas pastas híbridas mostra um aumento da permeabilidade a gás. Comparando tais pastas com PRSA, vemos que apenas a mistura PE-W5F75 apresenta valores maiores, chegando a 11% de acréscimo.

Comparado à pasta de referência, a pasta reforçada com microfibras de volastonita apresentou aumento em sua resistência à compressão uniaxial em 3,2%, porém obteve decréscimos de 23,1% em sua capacidade de deformação. As pastas híbridas apresentaram diminuição na resistência à compressão, caracterizando uma tendência de perda de resistência com o aumento no teor de fibras. Todavia, a capacidade de deformação lateral e uniaxial das pastas com 0,50% e 0,75% de teor de fibras de aço apresentaram aumentos significativos, tendo em vista o fenômeno de pós-fissuração após a ocorrência da primeira fissura da matriz de cimento. Para a pasta híbrida com 0,25% de fibras de aço, o comportamento esperado de pós-fissuração não ocorreu,

podendo ser explicado pela capacidade das microfibras de volastonita fragilizarem a mistura ao ponto das fibras de aço não conseguirem atuar com este teor. O módulo de elasticidade pouco variou entre as pastas híbridas e a pasta PE-W5, porém estas apresentaram valores aproximadamente 16% maiores que o da pasta de referência. O coeficiente de Poisson das pastas híbridas não apresentou tendências de aumentar ou diminuir, porém, comparado à pasta de referência e a pasta com microfibras de volastonita, seus valores ficaram 9,1% menores.

Todos os ensaios de determinação da resistência à tração, seja por compressão diametral, por flexão ou por tração direta, mostraram uma tendência de aumento na tenacidade e na resistência última com a adição de fibras de aço nas misturas híbridas. Por compressão diametral, comparado à pasta de referência, obteve-se um incremento máximo de 244% na resistência à tração da pasta híbrida PE-W5F75. A pasta PE-W5 teve sua resistência à tração por compressão diametral aumentada em 94,6%, em relação à pasta de referência.

Analisando os resultados de tração na flexão, o aumento máximo da tensão resistente de primeira fissura, comparado à pasta de referência, foi de 110% para a pasta PE-W5, seguido de um incremento de 86,9% para a pasta híbrida reforçada com 0,75% de fibras de aço. Por outro lado, a tensão última obteve seu máximo na mistura PE-W5F75, chegando a ser 203% maior que o valor da pasta de referência. Isso se deu tendo em vista o ganho de resistência à tração após a ocorrência da primeira fissura; tal comportamento pôde ser visto para todas as pastas híbridas. As fibras de aço deram capacidade de deformação às misturas híbridas, expondo uma tendência de aumento nas deflexões totais com o aumento no teor de fibras de aço. Porém, a capacidade de deformação até a primeira fissura apresentou valores máximos para a pasta reforçada apenas com microfibras de volastonita, evidenciando certa fragilização da matriz das pastas híbridas. Houve tendência de aumento na tenacidade com acréscimo de fibras de aço nas misturas híbridas, chegando a valores 112,6 vezes maior que a tenacidade total da pasta de referência.

Para o ensaio de tração direta, o módulo de elasticidade à tração tende a aumentar com o incremento de fibras de aço nas pastas híbridas. O ganho de resistência após a primeira fissura também ocorre, porém de forma mais inexpressiva que o observado nos ensaios de tração na flexão. Isso se deu, pois os valores de tensão de resistência na primeira fissura aumentaram para as pastas com reforços fibrosos metálicos, apresentando-se em até 3,9 vezes maiores que a resistência da pasta PE-W5. Os valores de tenacidade também aumentaram com o teor de fibras de aço nas pastas híbridas, chegando a ser cerca de 40 vezes maior que a tenacidade da pasta com volastonita.

### **5.3 Limitações Críticas**

Como a escolha da pasta de cimento a ser utilizada em um processo de cimentação de um poço petrolífero não depende apenas da pasta em si, mas de uma gama de fatores inerentes ao local de perfuração, processo de operação, condições físicas e mecânicas da formação, equipamentos utilizados na perfuração e cimentação, entre

outros; e como não foi o objetivo deste trabalho determinar e/ou verificar uma condição para a pasta ser utilizada, não é possível afirmar que as misturas aqui estudadas são adequadas para a cimentação de um poço petrolífero.

## **5.4 Sugestões para Trabalhos Futuros**

Como sugestão para trabalhos futuros, é recomendado a repetição dos ensaios com altos valores de desvio padrão, principalmente os ensaios de tração direta e tração na flexão. Estudar mais a fundo o comportamento das fibras de aço dentro da matriz de cimento é essencial para um maior entendimento da interação mecânica que ocorre. Podem ser realizados, por exemplo, ensaios de arrancamento de fibras e verificação por microscopia eletrônica de varredura. Para simular a condição de utilização das pastas em poços petrolíferos, é recomendado a repetição dos ensaios mecânicos e físicos em altas temperaturas e pressões.



## Referências Bibliográficas

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2009, **Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica**: NBR 9778. 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.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 1994, **Standard Test Method for Static Modulus of Elasticity and Poisson's Ratio of Concrete in Compression**: ASTM C 469 – 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2011, **Concreto e argamassa – Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos**: NBR 7222. Rio de Janeiro, RJ.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2010, **Concreto – Determinação da resistência à tração na flexão de corpos de prova prismáticos**: NBR 12142. Rio de Janeiro, RJ.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2007, **Concreto – Ensaio de compressão e corpos-de-prova cilíndricos**: NBR 5739. Rio de Janeiro, RJ.

BALTHAR, V., 2010, **Caracterização físico-química e mecânica de pastas de cimentação fibrosas**. Tese de Doutorado, PEC/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**.

BARGHIGIANI, T. M., 2013, **Caracterização Experimental de Pastas Cimentícias de Alto Desempenho Reforçadas com Fibras de Polipropileno e PVA**. Trabalho de Conclusão de Curso, POLI/UFRJ, Rio de Janeiro.

BARNES, H., HUTTON, J., WALTERS, K., 1993, **An Introduction to Rheology**. Elsevier Science Publishers B. V., Amsterdam, Holanda.

BARNES, H., NGUYEN, Q., 2001, "Rotating vane rheometry – a review", **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, v. 98, n. 1, Páginas 1-14.

BOSMA, M., RAVI, K., VAN DRIEL, W., SCHREPPERS, G. J., 1999, "Design Approach to Sealant Selection for the Life of the Well", **SPE Annual Technical Conference and Exhibition**, SPE 56536, Houston, Texas, 3-6 October.

BOULEKBACHE, B., HAMRAT, M., CHEMROUK, M., AMZIANE, S., 2010, "Flowability of fibre-reinforced concrete and its effect on the mechanical properties of the material", **Construction and Building Materials** 24, Elsevier, 1664-1671.

BROOKFIELD ENGINEERING LABS, [s.d.], **More Solutions to Sticky Problems**. Brookfield Engineering Laboratories Incorporated, Middleboro, Massachusetts, USA.

BROOKFIELD ENGINEERING LABS., 2000, **Brookfield Rheocalc® - Application Software. Programming and Operation Instructions, Manual No. M/99-222-E0506**. Brookfield Engineering Laboratories Incorporated, Middleboro, Massachusetts, USA.

CABRERA, J. G., LYNSDALE, C. J. "A new gas permeameter for measuring the permeability of mortar and concrete". **Magazine of Concrete Research**, v. 40, n. 144, setembro, 1998.

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

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.

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

DEAN, G. D., TORRES, R, S., 2002, "Novel cement system for improved zonal isolation in steam injection wells", **SPE 78995**.

DE LARRARD, F., 1999, **Concrete Mixture Proportioning: A Scientific Approach**. Modern Concrete Technology Series, vol. 9, E&FN SPON, London.

FAGUNDES, J.L.L., 2012, **Caracterização Mecânica de Pastas de Cimento Reforçadas com Fibras de polipropileno**. Trabalho de Conclusão de Curso, POLI/UFRJ, Rio de Janeiro.

FERRARIS, C., DE LARRARD, F., 1998, **Testing and Modelling of Fresh Concrete Rheology**. National Institute of Standards and Technology Internal Report 6094.

FORD, R.E., TURCICH, T.A., PIERSON, R.A., RAMSEY, L.K., DIVAN, D.J., 1982, "Obtaining Quality Primary Cement Jobs in the Williston Basin", **SPE Rocky Mountain Regional Meeting**. 10874-MS, Billings, Montana, E.U.A, 12 -19 de Maio.

FORMAGINI, S., 2005. **Dosagem Científica e Caracterização Mecânica de Concretos de Altíssimo Desempenho**. Tese de Doutorado, PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

GOODWIN, K. J., CROOK, R. J., 1992, "Cement sheath stress failure", **SPEDE**. Pp.291-296.

GU, P., XU, Z., XIE, P., BEAUDOIN, J.J., LOW, N.M.P., 1993, "Impedance studies of wollastonite micro-fibre-reinforced cement paste systems", **Advances in Cement Research**. v. 18, n. 5, p. 97 – 92.

GUNASEKARAN, S., AK., M. MEHMET, 2003. **Cheese Rheology and Texture**. CRC Press LLC, Florida, USA.

HAMEED, R., SELIER, A., TURATSINZE, A., DUPRAT, F., 2013, "Flexural Behaviour of Reinforced Fibrous Concrete Beams: Experiments and Analytical Modelling", **Pak. J. Engg. & Appl. Sci.**, v. 13, Julho, p. 19-28.

HERNÁNDEZ, J. A. M., 2006, **Mecanismos de Recuperação de Óleos Pesados durante a Injeção de Vapor num Reservatório Naturalmente Fraturado**. Tese de M.Sc., Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, Brasil, pp. 99.

HEINOLD, T., DILLENBECK, R.L., ROGERS, M.J., 2002, "The Effect of Key Cement Additives on the Mechanical Properties of Normal Density Oil and Gas Well Cement Systems", **SPE Asia Pacific Oil and Gas Conference and Exhibition**. n. 77867-MS, Melbourne, Austrália, 8-10 Outubro.

INFANTE, E.F., CHENEVERT, M.E., 1989, "Stability of Boreholes Drilled Through Salt Formations Displaying Plastic Behavior", **Journal of SPE Drilling Engineering**. v. 4, n. 1, pp. 57–65, Mar.

LIMA, F. M., 2004, **Desenvolvimento de cimentos do tipo Portland/materiais alternativos para cimentação de poços de petróleo**. Natal, RN, p.197.

LOW, N.M.P., BEAUDOIN, J.J., 1992, "Mechanical properties of high performance cement binders reinforced with wollastonite micro-fibres", **Cement and Concrete Research**. v. 22, p. 981 – 989.

MAIA, A. C., POIATE, E. J., FALCÃO, J. L., COELHO, L.F.M., 2005, "Triaxial Creep Tests in Salt Applied in Drilling Through Thick Salt Layers in Campos Basin-Brazil". **SPE/IADC Drilling Conference**. N. SPE/IADC 92629, Amsterdam, Holanda, 23-25 de Fevereiro.

MARTINS, R., VERÍSSIMO, M., 2013, "Exportações brasileiras de petróleo e a especialização da economia em bens intensivos em recursos naturais no período 2000-2012", **Perspectiva Econômica**. 9(2): p.115-130, julho-dezembro, Unisinos.

MATHUR, R., MISRA, A.K., GOEL, P., 2007, "Influence of wollastonite on mechanical properties of concrete", **Journal of scientific & Industrial Research**. v. 66, p. 1029 – 1034.

MEHTA, P. K., MONTEIRO, P. J. M, 1994, **Concreto: estrutura, propriedades e materiais**, 1 ed. Editora Pini, São Paulo, pp 616.

MEWIS, J., 1979, "Thixotropy – A general review", **Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics**, Volume 6, Páginas 1-20.

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

NAIME, J. M. et al., 1998, **Analizador granulométrico automatizado aplicado na caracterização de pós de vidro processados por moagem**. ISSN 1413-6244, Nº27, Embrapa – Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, Centro Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento de Instrumentação Agropecuária.

- NEVILLE, A.M., 1997, **Propriedades do Concreto. 2.ed.** Trad. Salvador E. Giammusso, Editora Pini, São Paulo, pp 828.
- NELSON, E. B., GUILLOT, D., 2006, **Well Cementing.** 2ª ed., U.S.A., Schlumberger.
- NITA, C., 2006, **Utilização de pozolanas em compósitos de cimento reforçados com fibras de celulose e PVA.** Dissertação de M.Sc., Escola Politécnica da Escola de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil.
- PAIVA, M., 2008, **Otimização e análise mecânica de pastas geopoliméricas para uso em poços sujeitos à injeção cíclica de vapor.** Tese de Doutorado, nº 66, PPGCEM, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.
- PEDERSEN, R. O., SCHEIE, A., JOHNSON, C., HOYOS, J. C., THEROND, E., 2006, "Cementing of an offshore disposal well using a novel sealant that withstands pressure and temperature cycles", **SPE 98891**.
- PLÁCIDO, J., [s.d.], **Cimentação de Poços de Petróleo.** Apresentação de aula. PETROBRAS.
- RANSINCHUNG, G.D., KUMAR, B., 2010, "Investigations on pastes and mortars of ordinary portland cement admixed with wollastonite and microsilica", **Journal of Materials in Civil Engineering.** v. 22, n. 4, p. 305 – 314.
- SAINT-GOBAIN SEVA, [s.d.], **FIBRAFLEX® - A new generation of metallic fibres.** Saint-Gobain Pont-A-Mousson, França.
- SCHRAMM, G., 2000, **A practical Approach to Rheology and Rheometry (2nd Ed.)**. Thermo Haake Rheology, Germany
- SILVA, W. J., 1999, **Uso das Fibras de Wollastonita como Reforço em Pastas de Cimento Portland.** Trabalho da Disciplina de Materiais Compósitos.- Professor Romildo D. T. Filho. PEC/LABEST, COPPE/UFRJ, 2º trimestre, 22p.
- 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.
- SMITH, D.K., 1990, **Cementing.** 2 ed. Nova York, Halliburton services.
- SOARES, A., SIQUEIRA, C., 1999, "Estudo de colapso de poros através da análise do fechamento da envoltória de ruptura", **XV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica.** 22-26 Novembro, Águas de Lindóia, São Paulo, SP.
- STÄHLI, P., CUSTER, R., VAN MIER, J.G.M., 2008, "On flow properties, fibre distribution, fibre orientation and flexural behaviour of FRC", **Mater Struct**, 41(1):189–96.
- STILES, D., 2006, "Effects of long-term exposure to ultrahigh temperature on the mechanical parameters of cement", **SPE 98896**.

THOMAS, J. E. et al., 2004, **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. 2ª ed., Rio de Janeiro, Editora Interciência/Petrobras.

TURATSINZE, A., BASCOUL, A., 1996, “Restrained crack widening in Mode I crack propagation for mortar and concrete”, **Advanced cement based materials**. v.4, p. 77-92.

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

VERESHCHAGIN, V.I., SMIRENSKAYA, V.N., ANTIPINA, S.A., KOSTYREV, Y.P., KALUGIN, V.G., 2004, “Thermosilicate materials based on lime-silica binder and native wollastonite”. **Refractories and Industrial Ceramics**, v. 46, n. 1, pp. 58 – 62.

VITORINO, F., 2012, **Caracterização experimental de pastas cimentícias contendo polímero SBR em pó e microfibras de wollastonita**. Dissertação de M.Sc., PEC/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

VORKINN, P. B., SANDERS, G. S., 1993, “Cement Slurry Qualification, Field Mixing, and Quality Assurance Procedures for Coiled-Tubing Squeeze Operations in Prudhoe Bay, Alaska”, **SPE Western Regional Meeting**, SPE 26089, Anchorage, Alaska, U.S.A., 26 – 28 de maio de 1993.

WRAY, B., BEDFORD, D., HUNTER, B., 2009, “The Application of High-Density Elastic Cements to Solve HPHT Challenges in South Texas: The Success Story”, **SPE Annual Technical Conference and Exhibition**. SPE 122762, Nova Orleans, Louisiana, E.U.A., 4–7 de Outubro.

# ANEXOS

## Curvas Tensão *versus* Deformação referente aos ensaios de compressão uniaxial

As curvas tensão *versus* deformação uniaxial e tensão *versus* deformação lateral de cada corpo de prova (CP) da pasta referencial, da pasta reforçada com microfibras de volastonita e das pastas híbridas de volastonita com fibras de aço estão apresentados abaixo.

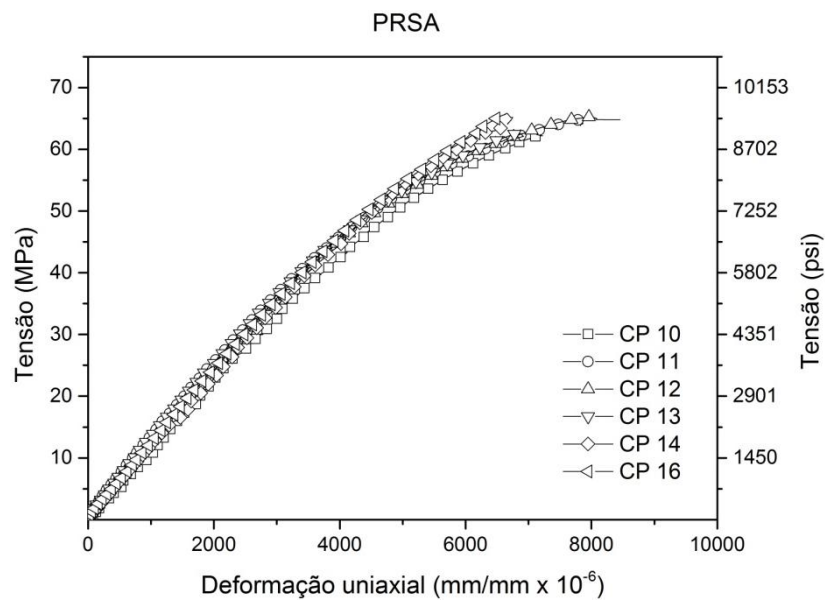


Figura 67: curvas tensão *versus* deformação uniaxial de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PR.

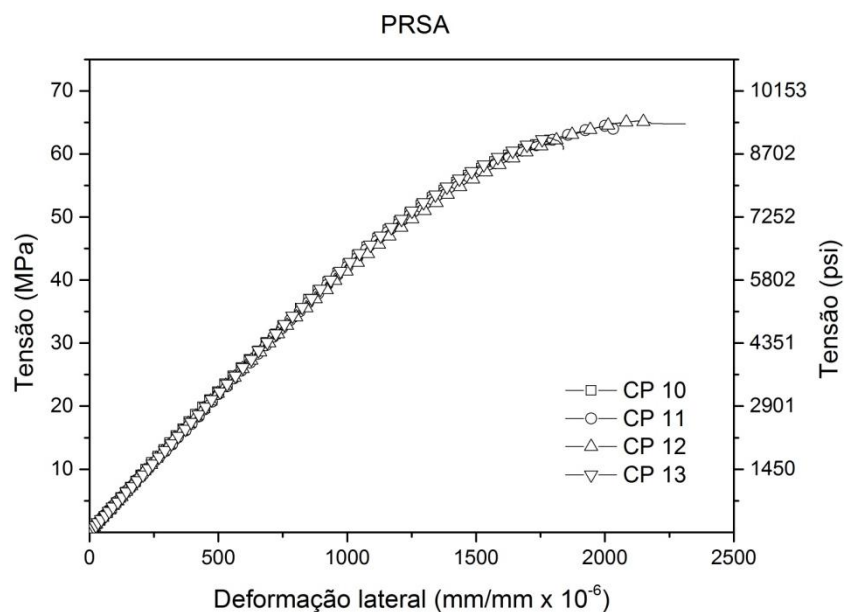


Figura 68: curvas tensão *versus* deformação lateral de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PR.

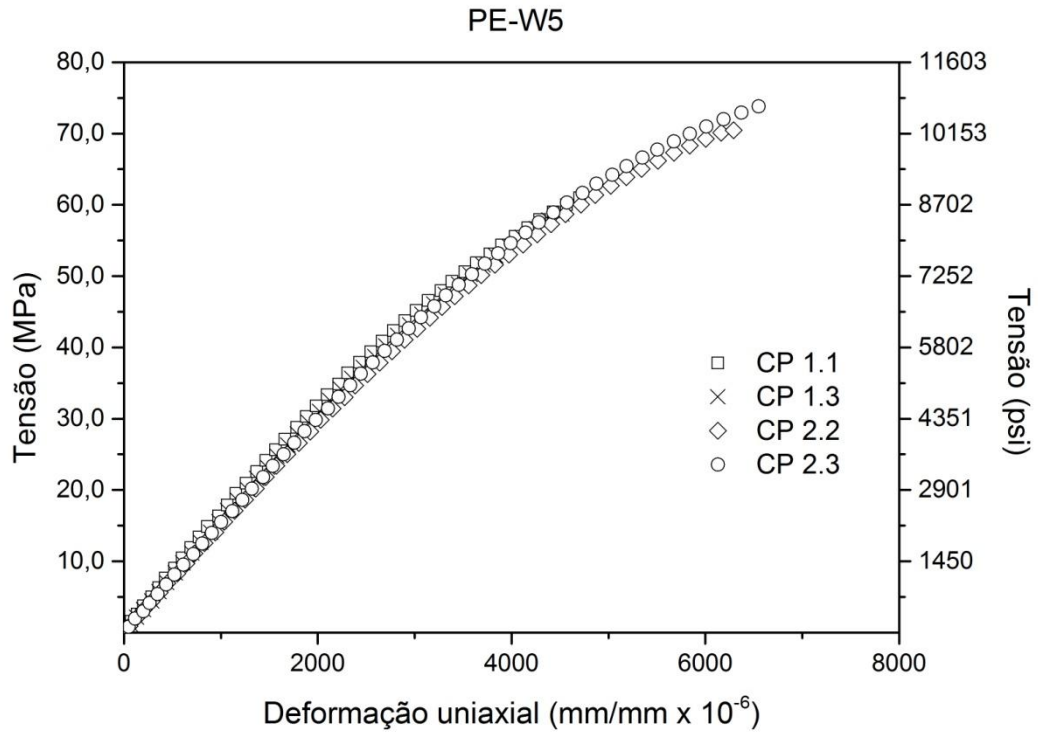


Figura 69: curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5.

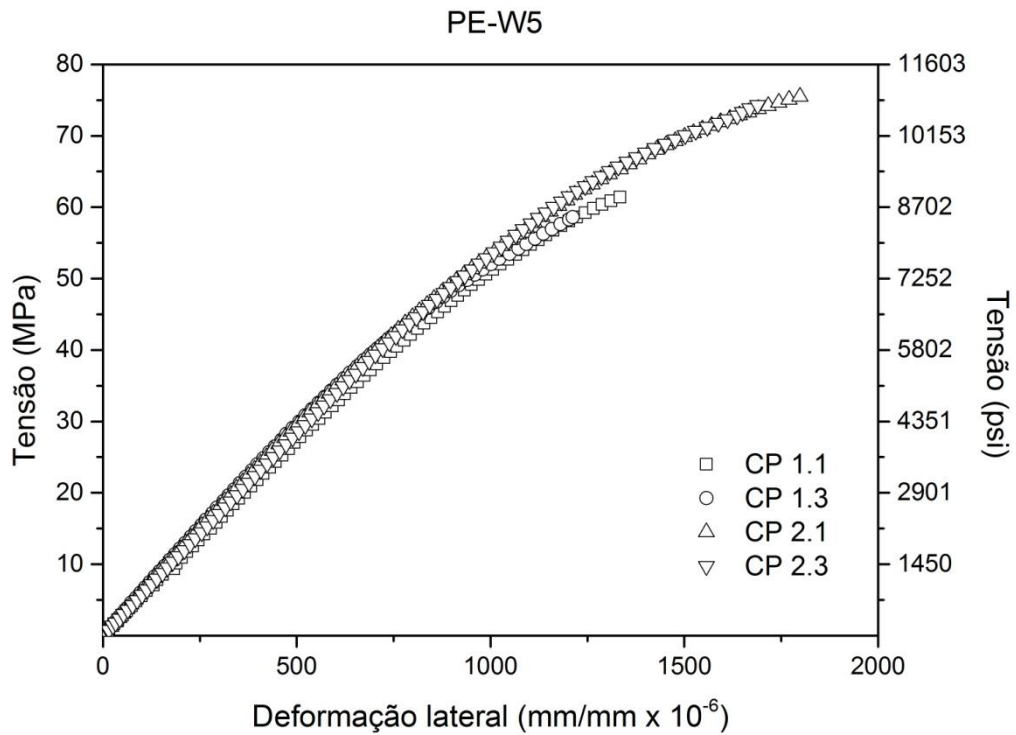


Figura 70: curvas tensão versus deformação lateral de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5.

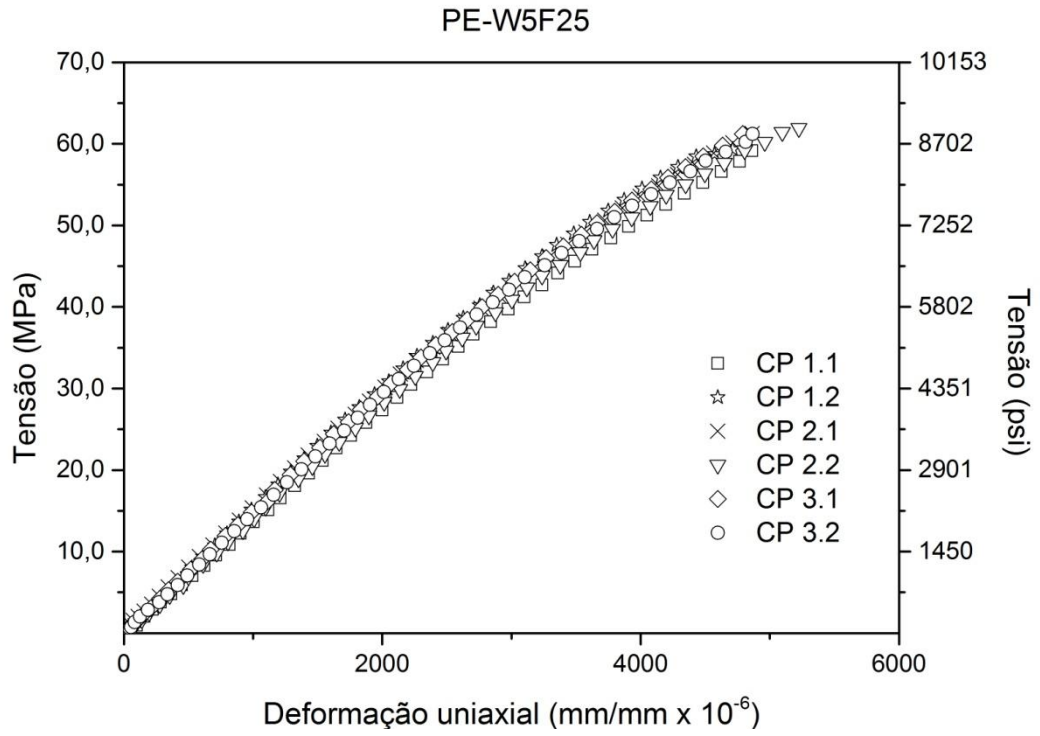


Figura 71: curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F25.

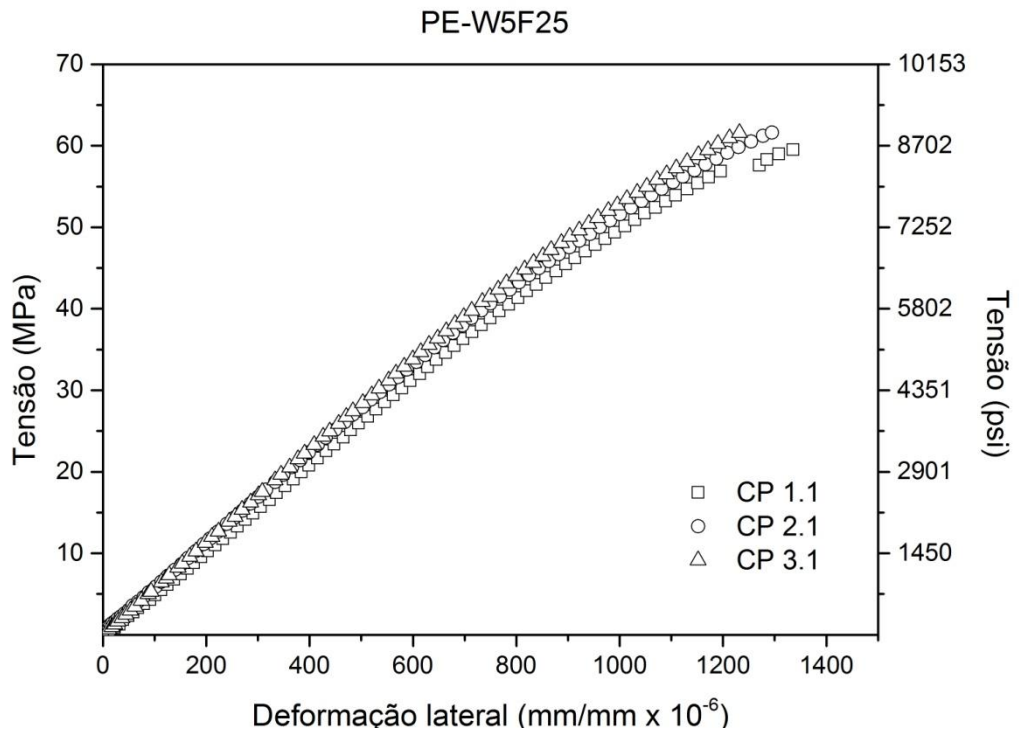


Figura 72: curvas tensão versus deformação lateral de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F25.



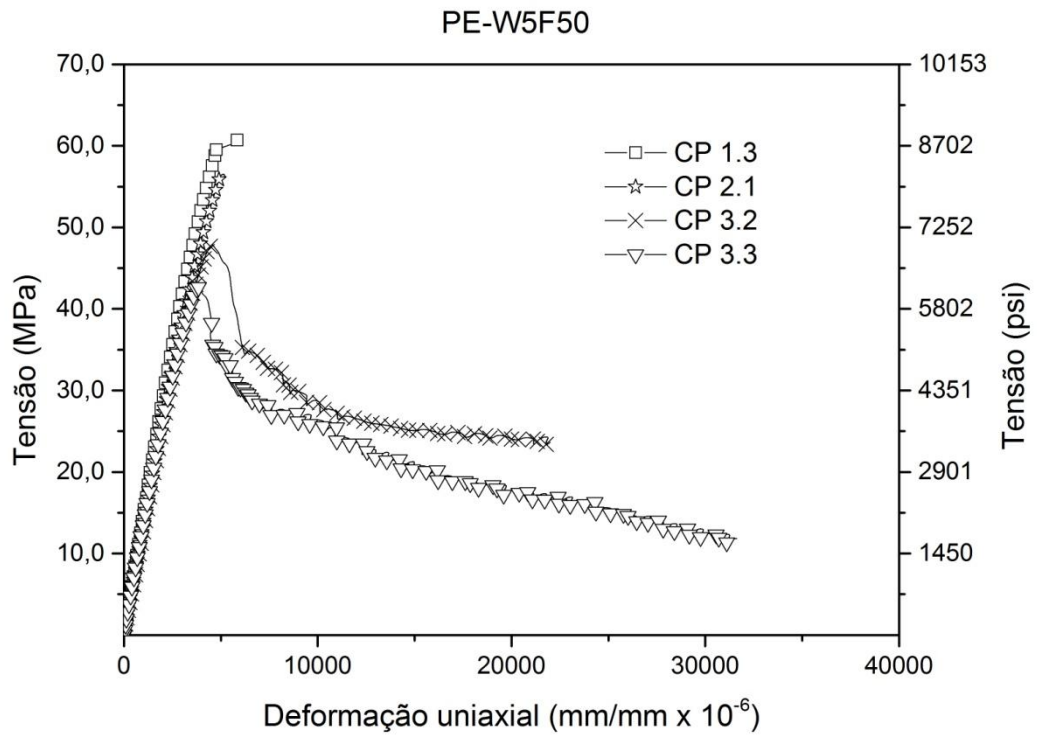


Figura 73: curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F50.

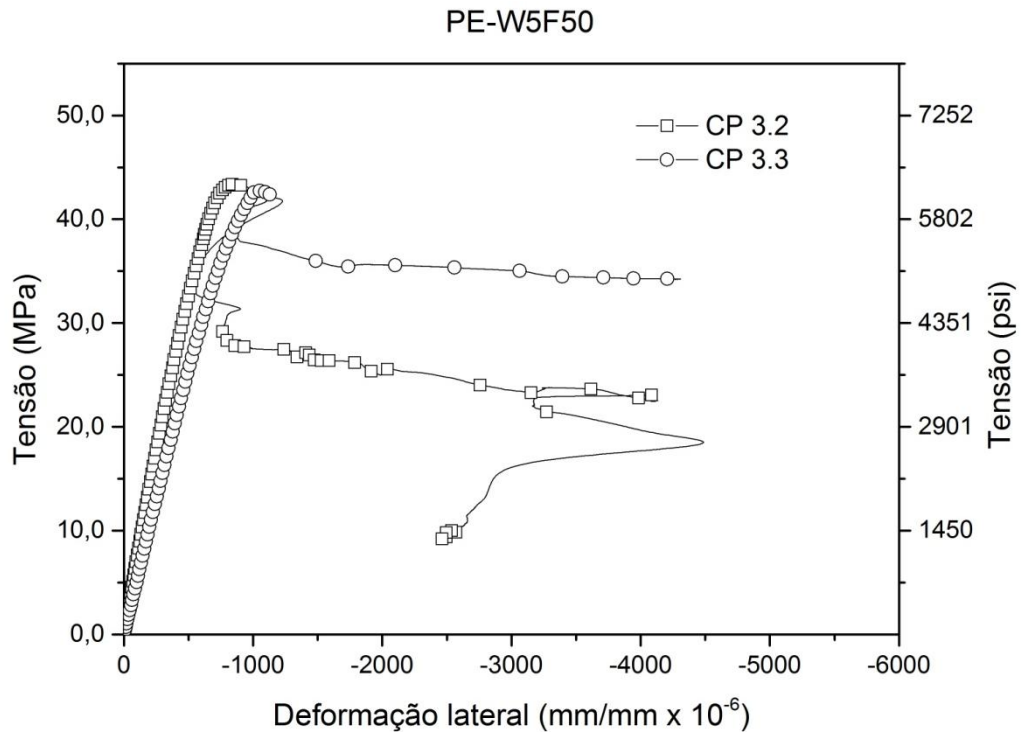


Figura 74: curvas tensão versus deformação lateral de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F50.

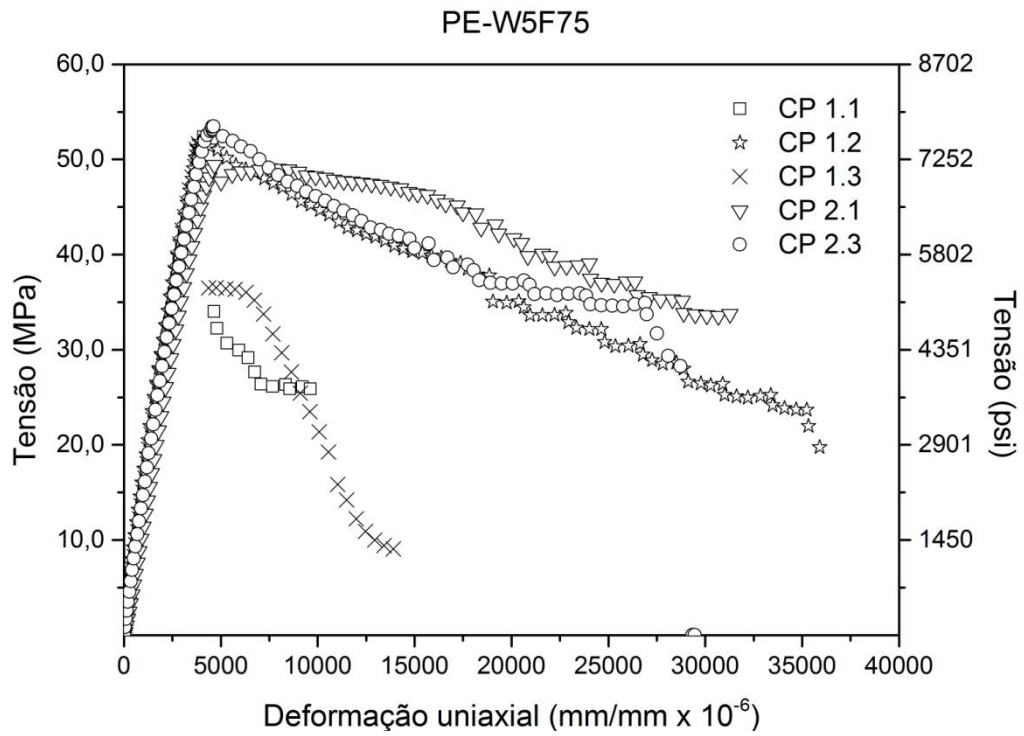


Figura 75: curvas tensão versus deformação uniaxial de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F75.

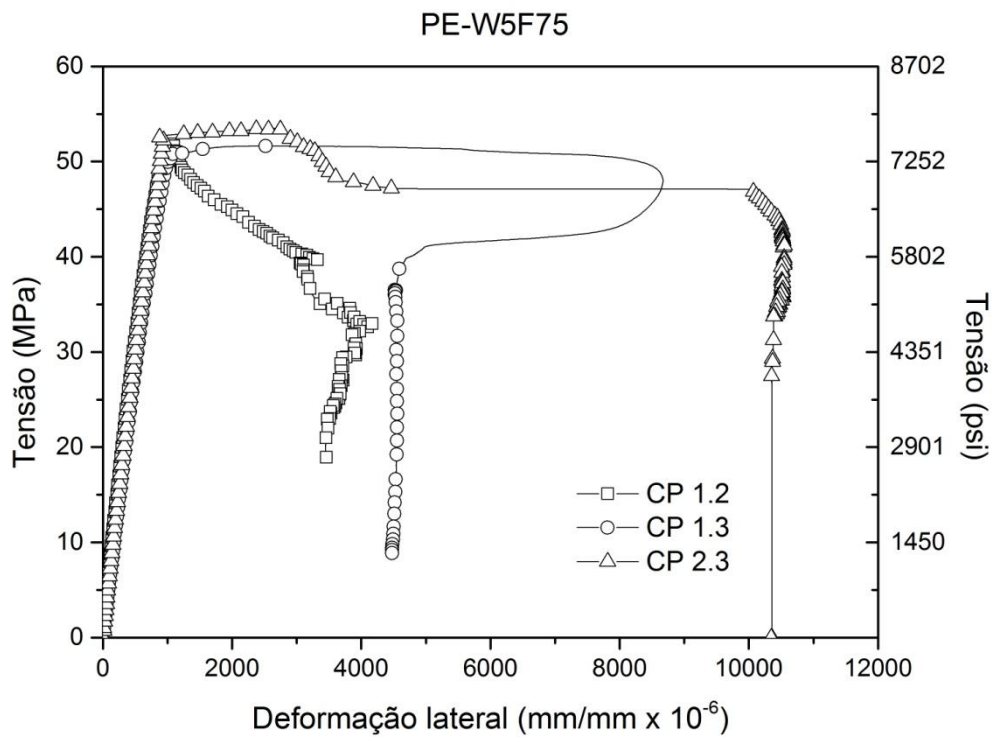


Figura 76: curvas tensão versus deformação lateral de cada corpo de prova ensaiado no ensaio de compressão uniaxial para a pasta PE-W5F75.

## Curvas tensão de cisalhamento *versus* taxa de cisalhamento referente aos ensaios de reologia

As curvas tensão de cisalhamento *versus* taxa de cisalhamento obtidas nos ensaios de reologia de todas as amostras das misturas PRSA, PE-W5, PE-W5F25, PE-W5F50 e PE-W5F75 estão exibidas abaixo. As três repetições da rampa de velocidade são exibidas para cada amostra.

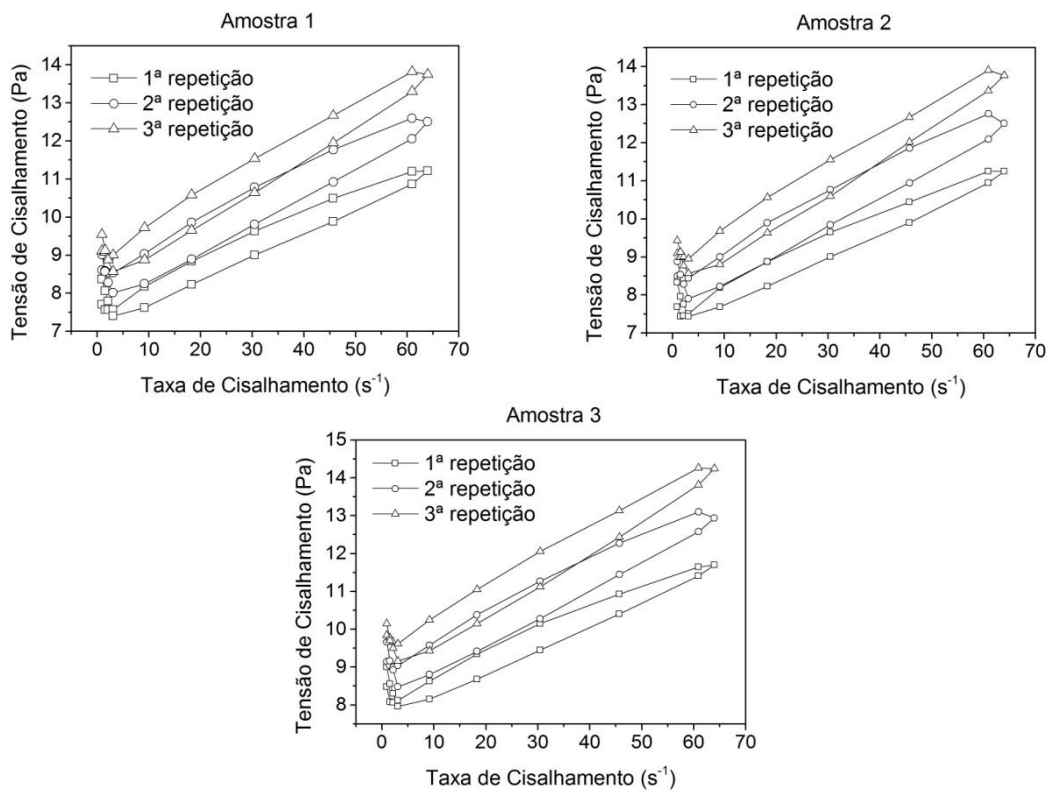


Figura 77: curvas de tensão de cisalhamento *versus* taxa de cisalhamento para as amostras da mistura PRSA.

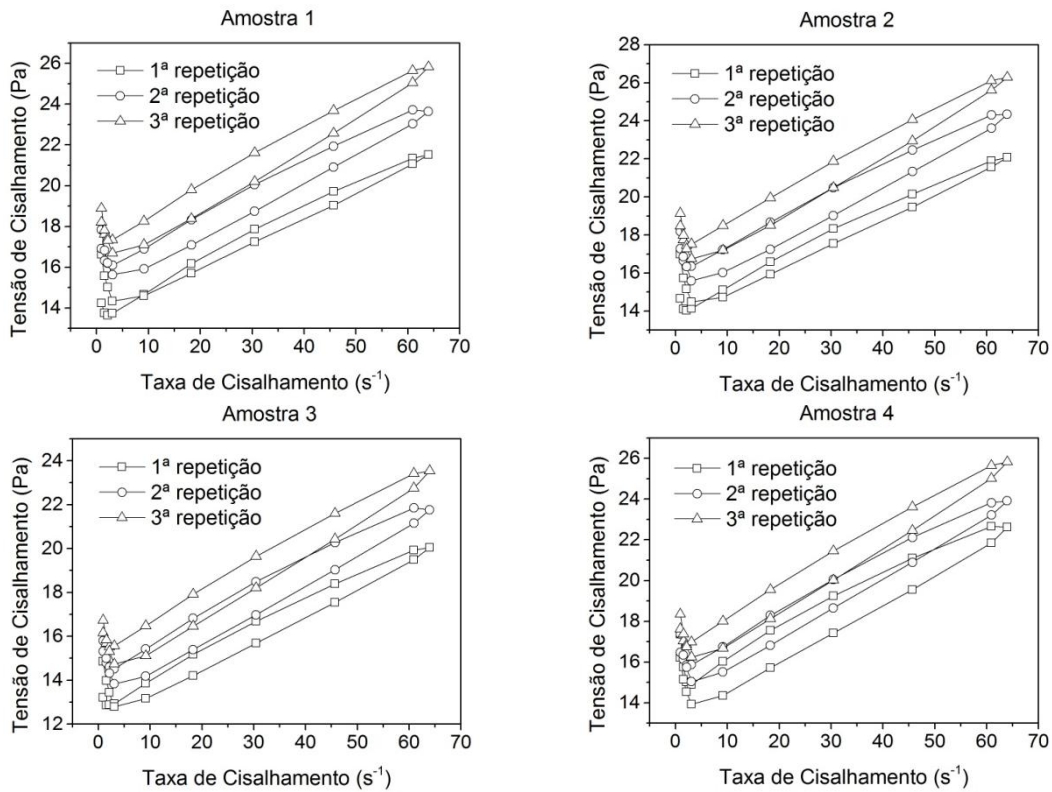


Figura 78: curvas de tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento para as amostras da mistura PE-W5.

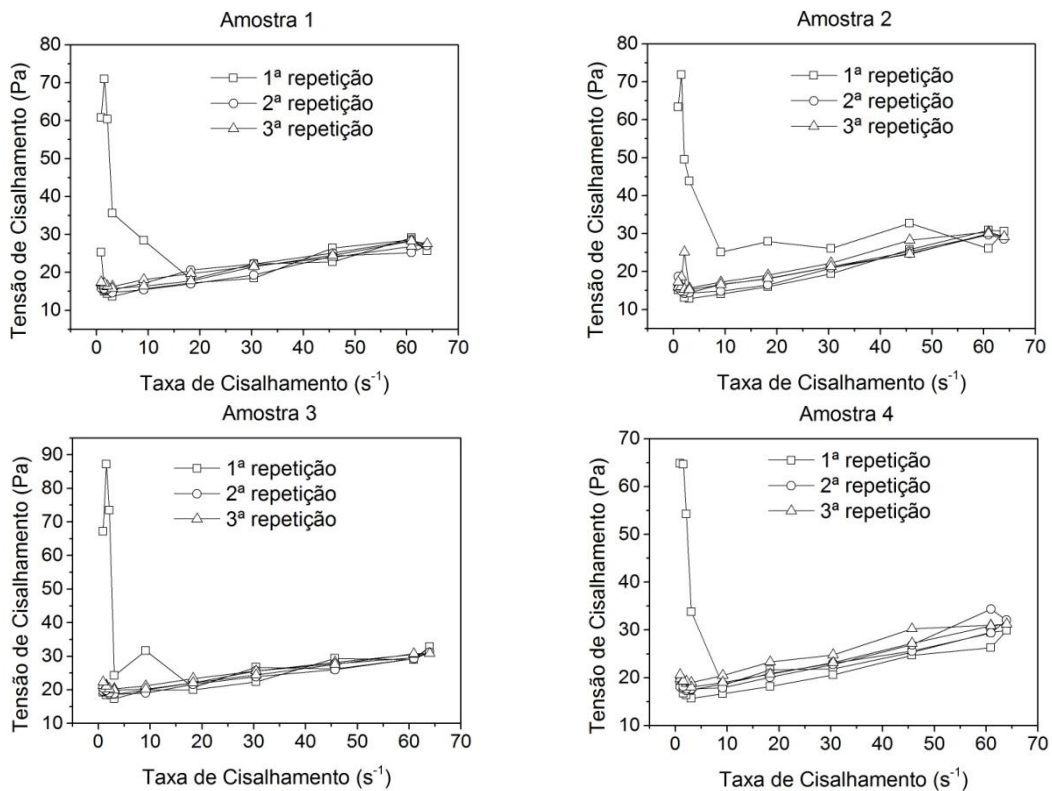


Figura 79: curvas de tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento para as amostras da mistura PE-W5F25.

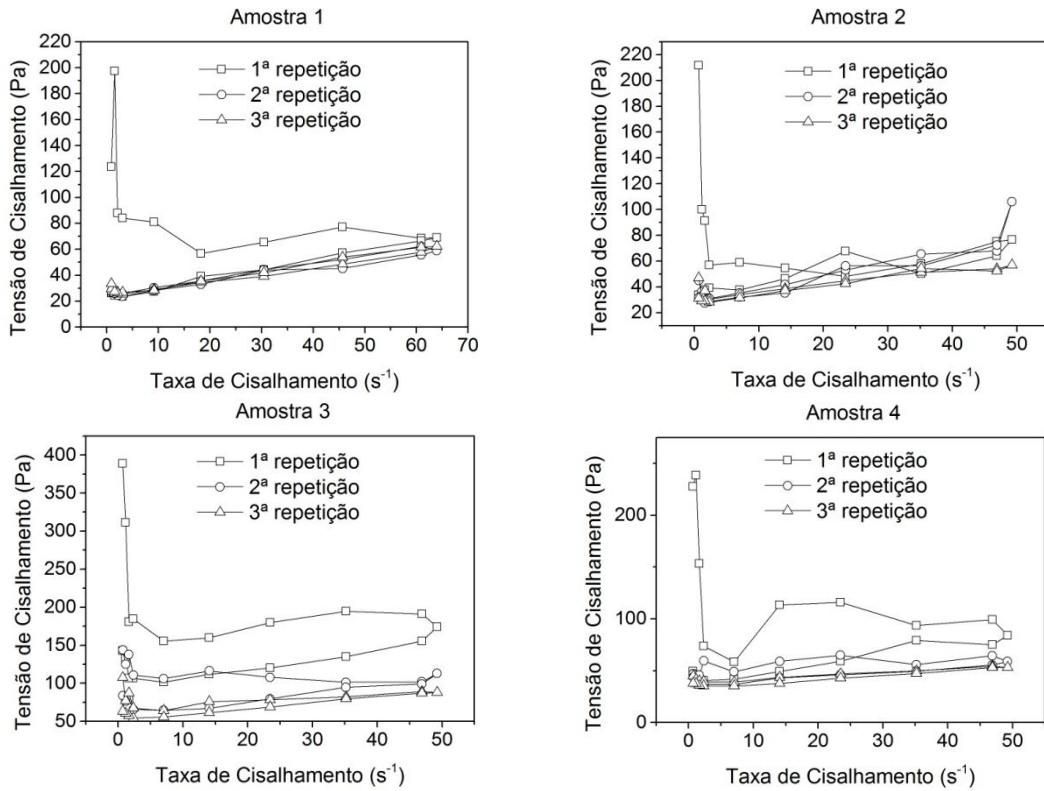


Figura 80: curvas de tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento para as amostras da mistura PE-W5F50.

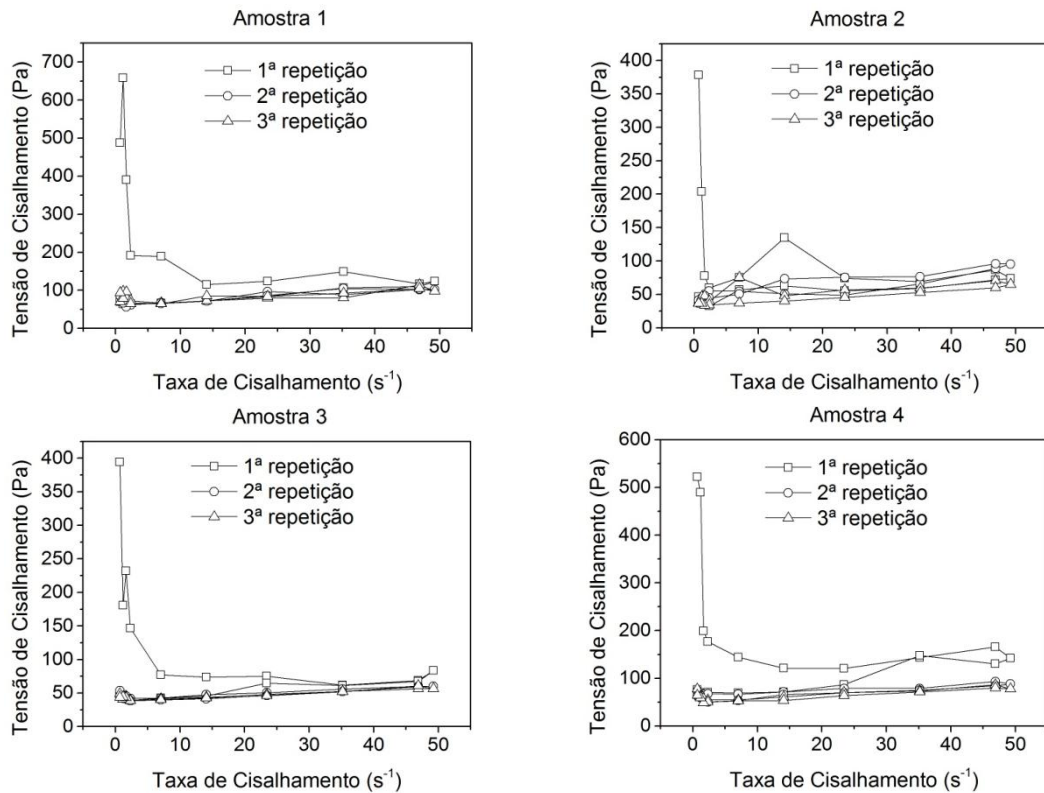


Figura 81: curvas de tensão de cisalhamento versus taxa de cisalhamento para as amostras da mistura PE-W5F75.