



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

YAGO RYAN PINHEIRO DOS SANTOS

**INTERAÇÃO ROCHA-FLUIDO DURANTE PROCESSO DE ACIDIFICAÇÃO DE
MATRIZ EM ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS**

Recife

2024

YAGO RYAN PINHEIRO DOS SANTOS

**INTERAÇÃO ROCHA-FLUIDO DURANTE PROCESSO DE ACIDIFICAÇÃO DE
MATRIZ EM ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Engenharia civil.

Área de concentração: Geotecnia.

Orientador: Prof. Dr. Igor Fernandes Gomes.

Coorientadora: Profa. Dra. Analice França Lima Amorim.

Recife

2024

Catálogo na fonte
Bibliotecária Margareth Malta, CRB-4 / 1198

S237g

Santos, Yago Ryan Pinheiro dos.

Interação rocha-fluido durante processo de acidificação de matriz em rochas carbonáticas sintéticas / Yago Ryan Pinheiro dos Santos. – 2024.

207 f.: il., figs., tabs., abrev., sigl. e simb.

Orientador: Prof. Dr. Igor Fernandes Gomes.

Coorientadora: Profa. Dra. Analice França Lima Amorim.

Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2024.

Inclui Referências.

1. Engenharia Civil. 2. Acidificação de matriz. 3. Ácido acético. 4. Dissolução química. 5. Fraturas. 6. Geotêxtil. 7. Rocha carbonática sintética. I. Gomes, Igor Fernandes (Orientador). II. Amorim, Analice França Lima (Coorientadora). III. Título.

UFPE

624 CDD (22. ed.)

BCTG/2024-80

YAGO RYAN PINHEIRO DOS SANTOS

**INTERAÇÃO ROCHA-FLUIDO DURANTE PROCESSO DE ACIDIFICAÇÃO
DE MATRIZ EM ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, da Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Civil. Área de Concentração: Geotecnia.

Aprovada em: 31/05/2024.

BANCA EXAMINADORA

participação por videoconferência
Prof. Dr. Leonardo José do Nascimento Guimarães (Examinador interno)
Universidade Federal de Pernambuco

participação por videoconferência
Prof. Dr. Petrucio José dos Santos Júnior (Examinador externo)
Maccaferri

participação por videoconferência
Profa. Dra. Flávia de Oliveira Lima Falcão (Examinadora externa)
Petrobras

participação por videoconferência
Prof. Dr. Marcos Allyson Felipe Rodrigues (examinador externo)
Universidade Federal do Rio Grande do Norte

participação por videoconferência
Profa. Dra. Aline Flávia Nunes Remígio Antunes (examinadora externa)
Universidade Federal da Paraíba

Às minhas sobrinhas, Sophia, Marina e Isabella.

AGRADECIMENTOS

A Deus e à Nossa Senhora por me dar forças e nunca me deixar desistir da conclusão do doutorado.

Aos meus pais, que nunca pouparam esforços para me dar todas as oportunidades que tive desde criança até o presente momento. Serei sempre grato a tudo que fizeram por mim.

Às minhas irmãs, Kari e Kathaline (Katha), pelo apoio e companheirismo e por cuidarem de mim, sempre.

Ao meu orientador, Igor Gomes, pela orientação, apoio, companheirismo, pelos conhecimentos transmitidos e por sempre me acalmar em nossas reuniões, mostrando soluções para todos os problemas enfrentados durante a execução deste trabalho.

À minha coorientadora, Analice Lima, pela orientação, apoio, por acreditar em mim e por estar presente em todos os momentos importantes da minha vida acadêmica, sendo minha professora e orientadora de TCC na graduação, avaliadora na minha defesa de mestrado e agora como umas das orientadoras do meu doutorado.

Ao meu ex-aluno e amigo, Arthur Wmaitá, pela disponibilidade, solicitude e por ter tornado possível que parte da minha pesquisa fosse executada, graças à sua contribuição em parte do preparo das amostras apresentadas nesta pesquisa.

Ao técnico de laboratório e amigo Fábio, pelo seu profissionalismo, pelo apoio na realização dos ensaios e pela sua disponibilidade em me ajudar, mesmo não fazendo mais parte do corpo profissional do laboratório. Obrigado pela parceria ao longo desses anos de doutorado.

Aos técnicos de laboratório e amigos Antônio Brito e Guttemberg, pelo apoio na realização dos ensaios, pela sua disponibilidade em me ajudar, sendo essenciais na obtenção dos resultados experimentais do trabalho.

Aos colegas Paulo e Junior França, pelo apoio no preparo das amostras.

Aos amigos e colegas da UFPE e externos a ela, em especial a Lucas, Leonardo Brandão, Maria Camilla, Kátia, Sávio, Rubens, Karen, Luan, Alice, Paula, João e Priscila, pelo apoio e incentivo ao longo dos anos de pesquisa.

Ao Departamento de Geologia da UFPE, por ceder o material e o laboratório para o preparo do pó de calcário, essencial para a produção das rochas sintéticas.

Ao Departamento de Energia Nuclear (DEN) da UFPE, pela contribuição nas análises por imagem utilizando microtomografia computadorizadas de Raios-X.

Ao Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE, pela contribuição na fabricação de peças para o sistema desenvolvido neste trabalho.

Ao Departamento de Física dos Solos da UFRPE, pela realização dos ensaios de Difração de Raio-X.

Ao laboratório de Química (LQ) do Centro Acadêmico do Agreste da UFPE, em especial à minha ex-professora de graduação Érika Marinho e ao técnico de laboratório Henrique, pela realização dos ensaios de Fluorescência de Raios-X.

Ao LABRES-UFRN, pelo apoio na execução de ensaios e análises de resultados obtidos.

Ao programa de pós-graduação em engenharia civil (PPGEC), incluindo corpo docente e administrativo, pelos conhecimentos transmitidos e pelo apoio.

À MACCAFERRI, por disponibilizar os geotêxteis utilizados na pesquisa.

À PETROBRAS, pelo apoio financeiro, essencial para a manutenção e conclusão da tese.

RESUMO

Uma das técnicas de estimulação de poços de petróleo é a injeção de fluido ácido a uma pressão inferior à pressão de fraturamento das rochas, chamada acidificação de matriz, que promove sua dissolução pela formação de canais de alta permeabilidade, os *wormholes*, afetando a injetividade do poço, mas que pode comprometer a resistência e estabilidade da rocha no seu entorno, além de ter sua eficiência afetada pelas heterogeneidades, como as fraturas. Consistindo em um problema de interação rocha-fluido, o presente trabalho tem por objetivo avaliar os efeitos da dissolução química nas propriedades petrofísicas e geomecânicas pela acidificação de matriz, em rochas carbonáticas sintéticas com e sem a presença de fraturas. Empregou-se uma metodologia de confecção das amostras utilizando 90% de pó calcário e 10% de resina epóxi (definidas após dosagem), consolidadas por compactação e posterior tratamento térmico. Para representação das fraturas, utilizou-se tiras de geotêxtil não-tecido inseridos durante a construção da rocha, posicionadas em regiões específicas e perpendiculares à direção de injeção do fluido, para verificação de sua influência no processo dissolutivo. Desenvolveu-se um sistema utilizando uma célula de dissolução química para a realização dos testes de acidificação, cujo fluido reativo utilizado consistiu numa solução de 10% de ácido acético em água destilada, aplicado a uma pressão constante, a fim de observar os efeitos de um ácido orgânico fraco para tempos de ensaios de 36, 72 e 108 horas. Ensaios químicos (FRX e DRX), petrofísicos (porosidade e permeabilidade), petrográficos, geomecânicos (resistência à compressão simples, diametral e triaxial) e análises por imagem utilizando microtomografia computadorizada de Raios-X foram realizados para a caracterização das rochas e verificação dos efeitos da acidificação. Observou-se alterações nas propriedades das amostras com o aumento do tempo de contato rocha-fluido, destacando-se o aumento da porosidade e permeabilidade provocado pelo maior volume de vazios e maior interconectividade entre os poros causado pela dissolução de minerais. Analisando a formação dos *wormholes*, notou-se padrões do tipo ramificado e uniforme, estando associados à ação retardada da dissociação do ácido acético, às propriedades petrofísicas iniciais da rocha e à baixa taxa de injeção aplicada; as fraturas influenciaram nestes canais, com intensificação da dissolução nas regiões em que estas estavam inseridas, aumentando as ramificações presentes ao longo de sua estrutura, desviando o fluido para a direção perpendicular à direção de injeção, especialmente observado após 72 horas, destacando-se o uso do geossintético como material representativo de fraturas em amostras sintéticas. Houve também a redução de resistência mecânica (UCS) com a acidificação, que passou de 41,32 a 50,80 MPa (moderadamente dura a dura) para até 4,12 MPa

(muito branda) após 108 horas de ensaio, com transição do comportamento tensão-deformação de frágil para dúctil, além da redução de sua rigidez. A metodologia de fabricação das rochas carbonáticas sintéticas e o desenvolvimento do sistema utilizando a célula de dissolução química para realização dos testes de acidificação contribuíram para evidenciar os efeitos da dissolução de minerais nas propriedades de rochas carbonáticas após acidificação.

Palavras-chave: acidificação de matriz; ácido acético; dissolução química; fraturas; geotêxtil; rocha carbonática sintética.

ABSTRACT

One of the techniques for stimulating oil wells is the injection of acidic fluid at a pressure lower than the fracturing pressure of the rocks, known as matrix acidizing, which promotes their dissolution by forming high-permeability channels, the wormholes, affecting the injectivity of the well, but which can compromise the resistance and stability of the surrounding rock, as well as having its efficiency affected by heterogeneities such as fractures. The aim of this study is to evaluate the effects of chemical dissolution on the petrophysical and geomechanical properties of matrix acidizing in synthetic carbonate rocks with and without fractures. A methodology was used to make the samples using 90% limestone powder and 10% epoxy resin (defined after dosing), consolidated by compaction and subsequent heat treatment. To represent the fractures, strips of non-woven geotextile inserted during the construction of the rock were used, positioned in specific regions and perpendicular to the direction of fluid injection, to verify their influence on the dissolution process. A system was developed using a chemical dissolution cell to carry out acidification tests. The reactive fluid used consisted of a 10% solution of acetic acid in distilled water, applied at a constant pressure, in order to observe the effects of a weak organic acid for test times of 36, 72 and 108 hours. Chemical tests (XRF and XRD), petrophysical tests (porosity and permeability), petrographic tests, geomechanical tests (simple, diametrical and triaxial compressive strength) and image analyses using X-ray computed microtomography were carried out to characterize the rocks and verify the effects of acidification. Changes were observed in the properties of the samples as the rock-fluid contact time increased, especially the increase in porosity and permeability caused by the greater volume of voids and greater interconnectivity between the pores caused by the dissolution of minerals. An analysis of the formation of wormholes showed branched and uniform patterns, associated with the delayed action of acetic acid dissociation, the initial petrophysical properties of the rock and the low injection rate applied; the fractures influenced these channels, with intensification of dissolution in the regions where they were inserted, increasing the branches present along their structure, diverting the fluid in a direction perpendicular to the injection direction, especially observed after 72 hours, highlighting the use of geosynthetics as a representative material for fractures in synthetic samples. There was also a reduction in mechanical strength (UCS) with acidification, which went from 41.32 to 50.80 MPa (moderately hard to hard) to up to 4.12 MPa (very soft) after 108 hours of testing, with a transition in stress-strain behavior from brittle to ductile, as well as a reduction in rigidity. The methodology used to manufacture the synthetic carbonate rocks and the development of the

system using the chemical dissolution cell to carry out the acidification tests contributed to showing the effects of mineral dissolution on the properties of carbonate rocks after acidification.

Keywords: matrix acidizing, acetic acid, chemical dissolution, fractures, geotextile, synthetic carbonate rock.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura de um arenito, em destaque a sua parte sólida e seus espaços vazios.	32
Figura 2 - Localização da área Pré-sal.....	33
Figura 3 - Valores de Permeabilidade para diferentes rochas.	36
Figura 4 - Modelo de dupla porosidade de reservatórios.	37
Figura 5 - Relação da porosidade <i>versus</i> permeabilidade e a contribuição de cada meio ao escoamento de fluido e aos tipos de reservatórios naturalmente fraturados.....	38
Figura 6 - Efeito “ <i>skin</i> ” em poços de petróleo.....	40
Figura 7 - Perfil de saturação da zona de dano em diferentes comportamentos.	41
Figura 8 - Padrões de dissolução formados durante diferentes taxas de injeção/volume poroso de ácido necessário para a formação do canal injetado.	44
Figura 9 - Deposição de acetato de cálcio (precipitado branco) em superfície de rocha carbonática acidificada com ácido acético.	46
Figura 10 - Influência do tempo de contato e concentração de ácido na resistência mecânica de rochas carbonáticas.	46
Figura 11 - (a) Redução do pico de resistência e (b) e variação do Coeficiente de Poisson em rochas acidificadas pelo aumento do tempo de contato com o ácido.	47
Figura 12 - Efeitos da acidificação na resistência mecânica de rochas carbonáticas: (a) comparativo entre a resistência à compressão antes e após o ataque ácido e; (b) taxa de redução da resistência à compressão.	48
Figura 13 - Correlação entre porosidade e rigidez (Módulo de Young) em amostras antes e após a acidificação.	49
Figura 14 - Influência da acidificação no Módulo de Young (Módulo de Elasticidade) e no coeficiente de Poisson de rochas carbonáticas.	49
Figura 15 - Influência da inclinação das fraturas na propagação dos <i>wormholes</i> : (a) 0°; (b) 30°; (c) 60° e (d) 90°.	52
Figura 16 - Influência da geometria das fraturas na propagação dos <i>wormholes</i>	53
Figura 17 - Influência da posição das fraturas na propagação dos <i>wormholes</i>	54
Figura 18 - Rochas carbonáticas sintéticas fabricadas utilizando resina epóxi como agente aglomerante.....	56
Figura 19 - Reprodução de rochas sintéticas utilizando impressora 3D.....	57

Figura 20 - Classificação dos geossintéticos: (a) geotêxtil; (b) geogrelha; (c) georrede; (d) geomembrana; (e) geocomposto; (f) geocomposto argiloso (GCL); (g) geotubo; (h) geocélula e; (i) geoexpandido.	61
Figura 21 - estrutura das fibras do geotêxtil: (a) geotêxtil tecido e (b) geotêxtil não tecido....	62
Figura 22 - Direção do fluxo de fluidos em geotêxteis: (a) direção longitudinal ao plano e (b) direção normal ao plano.....	63
Figura 23 - Mecanismos de interação prejudicial ao geotêxtil: (a) cegamento; (b) bloqueamento e; (c) colmatação.	65
Figura 24 - Mapa geológico da Bacia do Araripe e localização da região de coleta (em destaque) dos exemplares para preparação do pó de calcário.	66
Figura 25 - Preparação do pó calcário: (a) bloco de calcário; (b) calcário fragmentado via triturador de mandíbulas; (c) pulverização do calcário via moinho de discos e (d) pó de calcário (<math><425 \mu\text{m}</math>).	68
Figura 26 - Curva granulométrica do pó calcário.	68
Figura 27 - Geotêxtil não tecido utilizado para representação das fraturas em rochas sintéticas.	70
Figura 28 - Tira de geotêxtil submerso em solução de 10% de ácido acético e água destilada durante o ensaio de resistência química a líquidos potencialmente reativos.....	71
Figura 29 - Preparação das amostras: (a) componentes do molde cilíndrico metálico; (b) mistura homogênea após peneiramento; (c) prensa de compactação; (d) mistura no molde e; (e) amostras após compactação e tratamento térmico em estufa.	73
Figura 30 - Esquema geral da inserção das tiras de geotêxtil para representação de fraturas nas amostras sintéticas.	74
Figura 31 - Prensa para ensaio de resistência à compressão simples: (a) prensa de compressão simples de capacidade de 1000 kN e; (b) instrumentação com extensômetros para determinação dos deslocamentos radial e axial.	77
Figura 32 - Ensaio de compressão diametral.....	79
Figura 33 - Equipamento de compressão triaxial para rochas.....	80
Figura 34 - Amostras preparadas para ensaio de compressão triaxial (A-1, A-2 e A-3).....	81
Figura 35 - Instrumentação das amostras para ensaio de compressão triaxial.	81
Figura 36 - Relação UCS médio e peso específico aparente médio das amostras produzidas para definição da rocha carbonática sintética.	84
Figura 37 - Aspecto final da rocha carbonática sintética produzida (85%:15%).	84

Figura 38 - Curvas tensão-deformação de rochas carbonáticas sintéticas preparadas na proporção 85%:15%	86
Figura 39 - Curvas tensão-deformação de rochas carbonáticas sintéticas preparadas na proporção 90%:10%	89
Figura 40 - Amostra P-02 após ensaio de UCS com plano de ruptura diagonal em sua porção central.	90
Figura 41 - Curvas tensão-deformação de rochas carbonáticas sintéticas preparadas na proporção 90%:10% com fraturas.	91
Figura 42 - Curvas tensão-deformação radial das amostras durante o ensaio de compressão diametral.	92
Figura 43 - Ruptura de amostra após ensaio de compressão diametral: (a) vista superior da fissura longitudinal; (b) fissura longitudinal e; (c) amostra bipartida.	93
Figura 44 - Curvas tensão-deformação axial e radial obtidas pelos ensaios de compressão triaxial.	94
Figura 45 - Inclinação dos planos de ruptura principal observados após ensaios de compressão triaxial: (a) 90° ($\sigma_1 = \sigma_3 = 10,0$ MPa); (b) 60° ($\sigma_1 = \sigma_3 = 5,0$ MPa) e; (c) 60° ($\sigma_1 = \sigma_3 = 2,20$ MPa).	95
Figura 46 - Curvas deformação volumétrica x deformação axial obtidas pelos ensaios de compressão triaxial.	96
Figura 47 - Trajetória de tensões totais/efetivas.	97
Figura 48 - Linha de ruptura considerando a trajetória de tensões totais e efetivas da rocha carbonática sintética produzida.	97
Figura 49 - Envoltória de resistência de Mohr-Coulomb no plano τ x σ	98
Figura 50 - Correlação entre porosidade e permeabilidade das amostras.	100
Figura 51 - Comparativo entre a relação porosidade x permeabilidade com dados reportados pela literatura.	100
Figura 52 - Comparativo entre a relação da pressão de compactação e porosidade com dados reportados pela literatura.	101
Figura 53 - Correlação entre porosidade e UCS das amostras.	102
Figura 54 - Comparativo entre a relação da porosidade e UCS com dados reportados pela literatura para rochas carbonáticas naturais.	103
Figura 55 - Análise petrográfica das amostras sintéticas: fotomicrografia (Nicols paralelo) indicando (a) aspeto geral da amostra com clastos (setas verdes) - fragmentos de calcário - de diferentes tamanhos e formas (< 425 μ m); (b) regiões em branco	

indicando poros de diferentes tamanhos e formas (setas vermelhas); (c) regiões em branco indicando poros de diferentes tamanhos e formas (setas vermelhas), presença de clastos (setas verdes) e restos de matéria orgânica (setas amarelas); (d) detalhe de fragmento de calcário com pontos pretos indicando aglomerados de pirita oxidada (FeS_2) e restos de matéria orgânica (setas amarelas).....	104
Figura 56 - (a) Esquema geral e; (b) Foto do sistema de acidificação de matriz.	106
Figura 57 - Projeto da célula de injeção.	107
Figura 58 - Detalhe da montagem do ensaio de acidificação de matriz: (a) preparação da amostra e; (b) célula de injeção ácida em operação.	108
Figura 59 - Nomenclatura utilizada para as amostras do ensaio de acidificação de matriz. ...	110
Figura 60 - (a) Aparência do efluente percolado e; (b) formação de bolhas de gás carbônico durante os ensaios.	113
Figura 61 - Variação da vazão de percolação em função do tempo: (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.....	115
Figura 62 - Variação da velocidade de percolação em função do tempo: (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.....	117
Figura 63 - Evolução do coeficiente de permeabilidade a líquido (fluido injetado) em função do tempo: (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.....	118
Figura 64 - Evolução de VI com o tempo: (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.....	120
Figura 65 - Evolução da permeabilidade com o volume poroso injetado (VPI): (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.	121
Figura 66 - Variação de VPI em função do tempo para (a) amostras homogêneas e (b) amostras com fraturas.	123
Figura 67 - Variação de porosidade e volume poroso para as amostras acidificadas ao longo do tempo – amostras homogêneas.	124
Figura 68 - Variação de porosidade e volume poroso para as amostras acidificadas ao longo do tempo – amostras com fraturas.	124

Figura 69 - Variação da permeabilidade a gás para amostras acidificadas ao longo do tempo – homogêneas.	126
Figura 70 - Variação da permeabilidade a gás para amostras acidificadas ao longo do tempo – com fraturas.	126
Figura 71 - Correlação entre VPI e porosidade final das amostras.	127
Figura 72 - Correlação entre índice de vazios final e porosidade final das amostras.	128
Figura 73 - Correlação entre porosidade e permeabilidade a gás das amostras.	128
Figura 74 - Correlação entre porosidade e permeabilidade ao fluido injetado das amostras.	129
Figura 75 - Evolução de IMD com o tempo.	131
Figura 76 - Correlação entre IMD e porosidade final das amostras.	132
Figura 77 - Correlação entre IMD e VPI.	133
Figura 78 - Variação do pH ao longo dos testes de acidificação: (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.	134
Figura 79 - Difratoograma de Raios-X obtidos para as amostras: (a) não acidificada; após (b) 36 h, (c) 72 h e (d) 108 h de acidificação.	138
Figura 80 - Morfologia das amostras acidificadas - topo.	139
Figura 81 - Morfologia das amostras acidificadas - base.	139
Figura 82 - Morfologia das amostras acidificadas - face.	140
Figura 83 - Presença de acetato de ferro (III) e acetato de cálcio em amostras acidificadas.	141
Figura 84 - Aspecto geral das fraturas (tiras de geotêxtil) após acidificação.	142
Figura 85 - Escaneamento tomográfico das amostras.	144
Figura 86 - Esquema de análise das seções para estudo dos padrões de dissolução das amostras.	145
Figura 87 - Seleção de superfície de análise com destaque para a região correspondente ao volume poroso no plano (a) xz e (b) xy.	146
Figura 88 - Seção longitudinal da amostra: (a) “H” e “F” na direção do (b) comprimento da fratura e (c) da largura da fratura.	148
Figura 89 - Seções transversais 1, 2 e 3 das amostras (a) “H” e (b) “F”.	148
Figura 90 - Seção longitudinal das amostras (a) H-1a e (b) H-1b (Tempo de acidificação de 36 h).	149
Figura 91 - Seção transversal das amostras (a) H-1a e (b) H-1b (Tempo de acidificação de 36 h).	150

Figura 92 - Seção longitudinal das amostras (a) H-2a e (b) H-2b (Tempo de acidificação de 72 h).....	151
Figura 93 - Seção transversal das amostras (a) H-2a e (b) H-2b (Tempo de acidificação de 72 h).....	151
Figura 94 - Seção longitudinal das amostras (a) H-3a e (b) H-3b (Tempo de acidificação de 108 h).....	152
Figura 95 - Seção transversal das amostras (a) H-3a e (b) H-3b (Tempo de acidificação de 108 h).....	153
Figura 96 - Seção longitudinal das amostras (a) F-1a e (b) F-1b (Tempo de acidificação de 36 h).....	155
Figura 97 - Seção transversal das amostras (a) F-1a e (b) F-1b (Tempo de acidificação de 36 h).....	155
Figura 98 - Seção longitudinal das amostras (a) F-2a e (b) F-2b (Tempo de acidificação de 72 h).....	156
Figura 99 - Seção transversal das amostras (a) F-2a e (b) F-2b (Tempo de acidificação de 72 h).....	157
Figura 100 - Seção longitudinal das amostras (a) F-3a e (b) F-3b (Tempo de acidificação de 108 h).....	158
Figura 101 - Seção transversal das amostras (a) F-3a e (b) F-3b (Tempo de acidificação de 108 h).....	158
Figura 102 - Reconstrução em 3D da dissolução das amostras acidificadas.....	161
Figura 103 - Relação entre (a) VI e comprimento de propagação e relação entre (b) VPI e L_w/L_f	162
Figura 104 - Relação entre (a) VI e comprimento de propagação e relação entre (b) VPI e D_w/D_f	164
Figura 105 - Relação entre tempo e VPI no avanço de propagação da dissolução em amostras homogêneas.....	165
Figura 106 - Relação entre tempo e VPI no avanço de propagação da dissolução em amostras com fraturas.....	166
Figura 107 - Perfil de distribuição de porosidade da amostra “H”.....	166
Figura 108 - Perfil de distribuição de porosidade da amostra “F”.....	167
Figura 109 - Perfis de distribuição de porosidade para os tempos de: 36 h – H-1a (a) e F-1a (b); 72 h – H-2a (c) e F-2a (d) e; 108 h – H-3a (e) e F-3b (f).	168
Figura 110 - PSD das amostras (a) “H” e (b) “F”.	171

Figura 111 - PSD das amostras acidificadas para os tempos de: 36 h – H-1a (a) e F-1a (b); 72 h – H-2a (c) e F-2a (d) e; 108 h – H-3a (e) e F-3b (f).	172
Figura 112 - Amostras acidificadas (a) antes e (b) após o ensaio de UCS.	174
Figura 113 - Curvas tensão-deformação axial para amostras acidificadas homogêneas após tempos de ensaio de: (a) 36 h; (b) 72 h e; (c) 108 h.	175
Figura 114 - Curvas tensão-deformação axial para amostras acidificadas com fraturas após tempos de ensaio de: (a) 36 h; (b) 72 h e; (c) 108 h.	176
Figura 115 - Comparativo entre as curvas tensão-deformação axial de amostras não acidificadas e amostras acidificadas.	178
Figura 116 - Amostras acidificadas após ruptura, para os tempos de ensaio de: (a) 36 h; (b) 72 h e; (c) 108 h.	179
Figura 117 - Comparativo entre as curvas tensão-deformação axial e padrões de dissolução de amostras acidificadas.	180
Figura 118 - Correlação entre perda de UCS e tempo de ensaio.	181
Figura 119 - Taxa de redução de UCS com o tempo.	182
Figura 120 - Comparativo da redução de UCS com o aumento do tempo de acidificação com dados reportados pela literatura.	183
Figura 121 - Comparativo entre a média de E pré-acidificação com os valores de E das amostras acidificadas.	183
Figura 122 - Comparativo entre a média de ν pré-acidificação com os valores de ν das amostras acidificadas.	184
Figura 123 - Correlação entre porosidade e UCS das amostras acidificadas.	185
Figura 124 - Correlação entre razão de porosidade e razão de UCS antes e após acidificação.	186
Figura 125 - Correlação entre VPI e UCS das amostras acidificadas.	187

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Materiais utilizados para produção de rochas sintéticas.	55
Tabela 2 - Propriedades do geotêxtil não-tecido.	70
Tabela 3 - Variação de Peso específico aparente e UCS em função do quantitativo de materiais adicionados para amostras com 85% de pó calcário e 15% de resina epóxi.	83
Tabela 4 - UCS, E e ν das amostras sintéticas preparadas na proporção 85%:15%.	85
Tabela 5 - UCS, E e ν das amostras de rochas sintéticas preparadas na proporção 90%:10%.	88
Tabela 6 - UCS, E e ν das amostras preparadas na proporção 90%:10% com fraturas.	90
Tabela 7 - σ_t e deformação radial das amostras.	92
Tabela 8 - Parâmetros geomecânicos obtidos pelos ensaios de compressão triaxial.	93
Tabela 9 - Porosidade e permeabilidade a gás para as amostras P-01 a P-06.	99
Tabela 10 - Características iniciais das rochas carbonáticas sintéticas preparadas para testes de acidificação de matriz.	110
Tabela 11 - Resumo dos parâmetros obtidos através dos testes de acidificação de matriz: volume poroso inicial (V_{pi}) e final (V_{pf}); índice de vazios inicial (e_i) e final (e_f); porosidade a gás hélio inicial (Φ_i) e final (Φ_f); permeabilidade a gás nitrogênio inicial ($k_{gási}$) e final ($k_{gásf}$); volume injetado (VI); volume poroso injetado (VPI); vazão inicial (Q_i) e final (Q_f).	114
Tabela 12 - Índice de massa dissolvida (IMD) das amostras acidificadas.	130
Tabela 13 - Valores de pH inicial e final do efluente durante os testes de acidificação.	134
Tabela 14 - Resultados obtidos via FRX.	137
Tabela 15 - Variação de dimensões das amostras após acidificação.	142
Tabela 16 - Classificação do tamanho de poros.	147
Tabela 17 - Comprimento e diâmetro de propagação da dissolução.	162
Tabela 18 - Comparativo entre a porosidade obtida por porosimetria a gás hélio e por análises de μ CT.	170
Tabela 19 - Parâmetros geomecânicos das amostras acidificadas.	175

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

μ CT	Microtomografía computarizada
cP	centiPoise
HAc	Ácido acético
tan	Tangente
UCS	Unconfined Compressive Strength

LISTA DE SÍMBOLOS

A_s	Área da seção transversal
c	Coesão
CaCO_3	Carbonato de cálcio/Calcita
D	Diâmetro
E_m	Módulo de Elasticidade médio
E_s	Módulo de Elasticidade secante
GPa	Giga Pascals
k	Permeabilidade
$k_{\text{gás}}$	Permeabilidade a gás nitrogênio
L	Comprimento
MPa	Mega Pascals
Q	Vazão
S_d	Tensão desviadora
γ_s	Peso específico aparente
ϵ_a	Deformação específica axial
ϵ_r	Deformação específica radial
ϵ_v	Deformação específica volumétrica
ν	Coefficiente de Poisson
ϕ	Ângulo de atrito
Φ	Porosidade
σ_1	Tensão principal maior
σ_3	Tensão principal menor
σ_{axial}	Tensão axial
σ_t	Resistência à compressão diametral (tração)
τ	Tensão de cisalhamento

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	24
1.1	CONSIDERAÇÕES INICIAIS	24
1.2	JUSTIFICATIVA	27
1.3	OBJETIVOS	28
1.3.1	Objetivo geral	28
1.3.2	Objetivos específicos	28
1.4	ESTRUTURA DA TESE	29
2	REVISÃO DA LITERATURA	31
2.1	RESERVATÓRIOS DE PETRÓLEO: TIPOS E PROPRIEDADES	31
2.1.1	Propriedades macroscópicas das rochas-reservatório	33
2.1.2	Contribuição das fraturas à porosidade e permeabilidade de reservatórios	36
2.2	DANO À FORMAÇÃO EM RESERVATÓRIOS DE PETRÓLEO	38
2.3	TÉCNICAS DE ESTIMULAÇÃO DE POÇOS EM RESERVATÓRIOS DE PETRÓLEO	41
2.3.1	Acidificação de matriz	43
2.3.1.1	Influência da acidificação de matriz nas propriedades geomecânicas de rochas	46
2.3.1.2	Influência das fraturas na acidificação de matriz	50
2.4	PRODUÇÃO DE ROCHAS SINTÉTICAS	54
2.4.1	Representação de descontinuidades em rochas sintéticas	58
2.5	GEOSINTÉTICOS: CARACTERÍSTICAS GERAIS	59
2.5.1	Tipos de geossintéticos	60
2.5.1.1	Geotêxteis: tipos, características e aplicações	61
3	DOSAGEM, PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS	66
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS PARA REPRESENTAÇÃO DA MATRIZ SÓLIDA	66
3.1.1	Pó calcário	66
3.1.2	Resina epóxi	69
3.1.3	Geotêxtil para representação de fraturas	69

3.2	PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE AMOSTRAS	71
3.2.1	Processo de fabricação de amostras homogêneas	71
3.2.2	Processo de fabricação de amostras com fraturas	73
3.3	CARACTERIZAÇÃO PETROFÍSICA E PETROGRÁFICA DAS ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS	75
3.3.1	Permeabilidade a gás nitrogênio	75
3.3.2	Porosimetria a gás hélio	76
3.3.3	Análise petrográfica	76
3.4	CARACTERIZAÇÃO GEOMECÂNICA DAS ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS	76
3.4.1	Ensaio de resistência à compressão simples (UCS)	77
3.4.2	Ensaio de resistência à compressão diametral (ensaio brasileiro)	78
3.4.3	Ensaio de resistência à compressão triaxial	80
3.5	DEFINIÇÃO DA DOSAGEM E PRODUÇÃO DA ROCHA CARBONÁTICA SINTÉTICA	82
3.6	CARACTERIZAÇÃO GEOMECÂNICA	88
3.6.1	Resistência à compressão simples (UCS)	88
3.6.2	Resistência à compressão diametral	92
3.6.3	Resistência à compressão triaxial	93
3.7	CARACTERIZAÇÃO PETROFÍSICA E PETROGRÁFICA	98
3.7.1	Caracterização petrofísica	98
3.7.2	Caracterização petrográfica	103
4	ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL, RESULTADOS E ANÁLISES	106
4.1	DESENVOLVIMENTO DE SISTEMA DE ACIDIFICAÇÃO E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	106
4.1.1	Preparação da solução ácida de injeção	111
4.1.2	Caracterização química/mineralógica através das técnicas de FRX e DRX	112
4.2	VISÃO GERAL DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ	112
4.3	ANÁLISES DE VAZÃO, VELOCIDADE, PERMEABILIDADE A LÍQUIDO, VOLUME INJETADO E VOLUME POROSO INJETADO	115

4.4	AVALIAÇÃO DA POROSIDADE E PERMEABILIDADE A GÁS	124
4.5	AVALIAÇÃO DA MASSA DISSOLVIDA	130
4.6	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA/MINERALÓGICA DO FLUIDO EFLUENTE PÓS-ACIDIFICAÇÃO	133
4.7	ANÁLISE MORFOLÓGICA DAS AMOSTRAS ACIDIFICADAS	138
4.7.1	Avaliação das dimensões das amostras acidificadas	142
5	AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DA ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ VIA ANÁLISES POR IMAGENS DE MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS-X	144
5.1	MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS-X	144
5.2	VERIFICAÇÃO DA MORFOLOGIA E PADRÕES DE DISSOLUÇÃO DAS ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS ACIDIFICADAS	145
5.3	DETERMINAÇÃO DO PERFIL DE DISTRIBUIÇÃO DE POROSIDADE E DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE POROS (PSD)	146
5.4	ANÁLISE MORFOLÓGICA DOS PADRÕES DE DISSOLUÇÃO DAS AMOSTRAS ACIDIFICADAS	147
5.4.1	Amostras homogêneas	149
5.4.2	Amostras com fraturas	154
5.5	COMPRIMENTO DE PROPAGAÇÃO DA DISSOLUÇÃO	160
5.6	ANÁLISE DO PERFIL DE DISTRIBUIÇÃO DE POROSIDADE	166
5.7	ANÁLISE DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE POROS (PSD)	170
6	EFEITOS DA ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ NAS PROPRIEDADES GEOMECÂNICAS DAS ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS	174
6.1	ENSAIOS GEOMECÂNICOS EM AMOSTRAS ACIDIFICADAS	174
6.1.1	Parâmetros geomecânicos das amostras acidificadas	175
6.2	RELAÇÃO ENTRE PROPRIEDADES PETROFÍSICAS E GEOMECÂNICAS DAS AMOSTRAS ACIDIFICADAS	185
7	CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS	188
7.1	CONCLUSÕES	188
7.2	SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS	191
	REFERÊNCIAS	193

1 INTRODUÇÃO

O capítulo 1 apresenta as considerações iniciais sobre a temática da pesquisa, seguido da justificativa que releva a importância dos temas abordados e os objetivos geral e específicos a serem alcançados com a realização da pesquisa. Por fim, apresenta-se a estrutura geral do texto.

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A indústria de petróleo engloba uma longa cadeia de atividades, e movimenta grande parte de seus recursos para a exploração e produção de óleo e gás natural, de modo a garantir e atender à crescente demanda energética mundial. Diante deste cenário, torna-se necessário a utilização de técnicas capazes de viabilizar a produção de hidrocarbonetos, com a exploração de novas áreas de produção, perfuração de novos poços, antecipando a produção ou aumentando a recuperação em campo. Apesar das diversas técnicas disponíveis, a engenharia de petróleo depara-se com a heterogeneidade das rochas-reservatório e o dano à formação, que dificultam a produção de hidrocarbonetos.

As rochas-reservatório, como os carbonatos ou os arenitos, podem apresentar irregularidade no tamanho dos grãos e, associados aos processos de cimentação, recristalização e deposição química, podem ter sua porosidade reduzida, além da presença de fraturas, que podem configurar como barreiras ou caminhos preferenciais para o fluxo de fluidos; já os processos de dissolução química são relevantes em carbonatos pois, podem formar, em sua estrutura, cavidades muito pequenas ou até cavernas, aumentando o seu volume de vazios e sua permeabilidade.

Além da influência das fraturas e dos processos de deposição química observados em reservatórios, o dano à formação influencia na produção dos poços, o que se relaciona com a redução de permeabilidade nas regiões próximas a estes, representando um problema operacional e econômico presente na extração de hidrocarbonetos devido à perfuração, estimulação, completação, manutenção da produção, abandono do poço (HURST, CLARK E BRAUER, 1967; LIMA, 2010), ou pela presença de pastas cimentícias, lama e argila em torno deste (AHMED, 2019).

Para que os mecanismos de formação de dano e as heterogeneidades não interfiram na produção do poço, técnicas de estimulação são empregadas para aumentar sua produtividade ou injetividade; dentre elas, está a acidificação de matriz, cujo objetivo é remover o dano e

umentar o escoamento de óleo e gás em regiões próximas aos poços (KREBS *et al.*, 2015; KARIMI *et al.*, 2018; ZHANG E FANG, 2020; ZHOU *et al.*, 2020; Su *et al.*, 2022), aumentando a produtividade em reservatórios de hidrocarbonetos (JAFARPOUR *et al.*, 2019). A técnica consiste em injetar ácidos fortes (HCl, por exemplo) ou fracos (ácido acético) a uma pressão abaixo da pressão de fraturamento de formação das rochas, promovendo sua dissolução (KHALIL *et al.*, 2021; FURUI *et al.*, 2022), removendo o dano proveniente de atividades operacionais e criando canais de alta permeabilidade, chamados *wormholes* (FREDD E FOGLER, 1999; BUIJSE, 2000; YOO *et al.*, 2019; WANG *et al.*, 2020; RODRIGUES *et al.*, 2021; WANG *et al.*, 2023), que conduzem os hidrocarbonetos do reservatório até o poço produtor (JAFARPOUR *et al.*, 2021).

Apesar da eficiência da acidificação de matriz na remoção de dano, a dissolução dos minerais da rocha provocada pela estimulação pode aumentar os riscos do colapso do poço, sendo necessário, segundo Parandeh *et al.* (2023), avaliar a estabilidade mecânica do reservatório antes do tratamento ácido, através de testes para avaliar sua resistência, a fim de evitar resultados indesejáveis. Além disso, as fraturas, estando elas isoladas ou conectadas, agravam a complexidade da geometria dos reservatórios, cuja orientação em relação à injeção do ácido poderá alterar o fluxo injetado, e a eficiência da acidificação pode ser grandemente influenciada (HUD, 2017; WU *et al.*, 2022).

Embora o interesse nas propriedades mecânicas e petrofísicas de arenitos e carbonatos, bem como no comportamento das rochas devido à interação entre rochas e fluidos, tais análises demandam elevada amostragem de rochas. A obtenção de amostras naturais é, em geral, limitada, tornando-se um inconveniente para ensaios laboratoriais que requerem um número significativo de amostras para representar um determinado problema e principalmente para ensaios geomecânicos destrutivos (ISHUTOV *et al.*, 2018; KONG *et al.*, 2019).

Além disso, devido ao complexo sistema poroso e às suas heterogeneidades, os reservatórios carbonáticos (KARGARPOUR, 2020) provocam o surgimento de incertezas experimentais, dificultando a obtenção de resultados comparáveis e reprodutíveis (ALMETWALLY E JABBARI, 2020; de CASTRO DANTAS *et al.*, 2020; FU *et al.*, 2020; GELL *et al.*, 2019). O custo relacionado à amostragem torna difícil a obtenção de um número suficiente de amostras para quantificação desses sistemas e, com isso, o desenvolvimento de rochas sintéticas em laboratório torna-se uma alternativa, representando características análogas das rochas naturais, permitindo, assim, estes estudos.

A combinação de materiais análogos e agentes cimentantes/aglomerantes são usualmente estudados para a representação de matrizes rochosas. Dentre eles, destacam-se a

utilização de areia (TILLOTSON *et al.*, 2012; GUO *et al.*, 2016; DING *et al.*, 2017; YU *et al.*, 2020) e pó de rochas (WANG *et al.*, 2015; WANG *et al.*, 2017(b)) como materiais sólidos análogos; Cimento Portland (SANTOS *et al.*, 2017; FEDRIZZI *et al.*, 2018; SHAKIBA *et al.*, 2020; GALINDO *et al.*, 2021) e resina epóxi (WANG *et al.*, 2015; GUO *et al.*, 2016; WANG *et al.*, 2017(a); MOHAMMED E SCHMMIT, 2020; YU *et al.*, 2020) são citados como materiais cimentantes. A tecnologia em impressão 3D também vem sendo utilizada na reprodução de rochas sintéticas, estando limitada à resolução da impressora e à disponibilidade de materiais que reproduzam a mineralogia das rochas.

Outro desafio que o desenvolvimento de rochas sintéticas se depara é a escolha de materiais que representem, de forma satisfatória, as descontinuidades dos reservatórios (*vuggs* e fraturas), pois a estrutura escolhida deve configurar como barreiras ou caminhos preferenciais para a percolação de fluidos nessas estruturas. Folhas de alumínio (TILLOTSON *et al.*, 2012; AMALOKWU *et al.*, 2014; Wang *et al.* (2017) (b)) e tiras de isopor (WANG *et al.*, 2015; SANTOS *et al.*, 2017) são os mais comuns para a representação de fraturas em rochas sintéticas.

Os geossintéticos, que, segundo Palmeira (2018), são produzidos por materiais poliméricos naturais ou sintéticas com aplicações na engenharia civil, foram escolhidos, neste trabalho, de forma inovadora, para a representação de fraturas em rochas carbonáticas sintéticas, apresentando o geotêxtil não-tecido características favoráveis a esta aplicação, cujas propriedades de permissividade (permeabilidade normal ao plano) e transmissividade (permeabilidade longitudinal ao plano) associadas à sua estrutura com elevado volume de vazios, podem representar canais de alta porosidade e alta permeabilidade, influenciando no escoamento de fluidos como observado em fraturas naturais.

Desta maneira, a presente pesquisa compreende uma abordagem experimental acerca da técnica de acidificação de matriz em reservatórios de petróleo através de ensaios realizados em um sistema de injeção de fluido ácido composto por uma célula de dissolução, reservatório e controles da pressão de confinamento e injeção. As amostras utilizadas foram rochas carbonáticas sintéticas homogêneas e com fraturas representadas por geotêxtil, avaliando os processos dissolutivos provenientes da injeção de uma solução ácida composta por ácido acético e água destilada, analisando as alterações petrofísicas, químicas, mineralógicas e geomecânicas provocadas pelo escoamento do fluido reativo, de modo a descrever os mecanismos da interação rocha-fluido que ocorrem em rochas-reservatório.

1.2 JUSTIFICATIVA

Atender a demanda energética mundial é um grande desafio na atualidade, devido à escassez e dificuldade de extração de recursos naturais em quantidades suficientes para a crescente população. Como principal fonte energética, os hidrocarbonetos (petróleo e gás natural) são explorados em novos poços localizados em áreas antes não exploradas, o que representa altos investimentos econômicos, utilizando-se as técnicas de estimulação (fraturamento e acidificação) para contornar os processos de dano à formação e as heterogeneidades das rochas-reservatório.

Se tratando da utilização da acidificação da matriz para aumento da produtividade de poços, questiona-se, muitas vezes, a interação que ocorre entre os componentes presentes na composição das rochas-reservatório, dos fluidos presentes nos seus poros e das heterogeneidades presentes em sua estrutura com as soluções ácidas injetadas durante a aplicação da técnica, sendo necessário o estudo acerca da dissolução química que ocorre diante das alterações induzidas pela presença do fluido reativo.

Quanto às heterogeneidades, em especial as fraturas, estas podem influenciar na eficiência da acidificação, uma vez que, atributos como intensidade, padrões topológicos, abertura, rugosidade e grau de interconexão podem afetar o escoamento (ALVAREZ *et al.*, 2021) e assim o tempo e o volume de solução necessária para os wormholes atingirem a profundidade desejada.

Alterações nas propriedades geomecânicas envolvendo redução de resistência e rigidez configuram os principais problemas da aplicação da acidificação em reservatórios, sendo necessário cada vez mais estudos que abordem a ação do ataque ácido no comprometimento destas propriedades, verificando sua estabilidade frente à injeção para impedir eventos relacionados ao colapso de poros.

Para o entendimento da interação rocha-fluido é necessário a coleta de testemunhos naturais de rochas-reservatório; entretanto, tal prática possui alto custo na extração, além de deparar-se com as heterogeneidades que a constituem, dificultando o entendimento e necessitando uma amostragem muito maior que a praticada de costume, aumentando ainda mais os custos de extração.

Embora apresentem algumas adversidades, principalmente na escolha correta dos materiais que formarão a matriz e suas heterogeneidades, além da seleção de metodologias empregadas na produção para representar suas características (em especial, a porosidade e permeabilidade), a fabricação de rochas sintéticas é uma alternativa satisfatória para a

representação das rochas naturais, sendo submetidas a processos químicos e mecânicos para a reprodução de técnicas empregadas em campo dentro dos processos de exploração e produção de poços e amplamente incentivada na literatura atual para o estudos sobre o tema.

1.3 OBJETIVOS

São apresentados os objetivos, geral e específicos deste trabalho.

1.3.1 Objetivo geral

Avaliar a interação rocha-fluido em termos das alterações das propriedades físico-químico-mecânicas ocorridas durante a acidificação de matriz em reservatórios de petróleo, utilizando rochas carbonáticas sintéticas homogêneas e com fraturas fabricadas em escala plugue, análogas às rochas-reservatório e suas heterogeneidades.

1.3.2 Objetivos específicos

Podem ser relacionados, como objetivos específicos:

- Produzir, em escala plugue, rocha carbonática sintética que apresente semelhanças em sua estrutura e em suas propriedades geomecânicas, petrofísicas e mineralógicas de forma análoga a uma rocha carbonática natural com o fim de adoção como um material alternativo análogo para estudo de reservatórios;
- Desenvolver um sistema de injeção de fluido ácido para testes de acidificação de matriz em laboratório, adaptando uma célula de dissolução química como alternativa de uso aos equipamentos já utilizados na literatura;
- Avaliar o comportamento do geotêxtil não-tecido como material representativo de um elemento de alta permeabilidade (fraturas) em rochas carbonáticas sintéticas, e sua influência nos processos de dissolução química;
- Avaliar experimentalmente a aplicação do ácido acético (ácido orgânico fraco) no processo de acidificação de matriz e sua contribuição no processo de formação de canais de dissolução (*wormholes*) para diferentes períodos de aplicação (tempo de contato) do fluido reativo;

- Avaliar e comparar as mudanças das propriedades petrofísicas, químicas e mineralógicas advindas da injeção ácida com a evolução temporal dos ensaios nas amostras, antes e após ensaios de dissolução;
- Verificar os efeitos da acidificação nas propriedades geomecânicas em termos de mudanças na resistência e rigidez das rochas carbonáticas sintéticas homogêneas e com fraturas, antes e após ensaios de dissolução.

1.4 ESTRUTURA DA TESE

A presente tese está subdividida em sete capítulos, cujo conteúdo é descrito a seguir:

Capítulo 1 - INTRODUÇÃO: são apresentadas as considerações iniciais sobre a temática abordada, justificativa e importância do tema estudado, objetivos geral e específicos e estrutura da tese.

Capítulo 2 - REVISÃO DA LITERATURA: apresenta a revisão da literatura acerca dos temas abordados nesta tese, incluindo conceitos iniciais sobre reservatórios de petróleo, seus tipos e propriedades; técnicas de estimulação de poços, com destaque para a acidificação de matriz, incluindo seus efeitos nas propriedades geomecânicas e influência das fraturas nos padrões de dissolução; fabricação de rochas sintéticas para reprodução de rochas-reservatórios e; tipos, funções e propriedades dos geossintéticos, material que integra a produção de rochas sintéticas desenvolvidas neste trabalho a fim de representar fraturas em meios porosos artificiais.

CAPÍTULO 3 - DOSAGEM, PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS: traz o procedimento experimental do desenvolvimento e caracterização das rochas carbonáticas sintéticas desenvolvidas neste trabalho.

Capítulo 4 - ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL, RESULTADOS E ANÁLISES: apresenta o desenvolvimento do sistema utilizado para simulação da acidificação de matriz em laboratório, com análises acerca dos efeitos da estimulação ácida nas rochas produzidas em termos petrofísicos, químicos e mineralógicos.

Capítulo 5 - AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DA ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ VIA ANÁLISES POR IMAGENS DE MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE

RAIOS-X: avalia os efeitos da acidificação de matriz por meio de análises em imagens obtidas por escaneamentos tomográficos de Raios-X, com destaque para as mudanças de porosidade em termos de distribuição de tamanho e tipos de poros, assim como os padrões de dissolução gerados pelo ataque ácido na rocha carbonática sintética, com destaque para a avaliação da influência das fraturas no processo dissolutivo.

CAPÍTULO 6 - EFEITOS DA ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ NAS PROPRIEDADES GEOMECÂNICAS DAS ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS: descreve, através de comparações entre as propriedades geomecânicas pré e pós-acidificação, os efeitos da dissolução química no comportamento mecânico das rochas produzidas; análises complementares acerca de correlações entre geomecânica e petrofísica também são estabelecidas.

Capítulo 7 - CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS: São apresentadas as principais conclusões obtidas através do desenvolvimento das metodologias e das análises dos resultados, bem como sugestões para pesquisas futuras que visam complementar os estudos desenvolvidos neste trabalho.

Ao final, são apresentadas a lista de referências bibliográficas utilizadas e apêndice contendo materiais complementares à tese.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Este capítulo reúne o embasamento teórico para a realização da pesquisa sobre acidificação de matriz em reservatórios de petróleo, utilizando rochas carbonáticas sintéticas para análises dos mecanismos de interação rocha-fluido existentes nestes processos. Para isso, destacam-se informações relacionadas aos reservatórios de petróleo, seus tipos, suas propriedades e os processos de estimulação de poços. O capítulo contempla ainda a produção de rochas sintéticas e a importância do uso dos geossintéticos para o presente trabalho.

2.1 RESERVATÓRIOS DE PETRÓLEO: TIPOS E PROPRIEDADES

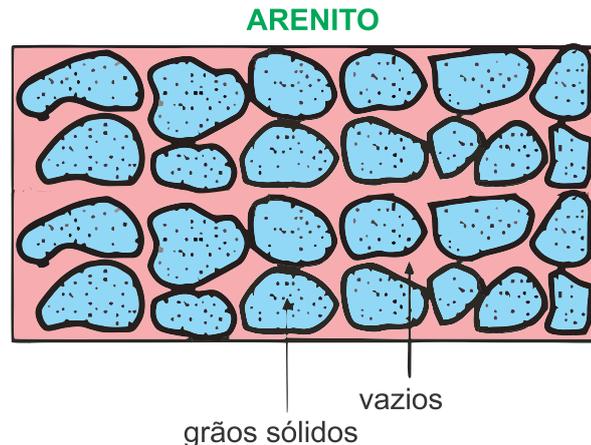
A acumulação de petróleo ocorre principalmente em reservatórios de rochas sedimentares que podem apresentar condições favoráveis, com porosidade suficiente para o armazenamento de hidrocarbonetos, destacando-se como principais tipos de rocha-reservatório os arenitos e as rochas carbonáticas.

Os arenitos compreendem o tipo mais comum de rocha-reservatório, que tem sua origem controlada pelos processos os quais a areia foi depositada. Se constituem de grãos de areia provenientes da erosão de arenitos mais velhos, e são normalmente compostos por minerais estáveis (por exemplo, quartzo, feldspato e fragmentos de rocha), minerais acessórios e poros saturados com fluidos. A quantidade de volume de poros e a natureza das interconexões entre poros podem estar relacionadas aos processos primários sob os quais o arenito se depositou, ou podem estar relacionadas a mudanças secundárias (diagênese) que são pós-deposicionais (WEIMER E TILLMAN, 1982).

A porosidade inicial dos arenitos depende do grau de seleção dos grãos de areia. Se estes grãos forem predominantemente arredondados e de mesmo tamanho, este tipo de rocha apresenta porosidade entre 35% e 40%; entretanto, a irregularidade do tamanho dos grãos de modo que os grãos menores preencham os espaços vazios entre os grãos maiores da estrutura, associados aos processos de cimentação que ocorrem entre as partículas, reduzem a porosidade para valores entre 10% e 20%. Outros fatores como presença de argilas, siltes ou placas de mica resultante da não seleção sedimentar durante sua deposição diminuem tal porosidade.

A Figura 1 apresenta um esquema de uma amostra de arenito, em que se observa espaços vazios (poros) entre suas partículas sólidas (grãos). Esses espaços vazios podem, ainda, serem maiores que a maior dimensão desses grãos, formando cavidades geradas por processos de dissolução do material.

Figura 1 - Estrutura de um arenito, em destaque a sua parte sólida e seus espaços vazios.



Fonte: O Autor (2024).

Já as rochas carbonáticas são compostas principalmente por calcita, (CaCO_3), dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) e aragonita (CaCO_3), podendo ainda conter minerais secundários (anidrita, gipsita, quartzo, siderita, pirita e argilominerais), óxidos e sulfatos (ARH, 2008).

Os reservatórios carbonáticos, Segundo Lucia (2007), compreendem os calcários e as dolomitas, além das rochas intermediárias entre elas, apresentando, de forma geral, porosidade cujos valores variam entre 1% e 35%. Observa-se, neste tipo de rocha, que a porosidade é quase sempre secundária, originada de processos de dissolução, dolomitização e fraturamento; destes, a dissolução é o mais importante, com cavidades variando entre poros e cavernas.

Os reservatórios de rochas carbonáticas são importantes do ponto de vista econômico, pois contribuem com aproximadamente 70% dos recursos de óleo e gás mundiais, e cerca de 50% do petróleo recuperável global. Cerca de 96,8% da produção de hidrocarbonetos que são advindos de rochas carbonáticas partem das regiões do Oriente Médio, América do Norte e Ásia Central; a China se destaca na produção em carbonatos, produzindo, em 2015, 340×10^8 toneladas de óleo e $24,3 \times 10^{12} \text{ m}^3$ de gás, representando 27% e 26,9% dos recursos totais globais desses hidrocarbonetos, respectivamente (YANG *et al.*, 2018).

Terra *et al.* (2010) relacionam os constituintes das rochas carbonáticas como sendo a matriz, o cimento e os grãos. Sua matriz (micrita) é composta por cristais de calcita com dimensões inferiores a $4 \mu\text{m}$ como material primário; o cimento ou esparita, é um agregado formado principalmente por calcita magnesianas, aragonita, calcita de baixo teor de magnésio ou dolomita, com dimensões de seus cristais superiores a $4 \mu\text{m}$, que se precipitam entre os espaços vazios dos grãos dos sedimentos carbonáticos; os grãos podem ser do tipo oncolitos, esferulitos, peloides, intraclastos e bioclastos (oriundos de fragmentos de minerais, acreção físico-química ou organo-sedimentar e fósseis de estruturas calcárias).

Estudos em reservatórios no Brasil intensificaram-se após a descoberta de depósitos de petróleo do Pré-Sal (conjunto de rochas sedimentares formadas há milhões de anos no espaço geográfico criado pela separação dos continentes Americano e Africano). Inicialmente, entre os dois continentes formaram-se, grandes depressões, que deram origem a grandes lagos. Ali foram depositadas, ao longo de milhões de anos, as rochas geradoras de petróleo do Pré-sal, as quais continham grandes volumes de matéria orgânica depositados (PETROBRAS, 2021).

O Pré-sal, segundo Formigli, Pinto e Almeida (2009), armazenam petróleo de média a alta qualidade, e estão localizados numa área que se estende desde o estado do Espírito Santo até o estado de Santa Catarina (Figura 2), em profundidades de 5 a 7 km em relação ao nível do mar, podendo ter, em algum de seus trechos, espessura de até 2 km.

Figura 2 - Localização da área Pré-sal.



Fonte: PETROBRAS (2021).

2.1.1 Propriedades macroscópicas das rochas-reservatório

No estudo das rochas-reservatório, duas propriedades macroscópicas são de relevância para o entendimento da migração e acumulação de hidrocarbonetos: a porosidade e a permeabilidade.

Para Arh (2008), a porosidade é uma propriedade que está relacionada com a capacidade de armazenamento de hidrocarbonetos, e pode ser definida como sendo a razão entre o volume de vazios (poros) e o volume total da rocha-reservatório, como mostra a Equação 1, em percentual:

$$\Phi = \frac{V_p}{V_t} \times 100 \quad (1)$$

Em que Φ é a porosidade, V_p é o volume de poros e V_t é o volume total da rocha.

Segundo o mesmo autor, a rocha-reservatório é formada por um volume total (V_t), constituído por seus grãos, sua matriz e o material de ligação (cimento), que juntos constituem o volume de materiais sólidos (V_s), e um volume de espaços vazios existentes entre eles, chamado de volume poroso (V_p), cuja soma desses volumes configura o volume total da rocha, como mostra a Equação 2:

$$V_t = V_s + V_p \quad (2)$$

A porosidade depende do tamanho, da forma dos grãos e de seu arranjo na estrutura, além também do grau de cimentação da rocha, que pode influenciar na comunicação entre os poros do reservatório.

À medida que os sedimentos se depositavam e as rochas se formavam durante passados tempos geológicos, alguns espaços vazios que se desenvolveram ficaram isolados os demais espaços vazios por cimentação excessiva. Assim, muitos dos espaços vazios estão interligados enquanto alguns dos espaços porosos estão completamente isolados. Isto leva a dois tipos distintos de porosidade, a absoluta e a efetiva.

A porosidade absoluta é definida como a razão entre o espaço total dos poros na rocha e a seu volume total; a porosidade efetiva é a porcentagem de espaço poroso interconectado em relação ao volume total, a qual é considerada em simulações de escoamento de fluido, pois representa o espaço poroso interconectado que contém os fluidos de hidrocarbonetos recuperáveis (AHMED, 2019).

A porosidade pode ser primária ou secundária. A primária é formada no momento da deposição do material sedimentar, enquanto a secundária é advinda de processos pós-deposicionais, também conhecida como porosidade induzida, como fraturas e cavidades (DASGUPTA E MUKHERJEE, 2020).

Processos como dissolução, substituição mineralógica e recristalização afetam a porosidade das rochas-reservatório, pois geram uma variedade de tipos e tamanhos de poros de distribuição irregular, influenciando o comportamento da rocha.

A forma mais utilizada na prática para determinar o escoamento de fluido em meios porosos é aplicando a equação formulada por Henry Darcy (DARCY, 1856), em que, quando adaptada ao estudo de fluidos viscosos, pode ser definida como “a vazão através de um meio poroso é proporcional à área aberta ao fluxo e ao diferencial de pressão, e inversamente proporcional ao comprimento e à viscosidade”. A permeabilidade, que está relacionada com a capacidade de se transferir fluidos por poros interconectados saturados, pode, então, ser expressa por meio da “Lei de Darcy”, estabelecida para fluxos lineares isotérmicos, laminares e permanentes de fluidos incompressíveis homogêneos e de viscosidade invariável com a pressão, dentro de um meio poroso homogêneo, que não reage com o fluido, de acordo com a Equação 3:

$$k = - \frac{Q \cdot \mu \cdot L}{A \cdot \Delta P} \quad (3)$$

em que:

k (Darcy) = permeabilidade do meio viscoso;

Q (cm³/s) = vazão do fluido;

A (cm²) = área da seção transversal;

μ (cp) = viscosidade do fluido;

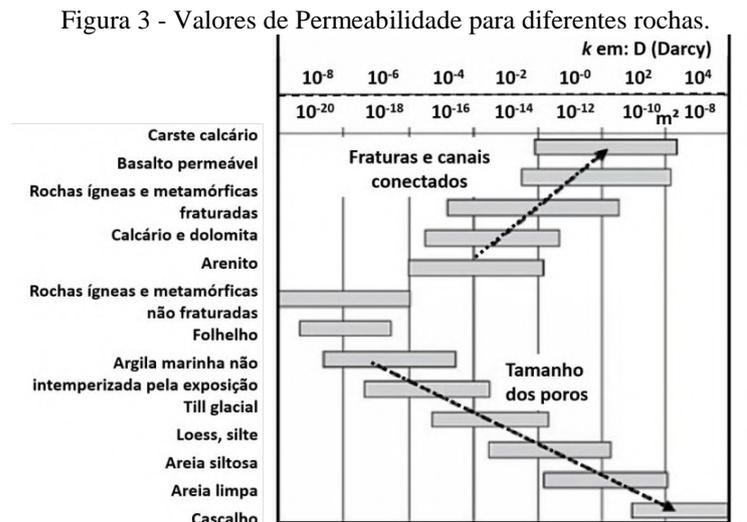
ΔP (atm) = diferencial de pressão e;

L (cm) = comprimento do meio poroso.

Em reservatórios carbonáticos, a permeabilidade é uma grandeza tensorial. Tal propriedade é expressa em unidades de Darcy, tendo seus valores variando entre 0,01 *mD* (*miliDarcy*) e superior a 1 *Darcy*, sendo uma permeabilidade de 0,1 *mD* a mínima necessária para a produção de petróleo; contudo, tais valores dependem do tamanho, volume e orientação da amostra analisada, uma vez que, quando pequenos, os plugues não são capazes de captar a presença de *vugs* e fraturas, o que aumentam consideravelmente os valores de permeabilidade do meio (LUCIA, 2007).

Tiab e Donaldson (2004) diferenciam três conceitos de permeabilidade: a absoluta, quando o fluxo de um fluido atravessa 100% do espaço poroso; a efetiva, quando se determina a permeabilidade do fluido avaliado na presença de outro fluido, não miscível, no meio poroso e a relativa, definida como sendo a razão entre a permeabilidade efetiva e a permeabilidade absoluta do meio.

Schön (2014) mostra que, em sedimentos clásticos, o tamanho dos grãos controla o tamanho dos poros, uma vez que a permeabilidade cresce com o aumento de tamanho e interconectividade dos grãos; em rochas carbonáticas e magmáticas, a permeabilidade aumenta intensamente, como resultado das fraturas (se conectadas) ou *vuggs* serem caminhos preferenciais para o escoamento de fluidos (Figura 3).



Fonte: Adaptado de Schön (2014).

2.1.2 Contribuição das fraturas à porosidade e permeabilidade de reservatórios

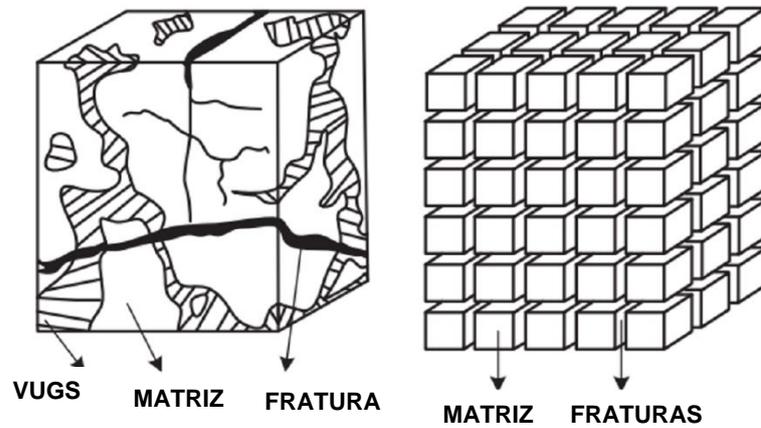
Segundo Bonnet *et al.* (2001), as fraturas são descontinuidades observadas em rochas que se desenvolvem em resposta a um estado de tensões que viola a resistência do material, causando-lhes deformações permanentes. Rupturas por cisalhamento e por tração causam essas descontinuidades, podendo elas serem naturais ou induzidas (OLIVEIRA, 2019).

Correia (2014) identifica quatro morfologias distintas para essas fraturas: (1) as abertas (juntas), as quais não foram deformadas e não estão preenchidas por minerais precipitados; (2) fraturas deformadas, produzidas por confinamento a zonas dúcteis ou alteradas por tensões de confinamento; (3) fraturas preenchidas por minerais (veios), sendo elas preenchidas total ou parcialmente por precipitados diagenéticos após fraturamento e (4) *vuggs* (fratura vugular), que configuram alargamentos no interior e ao longo de fraturas onde fluidos dissolveram e/ou removeram a matriz rochosa.

Os reservatórios carbonáticos são sistemas de dupla porosidade, em que o sistema de fraturas é o principal responsável pelo escoamento devido à maior permeabilidade, enquanto que a matriz mostra-se como espaço de armazenamento (Figura 4). O fluido presente na matriz rochosa, em uma velocidade diferente do escoamento nas fraturas, desloca-se para as fraturas

próximas (WANG, W *et al.*, 2017). Tem-se a importância de se estudar tais reservatórios, pois mais de 50% do óleo e gás produzidos mundialmente tem sua origem desses reservatórios fraturados (HE, 2015).

Figura 4 - Modelo de dupla porosidade de reservatórios.

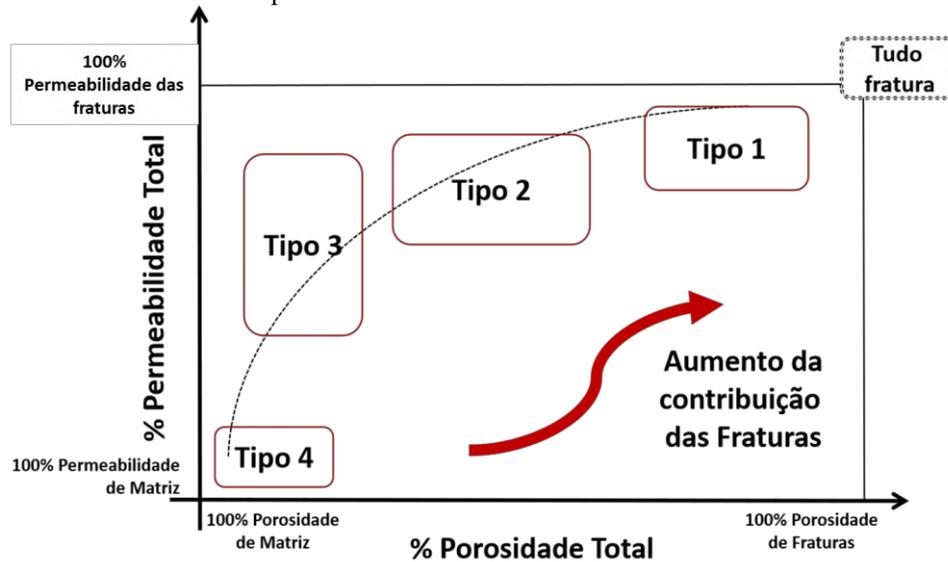


Fonte: Adaptado de Wang, W *et al.* (2017).

A classificação de reservatórios fraturados, segundo Nelson (2001), pode ser distinguida pela relação da porosidade *versus* permeabilidade e a contribuição de cada meio ao escoamento e aos tipos de reservatórios naturalmente fraturados em (Figura 5):

- Tipo 1: matriz impermeável, em que as fraturas garantem a porosidade e a permeabilidade do reservatório;
- Tipo 2: a matriz contribui para mais de 50% da porosidade e armazenagem do reservatório, mas não contribui de forma significativa com a permeabilidade e produtividade do mesmo;
- Tipo 3: o reservatório já apresenta produção, em que sua matriz é porosa e permeável, tendo sua produtividade aumentada com a presença de fraturas;
- Tipo 4: o reservatório apresenta fraturas; entretanto; a presença dessas discontinuidades funciona como barreiras ao meio, impactando negativamente o escoamento de fluidos.

Figura 5 - Relação da porosidade *versus* permeabilidade e a contribuição de cada meio ao escoamento de fluido e aos tipos de reservatórios naturalmente fraturados.



Fonte: Adaptado de Nelson (2001).

2.2 DANO À FORMAÇÃO EM RESERVATÓRIOS DE PETRÓLEO

Diante da crescente demanda energética mundial, torna-se cada vez mais frequente a busca por atender o consumo de petróleo, e com isso, a engenharia de petróleo dispõe de técnicas capazes de viabilizar a produção de hidrocarbonetos, explorando novos campos de produção, antecipando a produção ou aumentando a recuperação em campo.

Apesar da exploração de novas áreas e a perfuração de novos poços, o que apresenta um custo elevado, ou o uso de técnicas de estimulação de poços já perfurados, com custos mais reduzidos, serem alternativas para atender essa demanda energética ascendente, a exploração depara-se com a influência do dano à formação. Esse dano relaciona-se com a redução de permeabilidade nas regiões próximas ao poço, que configura um problema operacional e econômico presente em todas as etapas de extração de hidrocarbonetos, devido à perfuração, estimulação, completação, manutenção da produção, intervenções pesadas (*workovers*) e abandono do poço (HURST, CLARK E BRAUER, 1967; LIMA, 2010). Lama, pasta de cimento e partículas de argila são exemplos de materiais que podem entrar na formação durante as operações de exploração, reduzindo também a permeabilidade em torno do furo do poço (AHMED, 2019).

O escoamento dos fluidos no meio poroso encontra condições adversas, como rugosidade, tortuosidade, paredes com grande área superficial e reatividade de alguns minerais, as quais tornam-se ideais para o aprisionamento físico desses fluidos, contribuindo para a

ocorrência de reações químicas rocha-fluido observados por Krueger (1986), Polli (2016), Oliveira (2016), Oliveira (2019), Galindo *et al.* (2021) e Hakala *et al.* (2021). Conhecer o mecanismo gerador de danos é essencial, sendo necessário o uso de técnicas capazes de diagnosticar tais condições adversas. Esses mecanismos dividem-se em três grupos: mecanismos físicos, mecanismos químicos e mecanismos biológicos.

Ghofrani, Alaboudi e Sengupta (1992) destacam como mecanismos físicos àqueles que incluem o bloqueio dos poros pela invasão e a migração de sólidos finos, bloqueio por água, por gás ou por emulsões, além do estreitamento dos canais capilares devido à adsorção polimérica.

Para Sharma, Yortsos e Handy (1985), a interação rocha-fluido é responsável pelos mecanismos químicos de dano à formação, devido à potencialidade reativa de algumas rochas, que podem atuar em reações químicas causando o inchamento de argilas presentes nessas estruturas, além da produção de precipitados como a caulinita.

Para rochas carbonáticas, o mecanismo químico de precipitação carbonática tem destaque, apresentando-se complexo, sobretudo, quando ocorrem em ambientes petrolíferos, onde a presença de CO₂ influencia diretamente nessas reações, uma vez que, em condições de altas pressões, o gás é solubilizado na água e no óleo. Nestes processos, a calcita (CaCO₃) é o principal sal carbonático formado (BRANKLING, AYMAN E JENVEY, 2001; DAVIES E SCOTT, 2006; GHARBI, 2014), apresentando-se maior estabilidade sob as condições de operação oriundas dos campos de petróleo (ESEOSA E ATUBOKIKI, 2011).

Davies e Scott (2006) apontam que, para um reservatório de petróleo, a combinação de H₂O e CO₂ com o Ca⁺ dissolvido na água favorecem a gênese de formação de calcita, seguindo a sequência:

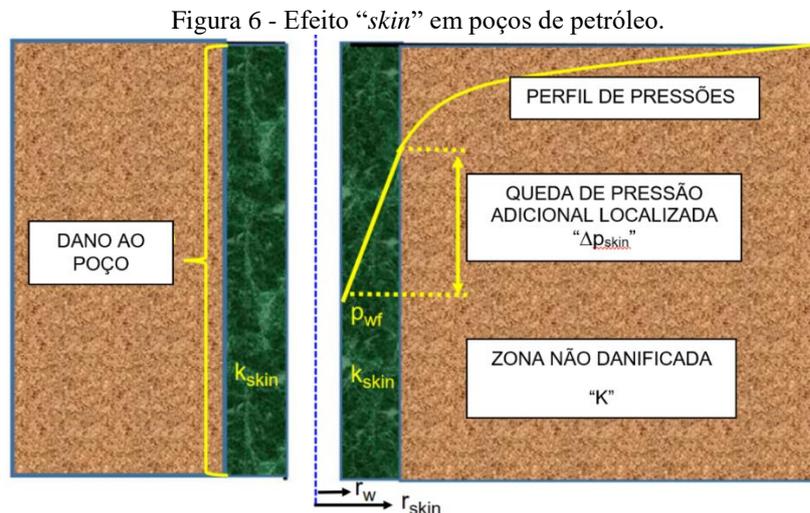
1. Dissolução de dióxido de carbono (CO₂) em água (H₂O), formando ácido carbônico (H₂CO₃);
2. Dissociação do ácido carbônico (H₂CO₃) em carbonato (CO₃²⁻) e bicarbonato (HCO₃⁻), reduzindo o pH;
3. Interação de íons carbonato (CO₃²⁻) com o cálcio (Ca²⁺), precipitando o carbonato de cálcio (CaCO₃).

Ao final, observa-se a equação geral (Equação 4) de formação de carbonato de cálcio, que se apresenta em equilíbrio químico dinâmico para reservatórios intactos, em que o início de sua produção associada à perfuração ainda não perturbou tal equilíbrio.



Como mecanismos biológicos, destaca-se o bloqueio de poros causado pela presença de colônias de bactérias aeróbicas e anaeróbicas já presentes ou que foram introduzidas no meio durante o processo de perfuração, além de produtos precipitados por elas, causando a redução de permeabilidade devido, também, à adsorção de polímeros, problemas com corrosão e produção de sulfeto de hidrogênio (H_2S) (LOPES, 2012).

A região em torno do poço que apresenta permeabilidade alterada devido aos fatores citados anteriormente é chamada de zona danificada, que está relacionada ao fator de película, também conhecido como fator “skin” (HURST, CLARK E BRAUER, 1967; YUAN *et al.*, 2015; JAFARPOUR *et al.*, 2021; NGUYEN *et al.*, 2021; AFSAR *et al.*, 2022). Esta zona pode se estender de alguns centímetros a vários metros do poço e, quando são estimulados por acidificação ou fraturamento, podem experimentar o aumento da permeabilidade perto do furo de poço, apresentando valores diferentes em regiões onde não sofreu influência das técnicas de estimulação (AHMED, 2019). A Figura 6 ilustra o efeito “skin” próximo ao poço, em que “ k ” é a permeabilidade da formação que não sofreu influência da estimulação, “ k_{skin} ” a permeabilidade da região danificada, ($r_{skin} - r_w$) o raio da região danificada e r_w é o raio do poço.



Fonte: Adaptado de Ahmed (2019).

Os fatores relacionados ao dano à formação podem produzir queda de pressão localizada (Δp_{skin}) durante o fluxo, efeito resultante da alteração da permeabilidade nas proximidades do poço. Ahmed (2019) lista três situações relacionadas à pressão na região do poço:

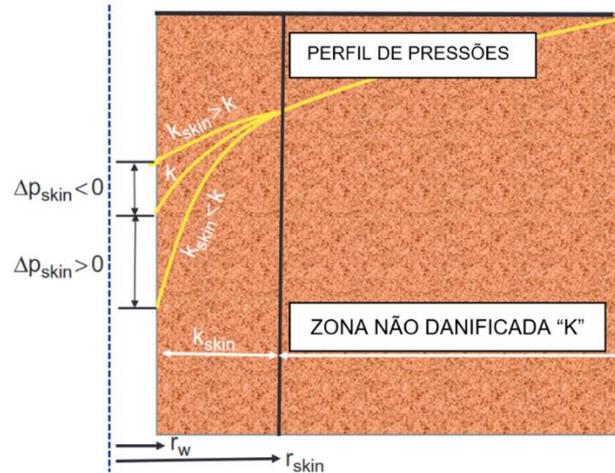
1) $\Delta p_{skin} > 0$, indica uma queda de pressão adicional devido a danos no poço ($k_{skin} < k$).

2) $\Delta p_{skin} < 0$, indica uma queda de pressão menor que a prevista, isto é, há uma resistência ao escoamento menor na região ao redor do poço ($k_{skin} > k$).

3) $\Delta p_{skin} = 0$, indica que não há mudanças na condição do poço ($k_{skin} = k$).

Essas situações estão ilustradas no gráfico da Figura 7, que indica o perfil de saturação da zona de dano com diferentes comportamentos.

Figura 7 - Perfil de saturação da zona de dano em diferentes comportamentos.



Fonte: Adaptados de Ahmed (2019).

2.3 TÉCNICAS DE ESTIMULAÇÃO DE POÇOS EM RESERVATÓRIOS DE PETRÓLEO

Para que os mecanismos de formação de dano não interfiram de forma negativa na produção do poço, utilizam-se as técnicas de estimulação para estabelecer a comunicação entre o poço e a zona sem dano. Define-se estimulação como um conjunto de atividades realizadas em um poço de petróleo com o objetivo de aumentar sua produtividade ou injetividade, estabelecendo-se canais de escoamento do fluxo de fluidos entre o reservatório e o poço de alta condutividade ou aumentando sua permeabilidade natural. Três operações de estimulação podem ser mencionadas: o fraturamento hidráulico, a acidificação de matriz e o fraturamento ácido (FERNANDES, 2001).

No fraturamento hidráulico, transmite-se um fluido de fraturamento por tração (geralmente água) contra a rocha reservatório com um elevado diferencial de pressão, até a sua ruptura, produzindo fraturas as quais são iniciadas no poço e se propagam pela formação rochosa. Ao longo do processo, um volume de fluido, que propaga a fratura é bombeado acima da pressão de fraturamento, acompanhado de um agente de sustentação, também chamado de propante, para que a abertura induzida não feche. Com isso, cria-se um caminho preferencial

com elevada condutividade, facilitando o escoamento de fluidos entre a formação e o poço (LEI *et al.*, 2024).

Para que o fraturamento hidráulico seja efetivo, o fluido utilizado deve ser capaz de transportar o agente de sustentação até a fratura criada, combinar-se com o material da formação e do fluido já presente na estrutura, gerar pressões para, de fato, induzir o fraturamento, usar, quando necessário, aditivos químicos aprovados pelos órgãos ambientais e ser economicamente viável.

A acidificação de matriz é a técnica em que um ácido é injetado a uma pressão inferior à pressão de fraturamento da formação do reservatório, com o objetivo de remover o dano à formação, sendo recuperado logo após o procedimento para prevenir na formação de precipitados insolúveis, aumentando ou recuperando a permeabilidade nas regiões próximas ao poço (ECONOMIDES *et al.*, 2012).

A técnica de fraturamento ácido combina os processos de acidificação de matriz e fraturamento hidráulico, por aplicar, como fluido fraturante, soluções ácidas a uma pressão acima da pressão de fraturamento do reservatório, formando um caminho não uniforme de alta condutividade devido à dissolução das paredes da fratura, a fim de abrir ou conectar mais fraturas e cavidades naturais, sendo amplamente utilizada em reservatórios carbonáticos (JIAWEI *et al.*, 2020).

Economides *et al.* (2012) mostram que a técnica de fraturamento hidráulico apresenta melhor desempenho em reservatórios de baixa a moderada permeabilidade, exercendo forte influência no seu fator de recuperação; além disso, para que o processo seja eficiente, é necessária uma seleção apropriada do fluido e do agente de sustentação (areia, resinas cerâmicas, cascalho), das quantidades do fluido e do propante, a pressão e a taxa de injeção.

Aplica-se o fraturamento ácido em dolomitos e calcários que, por serem formações carbonáticas solúveis em ácidos, forma-se, durante o processo, caminhos preferenciais de escoamento (*wormholes*), também observados no processo de acidificação de matriz (OLIVEIRA, 2016).

Zhang, K *et al.* (2020)(a) relatam que um dos problemas observados na técnica de fraturamento ácido é o vazamento da solução o que impede a propagação do fluido de fraturamento e reduz a eficácia da distância de penetração do ácido ao longo do poço; entretanto, o aumento da viscosidade do ácido e a aplicação do ácido em múltiplos estágios são processos que estão sendo aplicados para solucionar tal problema.

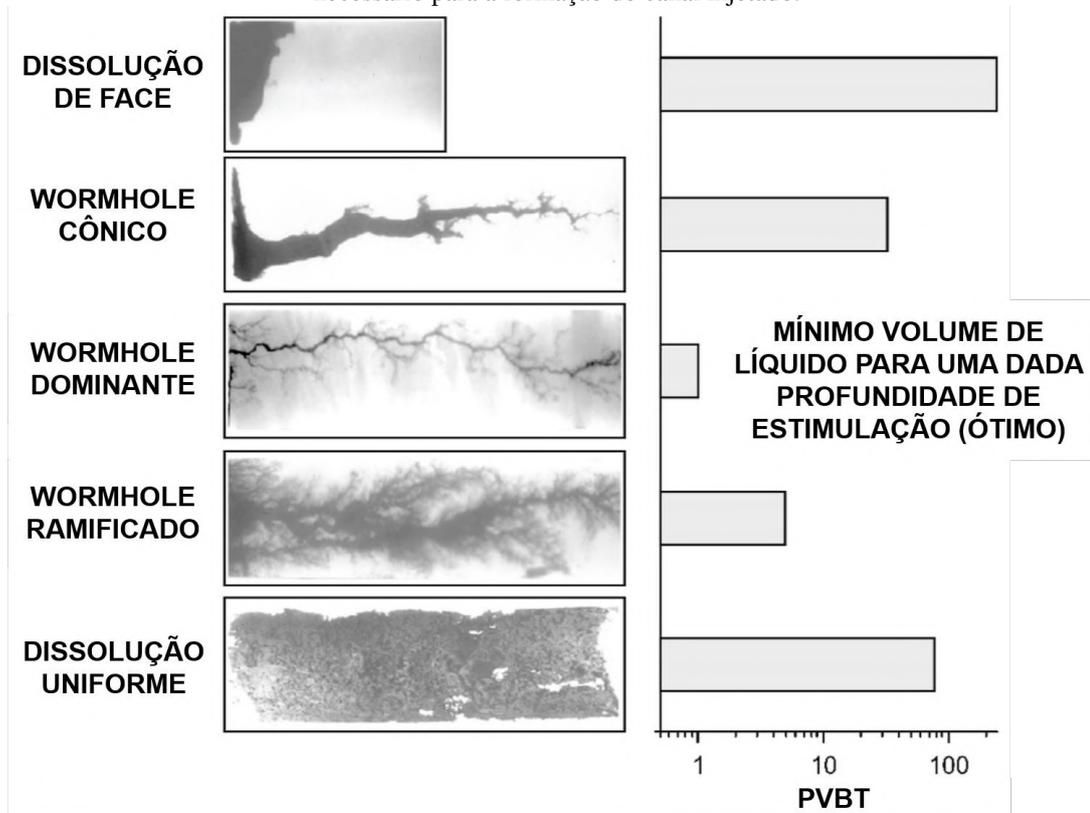
O tópico a seguir apresenta de forma mais detalhada o processo de acidificação de matriz, cuja técnica será abordada experimentalmente neste trabalho.

2.3.1 Acidificação de matriz

A acidificação de matriz é uma técnica de estimulação empregada em carbonatos e arenitos que tem por objetivo remover o dano e aumentar o escoamento de óleo e gás em regiões próximas aos poços (KREBS *et al.*, 2015; KARIMI *et al.*, 2018; ZHANG E FANG, 2020; ZHOU *et al.*, 2020; SU *et al.*, 2022), aumentando a produtividade em reservatórios de hidrocarbonetos (JAFARPOUR *et al.*, 2019). A técnica consiste em injetar ácidos a uma pressão abaixo da pressão de fraturamento de formação das rochas, promovendo sua dissolução (KHALIL *et al.*, 2021; FURUI *et al.*, 2022), removendo o dano proveniente de atividades operacionais e criando canais de alta permeabilidade, chamados *wormholes* (FREDD E FOGLER, 1999; BUIJSE, 2000; YOO *et al.*, 2019; WANG *et al.*, 2020; RODRIGUES *et al.*, 2021; WANG *et al.*, 2023), que conduzem os hidrocarbonetos do reservatório até o poço (JAFARPOUR *et al.*, 2021). Os *wormholes* são formados no processo de dissolução da rocha, quando os poros maiores crescem em uma taxa substancialmente maior que o crescimento dos poros menores, de modo que os poros maiores passam a receber uma quantidade de fluido de dissolução em proporções cada vez maiores, observando-se a transferência de massa e reação da superfície, consumindo-se a massa da rocha e contribuindo para a formação desses caminhos.

Fredd *et al.* (2017) apresentam cinco padrões de dissolução que podem ser observados em rochas carbonáticas, variando-se a taxa de injeção ácida associada ao PVBT (*pore volume to breakthrough*) (Figura 8): dissolução de face, que ocorre a taxas de injeção muito baixas, caracterizada pela dissolução concentrada na face da amostra, não formando *wormholes*, uma vez que o transporte advectivo é mínimo e a reação é intensa, sendo necessário um longo tempo de dissolução a vazões baixas para serem observadas; *wormhole* cônico, formado a taxas de injeção superiores às empregadas na dissolução de face, observando-se uma dissolução de face menos intensa mas que a consome, e a formação de um canal principal caracterizado pela diminuição de consumo do ácido, já que ele é principalmente consumido no início; *wormhole* dominante, é o padrão desejado, pois requer um menor volume de ácido para a formação de um canal principal de diâmetro uniforme com poucas ramificações, já que a maior parte do ácido é convertida para o avanço do canal; *wormhole* ramificado, que requer um volume de ácido acima do ideal para ser formado, apresentando diversas ramificações formadas pelo vazamento de ácido do canal principal devido ao avanço limitado do ácido por advecção, consumindo mais rocha e; dissolução uniforme, quando não se identifica o canal principal devido à alta densidade das ramificações.

Figura 8 - Padrões de dissolução formados durante diferentes taxas de injeção/volume poroso de ácido necessário para a formação do canal injetado.



Fonte: Adaptado de Fredd *et al.* (2017).

O ácido clorídrico (HCl) é o ácido mais empregado para a acidificação de carbonatos, por apresentar baixo custo e alta reatividade com formações carbonáticas, apresentando alto potencial de dissolução, além dos produtos da reação serem solúveis em água (FREDD E FOGLER, 1996), usualmente utilizado na sua forma diluída em água em concentrações de 15% em peso (KARIMI *et al.*, 2018; LUCAS *et al.*, 2023).

Entretanto, sua alta reatividade pode apresentar dissolução reduzida, criando padrões de *wormholes* indesejáveis associados às rápidas taxas de dissolução, além do alto potencial de corrosão da tubulação especialmente a altas temperaturas, sendo necessário a utilização de inibidores que elevam os custos da operação (MOORE *et al.*, 1965; FREDD E FOGLER, 1998; DACCORD *et al.*, 1989).

Como alternativa, são usados ácidos orgânicos, como o ácido acético (CH₃COOH) e ácido fórmico, que são considerados ácidos fracos, passando lentamente na matriz carbonática, elevando o tempo de contato rocha-ácido, proporcionando penetração mais profunda e melhor estimulação, apresentando baixa corrosividade (HARRIS, 1961; BUIJSE *et al.*, 2003). Sob o

mesmo condições, a taxa de fluxo ideal para ácidos mais fracos é significativamente menor do que o encontrado para ácidos fortes. Isto compensa a redução reatividade durante o escoamento em meios carbonáticos porosos (AKANNI E NASR-EL-DIN, 2016).

A literatura traz diversos estudos de acidificação de matriz envolvendo a utilização de HCl; contudo, estudos analisando a ação do ácido acético em matrizes carbonáticas são limitados. Nasr-el-din *et al.* (2001) baseado em testes de laboratório indicaram que o uso de 10% em peso de ácido acético em sua forma regular ou emulsionada apresentam boas solubilidades.

Huang *et al.* (2000), baseado em testes realizados em *coreflooding*, observaram que o ácido acético a 11,6% requer uma taxa de injeção mais baixa e maior volume poroso para a formação do *wormhole* comparado com 3,4% ácido clorídrico, e que a baixa reatividade do ácido acético (HAc) pode resultar em maiores *wormholes* do que os criados pelo HCl; observando o padrão dos *wormholes* formados, os autores observaram, para diferentes taxas de injeção ácidas, que o raio do *wormhole* é maior para taxas de injeção menores que a ótima, e aumenta à medida em que a taxa de injeção é maior que a ótima, verificando-se a formação de ramificações menores e mais sinuosas.

Chen *et al.* (2021) observaram diferentes padrões de dissolução para rochas calcárias e dolomíticas utilizando ácido acético: enquanto o calcário foi dissolvido homoganeamente, o dolomito apresentou dissolução tornando-o semelhante a um favo de mel. Jora *et al.* (2021) observaram, para diferentes rochas carbonáticas que, ao reagirem com o ácido acético, elas apresentam superfície rugosa, mas seu diâmetro se mantém, cuja mudança morfológica relaciona-se com os mecanismos de reação, que depende da disponibilidade de H^+ em solução, mais reduzida para este tipo de ácido em relação ao HCl.

Como limitações, o ácido acético só pode ser empregado a baixas concentrações (menores que 13%), devido à baixa solubilidade dos sais de acetato de cálcio formados (Figura 9) na reação pela liberação de íons acetato (Equação 5); normalmente não reagem em sua total capacidade ácida devido à liberação de CO_2 proveniente da dissolução de carbonatos (CHATELAIN *et al.*, 1976; ALHAMAD *et al.*, 2020); o grau de geração de íons de hidrogênio diminui com o aumento da temperatura e; alto custo se comparado com o HCl (CHANG *et al.*, 2008).

Figura 9 - Deposição de acetato de cálcio (precipitado branco) em superfície de rocha carbonática acidificada com ácido acético.



Fonte: Adaptado de Mohamed *et al.* (2015).

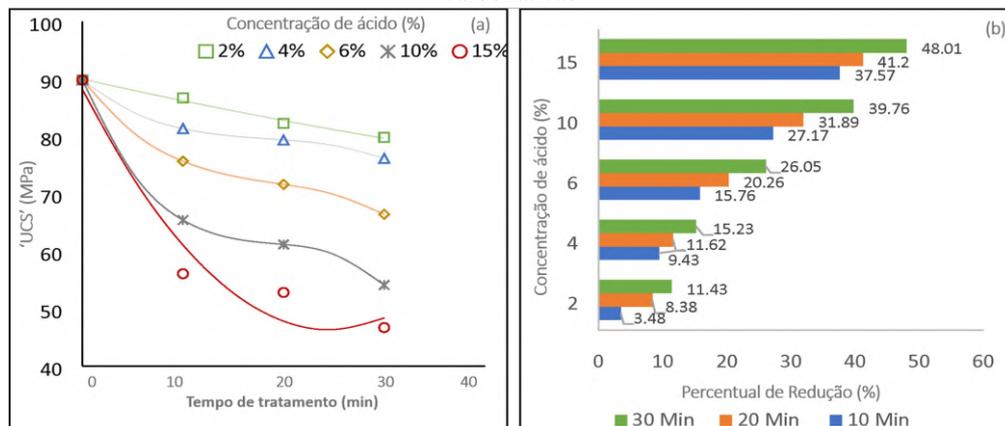


2.3.1.1 Influência da acidificação de matriz nas propriedades geomecânicas de rochas

Apesar da eficiência da acidificação de matriz na remoção de dano, a dissolução dos minerais da rocha provocada pela estimulação pode aumentar os riscos do colapso do poço. Segundo Parandeh *et al.* (2023), a estabilidade mecânica do reservatório deve ser avaliada antes do tratamento ácido, sendo necessários testes para avaliar sua resistência, a fim de evitar resultados indesejáveis.

Abdulraheem (2022) investigou diferentes concentrações ácidas para diferentes tempos de tratamento de acidificação em rocha calcária, onde observou uma redução gradativa de UCS com o aumento da concentração e com a evolução temporal (Figura 10) para intervalos de 10, 20 e 30 minutos de estimulação, chegando a valores de perda de resistência em torno de 48,01% ao aplicar uma solução ácida de 15% de ácido clorídrico com 3% de KCl com tempo de contato de 30 minutos, indicando o alto potencial de dissolução de um ácido forte.

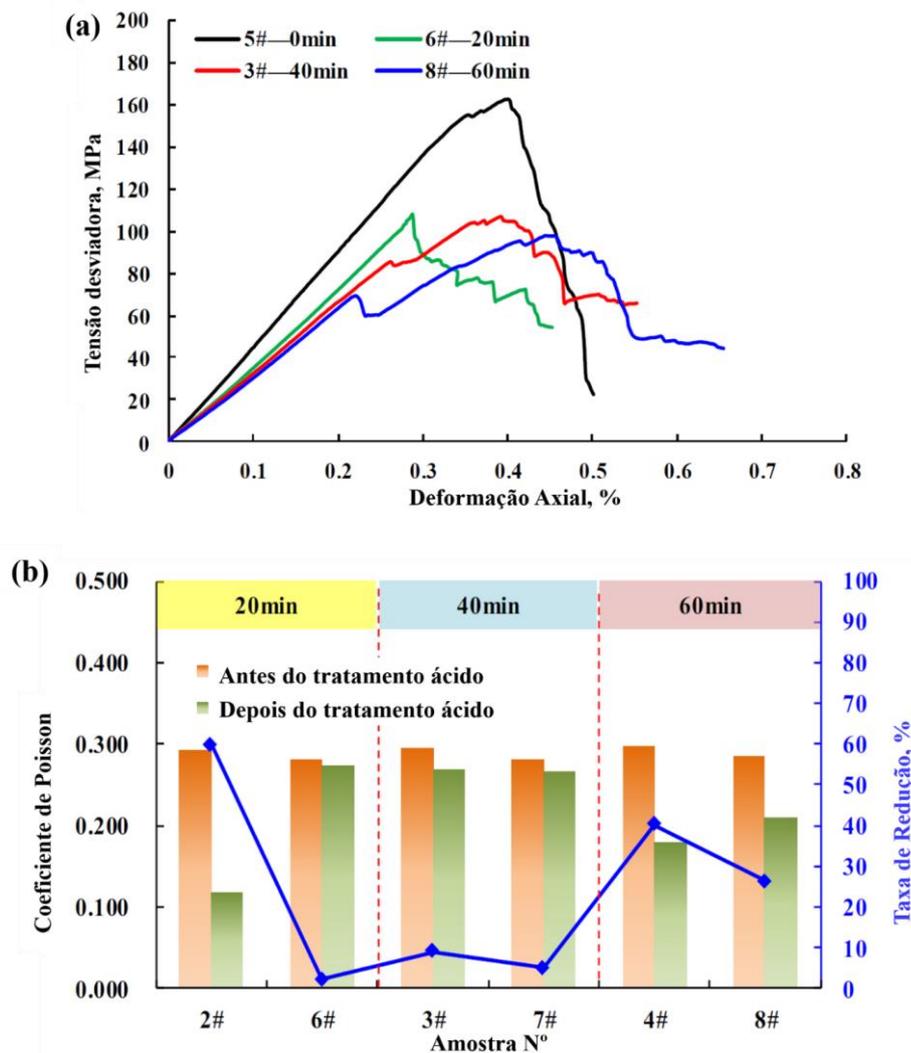
Figura 10 - Influência do tempo de contato e concentração de ácido na resistência mecânica de rochas carbonáticas.



Fonte: Adaptado de Abdulraheem (2022).

Em relação ao tempo contato do ácido com a rocha, Gou *et al.* (2019) verificam que o tempo de tratamento modificam o comportamento tensão-deformação de amostras carbonáticas, sugerindo que o pico de resistência à compressão (UCS) diminui constantemente em tratamentos ácidos prolongados (Figura 11(a)), assim como apresenta redução em seu Coeficiente de Poisson (Figura 11(b)). Souza (2023) também observou a redução de resistência mecânica com o aumento do tempo de contato entre o ácido e a rocha em tratamentos envolvendo dissolução.

Figura 11 - (a) Redução do pico de resistência e (b) e variação do Coeficiente de Poisson em rochas acidificadas pelo aumento do tempo de contato com o ácido.

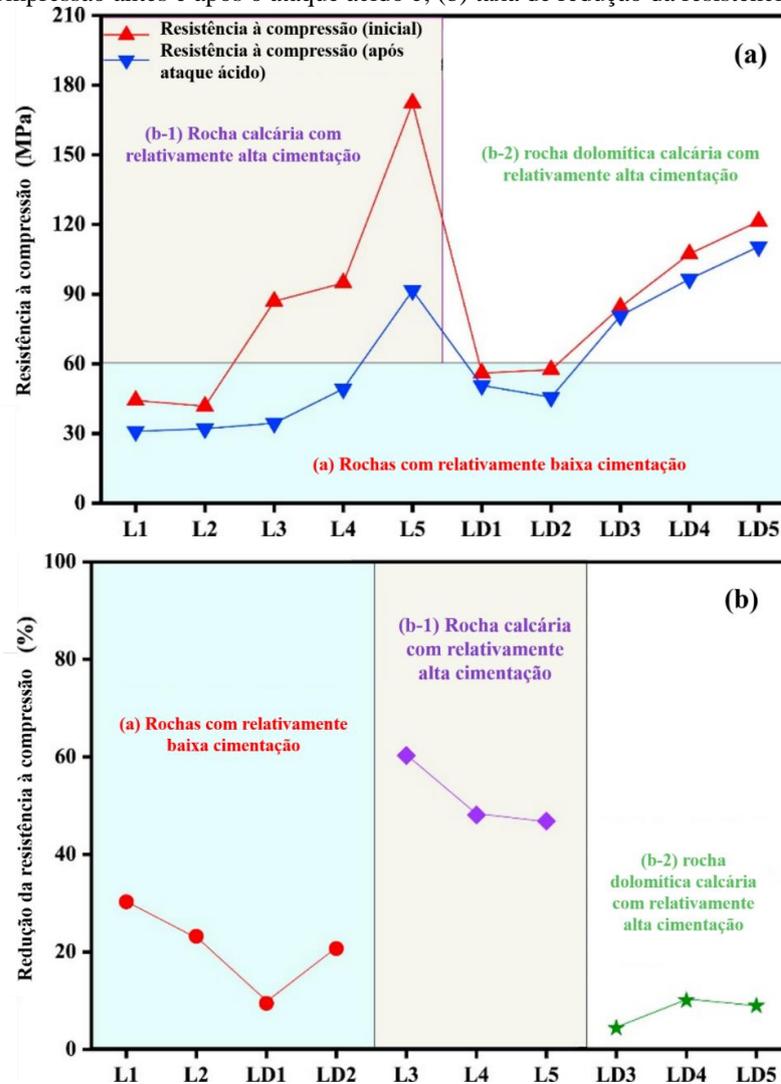


Fonte: Adaptado de Gou *et al.* (2019).

Zhang *et al.* (2020) avaliando as propriedades mecânicas de rochas carbonáticas calcárias e calcárias dolomíticas de baixa e alta cimentação apontam uma redução na resistência à compressão simples (UCS) (Figura 12) e no módulo de Elasticidade com reduções de até

66,27% após o ataque ácido; além disso, quanto à resistência residual, o ataque ácido influencia significativamente nas rochas calcárias, porém, pouco impacta nas rochas calcárias dolomíticas.

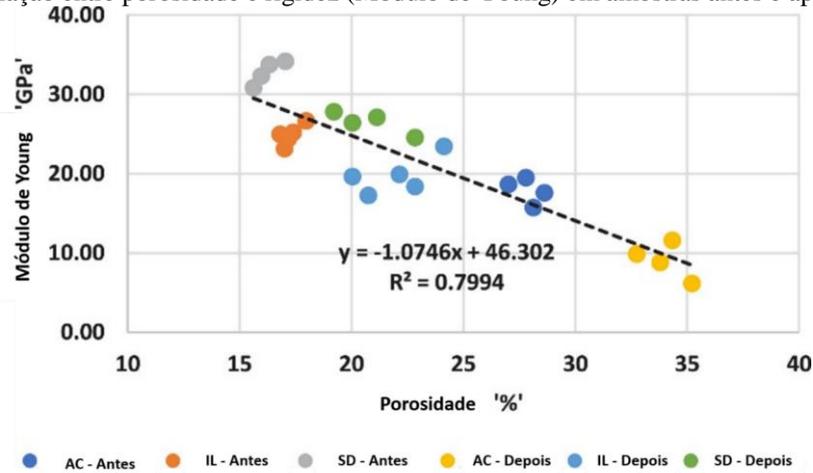
Figura 12 - Efeitos da acidificação na resistência mecânica de rochas carbonáticas: (a) comparativo entre a resistência à compressão antes e após o ataque ácido e; (b) taxa de redução da resistência à compressão.



Fonte: Adaptado de Zhang *et al.* (2020).

Mustafa *et al.* (2022) ao avaliarem a acidificação de matriz empregando diferentes tensões de confinamento, observaram uma redução na rigidez de rochas do tipo gipsita (AC), calcárea (IL) e dolomita (SD), todas acidificadas (Figura 13), e observaram uma redução de 47% em sua dureza superficial e decréscimo de 21% em seu módulo de elasticidade dinâmico, além de variações nos valores de Coeficiente de Poisson causados pelo aumento da porosidade advinda da dissolução.

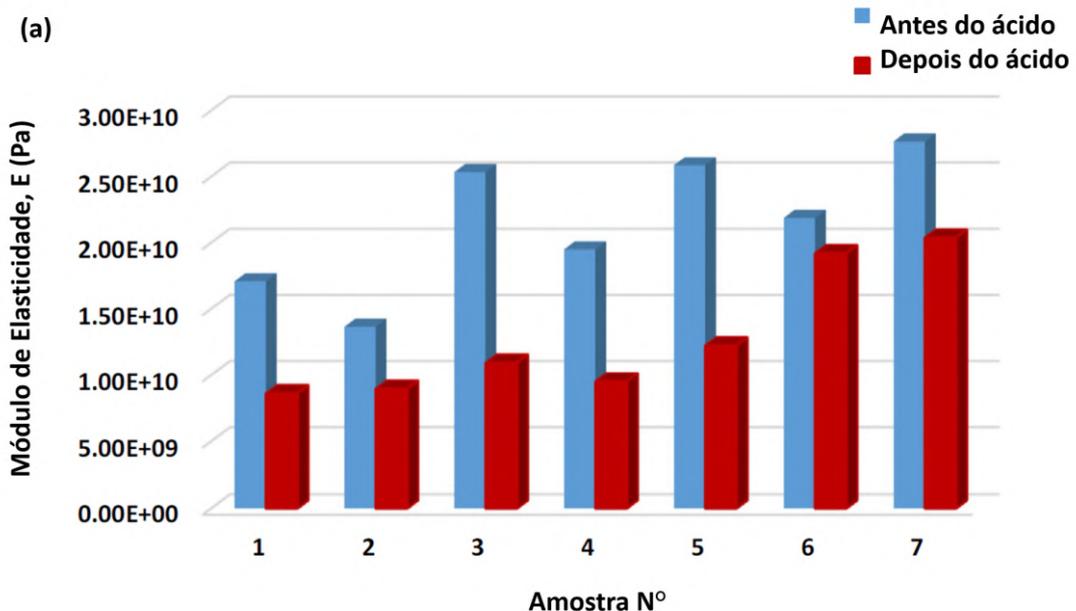
Figura 13 - Correlação entre porosidade e rigidez (Módulo de Young) em amostras antes e após a acidificação.

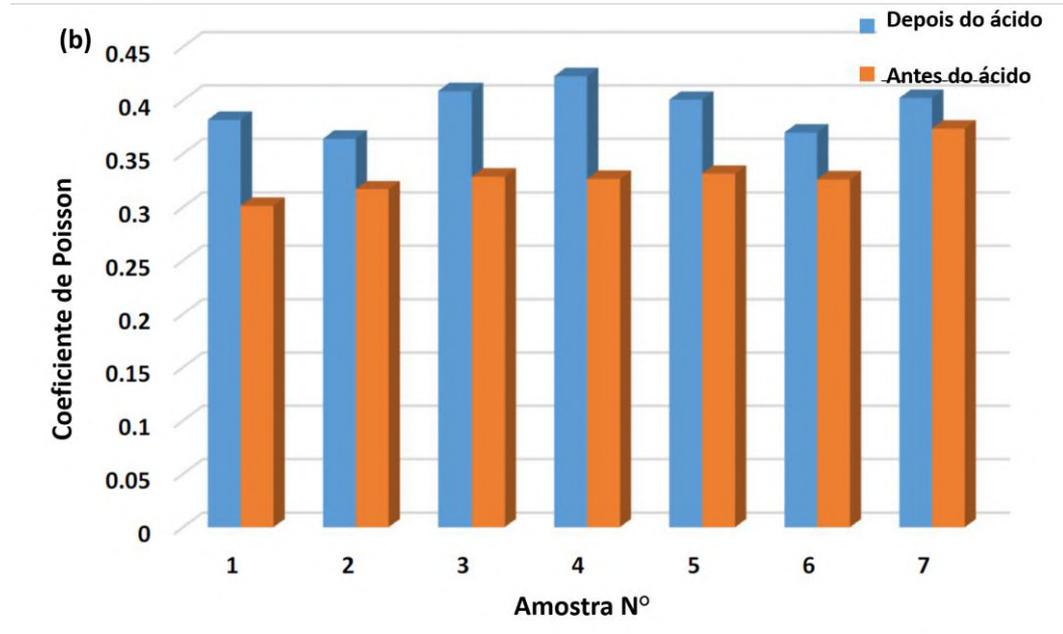


Fonte: Adaptado de Mustafa *et al.* (2022)

Alameedy *et al.* (2022) observaram a redução significativa na resistência mecânica de amostras calcárias acidificadas, atribuindo tal comportamento ao aumento do volume poroso provocado pela formação dos *wormholes* e às mudanças em sua mineralogia após o ataque ácido: com relação da rigidez, os autores obtiveram uma redução de 13,70 GPa a 27,70 GPa para rochas antes do tratamento ácido para 8,62 GPa a 2,04 GPa após o tratamento (Figura 14(a)); em relação ao Coeficiente de Poisson, mostra-se maiores valores deste parâmetro elástico com a formação de maiores fraturas e *wormholes*, devido à sua perda de rigidez e incompressibilidade (Figura 14(b)).

Figura 14 - Influência da acidificação no Módulo de Young (Módulo de Elasticidade) e no coeficiente de Poisson de rochas carbonáticas.





Fonte: Adaptado de Alameedy *et al.* (2022).

Lai *et al.* (2022) observaram a redução do módulo elástico pós-acidificação, mostrando também um aumento da redução com o aumento da concentração de ácido na solução do fluido reativo utilizado em seus experimentos.

Barri *et al.* (2016) não recomendam o processo de acidificação de matriz usando agentes quelantes em rochas de baixa resistência mecânica e alta porosidade, uma vez que os fluidos alteram significativamente suas propriedades elásticas, incluindo sua resistência; entretanto, avaliando o mesmo material em rochas calcárias de baixa porosidade, os autores observaram que o menor volume de poros restringiu a difusão dos agentes para toda a amostra minimizando o impacto da estimulação em suas propriedades mecânicas.

2.3.1.2 Influência das fraturas na acidificação de matriz

O escoamento de fluidos em maciços rochosos fraturados é um fenômeno comum em sistemas naturais e de engenharia, cuja transmissividade da fratura ao longo das fraturas define os caminhos de fluxo predominantes e controla todas as formas dos processos hidro-termo-químicos acoplados biomecanicamente. Em processos dissolutivos, o fluxo reativo modifica os espaços vazios, cujo impacto na transmissividade da fratura depende das taxas de reação, difusão e advecção (CARDONA, FINKBEINER E SANTAMARINA, 2021).

As redes de fraturas agravam a complexidade da geometria dos reservatórios; além disso, a orientação da fratura irá alterar o escoamento do ácido injetado, e a eficiência da acidificação pode ser grandemente influenciada (HUDSON *et al.*, 2017; WU *et al.*, 2022).

Segundo Wu, Kou e Sun (2022), quando existe uma fratura no domínio, esta desempenha o papel de um conduto e atrai mais ácido para acompanhá-la em si, independentemente do ângulo da fratura.

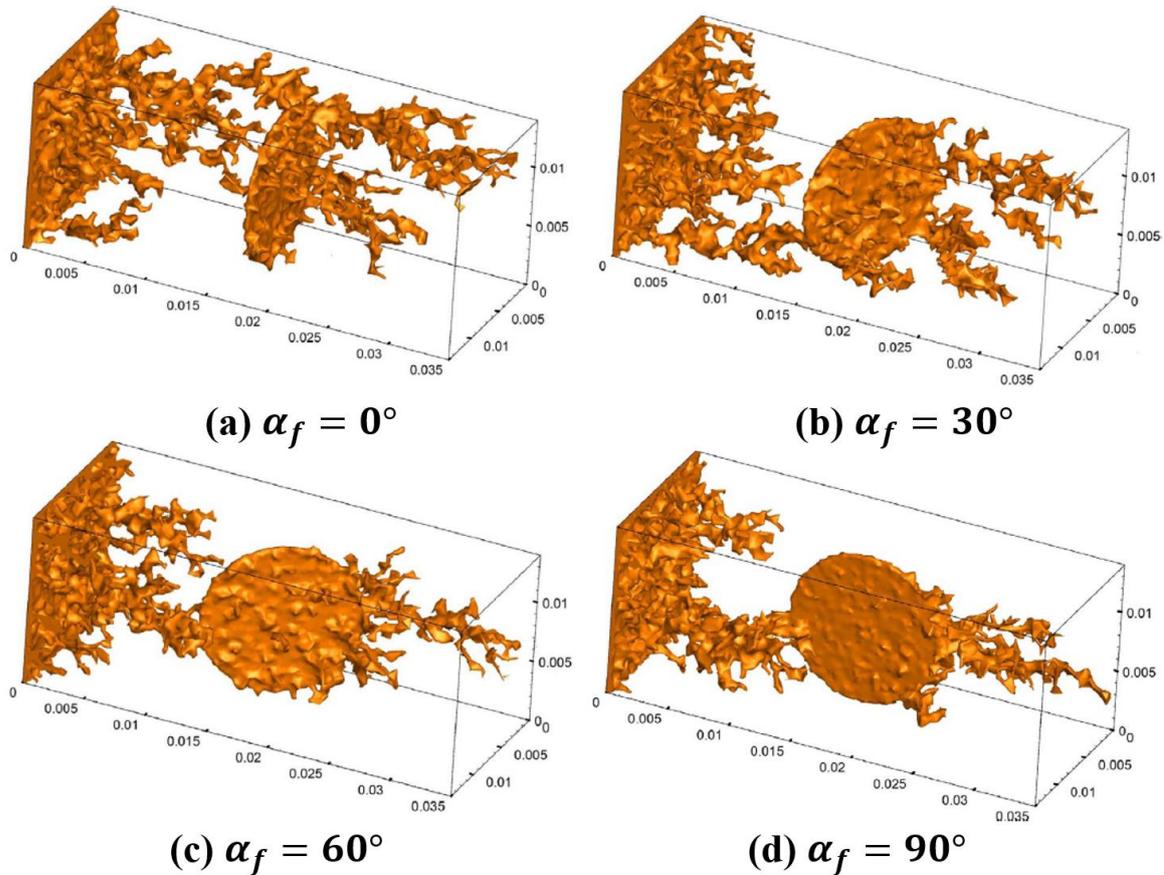
Como resultado, a dissolução o padrão é grandemente influenciado pela fratura. Wang *et al.* (2020) também afirmam a influência das fraturas na determinação do caminho dos *wormholes*, mesmo que elas estejam isoladas, com tendência de crescimento à medida em que elas vão sendo conectadas.

Para Liu *et al.* (2017), a propagação dos *wormholes* depende da orientação das fraturas. Quando uma fratura ou um sistema de fraturas apresenta direção com ângulação correspondente com a direção de escoamento do fluido a propagação do canal de dissolução é dominada pelo presença da(s) fratura(s).

Entretanto, quando a orientação da fratura tende a se apresentar ortogonal à direção do escoamento, a influência das fraturas na propagação do *wormhole* principal é pequena, mas a fratura pode alterar a direção e quantidade de ramos. Ainda segundo o mesmo autor, fraturas com pequenas aberturas não dominam a propagação dos *wormholes* e não têm influência significativa sobre volume de avanço do fluido injetado.

Chen *et al.* (2018), ao integrarem modelos numéricos, introduziram fraturas elípticas planares em simulações com diferentes inclinações ($\alpha_f = 0, 30, 60$ e 90°) (Figura 15), cujos resultados demonstram que, a uma taxa de injeção constante, a presença de fraturas na direção perpendicular à injeção (menor inclinação) levaram à ramificação dos *wormholes* (aumentando o volume de ácido injetado) (Figura 15(a)), enquanto que as paralelas (maior inclinação) aceleraram a acidificação, concentrando os ramos em um único caminho, formando um *wormhole* e diminuindo o volume de ácido injetado (Figura 15(d)).

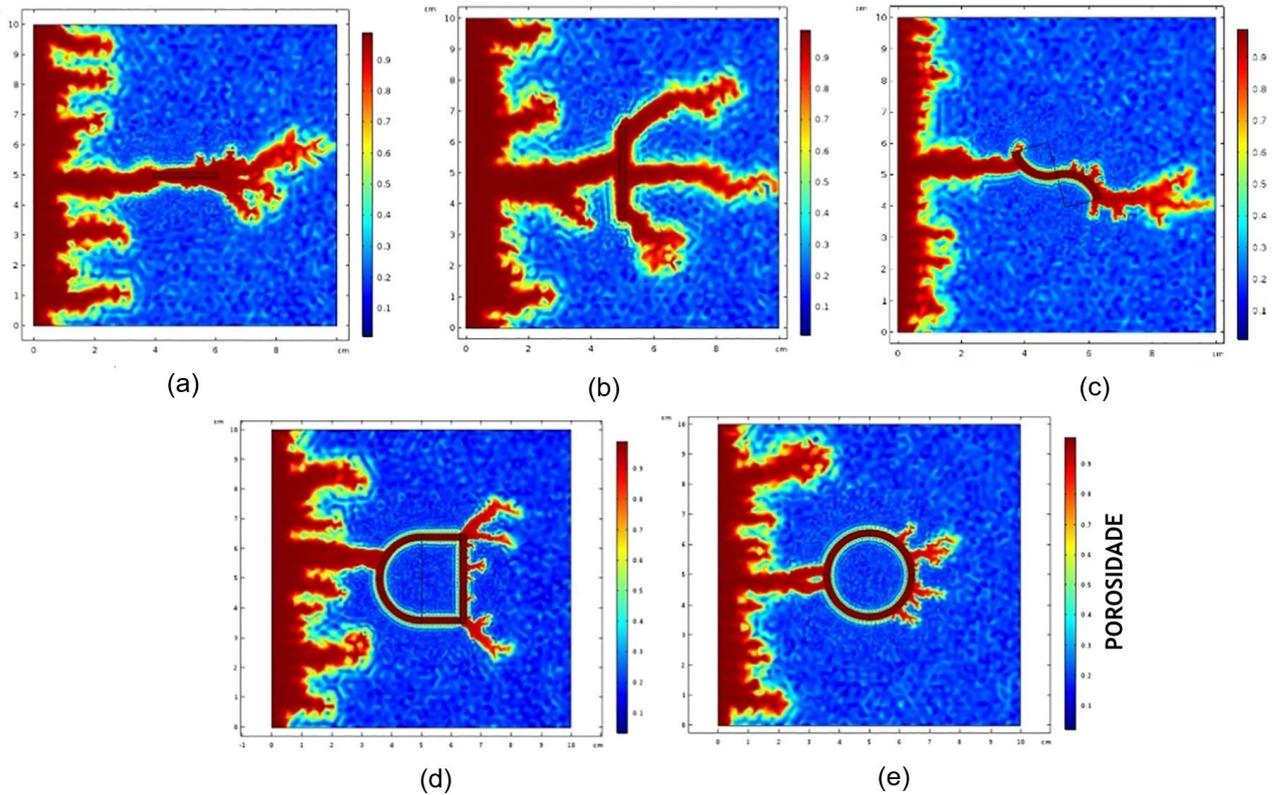
Figura 15 - Influência da inclinação das fraturas na propagação dos *wormholes*: (a) 0° ; (b) 30° ; (c) 60° e (d) 90° .



Fonte: Adaptado de Chen *et al.* (2018).

Qi *et al.* (2019) aplicando o modelo contínuo de dupla-escala e modelo de pseudo-fratura simularam descontinuidades com diferentes geometrias e orientações em processos de acidificação em carbonatos, e algumas conclusões foram obtidas: para fraturas paralelas à direção de injeção, estas concentram o fluido, acelerando o processo de penetração do ácido na formação (Figura 16(a)), enquanto que as perpendiculares dispersam o fluido, diminuindo o avanço do ácido na rocha (Figura 16(b)); o efeito das fraturas retas e em arco na propagação dos *wormholes* são similares, uma vez que, quando o ângulo de inclinação é inferior a 60° , são consideradas como fraturas paralelas de comprimento correspondente (Figura 16(c)); fraturas poligonais propagam *wormholes* em forma de X em ambos os lados (Figura 16(d)) e fraturas circulares (Figura 16(e)) propagam *wormholes* radiais ao longo da direção normal do arco da fratura.

Figura 16 - Influência da geometria das fraturas na propagação dos *wormholes*.

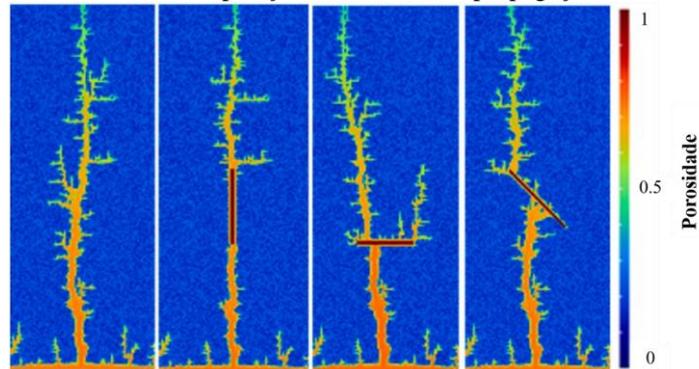


Fonte: Adaptado de Qi *et al.* (2019).

Verificando as diferentes taxas de injeção ácidas, Asl, Sedae e Kandowjani (2024) apontam que, em taxas de injeção intermediárias, o padrão de dissolução dominante ocorre, atingindo seu valor mínimo de PVbt; em taxas de injeção inferiores às ideais, a propagação do fluido ocorre gradualmente, portanto, quando o ácido entra em fraturas perpendicular à direção do fluido, tem a oportunidade de se propagar perpendicularmente contra a direção de injeção (Figura 17), levando a um aumento do diâmetro do *wormhole* e de sua ramificação antes e depois de atingir a fratura.

No entanto, com um aumento na taxa de injeção de ácido, o efeito retardado da fratura na acidificação diminui a tal ponto que, em altas taxas de injeção, o *wormhole* sai rapidamente da fratura perpendicular. Com base nos resultados, a presença de fraturas perpendiculares à direção de injeção provoca um atraso, enquanto as fraturas paralelas melhoram a acidificação.

Figura 17 - Influência da posição das fraturas na propagação dos *wormholes*.



Fonte: Adaptado de Asl, Sedae e Kandowjani (2024).

2.4 PRODUÇÃO DE ROCHAS SINTÉTICAS

Apesar do interesse em estudar as propriedades mecânicas e petrofísicas de arenitos e carbonatos, bem como o comportamento das rochas devido à interação entre rochas e fluidos, análises demandam elevada amostragem de rochas. Amostras naturais são limitadas, tornando-se um inconveniente para ensaios laboratoriais que requerem um número significativo de plugues para representar um determinado problema e principalmente para ensaios geomecânicos destrutivos (ALMETWALLY E JABBARI, 2020; ISHUTOV *et al.*, 2018; KONG *et al.*, 2019).

Com isso, o desenvolvimento de rochas sintéticas (rochas carbonáticas e areníticas) em laboratório se mostra como uma alternativa, representando analogamente as características das rochas naturais de interesse; além disso, devido à alta complexidade do sistema poroso e alta heterogeneidade, torna-se difícil obter um número suficiente de amostras para a quantificação desses sistemas (FEDRIZZI *et al.*, 2018).

Muitas técnicas para a síntese de rochas carbonáticas e areníticas são encontradas na literatura, e diferenciam-se pelo tipo de material empregado para a representação da matriz rochosa, pela metodologia de preparação e consolidação das amostras e pelo propósito de desenvolvimento dessas rochas sintéticas em laboratório.

Shakiba *et al.* (2020) afirmam que a produção de amostras sintéticas permite controlar propriedades como porosidade, permeabilidade e resistência à compressão, a fim de ajudar a engenharia de petróleo no entendimento das inter-relações entre os parâmetros físicos e geomecânicos de arenitos sob diferentes condições e para diversos processos de produção de hidrocarbonetos.

É possível identificar uma série de materiais que são utilizados para representar a matriz rochosa nas amostras sintéticas, de diferentes composições, partículas com diferentes dimensões e proporções adicionadas para compor a rocha. A areia e o pó de rocha de reservatórios análogos estão presentes na composição para a representação de rochas carbonáticas e areníticas sintéticas.

A Tabela 1 apresenta um resumo da utilização dos principais materiais utilizados para a fabricação de rochas sintéticas estudadas.

Tabela 1 - Materiais utilizados para produção de rochas sintéticas.

Autores	Materiais utilizados
Wang <i>et al.</i> (2008)	areia quartzosa
Melo (2012)	Areia quartzosa, halimeda e hidróxido de cálcio (Ca(OH) ₂)
Tillotson <i>et al.</i> (2012)	areia, caulinita e silicato de sódio em gel
Amalokwu <i>et al.</i> (2014)	areia, caulinita e silicato de sódio em gel
Wang <i>et al.</i> (2015)	pó análogo e epóxi
Husseiny e Vanorio (2015)	halimeda e cimento Portland
Oliveira (2016)	Areia, halimeda e hidróxido de cálcio (Ca(OH) ₂)
Guo <i>et al.</i> (2016)	areia quartzosa e epóxi
Wang, Z <i>et al.</i> (2017)	pó análogo e epóxi
Santos <i>et al.</i> (2017)	areia e cimento Portland
Ding <i>et al.</i> (2017)	areia, feldspato, caulinita e silicato de sódio em gel
Fedrizzi <i>et al.</i> (2018)	calcita, cimento Portland, areia e água
Vieira (2018)	Halimeda, areia quartzosa e cimento Portland
Silva <i>et al.</i> (2019)	areia, cimento Portland e água
Mohammed e Schmitt (2020)	miçangas de vidro e epóxi
Shakiba <i>et al.</i> (2020)	cimento Portland, areia e caulinita
Yu <i>et al.</i> (2020)	areia quartzosa e epóxi
Galindo <i>et al.</i> (2021)	areia, halimeda, hidróxido de cálcio, cimento Portland e CO ₂
Albalawi <i>et al.</i> (2021)	(resinas) Impressão 3D
Miranda (2022)	Halimeda e epóxi
Salek <i>et al.</i> (2022)	(resinas) Impressão 3D
Morais <i>et al.</i> (2023)	(resinas) Impressão 3D

Fonte: O Autor (2024).

O cimento Portland é um dos principais materiais aglomerantes utilizados para a cimentação das partículas sólidas durante a preparação de rochas sintéticas (HUSSEINY E

VANORIO, 2015; FEDRIZZI *et al.*, 2018; VIEIRA, 2018; SILVA *et al.*, 2019; SHAKIBA *et al.*, 2020; GALINDO *et al.*, 2021). Tem-se utilizado, também, resinas à base de epóxi em diferentes proporções para fazer tal processo de aglutinação, apresentando bons resultados na consolidação das amostras, como visto em Wang *et al.* (2015), Guo *et al.* (2016), Wang, Z *et al.* (2017), Mohammed e Schmitt (2020), Yu *et al.* (2020) e Miranda (2022) (Figura 18). Outros materiais também são utilizados para a aglutinação das partículas, e envolvem processos de precipitação e sinterização, como silicato de sódio (TILLOTSON *et al.*, 2012; AMALOKWU *et al.* 2014; DING *et al.*, 2017) e hidróxidos combinados com CO₂ (MELO, 2012; OLIVEIRA, 2016; GALINDO *et al.*, 2021).

Figura 18 - Rochas carbonáticas sintéticas fabricadas utilizando resina epóxi como agente aglomerante.



Fonte: Miranda (2022).

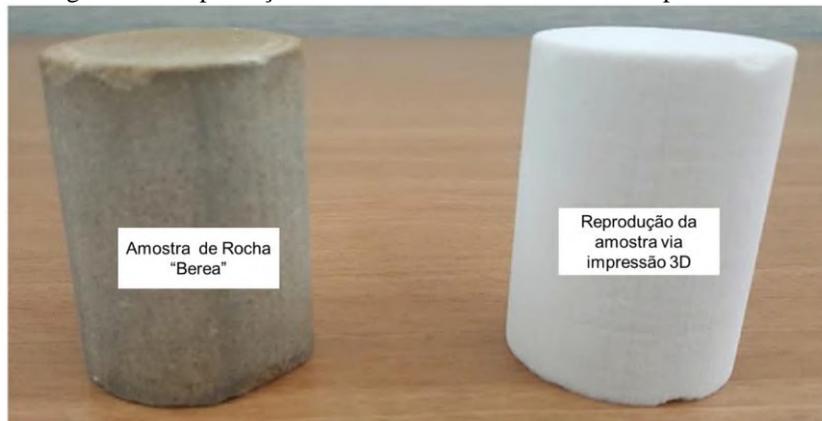
Quanto às metodologias empregadas para a preparação e consolidação das amostras sintéticas, a consolidação utilizando uma tensão de compressão é a mais empregada, seguida de tratamento térmico em estufa ou mufla de acordo com o material empregado. Hussein e Vanorio (2015), Wang *et al.* (2015), Guo *et al.* (2016), Santos *et al.* (2017), Wang, Z *et al.* (2017), Fedrizzi *et al.* (2018), Mohammed e Schmitt (2020), Yu *et al.* (2020), Galindo *et al.* (2021) utilizam uma tensão de compressão para compactação das amostras em moldes de diferentes geometrias, e em seguida submetem as amostras ao tratamento térmico em estufa durante períodos que variam entre 12 e 24 horas com temperaturas entre 65°C (MOHAMMED E SCHMITT, 2020) e 100°C com incrementos de 25°C até se atingir 300°C (FEDRIZZI *et al.*, 2018).

Shakiba *et al.* (2020) dispõem uma mistura feita com cimento, areia e caulinita em moldes cilíndricos para a produção dos exemplares durante 24 h numa temperatura controlada de 22°C, e em seguida, realizam a cura por imersão durante 30 dias em solução com água e calcita a 20°C, sendo posteriormente colocados em estufa a 100°C durante 24 h.

Galindo *et al.* (2021) propõem uma preparação em que amostras feitas com calcita, areia, cimento e água são compactadas a uma tensão de compressão de 15 MPa durante 12 horas, e em seguida são submetidas ao tratamento térmico em mufla durante 32 horas com temperaturas variando entre 100 e 300°C; para amostras preparadas com halimeda (calcita), areia e hidróxido de cálcio, procederam com a moldagem a uma tensão de compressão de 15 MPa, e posteriormente estas foram submetidas à uma injeção de gás carbônico para posteriormente serem colocadas em estufa durante 24 h.

A impressão 3D tem sido apresentada como uma alternativa para produzir rochas carbonatadas (Figura 19), reproduzindo peças de carbonato de cálcio e contribuindo para o desenvolvimento de rochas artificiais (ALBALAWI E JABBARI, 2021; SALEK *et al.*, 2022; MORAIS *et al.*, 2023), onde a resolução das impressoras e a falta de materiais comerciais para imitar a mineralogia da rocha são considerados fatores limitantes do emprego da metodologia (SAUERWEIN E DOUBROVSKI 2018; SHAKED *et al.* 2021).

Figura 19 - Reprodução de rochas sintéticas utilizando impressora 3D.



Fonte: Adaptado de Salek *et al.* (2021).

Quanto ao propósito para o desenvolvimento das rochas sintéticas, estudos relacionados estão focados em estabelecer informações acerca das propriedades petrofísicas, como porosidade e permeabilidade (SANTOS *et al.*, 2017; FEDRIZZI *et al.*, 2018; SHAKIBA *et al.*, 2020); condutividade elétrica (MOHAMMED E SCHMITT, 2020), anisotropia dielétrica (DING *et al.*, 2017), propriedades mecânicas após efeitos de dissolução química (SHAKIBA *et*

al., 2020; GALINDO *et al.*, 2021) mudanças no módulo de cisalhamento (G) (WANG, Z *et al.*, 2017) e molhabilidade (YU *et al.*, 2020).

Shakiba *et al.* (2020) verificam a influência da quantidade de argamassa adicionada às rochas sintéticas na porosidade, permeabilidade e na resistência à compressão, e sua influência na porosidade destas, indicando que a o aumento na quantidade de cimento adicionado reduz a porosidade das amostras, fazendo analogias ao quantitativo de material cimentante das rochas naturais.

Husseiny e Vanorio (2015) analisaram o quantitativo de micrita nas propriedades acústicas em rochas carbonáticas sintéticas, avaliando valores de ondas V_p e V_s e sua relação com a porosidade após dissolução química com fluido reativo (CO_2). Apontando que o aumento do quantitativo de micrita promovia o aumento da rigidez das amostras, indicada pela diminuição da pressão de velocidade da passagem da onda no meio poroso; além disso, verificou-se, também, uma diminuição nos módulos elásticos após dissolução.

Wang, Z *et al.* (2017) verificaram a mudança no Módulo de Cisalhamento (G) após a saturação do meio poroso sintético com *vugs* e fraturas utilizando diferentes fluidos, e indicam que tal mudança depende da natureza do fluido, estrutura dos poros e do grau de saturação do meio, apresentando valores superiores de cisalhamento em amostras com fraturas comparando-as com as estruturas com *vugs*, devido ao acoplamento viscoso ser mais ativo em poros estreitos.

Souza (2023) analisam as propriedades petrofísicas (porosidade), mineralógicas e mecânicas (resistência à compressão, resistência à tração e módulo de elasticidade E) após processos de dissolução química, e observaram aumento nos valores de porosidade e redução das propriedades mecânicas analisadas após a dissolução.

2.4.1 Representação de descontinuidades em rochas sintéticas

As heterogeneidades, como fraturas e *vugs*, presentes em reservatórios de hidrocarbonetos, podem ter vários tamanhos, aberturas e orientações, sendo um fator chave para a sua produção, principalmente quando se trata de reservatórios não convencionais, pois representam condutos para esses hidrocarbonetos (SILVA *et al.*, 2019).

São diversos os materiais empregados para a representação dessas descontinuidades presentes em reservatórios. O isopor geralmente é empregado pela fácil dissolução em meio ácido para a representação de fissuras na matriz rochosa. Tal material é inserido em forma de folhas e pedaços ainda durante a consolidação das amostras e, em seguida, é dissolvido quando tais rochas sintéticas são submetidas ao ataque de uma solução ácida, gerando vazios na matriz

rochosa e representando tais descontinuidades, como visto em Wang *et al.* (2015), Santos *et al.* (2017) e Silva *et al.* (2019). Tillotson *et al.* (2012), Amalokwu *et al.* (2014) e Wang, Z *et al.* (2017) representaram fraturas utilizando folhas de alumínio em diferentes disposições, que eram inseridas na etapa de consolidação da matriz rochosa sintética e depois eliminadas com a utilização de soluções ácidas, deixando os vazios representativos das descontinuidades citadas.

Mohammed e Schmitt (2020) utilizaram tiras de polissacarídeo comestível como material representativo de fissuras em amostras feitas com miçangas de vidro e resina epóxi. Os autores fizeram incisões na matriz rochosa antes de seu processo de cura para a inserção do polímero e, após 24 horas, as dissolveram com o uso de água destilada durante 24 horas, formando os espaços representativos das fissuras.

2.5 GEOSINTÉTICOS: CARACTERÍSTICAS GERAIS

Os geossintéticos são produtos poliméricos para o uso de obras geotécnicas e de proteção ambiental, produzidos por materiais poliméricos naturais ou sintéticos. Suas aplicações são diversas, seja para solucionar problemas geotécnicos como reforço de aterros sobre solos moles, taludes e estruturas de contenção, como também para estabilização de solos, drenagem, filtração, controle de erosão e barreiras para sedimentos, fluidos e gases e proteção ambiental (PALMEIRA, 2018).

Bathurst (2007) identifica seis funções primárias para o geossintético: separação, filtração, reforço, drenagem, contenção de fluidos e gases e controle de processos erosivos:

- a) Separação: o geossintético tem a função de separar duas ou mais camadas de solo com distribuições granulométricas distintas;
- b) Filtração: atua de forma semelhante a um filtro de areia, permitindo a passagem de água por meio do solo, retendo as partículas sólidas, sendo empregado para evitar a migração do solo para dentro de tubulações, mantendo o fluxo do sistema.
- c) Drenagem: o material funciona como um dreno que carrega o fluido através de solos com menor permeabilidade, dissipando, por exemplo, a poro-pressão na base de aterros rodoviários ou para acelerar a consolidação de solos moles em fundações de aterros.
- d) Reforço: o geossintético pode atuar na melhoria das propriedades de resistência mecânica de deformação do solo quando os inseridos no terreno;
- e) Barreiras de fluidos e gases/proteção ambiental: este atua como uma barreira aproximadamente impermeável a fluidos e gases, sendo empregados na contenção

de resíduos, para impedir o escoamento de certos líquidos e gases, em capas asfálticas de pavimentos e no envelopamento de solos não saturados (expansivos).

- f) Controle de processos erosivos: reduz o efeito da erosão do solo causados pelas chuvas e pelo escoamento superficial da água, além de reter sedimentos carregados durante o escoamento.

Palmeira, Gardoni e Araújo (2021) apontam vantagens na utilização dos geossintéticos. Dentre elas, podem ser citadas facilidade e rapidez de instalação, facilidade de transporte para áreas de difícil acesso, substituição de materiais de construção naturais, redução do impacto ambiental em obras em relação às alternativas convencionais e repetibilidade e uniformidade em suas propriedades.

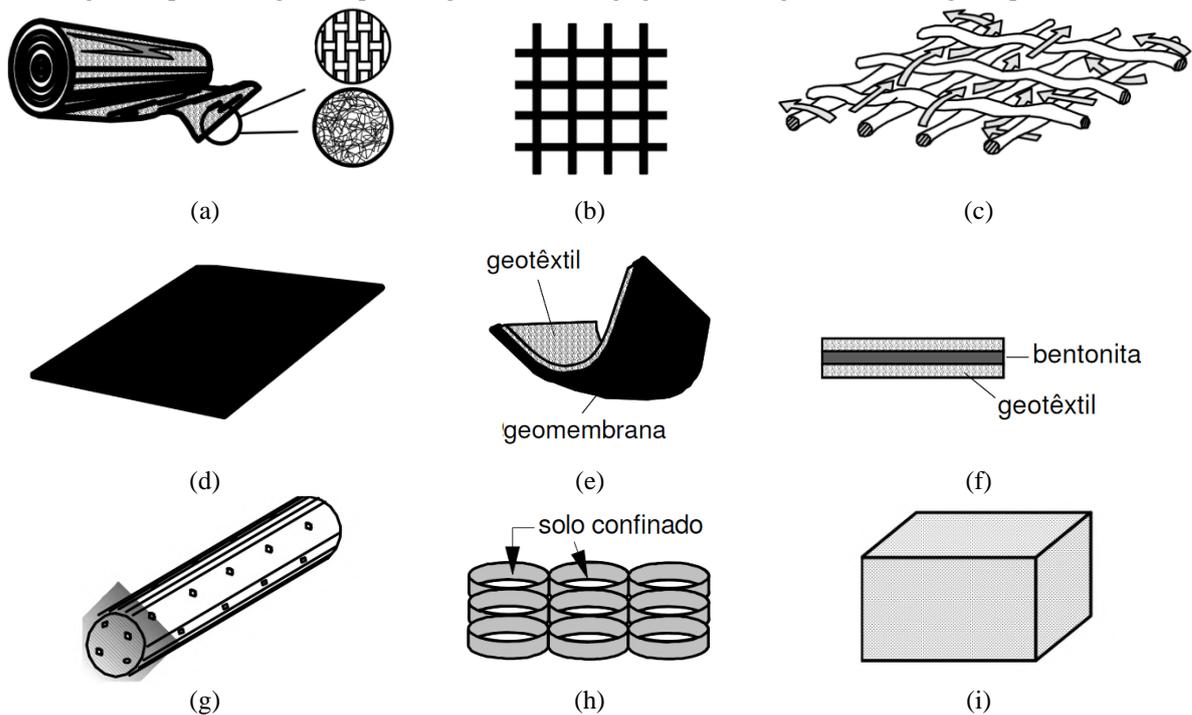
2.5.1 Tipos de geossintéticos

Quanto à fabricação, os geossintéticos podem ser classificados em diferentes categorias. Bathurst (2007) os classifica em:

- a) Geotêxteis: são mantas contínuas, flexíveis e permeáveis, feitas em fibras ou filamentos, tecidos, não tecidos, costurados ou tricotados, aplicados para separação, proteção, filtração, drenagem, reforço e controle de erosões (Figura 20(a)).
- b) Geogrelhas: são materiais em forma de grelha (Figura 20(b)), tendo como principal aplicação o reforço de solos.
- c) Georredes: formadas por duas séries de membros extrudados paralelos, possuem aparência semelhante às das grelhas, apresentando alta porosidade e indicadas para condução de fluidos e gases (Figura 20(c)).
- d) Geomembranas: usadas como barreiras para fluidos, gases e vapores, esses materiais (Figura 20(d)) são mantas flexíveis e contínuas de baixa permeabilidade, constituídas de um ou mais materiais sintéticos.
- e) Geocompostos: são formados pela combinação de mais de um tipo de geossintético, como por exemplo o geotêxtil-georrede, geocomposto argiloso e geotêxtil-geogrelha (Figura 20(e)).
- f) Geocompostos argilosos (GCL's): tipo de geocomposto costurado ou agulhado formados por uma camada de argila bentonítica incorporada entre geotêxteis de base e topo ou associadas a uma membrana ou à uma única manta de geotêxtil, com a finalidade de aumentar sua resistência ao cisalhamento, usados como barreiras para líquidos e gases quando hidratados (Figura 20(f)).

- g) Geotubos: podendo serem perfurados ou não, esses tubos poliméricos são utilizados para drenagem de líquidos e gases e, quando perfurados, podem ainda serem envolvidos por um filtro geotêxtil (Figura 20(g)).
- h) Geocélulas: com arranjo tridimensional, são formadas por tiras poliméricas relativamente espessas, soldadas para formarem células interconectadas, preenchidas internamente por concreto ou solo. Podem ainda serem do tipo geocolchão, quando faixas de 0,50 a 1 m de largura de geogrelhas são ligadas por hastes poliméricas verticais, tornando a estrutura mais espessa (Figura 20(h)).
- i) Geoexpandido: usado principalmente para isolamento térmico, os geoexpandidos são blocos ou placas produzidas por espuma de poliestireno expandido, apresentando baixa densidade (Figura 20(i)).

Figura 20 - Classificação dos geossintéticos: (a) geotêxtil; (b) geogrelha; (c) georrede; (d) geomembrana; (e) geocomposto; (f) geocomposto argiloso (GCL); (g) geotubo; (h) geocélula e; (i) geoexpandido.



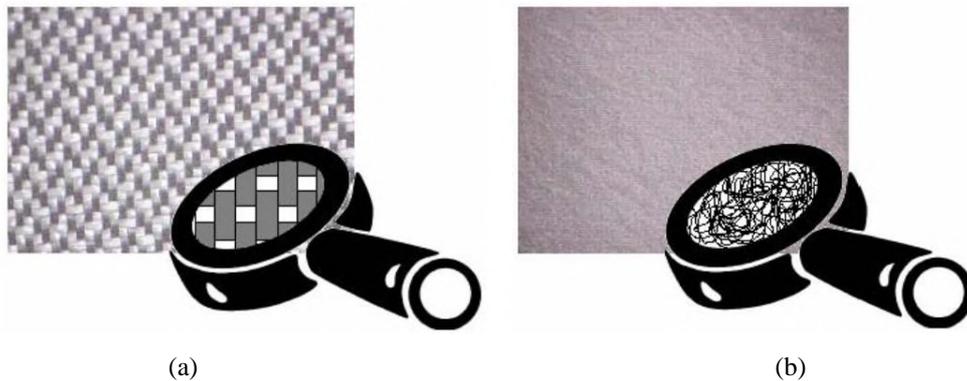
Fonte: Adaptado de Bathurst (2007).

2.5.1.1 Geotêxteis: tipos, características e aplicações

Os geotêxteis, produtos permeáveis utilizados com funções de drenagem, filtração, reforço, proteção e separação, podem ser classificados, segundo seu processo produtivo, em tecidos (*GTW*) e não tecidos (*GTN*). Os geotêxteis tecidos (*GTW*) resultam de filamentos, laminetes e fios entrelaçados, segundo direções preferenciais de fabricação definidas como

trama (sentido transversal) e urdume (sentido longitudinal) (Figura 21(a)); os geotêxteis não tecidos (*GTN*) tem suas fibras distribuídas espacialmente de maneira aleatória, podendo ser subclassificados de acordo com seu processo de solidarização em agulhado (*GTNa*), em que as fibras são interligadas por agulhagem), termoligados (*GTNt*), onde ocorre a fusão parcial das fibras por aquecimento) e resinados (*GTNr*), cuja interligação das fibras é feita com o uso produtos químicos (Figura 21(b)) (PALMEIRA, 2018).

Figura 21 - estrutura das fibras do geotêxtil: (a) geotêxtil tecido e (b) geotêxtil não tecido.



Fonte: Palmeira (2018).

Os polímeros sintéticos constituem-se como principal componente dos geotêxteis, como polipropileno, poliéster, polietileno e poliamida (*nylon*). Além desses, outros materiais como fibras de vidro, cabos e fios de aço também são usados para a elaboração de geotêxteis com características especiais. Já o uso de lã, acetato, algodão e papel podem também entrar na composição desse tipo de geossintético, mas, por serem biodegradáveis, tem sua aplicação limitada a casos em que tal biodegradação é desprezada, como, por exemplo, no controle temporário da erosão de uma determinada área (GIROUD, 1984).

Giroud (1984) destaca três principais propriedades dos geotêxteis: 1) as intrínsecas, como propriedades físicas e mecânicas, 2) a interação com fluidos e 3) resistência à deterioração (durabilidade):

- 1) Por ser um material bidimensional (sua espessura é muito menor que seu comprimento e largura), suas principais propriedades físicas são espessura e densidade de área (massa/área), que caracterizam a quantidade de material na direção perpendicular ao plano do produto. Sobre seu plano, seu comportamento mecânico pode ser verificado quanto à relação tensão x deformação sobre e fora de seus planos, analisando-se a força máxima resistida por ele, sua deformação e seus módulos mecânicos. Já seu comportamento quando as tensões são aplicadas fora de seu plano é avaliado quanto à

sua resistência à flexão e sua habilidade em resistir à danos (punção e rasgamento). O tipo de polímero, tipo do geotêxtil, e quantidade de material disposto na direção perpendicular ao plano do geossintético governam tais propriedades mecânicas.

- 2) A interação entre o fluido que atravessa a estrutura do geotêxtil pode ser expressa pelo termo permeabilidade, cujas formas de avaliá-la são através da determinação de sua condutividade hidráulica (coeficiente de permeabilidade k), que indica a velocidade de percolação do fluido no geotêxtil) e de sua permissividade (Ψ), definida pela velocidade em que o fluido atravessa perpendicularmente o geotêxtil numa determinada área.
- 3) Sua durabilidade relaciona-se com a resistência à deterioração às ações mecânicas e físico-químicas do meio externo. A ação mecânica refere-se à abrasão, enquanto que o contato com o solo, condições atmosféricas e exposição ao sol, e contato com agentes químicos relacionam ações físico-químicas de degradação. Basant e Jahan (2012) ainda apontam microorganismos, pH, e ação do tempo como agentes de deterioração dos geotêxteis, cujo dano pode ser minimizado com a inclusão de aditivos específicos.

As aplicações iniciais dos geotêxteis são diversas, e desempenham funções de filtração, drenagem, reforço, separação/barreira e proteção (GIROUD, 1984; BASANT E JAHAN, 2012; PALMEIRA, 2018; PALMEIRA, GARDONI E ARAÚJO, 2021); no entanto, suas funções drenantes e filtrantes serão enfatizadas de acordo com os objetivos deste trabalho.

Como material filtrante/drenante, os geotêxteis devem atender, como dreno, aos requisitos hidráulicos que permitam o fluxo livre de fluidos na direção longitudinal - transmissividade (Figura 22(a)) ou normal – permissividade (Figura 22(b)) ao seu plano, e como filtro, a garantir que os grãos de um material sejam contidos sem que haja a obstrução/impedimento ao fluxo.

Figura 22 - Direção do fluxo de fluidos em geotêxteis: (a) direção longitudinal ao plano e (b) direção normal ao plano.



Fonte: Gourc e Palmeira (2021).

A função da drenagem é definida em Basant e Jahan (2012) como a capacidade do geotêxtil em drenar fluidos de forma independente, tornando-o o próprio sistema de drenagem no meio. Ao contrário, quando este é parte integrante de um sistema de drenagem, em que comumente é usado para separar um solo e uma camada de material de granulometria grossa, sua função passa ser a de filtração.

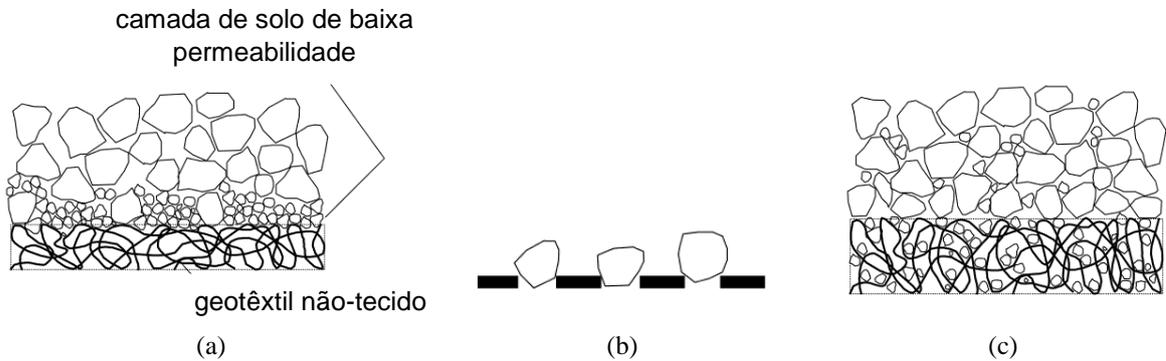
Entretanto, a presença de partículas sólidas nos vazios dos geotêxteis influenciam na sua compressibilidade e na sua abertura de filtração, de modo que a impregnação do geotêxtil pode reduzir de forma significativa a abertura de filtração de filtros, indicando uma redução do diâmetro de outras partículas que poderiam atravessá-lo, tendo sua abertura ainda mais reduzida com o efeito de confinamento (PALMEIRA, GARDONI E ARAÚJO, 2021).

Para funcionar como material drenante, Palmeira (2018) aponta que o elemento filtrante (geotêxtil) deve possuir permissividade suficiente para promover a passagem do fluxo do fluido de forma satisfatória, se que haja o aumento de poropressões no material aplicado; além disso, este, quando também for responsável pela condução do fluido ao longo de um plano para outro local, deve apresentar transmissividade, de modo que essa transferência se dê sem trabalhar sob pressão.

Num dado escoamento de fluido, o geotêxtil pode ser colocado para filtrá-lo, e este fluido podem conter finas partículas sólidas em suspensão, de modo que este geossintético impede a passagem da grande maioria dessas partículas, não lhe danificando (GIROUD, 1984); entretanto, quando estas partículas danificam o material, alguns mecanismos de interação prejudiciais ao geotêxtil podem ser listados, como o cegamento, bloqueamento e colmatação.

O cegamento (Figura 23(a)) ocorre quando finas partículas de solo são retidas pelo geotêxtil causando a formação de uma camada de grãos finos de baixa permeabilidade; no bloqueamento (Figura 23(b)), o geotêxtil perde consideravelmente sua permeabilidade, devido os fechamento dos vazios superficiais por parte das partículas retidas; na colmatação (Figura 23(c)), ocorre o entupimento dos vazios e canais deste geossintético, pela ação do próprio material particulado, como o solo, por exemplo (colmatação física), pela precipitação de compostos químicos (colmatação química) ou por atividade biológica, como por exemplo, a instalação de colônia de bactérias ao longo de sua superfície (colmatação biológica) (PALMEIRA E GARDONI, 2000).

Figura 23 - Mecanismos de interação prejudicial ao geotêxtil: (a) cegamento; (b) bloqueamento e; (c) colmatação.



Fonte: Palmeira e Gardoni (2000).

Palmeira, Gardoni e Araújo (2021) destacam o desempenho favorável de geotêxteis como material de filtração, mas afirmam que, dependendo da situação empregada e de seu grau de severidade de utilização, suas propriedades estão sujeitas à modificação, sendo necessário a realização de ensaios especiais para os casos em que esses elementos estejam submetidos a confinamento elevado e solicitações de tração.

3 DOSAGEM, PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS

Apresenta-se aqui o processo de definição/dosagem das rochas carbonáticas utilizadas neste trabalho, assim como os materiais que compõem sua matriz rochosa e que representa suas fraturas. Além disso serão descritas as metodologias para a caracterização da rocha desenvolvida em termos petrofísicos, petrográficos e geomecânicos são apresentadas, assim como os resultados e discussão obtidos pelo desenvolvimento das amostras.

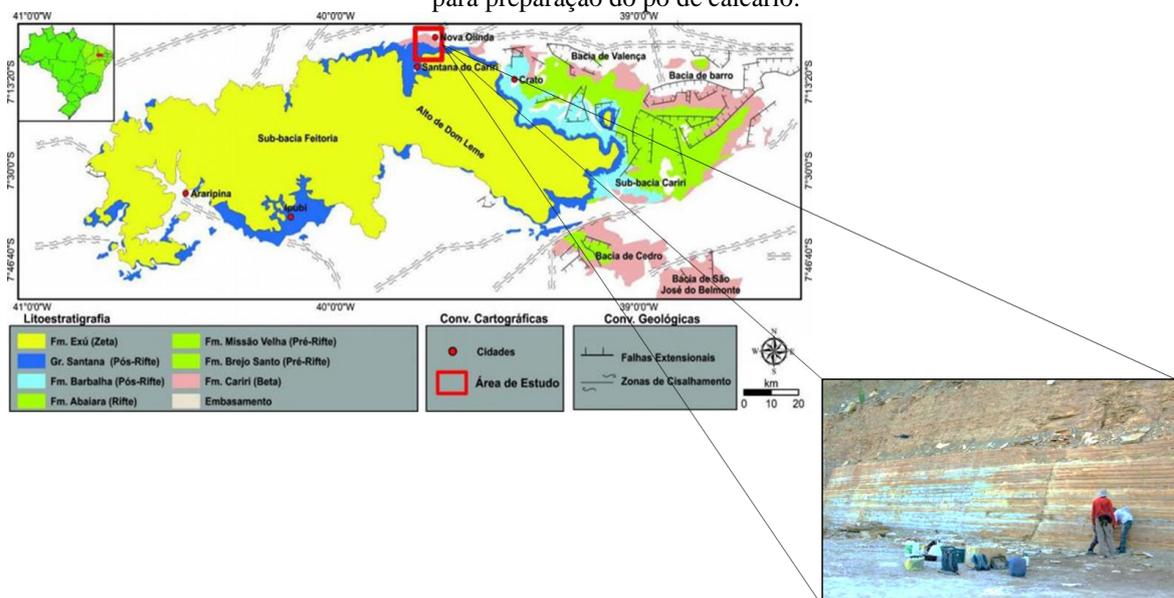
3.1 MATERIAIS UTILIZADOS PARA REPRESENTAÇÃO DA MATRIZ SÓLIDA

Os materiais utilizados para a síntese das rochas carbonáticas sintéticas foram pó de calcário, proveniente de fragmentos de rochas calcárias e resina epóxi como material aglomerante/cimentante.

3.1.1 Pó calcário

O pó de calcário foi obtido a partir de fragmentos de rochas de calcário laminado de depósitos carbonáticos da Formação Crato, localizado na borda norte da Bacia do Araripe, entre as cidades de Santana do Cariri e Nova Olinda, no estado do Ceará (Figura 24).

Figura 24 - Mapa geológico da Bacia do Araripe e localização da região de coleta (em destaque) dos exemplares para preparação do pó de calcário.



Fonte: Adaptado de Fabin (2018) e Araújo (2020).

O material é proveniente das atividades de mineração da extração de calcário para a fabricação de cimento Portland, que configura como atividade econômica da região (SUGUIO, 2003; FÉ *et al.*, 2022).

Estes depósitos carbonáticos são considerados como rochas análogas ao intervalo carbonático do reservatório do pré-sal das bacias marginais do sudeste do Brasil, em termos petrofísicos, deposicionais e geocronológicos (TERRA *et al.*, 2010; SANTOS *et al.*, 2015; CATTO *et al.*, 2016).

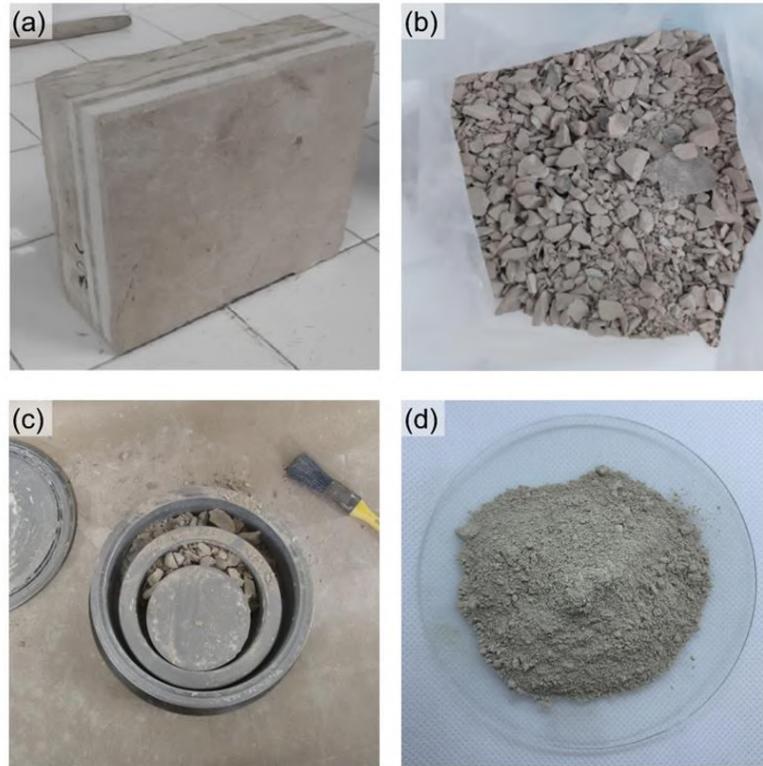
A região abrange laminitos com litofácies constituídas essencialmente de calcita micrítica com ocorrência de dolomita e sílica, apresentando tamanho dos grãos na sua maioria inferior a 20 μm , com laminações milimétricas e centimétricas de colocação claro-amarelo e escuro-cinza (MIRANDA *et al.*, 2018).

Devido às características e composição análogas apresentadas, o material foi escolhido para a produção de rochas sintéticas, a fim de obter amostras com características petrofísicas e geomecânicas similares às rochas de reservatório carbonáticas, aproximando-se da reprodução de plugues carbonáticos naturais. O pó calcário escolhido para esta pesquisa foi a litofácie cinza-escuro do calcário laminado, embora materiais de diferentes litofácies provenientes da Formação Crato possam ser usados nesta metodologia, com variações de suas propriedades geomecânicas.

As amostras de afloramentos carbonáticos foram coletadas em pequenos blocos de dimensões distintas (Figura 25(a)), e posteriormente fragmentados em pedaços menores com o auxílio do britador de mandíbulas (Figura 25(b)). Em seguida, o material foi pulverizado com o moinho de discos (Figura 25(c)) em porções sucessivas durante 40 segundos, até atingir a granulometria desejada para esta etapa.

Por fim, o material coletado que se transformou em pó foi peneirado com o auxílio da série de peneiras e agitador, selecionando-se todo o pó análogo carbonático passante na peneira de abertura de 425 μm (Figura 25(d)).

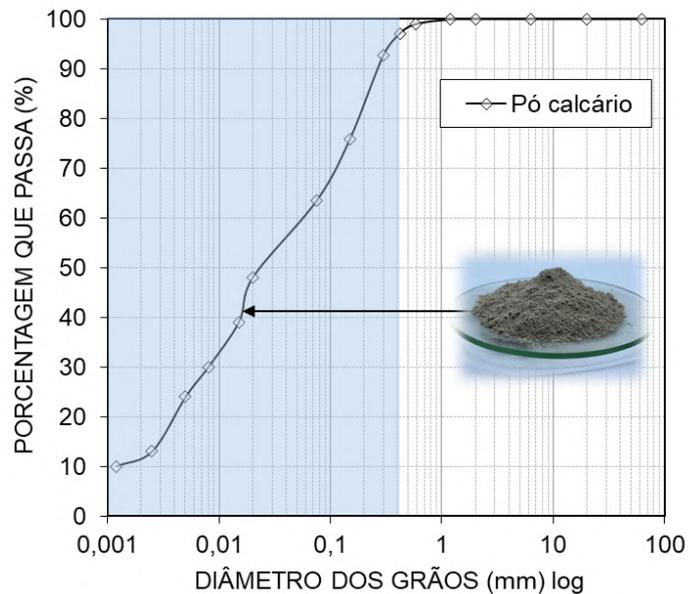
Figura 25 - Preparação do pó calcário: (a) bloco de calcário; (b) calcário fragmentado via triturador de mandíbulas; (c) pulverização do calcário via moinho de discos e (d) pó de calcário (<math><425 \mu\text{m}</math>).



Fonte: O Autor (2024).

O pó calcário foi caracterizado por sua distribuição granulométrica, obtida por peneiramento e sedimentação, seguindo os procedimentos descritos pela NBR 7181 (ABNT, 2016), em que foi possível obter sua curva granulométrica (Figura 26).

Figura 26 - Curva granulométrica do pó calcário.



Fonte: O Autor (2024).

De acordo com a granulometria desejada para o pó calcário a ser utilizado para a fabricação das amostras, tem-se que, após pulverização, o material apresenta uma porcentagem de grãos de 97,15% inferiores a 425 μm (intervalo destacado em azul), contemplando praticamente toda faixa granulométrica obtida.

A massa específica dos grãos do pó calcário foi determinada seguindo as recomendações da NBR 6458 (ABNT, 2016), utilizando o método do picnômetro, obtendo-se um valor de 2,79 g/cm^3 .

3.1.2 Resina epóxi

Como material cimentante/aglomerante, escolheu-se a resina epóxi bicomponente transparente 2004 de baixa viscosidade com endurecedor 3154 da fabricante Redelease®, com utilização em proporção 2:1 (resina:endurecedor).

Segundo a fabricante, o produto apresenta alta resistência química e mecânica, possui baixa contração, boa adesão, estabilidade a ciclos térmicos e impactos, boa fluidez e não libera subprodutos na sua utilização, propriedades desejáveis no preparo das amostras de rochas sintéticas.

Este tipo de aglomerante apresenta-se na literatura (WANG *et al.*, 2015; GUO *et al.*, 2016; WANG *et al.*, 2017; MOHAMMED E SCHMITT, 2020; YU *et al.*, 2020) como alternativa para a união das partículas sólidas de rochas que reproduzem reservatórios de hidrocarbonetos, apresentando resultados satisfatórios na aglutinação das partículas usadas e na facilidade na aplicação.

3.1.3 Geotêxtil para representação de fraturas

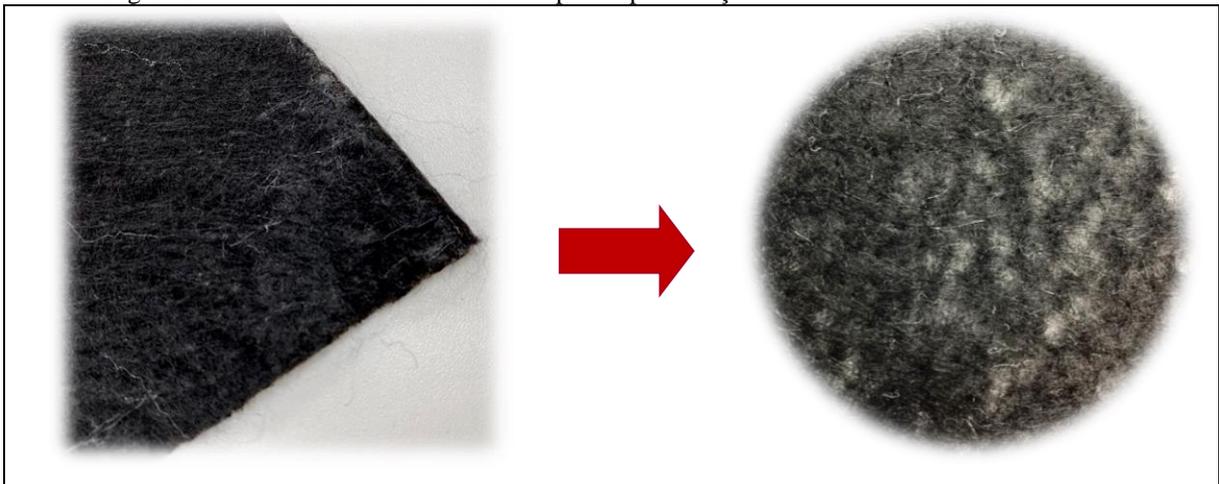
A representação de fraturas em rochas sintéticas requer a seleção de um material que apresente comportamento e características compatíveis dos elementos representados, sem que estes alterem a composição química da matriz sólida da rocha.

Neste trabalho, escolheu-se um tipo de geossintético, o geotêxtil não-tecido, para representar as discontinuidades no meio estudado. As funções de filtração e drenagem foram consideradas para a seleção do geotêxtil não-tecido como material representativo das discontinuidades, devido às suas características de distribuição de poros e estrutura tridimensional complexa (MISZKOWSKA, LENART E KODA, 2017). Como filtro, o geotêxtil permite que líquidos passem sobre sua estrutura, separando e retendo as partículas

sólidas em movimento (PALMEIRA E GARDONI, 2000); como dreno, o geossintético coleta e conduz o fluido por um caminho até uma determinada região através do seu plano (MORACI, BILARDI E MANDAGLIO, 2022).

O geotêxtil não-tecido utilizado é produzido a partir de fibras agulhadas e consolidadas de poliéster (Figura 27), cujas propriedades foram fornecidas pelo fabricante do produto (Tabela 2).

Figura 27 - Geotêxtil não tecido utilizado para representação das fraturas em rochas sintéticas.



Fonte: O Autor (2024).

Tabela 2 - Propriedades do geotêxtil não-tecido.

Propriedades	
Cor	Preto
Gramatura (g/m ²)	105
Espessura (mm)	0,7
Ponto de Amolecimento (°C)	230 a 249
Resistência U.V (% horas)	50/500
Permeabilidade Normal (cm/s)	0,35
Permissividade (s ⁻¹)	3
Resistência à tração no sentido longitudinal (kN/m)	3
Resistência ao puncionamento CBR (kN)	0,6

Fonte: O Autor (2024).

O geotêxtil utilizado para a representação das fraturas no meio poroso foi submetido à ação da solução ácida empregada neste trabalho (10% de HAc em água destilada) com pH igual a 2,20 (à 25°C), seguindo os procedimentos descritos pela ASTM D5322 (2017), que avalia a resistência química de geossintéticos a líquidos potencialmente reativos. Esse ensaio foi

realizado para verificar se o geotêxtil reagiria quimicamente ao ácido empregado durante o ensaio de dissolução. Assim, uma tira de geotêxtil previamente pesada ($m = 0,1358\text{g}$) em balança analítica foi submersa em solução de ácido acético (mesmo fluido reativo utilizado nos ensaios de dissolução) (Figura 28) durante quatro semanas, tempo muito superior aos tempos de ensaio executados. Após o ensaio, verificou-se que não houve variação de massa do material e nem do pH da solução, indicando a integridade e não reatividade do geotêxtil frente à solução do fluido ácido.

Figura 28 - Tira de geotêxtil submerso em solução de 10% de ácido acético e água destilada durante o ensaio de resistência química a líquidos potencialmente reativos.



Fonte: O Autor (2024).

3.2 PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE AMOSTRAS

3.2.1 Processo de fabricação de amostras homogêneas

As rochas carbonáticas sintéticas foram preparadas através do processo de compactação, procedimento semelhante ao utilizado na produção de rochas sintéticas descritos por Ei Husseiny e Vanorio (2015), Wang *et al.* (2015), Guo *et al.* (2016), Ding *et al.* (2017), Santos *et al.* (2017), Wang *et al.* (2017), Fedrizzi *et al.* (2018), Mohammed e Schmitt (2020), Yu *et al.* (2020) e Galindo *et al.* (2022), que consiste em aplicar um carregamento no material que está confinado em um molde metálico, ate a sua consolidação.

As rochas sintéticas foram compactadas em um molde cilíndrico metálico, composto por uma base, corpo e colarinho (Figura 29(a)), com dimensões de 4 cm de diâmetro e 8 cm de altura, com volume de $100,53\text{ cm}^3$.

As quantidades de resina epóxi utilizadas como material aglomerante/aglutinante para a fabricação de amostras em relação à quantidade total de materiais utilizados, segundo a literatura, variam entre 20% empregada em Wang *et al.* (2015) e Wang *et al.* (2017), 15% empregada em Guo *et al.* (2016) e 10% empregada em Yu *et al.* (2020). Nesta pesquisa, foi utilizado inicialmente uma proporção 85%:15% (matriz sólida:aglomerante), sendo 85% de pó calcário e 15% de resina epóxi para a fabricação de uma amostra com as dimensões especificadas anteriormente, obtendo quantitativos diferentes de materiais, de modo a ajustar e estabelecer um valor de massa específica aparente que fosse possível fabricar amostras com altura inicial estabelecida de 8 cm e aspecto consolidado a olho nu, sem a presença de vazios superficiais e irregularidades ao longo de sua extensão.

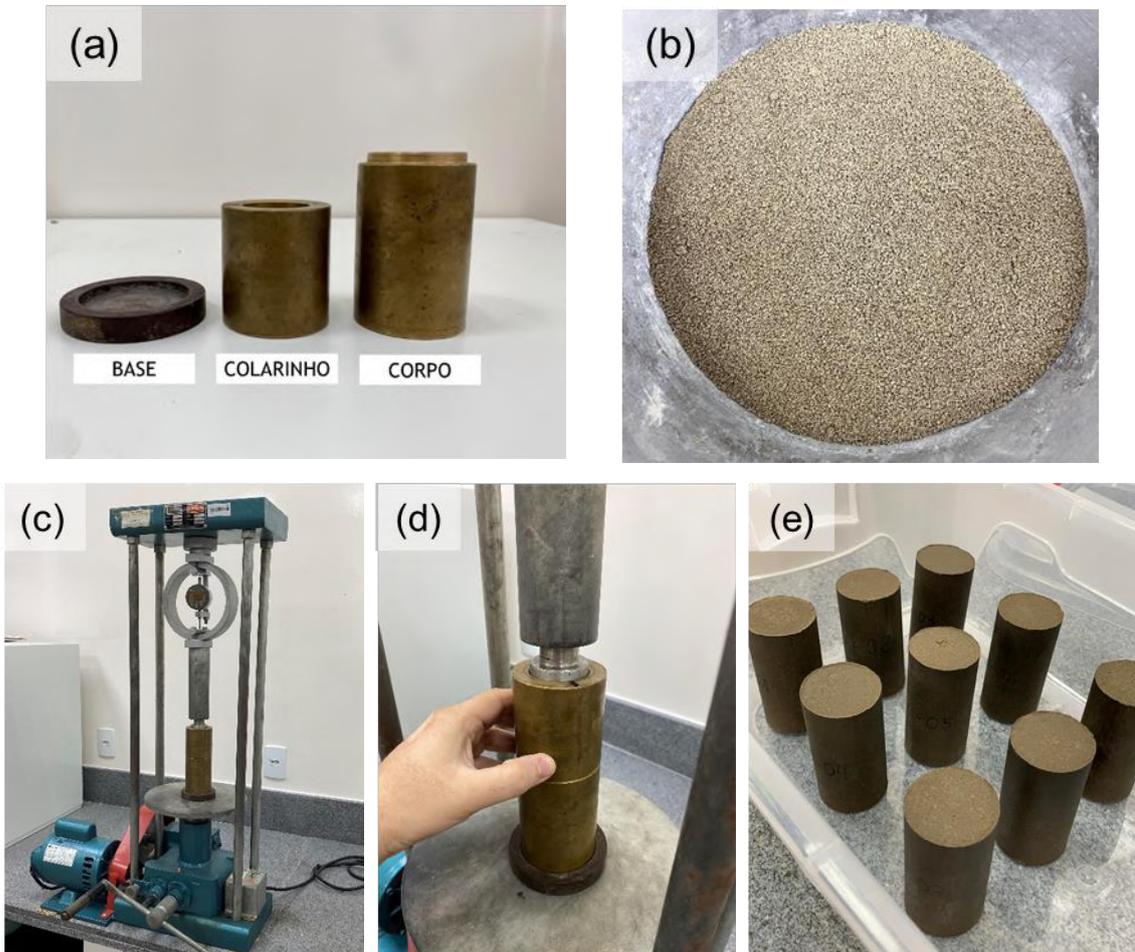
As amostras foram inicialmente fabricadas com um peso específico aparente de 19 kN/m³, sendo realizados incrementos na mistura utilizada para aumentar o peso específico aparente das amostras até atingir valores entre 22,5 e 23,0 kN/m³, quando, então, as amostras atenderam aos critérios estabelecidos.

Após serem pesados os materiais, misturou-se previamente a resina e o endurecedor (segundo recomendações do fabricante) para depois ser adicionado ao pó calcário dentro de um recipiente, misturando até se tornar um material homogêneo. O processo não foi realizado por longo tempo devido à rápida reação de endurecimento da resina epóxi. Após, a mistura foi passada por uma peneira para o desmanche dos grumos maiores de material remanescente, deixando-a uniforme (Figura 29(b)).

O preparo foi colocado no molde cilíndrico, revestido internamente com uma fina camada de vaselina sólida para facilitar a extração da amostra no processo de desmoldagem. Já o colarinho garantiu que o material fosse colocado em uma única camada no molde que, por ainda estar no estado solto, ocupou um volume superior ao volume final da amostra. Compactou-se a mistura em camada única, com o uso de uma prensa de compactação estática (Figura 29(c)) com capacidade de 50 kN, aplicando uma tensão vertical de 20 MPa até que a amostra atingisse a altura preestabelecida, deixando-a com a carga durante 10 minutos (Figura 29(d)). Discos de papel filtro foram colocados na base e no topo da amostra para que possível parcela da mistura não ficasse aderida ao molde no momento da compactação.

Após este período, a amostra foi retirada do molde e levada para a estufa a uma temperatura de 60 °C durante um período de 24 horas (recomendada pelo fabricante da resina), para completar o processo de consolidação e ganho de rigidez, obtendo-se aspecto homogêneo e consolidado (Figura 29(e)).

Figura 29 - Preparação das amostras: (a) componentes do molde cilíndrico metálico; (b) mistura homogênea após peneiramento; (c) prensa de compactação; (d) mistura no molde e; (e) amostras após compactação e tratamento térmico em estufa.

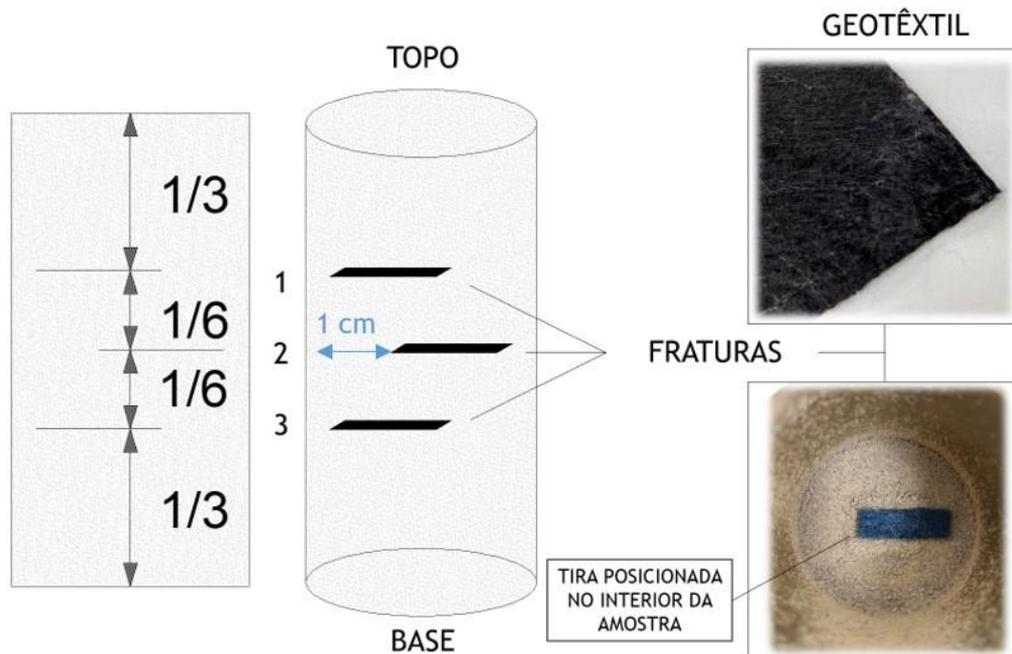


Fonte: O Autor (2024).

3.2.2 Processo de fabricação de amostras com fraturas

A produção das amostras com fraturas segue os processos descritos anteriormente para rochas homogêneas, mas com algumas adaptações. As fraturas foram representadas por tiras de geotêxtil não-tecido de dimensões 20,0 x 5,0 x 0,7 mm (COMPRIMENTO X LARGURA X ESPESSURA), posicionadas a 1/3, 1/2 e 2/3 de altura em relação à base das amostras, como mostra a Figura 30. Para este trabalho, as fraturas foram posicionadas perpendicularmente à direção de injeção do fluido empregado, a fim de verificar a influência de desvio do escoamento da solução ácida provocado pelas discontinuidades.

Figura 30 - Esquema geral da inserção das tiras de geotêxtil para representação de fraturas nas amostras sintéticas.



Fonte: O Autor (2024).

Para inserção do geotêxtil na amostra, inicialmente colocou-se dentro do molde $1/3$ da quantidade da mistura de pó de calcário e resina epóxi e em seguida uma tira de geotêxtil; posteriormente, $1/6$ do material foi acomodado no molde e mais uma tira de geotêxtil foi inserida; completou-se a moldagem com a acomodação de $1/6$ da mistura, a última tira de geotêxtil (a $2/3$ da base) e os $1/3$ de mistura remanescente. Destaca-se ainda que a tira de geotêxtil na posição do meio da amostra foi deslocada 1 cm na direção horizontal em relação às tiras superior e inferior (ver Figura 30), e que ambas estão centralizadas no interior da rocha.

Em seguida, o processo de consolidação e desmolde segue as etapas descritas para a preparação das amostras homogêneas, sendo submetidas também ao tratamento térmico em estufa a uma temperatura de $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 24 horas para completar seu processo de consolidação e ganho de rigidez.

Na literatura, para representação de fraturas em meios sintéticos, os materiais empregados são inseridos no meio e posteriormente removidos/dissolvidos (TILLOTSON *et al.*, 2012; WANG *et al.*, 2015; SILVA *et al.*, 2019; MOHAMMED E SCHMITT, 2020), deixando os espaços vazios representativos dessas discontinuidades, neste trabalho, ao contrário do que se vê na literatura, as fitas de geotêxtil permanecerão na estrutura da rocha, e assim, seu desempenho será avaliado, uma vez que o material possui propriedades filtrantes/drenantes, permitindo o escoamento de fluidos na direção longitudinal e transversal

ao plano, o que representam, respectivamente, a transmissividade e permissividade do material, relacionando seu coeficiente de condutividade hidráulica normalizados pela sua espessura (DING *et al.*, 2021).

Assim, o material pode atuar como barreiras (desviando o escoamento) ou como caminhos preferenciais no meio poroso sintético, representando a porosidade secundária de reservatórios de petróleo, influenciando nos padrões de dissolução e formação de *wormholes* das rochas acidificadas.

3.3 CARACTERIZAÇÃO PETROFÍSICA E PETROGRÁFICA DAS ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS

Os ensaios para caracterização petrofísica e petrográfica da rocha carbonática sintética desenvolvida consistiram em testes de permeabilidade a gás nitrogênio, porosimetria a gás hélio e análises em fotomicrografias utilizando microscopia eletrônica.

3.3.1 Permeabilidade a gás nitrogênio

A Permeabilidade a gás nitrogênio (N₂) foi mensurada em rochas moldadas utilizando o permeâmetro de fluxo contínuo (DCI Test Systems®) do Departamento de Energia Nuclear da Universidade Federal de Pernambuco, a uma pressão confinante de 300 PSI (2,07 MPa) e poropressão de gás N₂ de 50 PSI. As medições foram realizadas, e os coeficientes de permeabilidade absoluta “k” foram calculados de acordo com a Lei de Darcy (Equação 6), aplicando as correções de Klinkenberg (Klinkenberg, 1941):

$$k_{gás} = 2000 \frac{L}{A} \mu Q \frac{\bar{p}}{(p_1^2 + p_2^2)} \quad (6)$$

Em que:

$k_{gás}$ = Coeficiente de permeabilidade a gás (mD);

L = Comprimento da amostra (m);

A = Área da seção transversal da amostra (m²);

μ = Viscosidade do gás (cP);

Q = Vazão (m³/s);

p = Pressão média (Pa);

p_1 = Pressão de entrada (Pa);

p_2 = Pressão de saída (Pa).

Este procedimento foi adotado para a determinação da permeabilidade absoluta a gás nitrogênio de todas as amostras deste trabalho em que foi necessário o cálculo deste parâmetro.

3.3.2 Porosimetria a gás hélio

O volume de poros foi determinado baseado na Lei de Boyle, utilizando um porosímetro a gás hélio (He) (Core Laboratories®), modelo ULTRA-PORE 300 do Laboratório de Geomecânica, - LITPEG da Universidade Federal de Pernambuco), cujos valores de porosidade (Φ) foram determinados em percentual (%) (Equação 1) para as amostras produzidas, aplicando-se uma poropressão de gás hélio de 150 PSI (1,03 MPa)

Este procedimento foi adotado para a determinação da porosidade a gás hélio de todas as amostras deste trabalho em que foi necessário o cálculo deste parâmetro.

3.3.3 Análise Petrográfica

O estudo petrográfico foi realizado no laboratório de Geologia Sedimentar e Ambiental (LAGESE), localizado no departamento de Geologia da Universidade Federal de Pernambuco, e consistiu inicialmente na confecção de uma lâmina delgada retirada a partir da porção central de uma rocha sintética fabricada. Em seguida, analisou-se a lâmina através do microscópio petrográfico com luz polarizada e câmera integrada (ZEISS®, model Axioscope 5), gerando-se, posteriormente, imagens para representação da estrutura e descrição em termos de aspectos de mineralogia, textura e porosidade.

3.4 CARACTERIZAÇÃO GEOMECÂNICA DAS ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS

As rochas sintéticas foram ensaiadas para a determinação de suas propriedades geomecânicas através dos protocolos estabelecidos pelos ensaios de resistência à compressão simples, denominado, neste trabalho, pela sigla UCS (do inglês, *Unconfined Compressive Strength*), ensaio de resistência à compressão diametral (ensaio brasileiro) e ensaio de

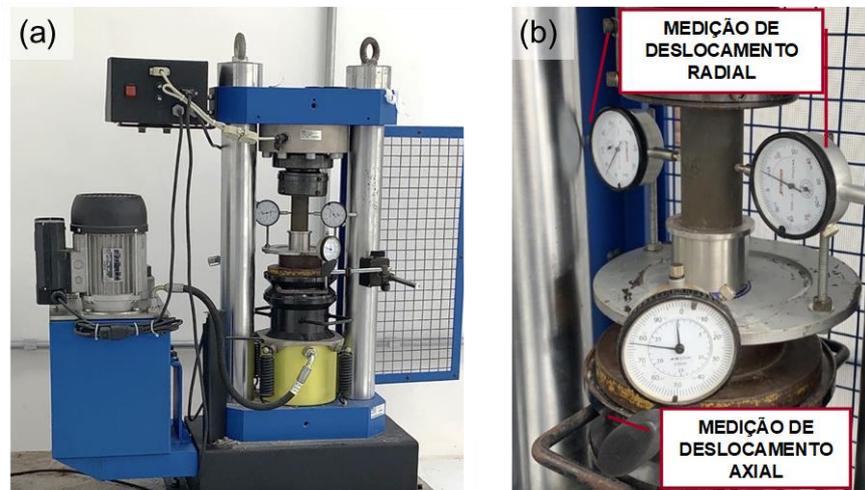
resistência à compressão triaxial. O ensaio de UCS também foi utilizado para definição da dosagem das proporções dos materiais para a fabricação das rochas carbonáticas sintéticas.

3.4.1 Ensaio de resistência à compressão simples (UCS)

O ensaio de resistência à compressão simples (UCS), que consiste na aplicação de um carregamento uniaxial de compressão na direção longitudinal das amostras até a sua ruptura, seguiu os procedimentos descritos pela norma ASTM D2938-95 (2002) e utilizou uma prensa hidráulica de compressão de capacidade de 1000 kN (Figura 31(a)) até levar as amostras à ruptura.

Durante o ensaio, registrou-se as medidas de deslocamentos axial e radial através da instalação de extensômetros (verificar detalhe na Figura 31(b)), determinando as deformações axial e radial da rocha sintética. Além de poder avaliar o comportamento tensão *versus* deformação axial apresentada pelas amostras durante o ensaio.

Figura 31 - Prensa para ensaio de resistência à compressão simples: (a) prensa de compressão simples de capacidade de 1000 kN e; (b) instrumentação com extensômetros para determinação dos deslocamentos radial e axial.



Fonte: O Autor (2024).

Com os dados carregamento máximo aplicado, e da área da seção transversal da amostra, foi possível determinar sua resistência à compressão simples máxima (UCS), através da Equação 7:

$$UCS = \frac{F}{A} \quad (7)$$

Em que:

UCS (MPa) = Resistência à compressão simples;

F (kN) = Força máxima aplicada;

A (cm²) = Área da seção transversal.

Correlacionando as dimensões da amostra com os dados de sua deformação axial e radial, determinou-se o Coeficiente de Poisson (ν) da rocha, através da Equação 8:

$$\nu = -\frac{\Delta e / e_0}{\Delta l / l_0} \quad (8)$$

Em que:

ν = Coeficiente de Poisson;

Δe (mm) = Variação de dimensão transversal (deslocamento radial total);

e_0 (mm) = Dimensão transversal inicial (diâmetro inicial);

Δl (mm) = Variação de deslocamento longitudinal (deslocamento longitudinal total);

l_0 (mm) = Dimensão longitudinal inicial (altura inicial).

A partir das curvas do comportamento tensão *versus* deformação, foi possível determinar o Módulo de Elasticidade médio (E), correspondente ao trecho elástico da curva (dado pela inclinação média da porção linear da curva tensão-deformação), de acordo com a Equação 9:

$$E_m = \frac{\sigma_{axial}}{\varepsilon} \quad (9)$$

Em que:

E_m (Pa) = Módulo de Elasticidade médio;

σ_{axial} (Pa) = Tensão axial aplicada;

ε_a = Deformação axial sofrida pela amostra.

3.4.2 Ensaio de resistência à compressão diametral (ensaio brasileiro)

O ensaio de compressão diametral, conhecido como ensaio brasileiro, é realizado em rochas para a determinação de sua resistência à tração de forma indireta, que consiste em aplicar um carregamento diametral uniaxial, comprimindo-a até sua ruptura.

O mesmo foi realizado segundo a ASTM D3967 (2016) para amostras cilíndricas de dimensões 8 x 4 cm e ensaiadas em um prensa hidráulica de compressão de capacidade de 1000 kN (Figura 31(a)), aplicando-se, na posição horizontal da amostra, um carregamento P , transmitido para a amostra através de uma haste de madeira posto ao longo do comprimento L deste (Figura 32), numa área de largura equivalente ao produto entre o comprimento de sua seção transversal e longitudinal até serem rompidas, gerando tensões de tração induzidas. Um extensômetro foi utilizado para a realização das leituras de deslocamento radial ao longo do ensaio, até a ruptura, formando-se uma fissura vertical na porção intermediária das rochas.

Figura 32 - Ensaio de compressão diametral.



Fonte: O Autor (2024).

A resistência à compressão diametral é obtida através da Equação 10:

$$\sigma_t = \frac{2 \cdot P}{\pi \cdot D \cdot L} \quad (10)$$

em que:

σ_t (MPa) = Resistência à compressão diametral;

P (kN) = Carregamento aplicado;

D (cm) = diâmetro da amostra;

L (cm) = comprimento da amostra.

Após a realização do ensaio, construiu-se as curvas tensão-deformação das amostras, registrando-se a máxima resistência à tração das rochas carbonáticas sintéticas produzidas.

3.4.3 Ensaio de resistência à compressão triaxial

O ensaio de resistência à compressão triaxial foi realizado seguindo os procedimentos descritos pela norma ASTM D2664 (2004), utilizando a prensa de compressão triaxial RTR-1000 (GCTS Testing Systems®), com capacidade de 70 MPa (Figura 33). O procedimento consistiu em aplicar uma pressão hidrostática na amostra ($\sigma_1 = \sigma_3$) e, logo em seguida, uma tensão desviadora S_d até a ruptura da amostra, determinando o comportamento tensão-deformação e parâmetros de resistência das rochas.

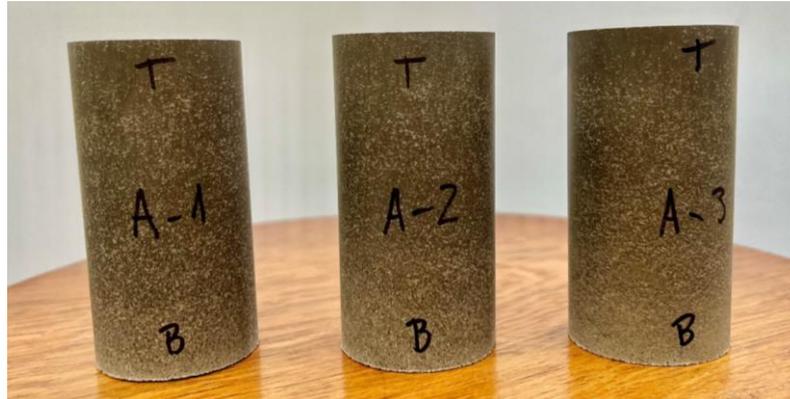
Figura 33 - Equipamento de compressão triaxial para rochas.



Fonte: O Autor (2024).

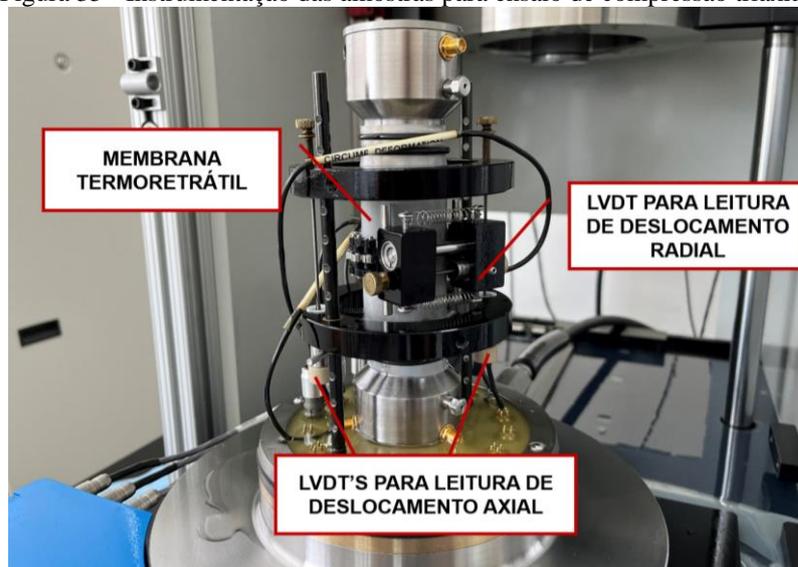
Para isso, três exemplares de rochas carbonáticas sintéticas de dimensões 8 x 4 cm foram preparadas e nomeadas A-1, A-2 e A-3 (Figura 34). Ao iniciar o ensaio essas amostras foram colocadas nos *caps* inferior e superior e envolvidas por uma membrana termo-retrátil. Os deslocamentos vertical e radial foram realizados por LVDT's, registrados automaticamente durante todo o ensaio (Figura 35).

Figura 34 - Amostras preparadas para ensaio de compressão triaxial (A-1, A-2 e A-3).



Fonte: O Autor (2024).

Figura 35 - Instrumentação das amostras para ensaio de compressão triaxial.



Fonte: O Autor (2024).

Após preparação da amostra na célula com toda a instrumentação, a camisa foi fechada e preenchida por óleo, responsável pela aplicação da pressão de confinamento (σ_3). Na primeira etapa do ensaio, foi aplicada uma pressão hidrostática ($\sigma_1 = \sigma_3$) na amostra, onde (σ_3) permaneceu constante durante todo o ensaio. Os valores adotados para pressão hidrostática nos ensaios foram de 2,2 MPa, 5,0 MPa e 10 MPa, respectivos às amostras A-3, A-2 e A-1.

Na segunda etapa do ensaio, a tensão vertical (σ_1) aumentou a uma taxa de deformação constante de 0,005% até a ruptura da amostra e (σ_3) permaneceu constante, correspondente a aplicação da tensão desviadora S_d (Equação 11):

$$S_d = \sigma_1 - \sigma_3 \quad (11)$$

em que:

S_d (Pa) = Tensão desviadora;

σ_1 = Tensão principal maior;

σ_3 = Tensão principal menor.

Também foi possível determinar a envoltória de resistência segundo o critério de Mohr-coulomb, obtida a partir da reta tangente aos três semi-círculos de Mohr construídos nos pares de pontos (tensão normal e tensão de cisalhamento) em que a rocha apresenta ruptura para cada uma das tensões de confinamento aplicada, cujo plano forma um ângulo α ($45^\circ + \frac{\phi}{2}$) com o plano principal maior.

Assim, obtém-se a equação da envoltória, podendo-se determinar os parâmetros de resistência de coesão (c) e ângulo de atrito (ϕ) (Equação 12) para estas condições:

$$\tau = \tan\phi \cdot \sigma + c \quad (12)$$

em que:

τ (Pa) = tensão de cisalhamento;

ϕ ($^\circ$) = ângulo de atrito;

σ (Pa) = tensão normal;

c (Pa) = coesão.

3.5 DEFINIÇÃO DA DOSAGEM E PRODUÇÃO DA ROCHA CARBONÁTICA SINTÉTICA

O processo de síntese da rocha carbonática partiu-se de uma proporção de 85% de pó calcário e 15% de resina epóxi, com um peso específico aparente de 19 kN/m³, relacionando o peso do material necessário para ocupar o volume do molde, de modo a atingir as dimensões especificadas; entretanto, percebeu-se que, para a energia de compactação empregada, as amostras apresentavam altura inferior a 8 cm e irregularidades em sua superfície, sendo necessário adicionar maior quantidade de material para que estas atingissem as especificações de referência adotadas neste trabalho.

Nesta fase, confeccionou-se amostras em que foram realizados ajustes na sua dosagem (adicionando-se mais material para um volume fixo), com incrementos de 1 kN/m³ no peso específico aparente a partir do valor inicial adotado de 19 kN/m³: partindo-se de três exemplares entre 19,10 e 20,00 kN/m³ (A01; A02 e A03); três exemplares entre 20,10 e 21,00 kN/m³ (A04, A05 e A06); cinco exemplares entre 21,10 e 22,00 kN/m³ (A07, A08, A09, A10 e A11) e; três exemplares finais entre 22,10 e 23,00 kN/m³ (A12, A13 e A14), até atingir valores superiores

a 22,10 kN/m³, quando, então, as amostras atenderam aos critérios adotados, apresentando-se uniforme à energia de compactação empregada de 20 MPa, com altura e diâmetro fixos iguais ao do molde metálico utilizado para sua compactação, ausente de irregularidades e vazios ao longo de sua superfície, totalizando, nesta fase, a produção de 14 amostras.

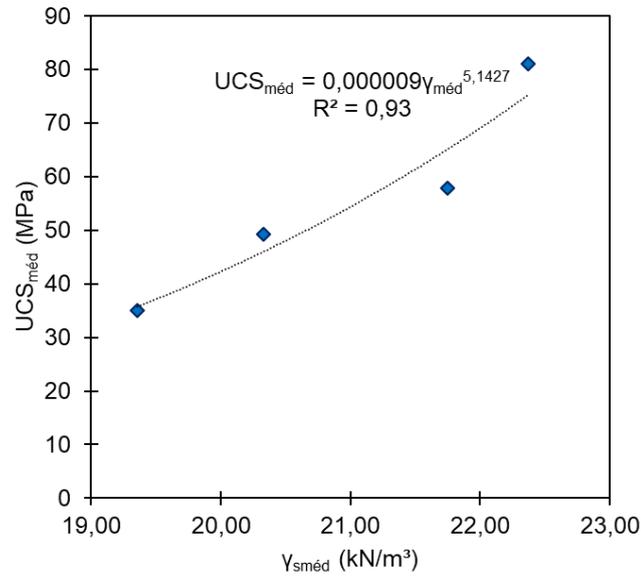
A Tabela 3 apresenta os valores de UCS das 14 amostras ensaiadas inicialmente, organizados em faixas de incrementos de valores de peso específico aparente testados com os valores médios observados, e a Figura 36 relaciona os valores médios de UCS e peso específico aparente médio para as quatro faixas de $\gamma_{sméd}$ destacados. Observa-se que há o aumento de UCS à medida em que são adicionadas maiores quantidades de material para a fabricação da rocha mantendo-se o mesmo volume considerado. Tal comportamento indica que há o preenchimento de vazios da estrutura, tornando o material mais compacto e denso, alcançando, assim, uma maior resistência mecânica, sendo capaz de suportar maiores solicitações mecânicas sem sofrer ruptura. As variações de peso específico aparente das amostras se dão pelo fato de, durante o preparo, devido à rápida ação cimentante do epóxi, uma pequena parcela da mistura preparada fica retida nos instrumentos de preparação; logo, percebe-se uma pequena variação entre os valores adicionados e medidos.

Tabela 3 - Variação de Peso específico aparente e UCS em função do quantitativo de materiais adicionados para amostras com 85% de pó calcário e 15% de resina epóxi.

AMOSTRA	γ_s (kN/m ³)	UCS (MPa)	Intervalo γ_s	$\gamma_{sméd}$ (kN/m ³)	UCS _{méd} (MPa)
A01	19,10	26,94			
A02	19,70	34,04	19,10 – 20,00	19,35	34,97
A03	19,80	43,93			
A04	20,10	45,59			
A05	20,10	43,37	20,10 – 21,00	20,33	49,19
A06	20,80	58,60			
A07	21,60	60,30			
A08	21,70	54,19			
A09	21,80	53,73	21,10 – 22,00	21,75	57,84
A10	21,80	45,68			
A11	21,90	75,30			
A12	22,30	85,96			
A13	22,40	87,01	22,10 – 23,00	22,37	80,98
A14	22,40	70,00			

Fonte: O Autor (2024).

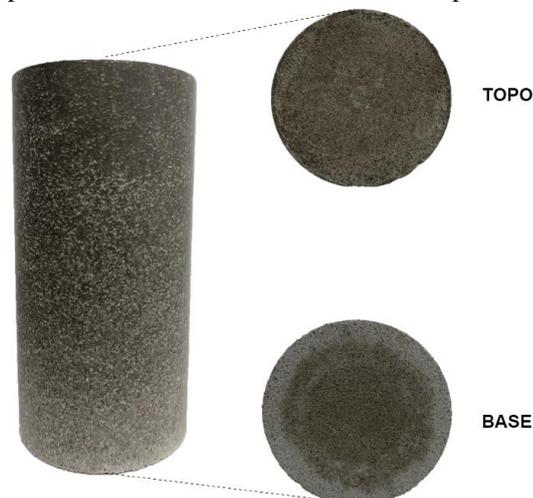
Figura 36 - Relação UCS médio e peso específico aparente médio das amostras produzidas para definição da rocha carbonática sintética.



Fonte: O Autor (2024).

Diante dos resultados descritos anteriormente, definiu-se inicialmente, como meio poroso sintético desta pesquisa, uma rocha carbonática sintética com as seguintes características: peso específico aparente de 23 kN/m³, com proporções em porcentagem de 85% de pó calcário:15% de resina epóxi e em massa iguais a 196,54 g de pó análogo e 34,68 g de mistura de resina epoxídica com uma proporção de 2:1 (sendo 23,12 g de resina propriamente dita e 11,56 g de endurecedor), sendo estas quantidades suficientes para que pudessem ser moldados, com a energia de compactação pré-estabelecida, exemplares de rochas sintéticas com as dimensões do molde utilizado, sem que houvesse irregularidades e vazios aparentes em suas faces. A Figura 37 apresenta a rocha sintética produzida, com destaque de seu topo e sua base.

Figura 37 - Aspecto final da rocha carbonática sintética produzida (85%:15%).



Fonte: O Autor (2024).

O processo de consolidação por compactação das amostras sintéticas adotado nesta pesquisa, combinando-se ao processo de molde, desmolde, energia de compactação e os materiais adotados fornece amostras uniformes, desejáveis quando se produz rochas sintéticas. A combinação das propriedades aglomerantes da resina epoxídica contribui para representar a cimentação das partículas sólidas observada em rochas carbonáticas.

Além disso, o uso de um pó calcário como matriz sólida de uma rocha sintética permite que seu comportamento, frente aos processos químicos a serem observados, aproximem-se do que se é esperado em processos dissolutivos em reservatórios.

Para a verificação das propriedades geomecânicas, foram realizados ensaios de compressão simples (UCS) em oito amostras de rochas carbonáticas sintéticas, nomeadas de AM-01 a AM-08. A Tabela 4 apresenta os resultados obtidos no ensaio de compressão simples como os valores de UCS e dos parâmetros elásticos: Módulo de Elasticidade médio (E_m) e Coeficiente de Poisson ν .

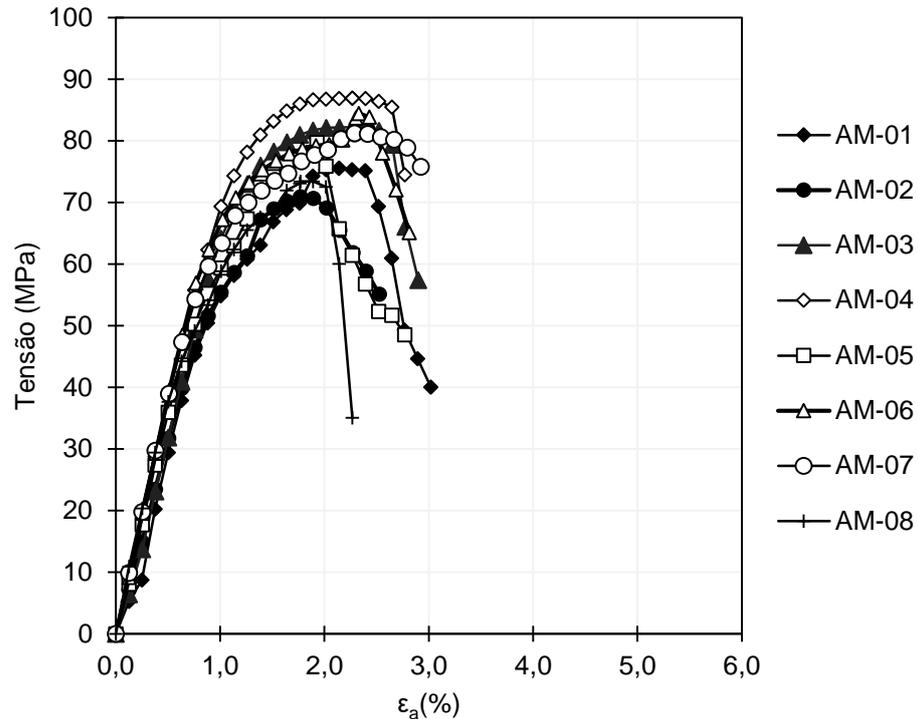
Os gráficos da Figura 38 apresentam as curvas tensão-deformação axial específica das amostras.

Tabela 4 - UCS, E e ν das amostras sintéticas preparadas na proporção 85%:15%.

Amostra	γ_s (kN/m ³)	UCS (MPa)	E_m (GPa)	ν
AM-01	22,39	75,56	6,62	0,32
AM-02	22,41	71,00	6,66	0,28
AM-03	22,34	82,41	7,19	0,34
AM-04	22,56	86,92	7,84	0,29
AM-05	22,52	79,75	7,24	0,34
AM-06	22,63	84,46	7,79	0,35
AM-07	22,79	81,25	7,54	0,42
AM-08	22,48	73,40	7,34	0,37
		UCS_{méd} = 80,20	E_{méd} = 7,28	$\nu_{méd}$ = 0,34

Fonte: O Autor (2024).

Figura 38 - Curvas tensão-deformação de rochas carbonáticas sintéticas preparadas na proporção 85%:15%.



Fonte: O Autor (2024).

Observa-se na Tabela 4, valores de UCS variando entre 71,00 MPa (AM-02) e 86,92 MPa (AM-04), com valor médio igual a 80,20 MPa. De acordo com os valores apresentados, a rocha inicialmente desenvolvida pode ser classificada, de acordo com o ISRM (1981), como uma rocha dura, por apresentarem valores de resistência à compressão simples entre 50 e 100 MPa.

Quanto às curvas tensão-deformação axial específica (Figura 38), observa-se um comportamento predominantemente frágil, apresentando inicialmente o trecho elástico linear bem definido, seguido pelo trecho da curva pós pico com queda brusca de resistência (VALLEJO, 2002). No entanto, as amostras AM-03 e AM-04 apresentaram pequeno patamar de escoamento plástico antes da ruptura, podendo esse comportamento ser justificado pela operação da prensa de compressão, cujos ajustes de incremento de carregamento foram necessários para que as amostras sofressem ruptura, devido aos valores de UCS atingidos, influenciando na deformação destas.

Além disso, observa-se na Figura 38 que o trecho elástico das curvas tem inclinação semelhantes em todos os ensaios realizados, refletindo em uma variação pequena nos valores de Módulo de Elasticidade, que representam a rigidez do material, variando-se entre 6,62 GPa (AM-01) a 7,84 GPa (AM-04), com valor médio de 7,28 GPa. Em relação ao coeficiente de

Poisson (ν), este apresenta valor médio de 0,34, o qual encontra-se dentro do intervalo reportado por Kurtulus *et al.* (2016) ao caracterizar rochas calcárias naturais (entre 0,29 e 0,38).

Ao mesmo tempo que na pesquisa desejava-se a reprodução de uma rocha carbonática sintética com resistência relativamente elevada, equivalente as rochas carbonáticas naturais, as propriedades petrofísicas também deveriam atender às necessidades da pesquisa, cuja aplicação final era a utilização em ensaios de acidificação de matriz, o que requer um meio poroso com porosidade e permeabilidade adequadas para permitir a percolação do fluido internamente. Para isso, foram realizados ensaios de porosimetria a gás hélio e permeabilidade a gás nitrogênio em duas amostras fabricadas com as proporções de materiais citados, para a quantificação destas propriedades.

Quanto à porosidade a gás hélio, as amostras apresentaram valores de $\Phi = 1,27\%$ e $1,31\%$, configurando baixa porosidade, inferiores a 5% (ARCHIE, 1952; AHR, 2008) e quanto a permeabilidade, não foi possível quantificá-la, podendo ser justificado pelo reduzido volume de poros totais/interconectados, não sendo possível fazer as medições através do permeâmetro disponível no laboratório. Uma razão para valores baixos de porosidade está na quantidade de resina epóxi utilizada para a fabricação das amostras sintéticas, que pode ter sido alta para a quantidade e granulometria de material seco (pó calcário) utilizado na preparação, havendo um excesso de material cimentante na matriz, causando a colmatção de parte dos poros da amostra, comprometendo, conseqüentemente, sua permeabilidade.

Entretanto, como o foco deste trabalho compreende os processos de dissolução, foi feito um ajuste na proporção dos materiais utilizados para a fabricação das rochas carbonáticas sintéticas, em que visou a redução de material cimentante e aumento de material seco. Assim, foram preparadas duas amostras com proporções de 90% de pó calcário e 10% de resina epóxi, visando o aumento da porosidade e assim, uma melhor visualização dos processos de dissolução química durante os ensaios de acidificação.

Com isso, o valor de porosidade encontrado para as amostras contendo esta proporção foram de $\Phi = 12,89\%$ e $12,96\%$, o que se aproxima dos valores médios de porosidade obtidos para rochas carbonáticas analisadas por Miranda *et al.* (2018), na faixa de 12%. Quanto à permeabilidade, foi possível sua quantificação, apresentando valores de k iguais à 6,52 mD e 6,59 mD. Para ambas as proporções observadas, os valores de porosidade foram inferiores aos observados para amostras sintéticas produzidas por Melo (2012) (38 – 42%), El Hussein e Vanorio (2015) (14,3 – 29,60%), Oliveira (2016) (42 – 43%), Shakiba *et al.* (2020) (28 - 30,50%) e Galindo *et al.* (2021) (35 – 37%), sendo essa diferença atribuída aos materiais e metodologia adotados durante o processo de fabricação da rocha.

Diante dos resultados apresentados, decidiu-se reformular a dosagem de materiais das rochas sintéticas, sendo utilizada, para as próximas etapas da pesquisa, a proporção contendo 90% de pó de calcário (194,60 g) e 10% de resina epóxi (14,40 g de resina e 7,20 g de curador), totalizando uma massa de 216,20 g e peso específico aparente médio de 21,50 kN/m³. Os tópicos a seguir apresentam a caracterização geomecânica, petrográfica e petrofísica das rochas carbonáticas sintéticas seguindo esta nova formulação.

3.6 CARACTERIZAÇÃO GEOMECÂNICA

São apresentados os resultados e análises obtidas através dos ensaios mecânicos de caracterização da rocha carbonática sintética preparada com proporções de 90% de pó calcário e 10% de resina epóxi.

3.6.1 Resistência à compressão simples (UCS)

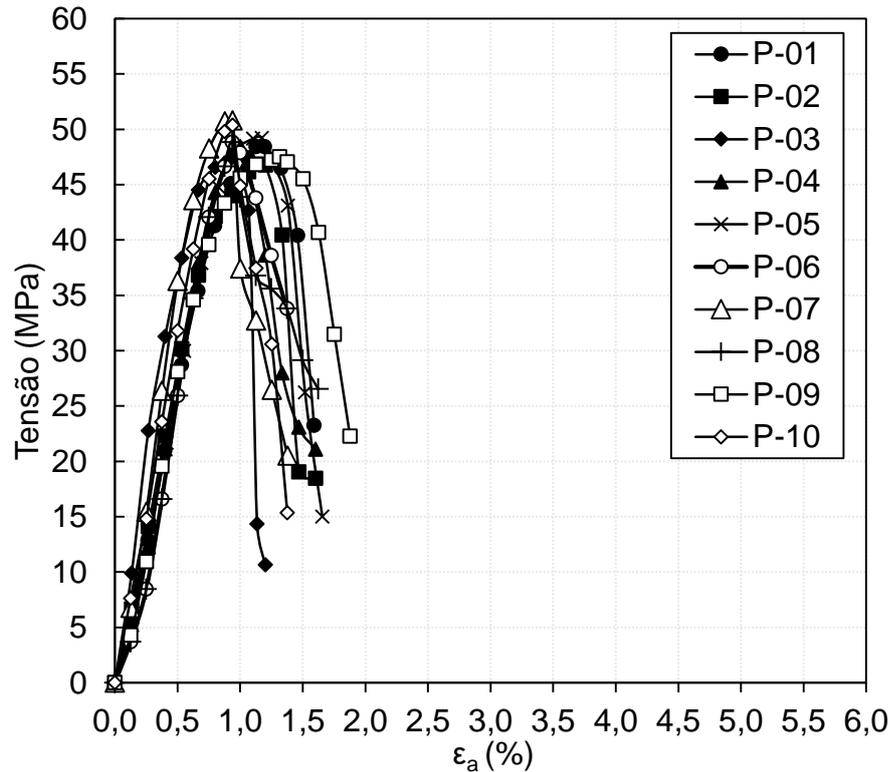
A Tabela 5 apresenta os resultados obtidos através dos ensaios de resistência à compressão simples, relacionando os valores de UCS, Módulo de Elasticidade médio E_m e Coeficiente de Poisson para dez amostras produzidas na proporção 90% de pó calcário e 10% de resina epóxi, nomeadas de P-01 a P-10. A Figura 39 apresenta as curvas tensão-deformação axial dos ensaios de compressão simples.

Tabela 5 - UCS, E e ν das amostras de rochas sintéticas preparadas na proporção 90%:10%.

AMOSTRA	UCS (MPa)	E_m (GPa)	ν
P-01	48,44	5,97	0,20
P-02	46,83	6,01	0,26
P-03	47,43	7,99	0,30
P-04	48,43	6,41	0,45
P-05	49,22	6,00	0,25
P-06	48,83	7,27	0,41
P-07	50,80	7,86	0,25
P-08	48,83	7,02	0,41
P-09	47,51	6,85	0,49
P-10	50,35	6,44	0,30
média	48,67	6,78	0,33

Fonte: O Autor (2024).

Figura 39 - Curvas tensão-deformação de rochas carbonáticas sintéticas preparadas na proporção 90%:10%.



Fonte: O Autor (2024).

Observa-se valores de UCS próximos entre si, com variação entre 46,83 MPa (P-02) a 50,80 MPa (P-07), com valor médio de 48,67 MPa; segundo a classificação apresentada por ISRM (1981), estas rochas podem ser classificadas como moderadamente duras (25 – 50 MPa) a duras (50 – 100 MPa).

Para o Módulo de Elasticidade Médio, estes variaram entre 5,97 GPa (P-01) a 7,99 GPa (P-03), com valor médio de 6,78 GPa; em relação ao coeficiente de Poisson (ν), este apresenta valor médio de 0,33, o qual encontra-se dentro do intervalo reportado por Kurtulus *et al.* (2016) ao caracterizar rochas calcárias (entre 0,29 e 0,38).

Como observado na Figura 39, as curvas tensão-deformação apresentam um comportamento frágil para todas as amostras, caracterizado pelo trecho elástico bem definido, e queda brusca de resistência durante seu comportamento pós-pico após atingirem seu valor máximo (VALLEJO, 2002).

Comparando o comportamento das curvas entre si, observa-se a sobreposição dos trechos elásticos das curvas, descrevendo uma repetibilidade das rochas carbonáticas sintéticas produzidas quanto ao seu comportamento tensão-deformação. A Figura 40 apresenta a amostra P-02 após o ensaio de UCS, apresentando plano de ruptura diagonal definido na sua porção central, observando o mesmo comportamento para as amostras fabricadas.

Figura 40 - Amostra P-02 após ensaio de UCS com plano de ruptura diagonal em sua porção central.



Fonte: O Autor (2024).

Comparando os parâmetros geomecânicos obtidos através do ensaio de compressão simples das amostras 85%:15% e 90%:10%, observa-se uma redução de UCS ao diminuir a proporção de resina epóxi no sistema, além de redução na sua rigidez ao serem comparados os valores de Módulo de Elasticidade médio; isso se deve a uma menor quantidade de material aglomerante na preparação, deixando as amostras mais porosas, e conseqüentemente, menos rígidas. Quanto ao Coeficiente de Poisson, este praticamente não sofreu alterações se forem comparados os valores médios obtidos. Apesar desta diminuição dos valores de UCS, as rochas sintéticas desenvolvidas nesta pesquisa são fabricadas para serem resistentes e ao mesmo tempo porosas, tendo em vista uma melhor representação de rochas carbonáticas para alcançar os objetivos do trabalho.

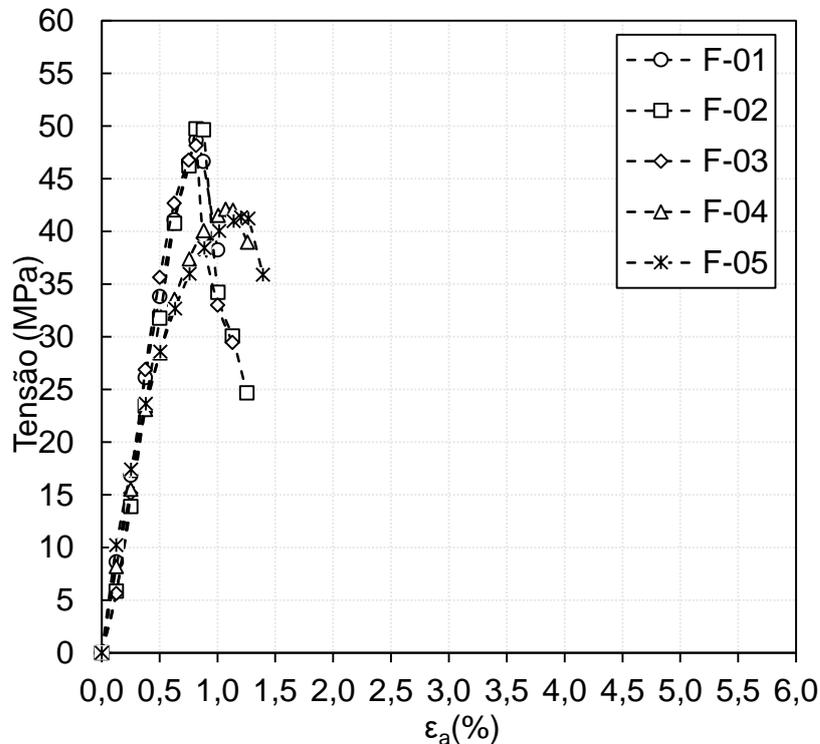
Para a verificação da influência das fraturas (três tiras de geotêxtil) nas propriedades geomecânicas da rocha sintética foram fabricadas cinco amostras (intitulados F-01 a F-05) para realizar os ensaios de compressão simples. A Tabela 6 relaciona os valores de UCS, E e ν das amostras; a Figura 41 apresenta as curvas tensão-deformação axial das rochas carbonáticas sintéticas com fraturas.

Tabela 6 - UCS, E e ν das amostras preparadas na proporção 90%:10% com fraturas.

AMOSTRA	UCS (MPa)	E (GPa)	ν
F-01	48,70	6,47	0,39
F-02	49,70	6,96	0,34
F-03	48,17	7,98	0,50
F-04	42,08	6,11	0,46
F-05	41,32	6,86	0,39
média	46,00	6,88	0,42

Fonte: O Autor (2024).

Figura 41 - Curvas tensão-deformação de rochas carbonáticas sintéticas preparadas na proporção 90%:10% com fraturas.



Fonte: O Autor (2024).

Não se observa de forma clara a influência das fraturas nos parâmetros geomecânicos obtidos através do ensaio de compressão simples; os valores de UCS são próximos variando de 41,32 MPa a 49,70 MPa com uma variação pouco maior que a observada pelas amostras homogêneas, assim como a rigidez destas se forem analisados os resultados de E_m ; a maior diferença se deu para o coeficiente de Poisson (0,42 em relação a 0,33 para amostras homogêneas).

Ainda assim mais amostras seriam necessárias para corroborar esta diferença. Ocorre também a sobreposição do trecho elástico das curvas tensão-deformação, indicando comportamento frágil com queda brusca de resistência após atingirem o pico definido (VALLEJO, 2002), o mesmo se observou para amostras homogêneas.

A presença das tiras de goetêxtil não interferem de forma significativa na resistência mecânica da rocha produzida devido a sua espessura, quantidade e tamanho que elas se apresentam, assim como o posicionamento as quais foram inseridas no momento da fabricação das amostras.

3.6.2 Resistência à compressão diametral

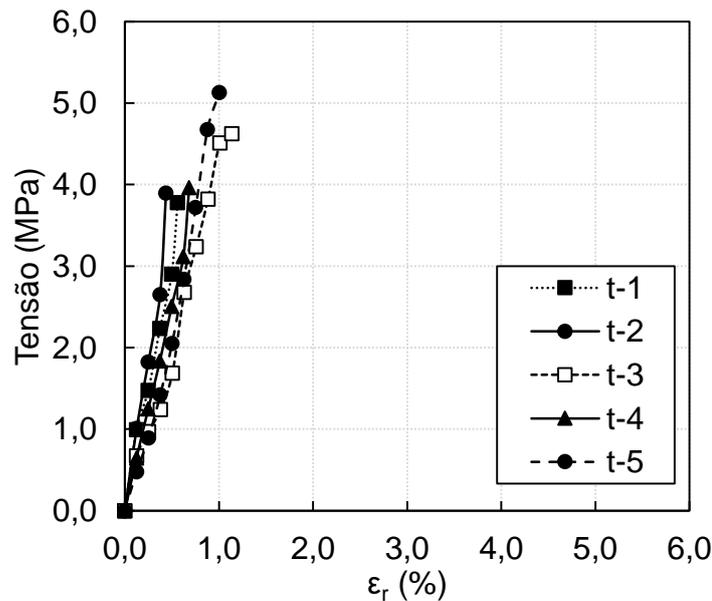
A Tabela 7 apresenta os valores de resistência à tração (σ_t) e a deformação radial máxima para os ensaios realizados em cinco rochas carbonáticas sintéticas homogêneas. A Figura 42 apresenta as curvas tensão-deformação radial das amostras ensaiadas.

Tabela 7 - σ_t e deformação radial das amostras.

AMOSTRA	σ_t (MPa)	$\epsilon_{r\text{máx}}$ (%)
t-1	3,78	0,56
t-2	3,89	0,44
t-3	4,62	1,14
t-4	3,96	0,68
t-5	5,13	1,00

Fonte: O Autor (2024).

Figura 42 - Curvas tensão-deformação radial das amostras durante o ensaio de compressão diametral.



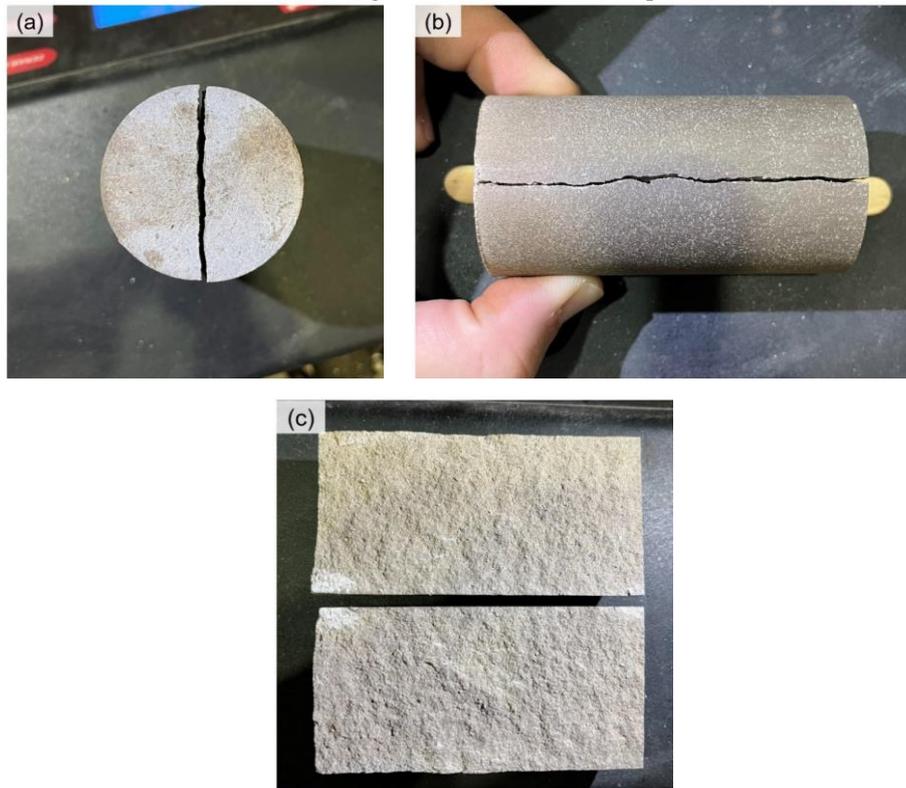
Fonte: O Autor (2024).

As amostras apresentaram σ_t que variaram entre 3,78 MPa (t-1) e 5,13 MPa (t-5), com valor médio de 4,28 MPa, cerca de 10% dos valores observados para seu UCS, estando o valor médio próximo ao valor mínimo e o valor máximo dentro do intervalo indicado por Aadnoy e Looyeh (2014) para a resistência à tração em rochas calcárias, que variam entre 5 e 25 MPa.

Analisando o comportamento das curvas tensão-deformação radial, observa-se uma deformação variando entre 0,44% (t-2) e 1,14 % (t-4), com valor médio de $\epsilon_r = 0,76\%$; para todas as rochas ensaiadas, ambas apresentaram ruptura brusca após atingir sua resistência máxima, não apontando comportamento pós-pico.

A Figura 43 apresenta o padrão de ruptura observado para a amostra t-5, após o ensaio, indicando o comportamento típico observado para este tipo de ensaio, com uma fissura vertical longitudinal ao seu comprimento L, na porção intermediária da rocha (Figura 43(a) e Figura 43(b)), partindo a amostra em duas partes aproximadamente iguais (Figura 43(c)).

Figura 43 - Ruptura de amostra após ensaio de compressão diametral: (a) vista superior da fissura longitudinal; (b) fissura longitudinal e; (c) amostra bipartida.



Fonte: O Autor (2024).

3.6.3 Resistência à compressão triaxial

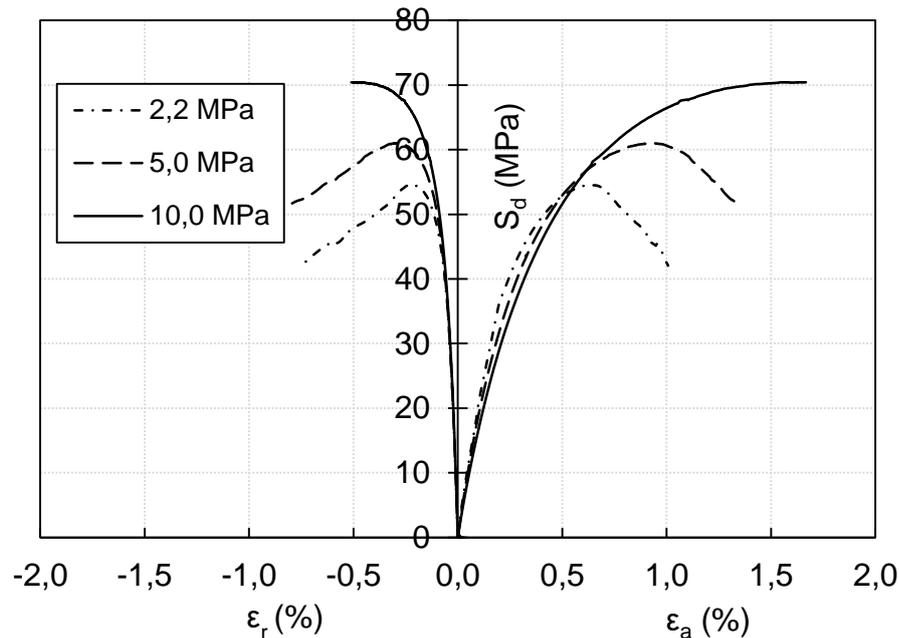
A Tabela 8 apresenta o resumo dos dados obtidos das tensões e dos parâmetros geomecânicos (Módulo Secante e Coeficiente de Poisson) obtidos através dos ensaios de compressão triaxial. A Figura 44 mostra as curvas tensão-deformação axial e radial dos ensaios para tensões hidrostáticas ($\sigma_1=\sigma_3$) de 2,2, 5,0 e 10,0 MPa.

Tabela 8 - Parâmetros geomecânicos obtidos pelos ensaios de compressão triaxial.

Amostra	$\sigma_1=\sigma_3$ (MPa)	$\sigma_{1m\acute{a}x}$ (MPa)	$S_{dm\acute{a}x}$ (MPa)	E_s (GPa)	ν
A-1	10,0	80,41	70,41	13,48	0,18
A-2	5,0	65,98	60,98	16,33	0,21
A-3	2,2	56,72	54,52	19,44	0,23

Fonte: O Autor (2024).

Figura 44 - Curvas tensão-deformação axial e radial obtidas pelos ensaios de compressão triaxial.



Fonte: O Autor (2024).

É possível observar o aumento da tensão desviadora (S_d) com o aumento da tensão confinante, com valores máximos de 70,41 MPa (em $\epsilon_a = 1,55\%$ e $\epsilon_r = 0,45\%$) para A-1, 60,98 MPa (em $\epsilon_a = 0,92\%$ e $\epsilon_r = 0,29\%$) para A-2 e 54,52 MPa (em $\epsilon_a = 0,64\%$ e $\epsilon_r = 0,23\%$) para A-3.

Quanto aos parâmetros elásticos, A-1 apresentou E_s de 13,48 GPa e ν de 0,18, seguido de A-2, com E_s de 16,33 GPa e ν de 0,21; para A-3, com a menor tensão de confinamento, os valores de E_s e ν foram de 19,44 GPa e 0,23, respectivamente.

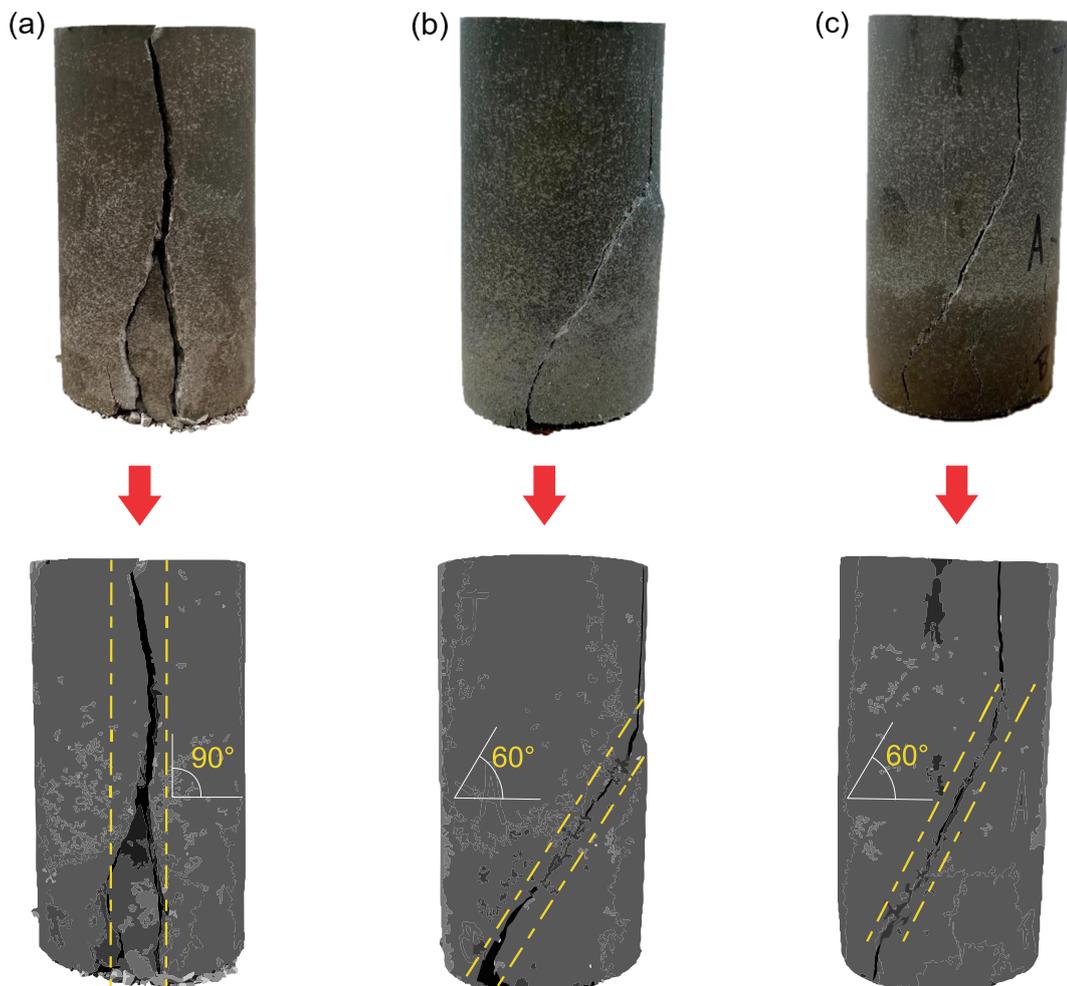
A pequena redução da rigidez da rocha com o aumento da tensão confinante, refletida pela redução da inclinação do trecho elástico das curvas e consequentemente nos valores de E_s , podem ser justificadas pela perda de cimentação/união das partículas internas das amostras, causada pela quebra das partículas de resina epóxi da matriz causada pelo acréscimo da tensão de confinamento, divergindo-se do comportamento típico de amostras naturais, em que se observa o maior entrosamento das partículas com o acréscimo de confinamento, havendo o aumento de sua rigidez.

Tanto A-2 ($\sigma_1 = \sigma_3 = 5,0$ MPa) e A-3 ($\sigma_1 = \sigma_3 = 2,20$ MPa) apresentaram curva com comportamento de pico bem definido, com queda brusca de sua resistência após atingirem $S_{dm\acute{a}x}$, observando-se comportamento frágil; já A-1 ($\sigma_1 = \sigma_3 = 10,0$ MPa) apresenta aumento de deformação sem que aconteça perda de resistência, descrevendo um comportamento dúctil

(VALLEJO, 2002). Observa-se essa mudança de comportamento à medida que a pressão vai mudando nos ensaios.

A Figura 45 apresenta as amostras A-1, A-2 e A-3 após os testes triaxiais, com destaque ao plano de ruptura principal. Para A-1 (Figura 45(a)), o plano de ruptura principal se deu na direção vertical (típico de comportamento dúctil), com angulação aproximada de 90° ; para A-2 (Figura 45(b)) e A-3 (Figura 45(c)), percebeu-se um plano de ruptura principal inclinado (típico de comportamento frágil), com uma angulação aproximada de 60° , na direção diagonal. Tal mudança de comportamento se deve à magnitude da tensão de confinamento, impondo à rocha carbonática sintéticas, diferentes padrões de ruptura.

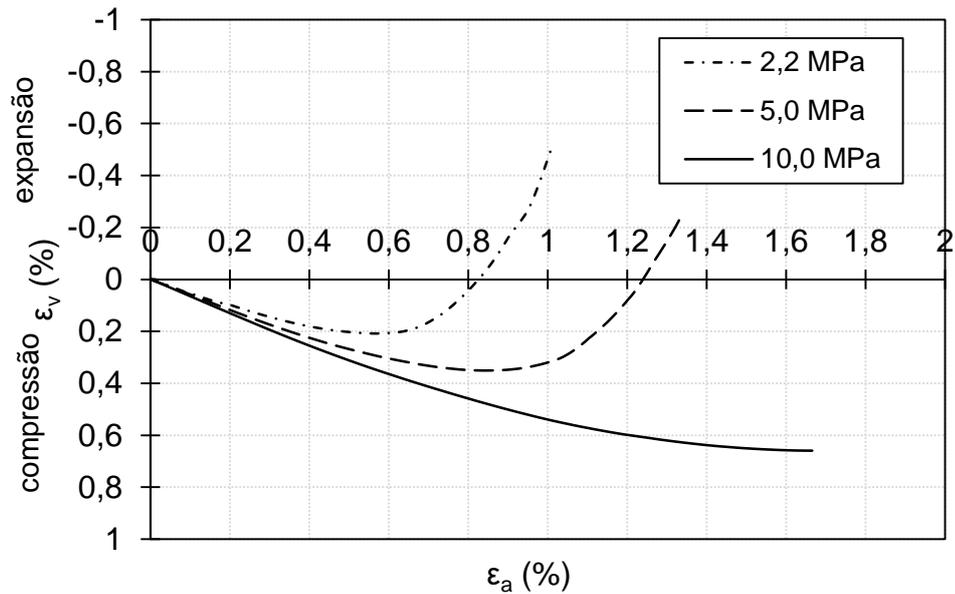
Figura 45 - Inclinação dos planos de ruptura principal observados após ensaios de compressão triaxial: (a) 90° ($\sigma_1 = \sigma_3 = 10,0$ MPa); (b) 60° ($\sigma_1 = \sigma_3 = 5,0$ MPa) e; (c) 60° ($\sigma_1 = \sigma_3 = 2,20$ MPa).



Fonte: O Autor (2024).

A Figura 46 apresenta a deformação volumétrica em função da deformação axial das amostras para as tensões confinantes adotadas.

Figura 46 - Curvas deformação volumétrica x deformação axial obtidas pelos ensaios de compressão triaxial.



Fonte: O Autor (2024).

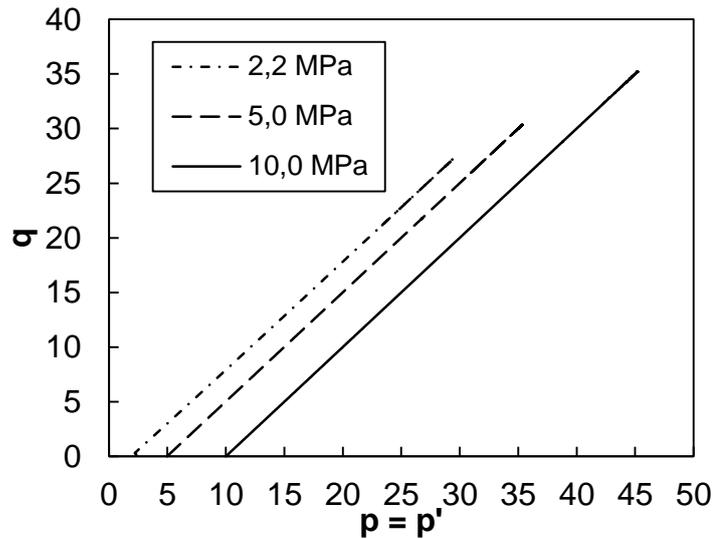
Observa-se uma curva unicamente de deformação por compressão para a amostra A-1, com deformação volumétrica máxima de 0,65%; para A-2 e A-3, inicialmente estas apresentam uma variação volumétrica de compressão, com valores máximos de 0,34% e 0,20%, respectivamente, até se atingir a tensão desviadora máxima, que configura a ruptura das amostras e posterior expansão de seu volume.

A deformação volumétrica foi menor para o menor valor de σ_3 , aumentando-a com acréscimo da tensão confinante, comportamento este esperado para meios porosos. Desta forma, o material se mostra com comportamento dilatante para tensões confinantes menores, e contrátil com endurecimento a uma tensão confinante maior.

Há de se destacar ainda que os ensaios foram realizados sem contemplar o efeito de poropressão, uma vez que as amostras estavam secas. Isto implica num maior efeito da tensão confinante na deformação volumétrica no estágio hidrostático.

A Figura 47 apresenta a trajetória de tensões totais/efetivas construídas a partir dos valores de $p = p' = (\sigma_1 + \sigma_3/2)$ e $q = (\sigma_1 - \sigma_3/2)$. Ambas as trajetórias apresentam mesmo comportamento, visto que, para o presente caso, a poropressão é igual à zero ($u = 0$).

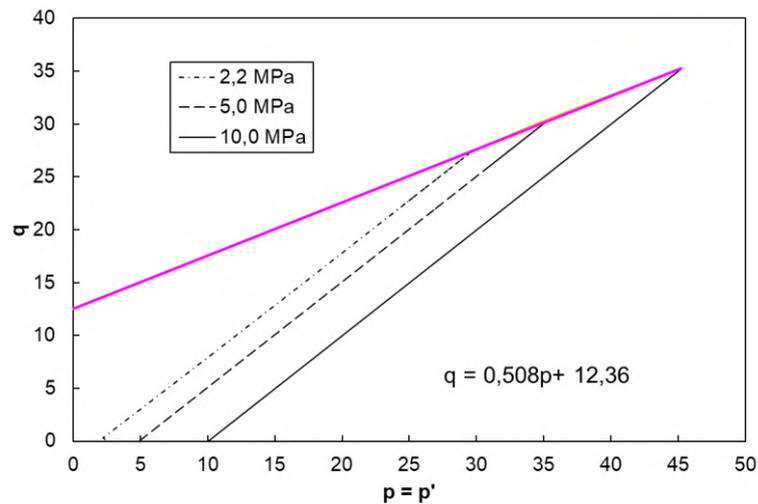
Figura 47 - Trajetória de tensões totais/efetivas.



Fonte: O Autor (2024).

A partir das trajetórias de tensões totais, foi possível traçar a linha de ruptura $q = m + p \cdot \text{tg}\theta$ (para $m = c \cdot \cos\phi$ e $\text{tg}\theta = \sin\phi$) que considera os valores máximos de $p = p'$ e q , para a situação em que a tensão normal e cisalhante são máximas. A Figura 48 apresenta a construção da linha de ruptura (em rosa) a partir das trajetórias apresentadas anteriormente, com valores de “ m ” e de θ iguais a, respectivamente, 12,36 MPa e 26,89°.

Figura 48 - Linha de ruptura considerando a trajetória de tensões totais e efetivas da rocha carbonática sintética produzida.

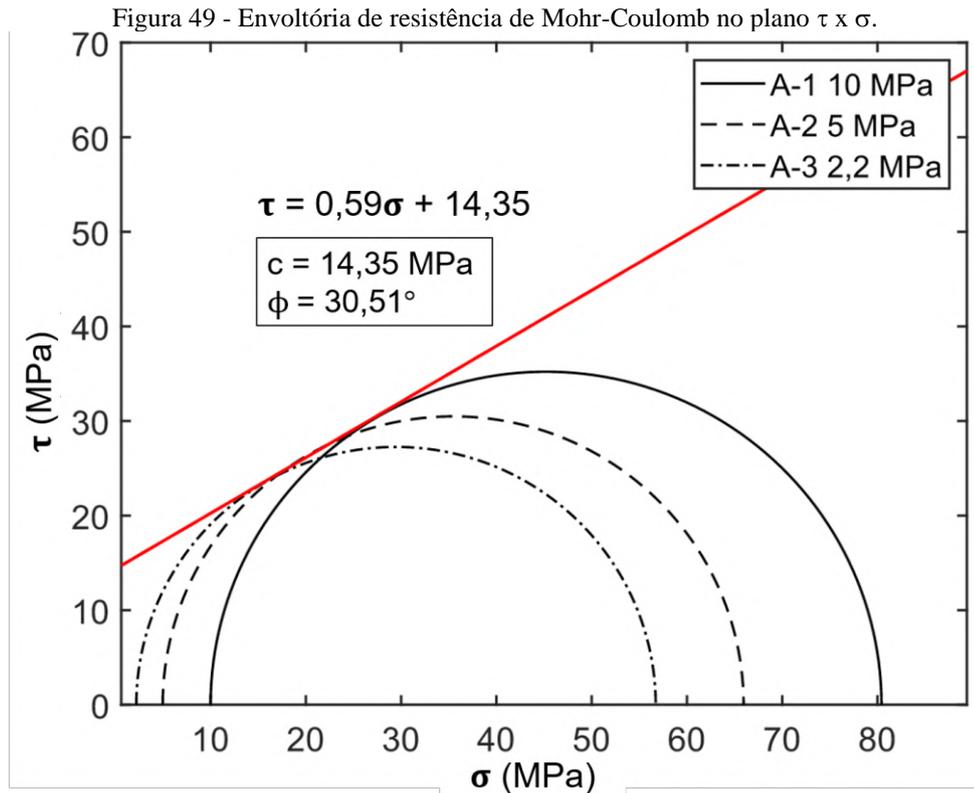


Fonte: O Autor (2024).

Entretanto, a ruptura do material ocorre num plano como resultado de uma combinação de efeitos entre tensão normal (σ) e tensão de cisalhamento (τ), de modo que a envoltória de

Mohr-Coulomb tangencia o círculo de Mohr em um plano diferente da tensão de cisalhamento máxima, formando um ângulo α com o plano principal maior.

A Figura 49 apresenta a envoltória de resistência construída a partir dos ensaios de compressão triaxial das amostras A-1, A-2 e A-3, aplicando-se as tensões hidrostáticas de 10,0 MPa, 5,0 MPa e 2,2 MPa, com $\alpha = 60,255^\circ$.



Fonte: O Autor (2024).

Define-se, a partir da Equação 12, os parâmetros de resistência de coesão (c) e ângulo de atrito (ϕ), respectivamente, 14,35 MPa e $30,51^\circ$ para a rocha carbonática sintética.

3.7 CARACTERIZAÇÃO PETROFÍSICA E PETROGRÁFICA

3.7.1 Caracterização petrofísica

Para a caracterização petrofísica da rocha carbonática sintética produzida em termos de porosidade e permeabilidade, tomou-se as amostras P-01 a P-06 (antes do ensaio de UCS) para a determinação de Φ e $k_{gás}$ utilizando, respectivamente, a porosimetria a gás hélio e

permeabilidade a gás nitrogênio. A Tabela 9 relaciona os valores de Φ e $k_{gás}$ obtidos para as amostras.

Tabela 9 - Porosidade e permeabilidade a gás para as amostras P-01 a P-06.

AMOSTRA	Φ (%)	$k_{gás}$ (mD)
P-01	12,96	6,59
P-02	13,47	8,27
P-03	13,36	8,39
P-04	13,32	9,00
P-05	12,89	6,52
P-06	13,05	7,80

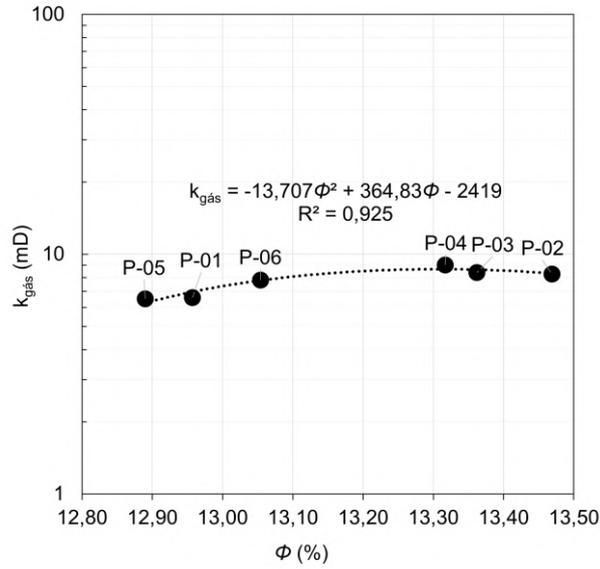
Fonte: O Autor (2024).

Quanto à porosidade, os valores variaram entre 12,89% e 13,47%, próximo à faixa de valores de 12% apresentada por Miranda *et al.* (2018) para rochas calcárias, com um intervalo de variação inferior a 1%; para a permeabilidade, os valores de $k_{gás}$ apresentam-se entre 6,52 mD e 8,39 mD, com um intervalo inferior a 2 mD, mostrando-se na mesma ordem de grandeza (10^{-3} Darcy) e dentro do intervalo proposto por Schön (2014) para rochas calcárias e dolomíticas (entre 10^{-4} e 10^0 Darcy).

A proximidade dos valores obtidos e apresentados na Tabela 9 indica que o processo de fabricação apresenta boa repetibilidade para reprodução destas propriedades, produzindo amostras homogêneas e similares, que é o objetivo da síntese de rochas artificiais, sendo capaz de reproduzir as propriedades petrofísicas das rochas carbonáticas naturais.

A Figura 50 correlaciona a porosidade e a permeabilidade das amostras, mostrando que a permeabilidade aumenta com o incremento da porosidade em uma tendência polinomial, apresentando um coeficiente de regressão quadrático (R^2) de 0,925, mostrando uma boa correlação entre esses valores; Fedrizzi *et al.* (2018) observaram uma correlação exponencial entre a porosidade e a permeabilidade para rochas carbonáticas sintéticas, com $R^2 \approx 0,9$, indicando também aumento da permeabilidade com o aumento da porosidade.

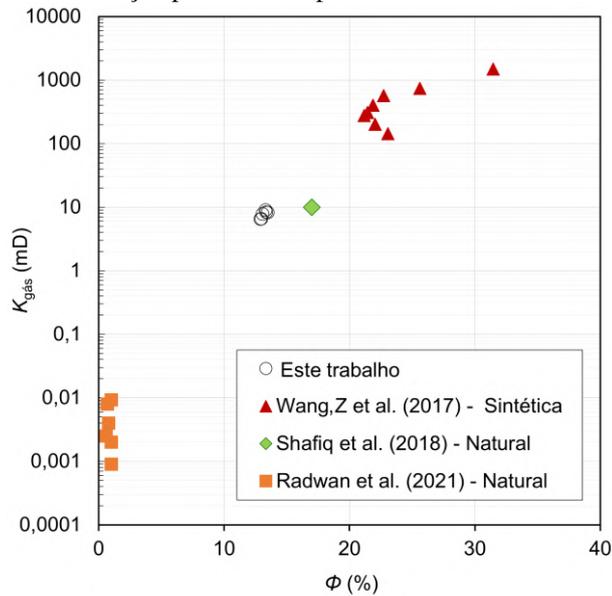
Figura 50 - Correlação entre porosidade e permeabilidade das amostras.



Fonte: O Autor (2024).

A Figura 51 compara a correlação entre a porosidade e a permeabilidade de rochas carbonáticas naturais (SHAFIQ, MAHMUD E ARIF, 2018; RADWAN *et al.*, 2021) e sintéticas (WANG, Z *et al.*, 2017) com os valores obtidos neste trabalho, indicando um aumento da permeabilidade com o aumento da porosidade; no entanto, a permeabilidade não depende apenas do volume de poros da matriz rochosa, mas também da interconectividade existente entre os poros, fraturas e descontinuidades dentro do sistema (WANG, W *et al.*, 2017).

Figura 51 - Comparativo entre a relação porosidade x permeabilidade com dados reportados pela literatura.



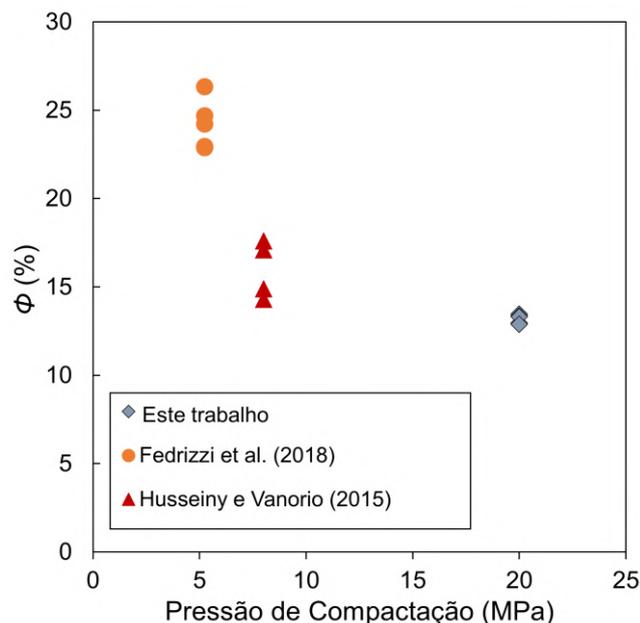
Fonte: O Autor (2024).

Nota-se que, para as amostras apresentadas por Wang, Z *et al.* (2017), há uma tendência de aumento da permeabilidade com o aumento da porosidade; porém, para as amostras apresentadas por Radwan *et al.* (2021), há uma variação nos valores de permeabilidade, mesmo com a manutenção da porosidade, cujo comportamento pode depender das condições (interconectividade de poros e descontinuidades), e não apenas do volume poroso da matriz rochosa.

Por isso, análises mais detalhadas da permeabilidade relacionando-a com informações da escala dos poros, como a distribuição do tamanho dos poros (PSD) e a geometria dos poros (BUITING E CLERKE, 2013), são necessárias para detalhar melhor essa correlação. Ressalta-se a importância da análise da permeabilidade em rochas sintéticas, uma vez que, para reservatórios naturais de hidrocarbonetos, esta propriedade é de grande relevância quando se considera o reservatório economicamente viável a ser desenvolvido (SHAKIBA *et al.*, 2020).

A relação entre a porosidade e a pressão de compactação empregada para a preparação das amostras sintéticas é apresentada na Figura 52, que compara os resultados obtidos neste trabalho com os resultados apresentados por Hussein e Vanorio (2015) e Fedrizzi *et al.* (2018) para amostras que também utilizaram o processo de compactação de materiais para consolidar rochas carbonáticas sintéticas.

Figura 52 - Comparativo entre a relação da pressão de compactação e porosidade com dados reportados pela literatura.



Fonte: O Autor (2024).

Nota-se que a porosidade é inversamente proporcional à pressão de compactação empregada para consolidar a matriz rochosa, de modo que quanto maior a energia, mais o ar

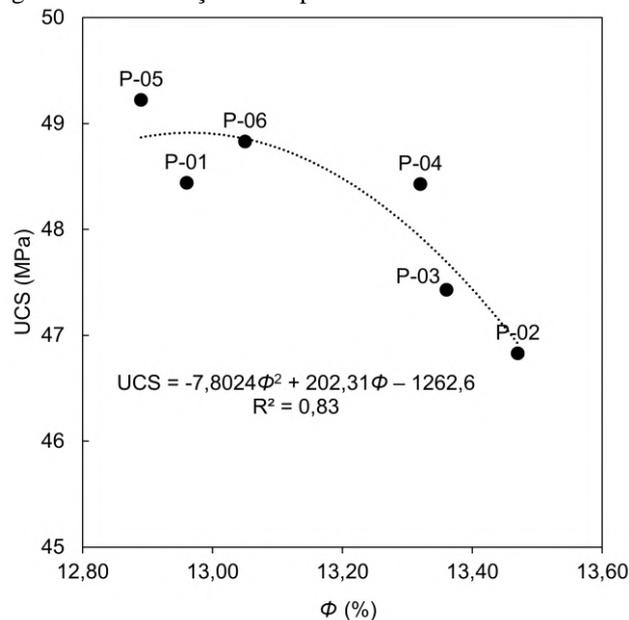
ocluso presente no interior da matriz sólida é eliminado, restando uma porção de poros que representam a porosidade intergranular, característica dos reservatórios carbonáticos.

Na síntese de rochas carbonáticas, a distribuição e o tamanho dos grãos do material, o tipo de ligante utilizado, a proporção entre grãos e ligante e o tempo de aplicação da pressão de compactação afetam a distribuição e a quantidade de poros, influenciando também a permeabilidade.

Por isso, conhecer o material utilizado, os componentes e a preparação da rocha sintética é essencial para avaliar que tipo de rocha será quando estiver acabada e para que fins será utilizada. Foi estabelecida uma correlação polinomial entre os valores de porosidade e UCS das amostras ensaiadas (Figura 53), apresentando um coeficiente de regressão (R^2) de 0,83.

Verifica-se que, com o aumento da porosidade, a resistência da rocha diminui, mostrando que a porosidade influencia na resistência mecânica das rochas produzidas, sendo uma propriedade inversamente proporcional à UCS (WENG *et al.*, 2008; HSIEH *et al.*, 2008). As fraturas, descontinuidades e *vuggs* na estrutura da rocha afetam a sua integridade (ZHANG E BENTLEY, 2003). Atapour e Mortazavi (2018) e Rice-Birchall, Faulkner e Bedford (2021) também relataram o efeito da porosidade na UCS em rochas sintéticas, mostrando o mesmo comportamento.

Figura 53 - Correlação entre porosidade e UCS das amostras.

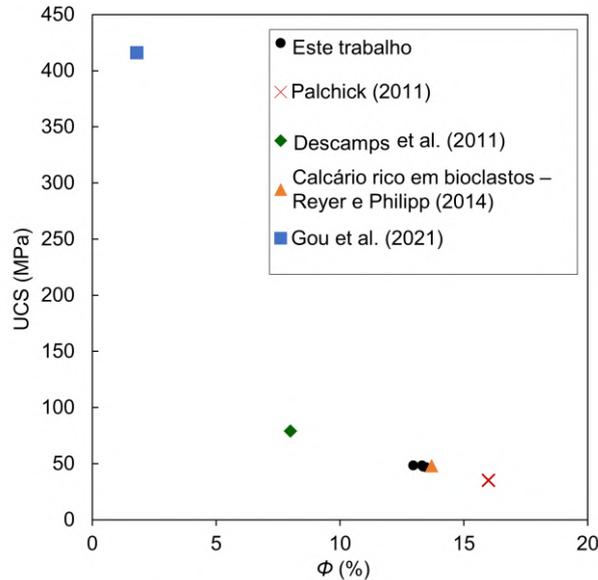


Fonte: O Autor (2024).

A Figura 54 compara os valores de UCS e porosidade obtidos neste trabalho com os valores de UCS e porosidade reportados pela literatura para rochas carbonáticas naturais (PALCHICK, 2011; DESCAMPS *et al.*, 2011; REYER E PHILIPP, 2014; GOU *et al.*, 2021),

mostrando que a reprodução das amostras segue o comportamento entre UCS e porosidade observado em carbonatos.

Figura 54 - Comparativo entre a relação da porosidade e UCS com dados reportados pela literatura para rochas carbonáticas naturais.



Fonte: O Autor (2024).

3.7.2 Caracterização petrográfica

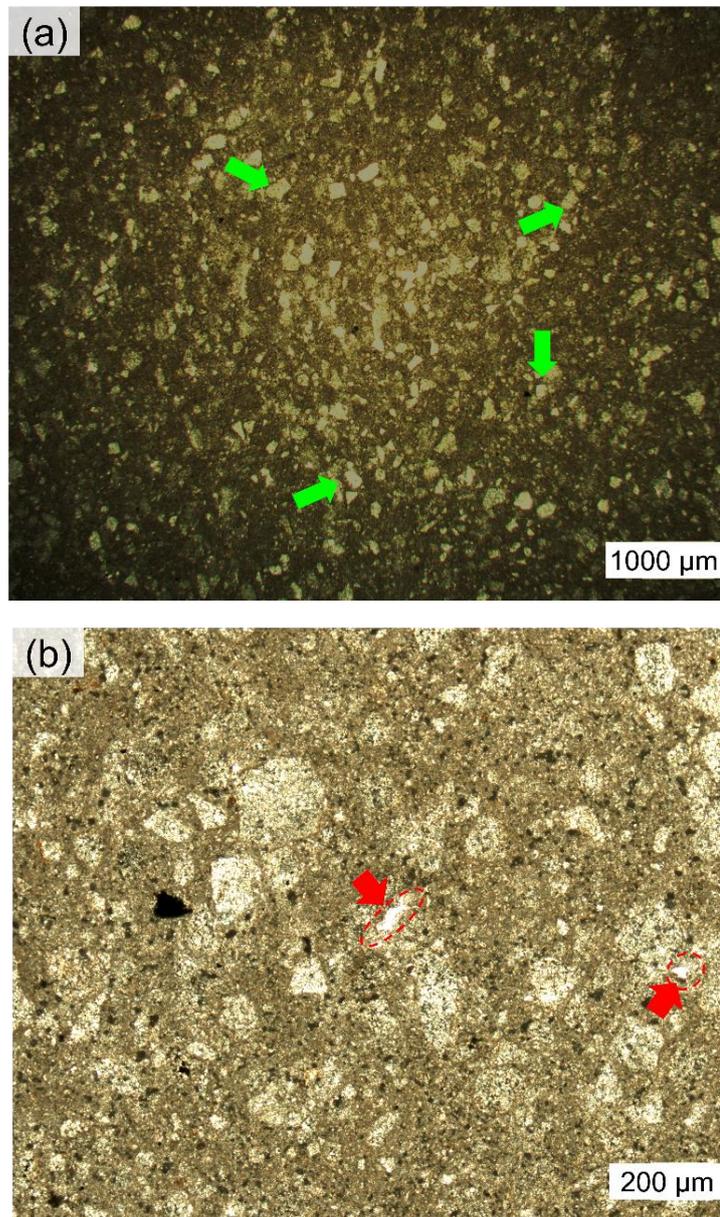
O estudo petrográfico consistiu na confecção de uma lâmina delgada retirada a partir da porção central de uma rocha carbonática sintética fabricada, com posterior análise via microscópio petrográfico. A análise de uma lâmina delgada obtida de uma amostra aponta a estrutura geral da rocha sintética (Figura 55(a)), com a presença de clastos (fragmentos de calcário) de diferentes tamanhos e formas ($< 425 \mu\text{m}$), dispersos em uma matriz composta por resina epóxi (setas verdes) e grãos muito finos de pó calcário (região em preto).

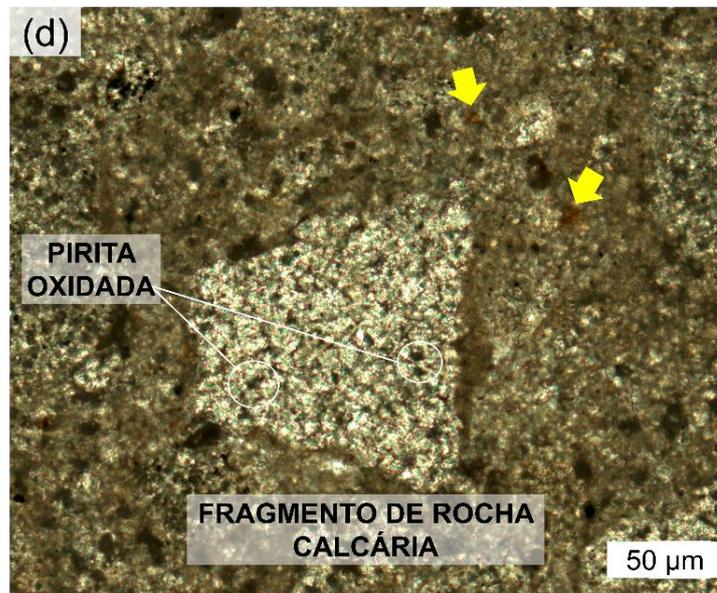
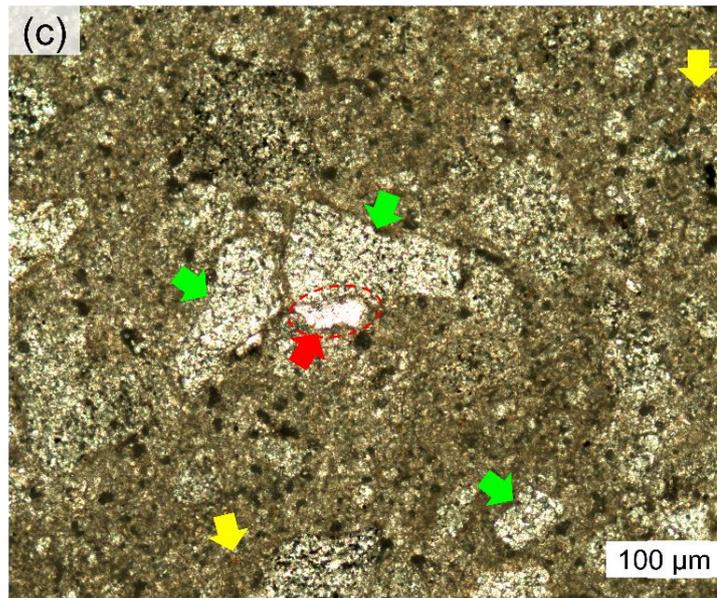
A Figura 55(b) e Figura 55(c) mostram regiões em branco, que se referem à presença de poros de diferentes tamanhos e formas (setas vermelhas), formados a partir do processo de consolidação, representando a porosidade intergranular, típica de rochas carbonáticas (Lucia 1995).

A Figura 55(d) mostra um fragmento de calcário laminado em detalhe, onde se observa a presença de uma matriz micrítica (região predominantemente cinza), composta por cristais de calcita (CaCO_3) e componentes de aglomerados de pirita oxidada (FeS_2) (manchas pretas) no interior do clastos; também são observados componentes de origem biótica (restos de matéria orgânica) indicados por manchas de coloração marrom escura (setas amarelas), tipicamente

presentes na formação (Gomes *et al.*, 2021); que indica a presença na Figura 55(c) e Figura 55(d)) devido a processos superficiais de intemperismo do calcário laminado cinza-escuro utilizado (Miranda *et al.*, 2018).

Figura 55 - Análise petrográfica das amostras sintéticas: fotomicrografia (Nicols paralelo) indicando (a) aspecto geral da amostra com clastos (setas verdes) - fragmentos de calcário - de diferentes tamanhos e formas (< 425 μm); (b) regiões em branco indicando poros de diferentes tamanhos e formas (setas vermelhas); (c) regiões em branco indicando poros de diferentes tamanhos e formas (setas vermelhas), presença de clastos (setas verdes) e restos de matéria orgânica (setas amarelas); (d) detalhe de fragmento de calcário com pontos pretos indicando aglomerados de pirita oxidada (FeS_2) e restos de matéria orgânica (setas amarelas).





Fonte: O Autor (2024).

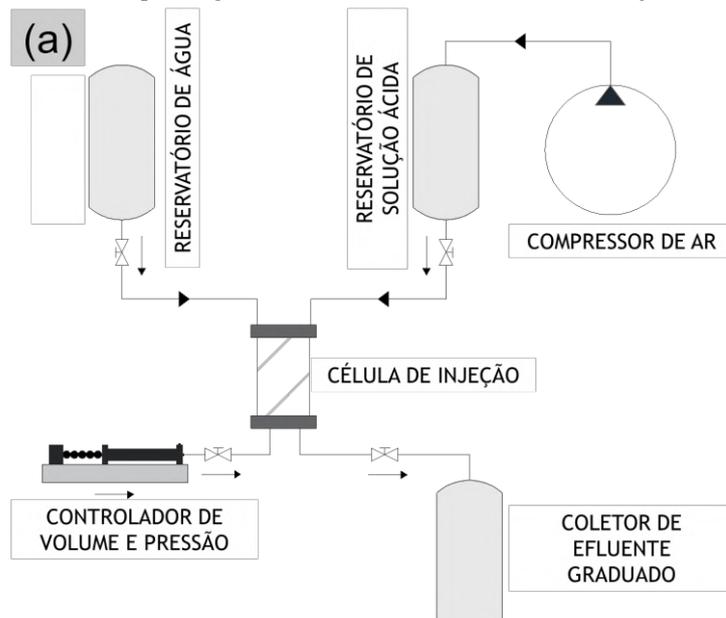
4 ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL, RESULTADOS E ANÁLISES

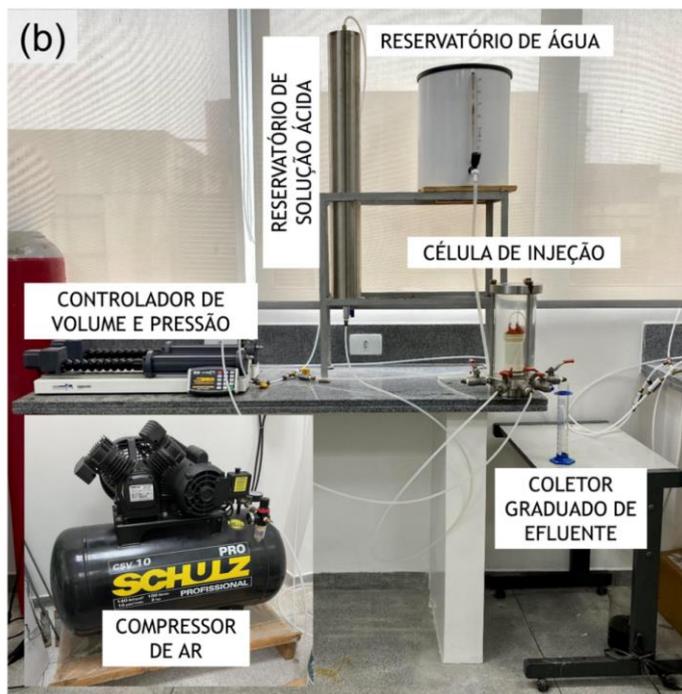
Neste estudo, a acidificação de matriz foi realizada em rochas sintéticas homogêneas e com fraturas utilizando um sistema composto por uma célula de injeção de fluido, a fim de verificar a influência do tempo de contato do ácido no processo dissolutivo da rocha, assim como analisar a influência das fraturas no meio poroso. Para isso, a acidificação de matriz foi realizada em intervalos de tempo de 36, 72 e 108 h, em duplicatas de rochas dos grupos homogênea e com fraturas (tiras de geotêxtil não tecido) para fins de verificação dos resultados, com um total de 12 amostras. A caracterização das amostras acidificadas foi realizada e apresentada, neste capítulo, em termos petrofísicos e químicos.

4.1 DESENVOLVIMENTO DE SISTEMA DE ACIDIFICAÇÃO E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para os testes de acidificação de matriz, foi desenvolvido um sistema para a realização do procedimento, utilizando uma célula de injeção ácida adaptada de Oliveira (2016), combinada com reservatórios de água e de solução ácida, compressor de ar e controlador de volume e pressão (Figura 56(a-b)).

Figura 56 - (a) Esquema geral e; (b) Foto do sistema de acidificação de matriz.

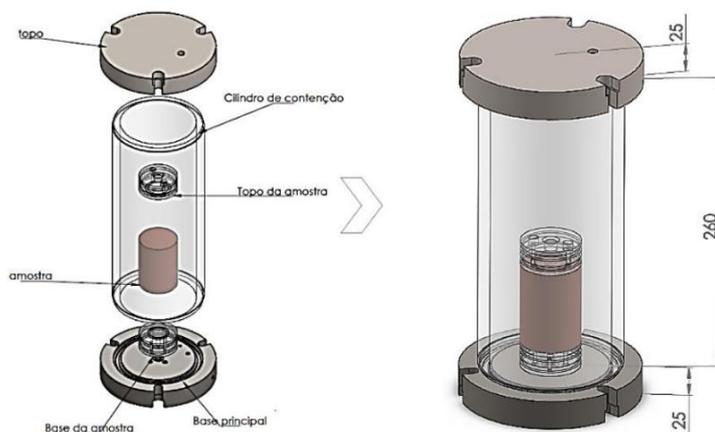




Fonte: O Autor (2024).

A célula de injeção é composta por base e topo em inox, e corpo cilíndrico em acrílico (Figura 57).

Figura 57 - Projeto da célula de injeção.



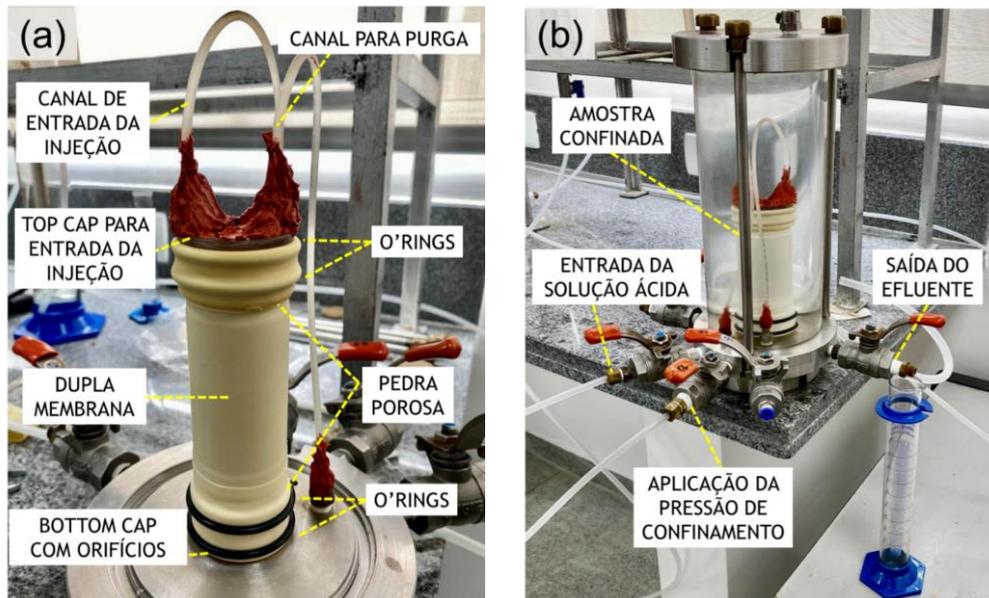
Fonte: Oliveira (2016).

Em sua base, estão instaladas as válvulas para conexão das mangueiras para aplicação da solução ácida, da pressão confinante e para a saída do efluente após a percolação da solução no corpo da rocha (Figura 58).

O reservatório de solução ácida fabricado para esta pesquisa consiste em um reservatório cilíndrico desenvolvido para armazenar o fluido reativo, com capacidade de 6 litros. O material escolhido para sua confecção foi o aço inox, resistente ao ataque ácido da

solução empregada no procedimento. Na sua parte superior há uma entrada com conexão acoplada a uma mangueira pela qual o compressor de ar é diretamente ligado, para garantir a pressão de injeção do fluido durante o ensaio. Na sua parte inferior, há uma saída interligada a uma mangueira a qual conduz o fluido até a parte interna da célula de injeção.

Figura 58 - Detalhe da montagem do ensaio de acidificação de matriz: (a) preparação da amostra e; (b) célula de injeção ácida em operação.



Fonte: O Autor (2024).

As etapas para montagem e realização do procedimento de acidificação utilizando este sistema são listadas a seguir:

- Amostras de 7,60 cm de altura e 3,80 cm de diâmetro são previamente preparadas e secas em estufa à 60 °C durante 24 horas e então são colocadas no *bottom cap* fixado na parte central da base da célula (ver Figura 58 (a)). Pedras porosas são colocadas no topo e na base das amostras para garantir a uniformização da distribuição da entrada e da saída da solução ácida. Duas membranas de látex envolvem a amostra e são fixadas nos *caps* através de *o'rings*, garantindo que a água (pressão confinante) não entre em contato direto com a rocha (Figura 58(a));
- Enche-se o interior da célula com água destilada, fecha-se a célula e aplica-se a pressão confinante de 600 kPa (87 PSI) através do controlador de volume e pressão, mantendo constante a pressão de confinamento ao longo do ensaio (Figura 58(b));
- Injeta-se a solução ácida, contida no reservatório de inox, na amostra (através de um canal fixado no *top cap*), com uma pressão constante de 500 kPa (72,50 PSI). Essa pressão é mantida através de um compressor de ar acoplado ao topo do reservatório, gerando um

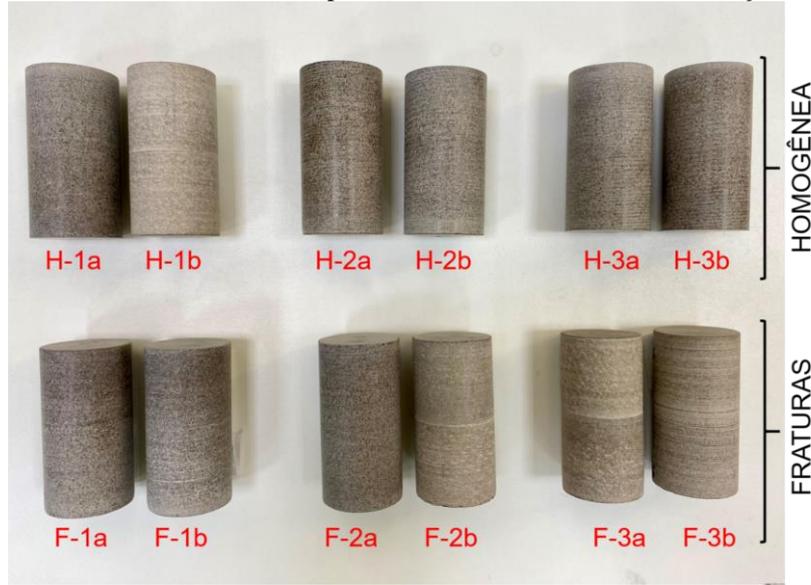
escoamento descendente (do topo à base da amostra), até a finalização dos ensaios. No *top cap* há um canal de purga, necessário para eliminação de possíveis bolhas de ar oclusas no sistema de injeção;

- Por se tratar de amostras secas, devido ao volume poroso e ao caminho encontrado pelo fluido no interior das rochas carbonáticas sintéticas, precisou-se de um tempo para sua saturação, que variou entre 2 e 4 horas entre os 12 exemplares ensaiados, até que algum volume do efluente percolado fosse mensurado no coletor;
- O efluente gerado a partir da reação química entre a solução ácida e a amostra percola através dos orifícios presentes no *bottom cap* e sai pela válvula de saída da célula, onde é coletado por uma proveta graduada e registrados o volume percolado e o pH, a cada duas horas;
- Ao longo do ensaio, determina-se a variação dos valores de permeabilidade a líquido (k) através da equação de Darcy, com valores em Darcy (D);
- Após a finalização do ensaio, a amostra é retirada da célula de injeção e imersa em água destilada durante uma hora (havendo renovação da água de imersão), a fim de interromper a reação química entre a rocha e o ácido remanescente;
- Tanto a base como os canais de entrada da solução ácida e saída do efluente percolado são lavados com água destilada, a fim de eliminar o material ácido remanescente no aparato, assim como depósitos de material sólido dissolvido, para preservação e manutenção dos componentes do sistema para os próximos testes.
- Em seguida, a amostra é seca e levada à estufa a uma temperatura de 60°C durante 48 horas ou até a constância de massa, para posterior caracterização após acidificação.

O sistema desenvolvido para avaliação da acidificação permite: a aplicação de escoamento a pressões mais baixas, de modo que o ácido possa ficar por mais tempo em contato com a matriz carbonática, aumentando as ramificações de dissolução; verificação da variação de permeabilidade a líquidos sofrida pela amostra durante o ensaio; quantificação do volume de solução ácida que passa ao longo da amostra em intervalos de tempo especificados e; avaliação as variações de pH sofridas pela solução/rocha através da coleta do efluente coletado após a passagem do ácido na rocha.

As amostras, para o ensaio de acidificação, foram nomeadas com a simbologia H para o grupo de homogêneas, F para o grupo com fraturas, 1, para o tempo de ensaio de 36 h, 2, para o tempo de 72 h e 3, para o tempo de 108 h, sendo também diferenciadas pelas letras “a” e “b”, por se tratar de duplicatas de amostras para as mesmas condições de ensaio (Figura 59).

Figura 59 - Nomenclatura utilizada para as amostras do ensaio de acidificação de matriz.



Fonte: O Autor (2024).

A Tabela 10 resume as características iniciais das rochas carbonáticas sintéticas (Figura 59) utilizadas nesta etapa em termos de massa inicial (m_i), comprimento (L), diâmetro médio (D), área da seção transversal (A_s), massa específica dos grãos (γ_g), porosidade a gás hélio inicial (ϕ_{gi}) e permeabilidade a gás nitrogênio inicial (k_{gi}).

Tabela 10 - Características iniciais das rochas carbonáticas sintéticas preparadas para testes de acidificação de matriz.

grupo	tempo (h)	amostra	m_i (g)	L (cm)	D (cm)	A_s (cm ²)	γ_g (g/cm ³)	ϕ_{gi} (%)	k_{gi} (mD)
HOMOGENEA	36	H-1a	173,43	7,49	3,72	10,90	2,43	12,20	6,16
		H-1b	176,28	7,34	3,80	11,30	2,42	12,42	9,99
	72	H-2a	183,89	7,48	3,84	11,60	2,43	12,61	8,62
		H-2b	179,72	7,48	3,80	11,30	2,42	12,33	11,72
	108	H-3a	180,95	7,51	3,80	11,30	2,42	12,14	7,30
		H-3b	178,15	7,40	3,80	11,30	2,42	12,10	7,90
FRATURAS	36	F-1a	179,63	7,52	3,79	11,30	2,42	12,64	8,38
		F-1b	179,86	7,50	3,79	11,30	2,42	12,03	10,18
	72	F-2a	175,84	7,49	3,77	11,20	2,42	13,05	7,80
		F-2b	182,12	7,49	3,80	11,30	2,42	11,24	6,52
	108	F-3a	173,06	7,52	3,72	10,90	2,43	12,93	8,58
		F-3b	179,51	7,46	3,79	11,30	2,43	12,11	11,40

Fonte: O Autor (2024).

Os parâmetros obtidos e avaliados a partir das amostras acidificadas após aplicação da metodologia apresentada foram:

- Permeabilidade a gás nitrogênio pós-acidificação (k), determinado pela Equação 6;
- Porosidade a gás hélio pós-acidificação (Φ), determinado pela Equação 1;
- Permeabilidade inicial (k_i) e final (k_f) ao fluido injetado, calculados a partir da Lei de Darcy, determinado pela Equação 3, cuja viscosidade do fluido reativo (μ) adotada foi igual à viscosidade da água a 25°C (0,891 cp);
- Variação de vazão;
- Índice de massa dissolvida (IMD), obtido pela razão entre a massa dissolvida e massa inicial das amostras (Equação 13);

$$\text{IMD (\%)} = \frac{m_i - m_f}{m_i} \quad (13)$$

- Volume parcial e total do fluido reativo injetado;
- Variação de velocidade de injeção;
- Variação de pH do efluente percolado, utilizando phmetro portátil;
- Volume poroso injetado (VPI), obtido pela razão entre o volume total de solução injetada (V_i) e o volume poroso inicial (V_{pi}) das rochas carbonáticas sintéticas Equação 14;

$$\text{VPI} = \frac{V_i}{V_{pi}} \quad (14)$$

- Variações da morfologia, da altura e diâmetro das amostras.

4.1.1 Preparação da solução ácida de injeção

O ácido acético CH_3COOH (com concentração de 99,70% em peso) foi escolhido nesta pesquisa para a preparação da solução ácida utilizada nos ensaios de acidificação, de modo a verificar experimentalmente, como atua um ácido orgânico fraco nos padrões de dissolução e nas características de rochas carbonáticas em termos químicos, mineralógicos, petrofísicos e geomecânicos. Escolheu-se uma solução de 10% de ácido acético em peso diluída em água destilada (w/w), quantidade comumente utilizada em testes de acidificação utilizando este tipo

de ácido, respeitando-se o quantitativo máximo de 13% como recomenda a literatura devido à baixa solubilidade do acetato de cálcio formado pela reação com a matriz carbonática.

4.1.2 Caracterização química/mineralógica através das técnicas de FRX e DRX

Além da verificação das variações de pH apresentadas pelo efluente percolado ao longo dos testes de acidificação, as rochas acidificadas foram caracterizadas através das técnicas de fluorescência de Raios-X (FRX) e difração de Raios-X (DRX), a fim de verificar as alterações químicas e mineralógicas sofridas através da estimulação para os tempos de ensaio testados.

O teste de Fluorescência de Raios-X (FRX) que consiste em uma técnica quantitativa, teve por objetivo determinar a composição química das amostras. O ensaio utilizou o espectrômetro modelo PRIMINI (Rigaku®) e foi realizado no Laboratório de Química (LQ) do Centro Acadêmico do agreste da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE-CAA).

O teste de difração de Raios-X (DRX), método qualitativo, visou identificar os minerais presentes na rocha produzida. O procedimento utilizou o difratômetro de Raios-X modelo D 5000 (SIEMENS®) e filtro de cobre (Cu) e foi realizado no Laboratório de Ciência do Solo da Universidade Federal Rural de Pernambuco; as análises referentes às intensidades dos picos dos minerais presentes nos difratogramas foram refinadas utilizando o Método de Rietveld através do software Maud (LUTTEROTTI, 2000).

Para ambos os ensaios, preparou-se um pó obtido de fragmentos de rochas não acidificadas e rochas após 36, 72 e 108 h de acidificação, para fins comparativos. Para isso, as amostras foram fragmentadas e trituradas com o auxílio do pilão e almofariz de porcelana, até obter-se um material com granulometria passante na peneira de malha N° 200 (0,075 mm). Em seguida, o pó foi acondicionado e preparado segundo a metodologia necessária para a realização dos testes de FRX e DRX.

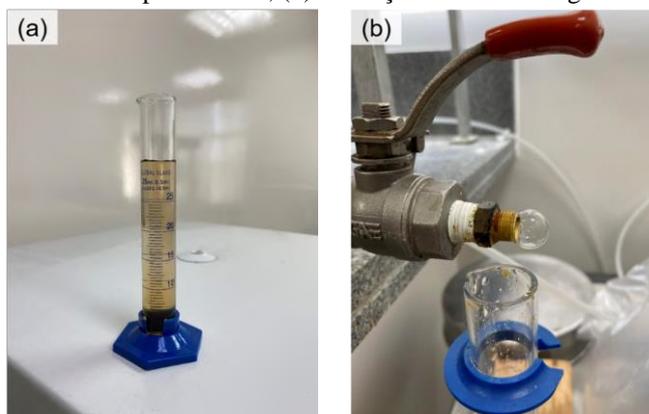
4.2 VISÃO GERAL DOS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ

Os ensaios de acidificação de matriz foram realizados respeitando-se o protocolo apresentado e percebeu-se, com o tempo, que o volume do efluente percolado aumentava gradativamente, indicando aumento de permeabilidade, perceptível pelo aumento da frequência

de seu gotejamento no orifício de saída da torneira, especialmente para tempos superiores a 72 h.

O efluente coletado foi analisado a cada 2 horas, medindo-se o volume percolado e o pH, apresentando uma mudança de coloração em relação à solução ácida preparada, de incolor (Figura 28) para amarelo-alaranjado-claro (Figura 60(a)) e depósito de material sólido dissolvido no fundo do recipiente, proporcionada pelas reações químicas entre a matriz carbonática e o ácido acético advinda do processo de dissolução. Também foi possível perceber a produção de gás carbônico, produto da reação entre o carbonato de cálcio e o ácido acético (Equação 5), formando-se bolhas no canal de saída do efluente (Figura 60(b)), que se tornavam mais frequentes em tempos superiores de ensaio.

Figura 60 - (a) Aparência do efluente percolado e; (b) formação de bolhas de gás carbônico durante os ensaios.



Fonte: O Autor (2024).

A Tabela 11 apresenta os resultados obtidos a partir dos ensaios de acidificação de matriz, relacionados ao volume poroso (V_p), variação do índice de vazios (e), porosidade a gás hélio (Φ), permeabilidade ao fluido injetado (k), permeabilidade a gás nitrogênio ($k_{gás}$), ao volume injetado (VI) e volume poroso injetado (VPI) e a variação de vazão (Q) observada durante os testes.

Os tópicos a seguir apresentam e discutem os resultados obtidos através dos ensaios de acidificação de matriz e apresentados na Tabela 11.

Tabela 11 - Resumo dos parâmetros obtidos através dos testes de acidificação de matriz: volume poroso inicial (V_{pi}) e final (V_{pf}); índice de vazios inicial (e_i) e final (e_f); porosidade a gás hélio inicial (Φ_i) e final (Φ_f); permeabilidade a gás nitrogênio inicial ($k_{gási}$) e final ($k_{gásf}$); volume injetado (VI); volume poroso injetado (VPI); vazão inicial (Q_i) e final (Q_f).

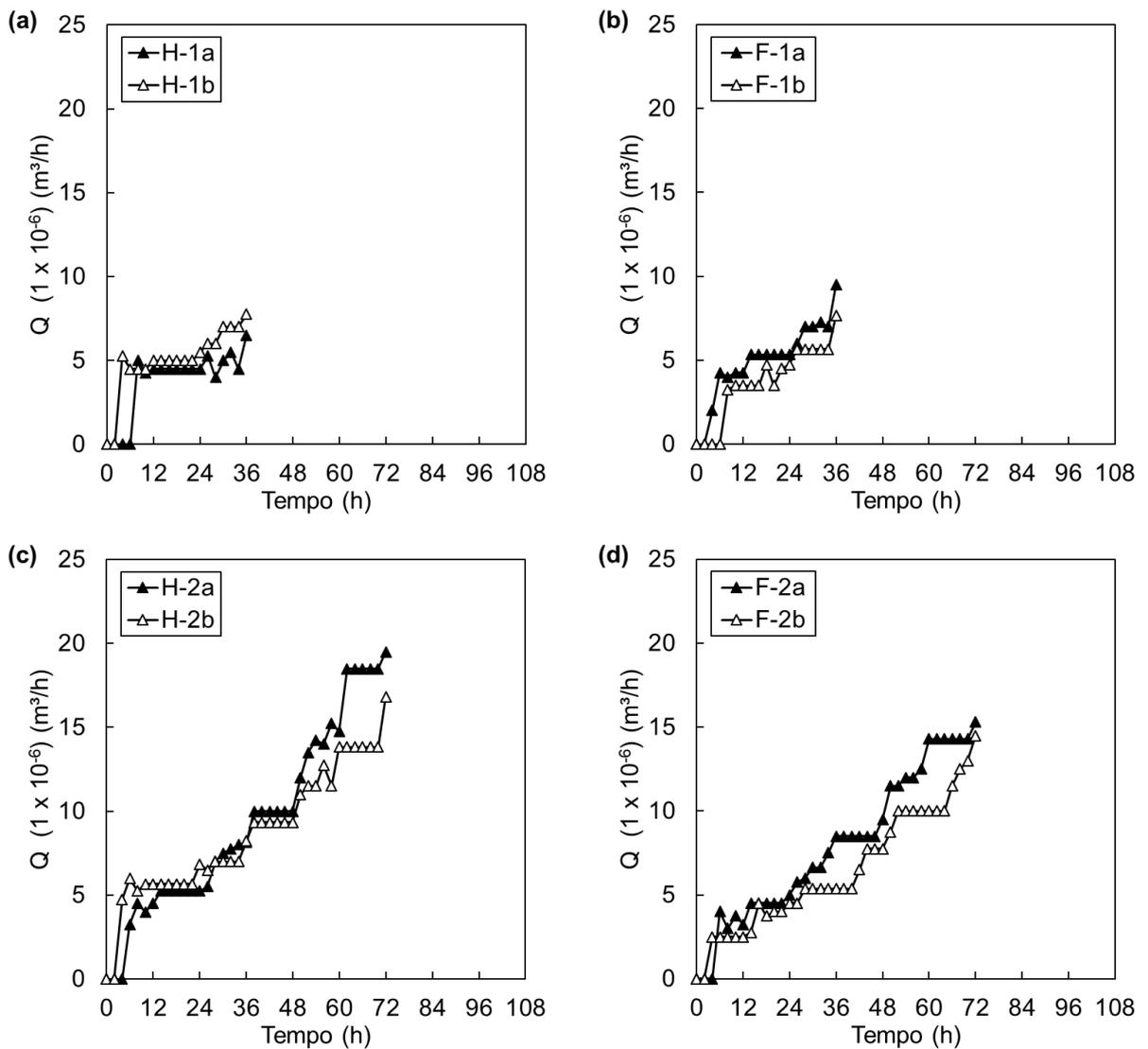
grupo	tempo (h)	amostra	V_{pi} (cm ³)	V_{pf} (cm ³)	e_i	e_f	Φ_i (%)	Φ_f (%)	$k_{gási}$ (mD)	$k_{gásf}$ (mD)	k_i (mD)	k_f (mD)	VI (cm ³)	VPI	Q_i (x10 ⁻⁶) (m ³ /h)	Q_f (x10 ⁻⁶) (m ³ /h)
HOMOGÊNEA	36	H-1a	9,93	13,25	0,14	0,19	12,20	16,31	6,16	7,04	0,17	0,22	143,00	14,41	5,00	6,50
		H-1b	10,34	14,41	0,14	0,21	12,42	17,46	9,99	12,85	0,17	0,25	192,00	18,57	5,25	7,75
	72	H-2a	10,92	26,34	0,14	0,44	12,61	30,47	8,62	16,86	0,10	0,62	694,75	63,60	3,25	19,50
		H-2b	10,47	27,39	0,14	0,48	12,33	32,27	11,72	17,05	0,16	0,55	638,87	61,02	4,75	16,80
	108	H-3a	10,35	32,07	0,14	0,60	12,14	37,64	7,30	15,08	0,07	0,59	886,80	85,69	2,23	18,10
		H-3b	10,16	34,74	0,14	0,73	12,10	42,29	7,90	14,02	0,08	0,69	1180,22	116,22	2,50	21,40
FRATURAS	36	F-1a	10,72	15,97	0,14	0,23	12,64	18,83	8,38	9,03	0,07	0,31	189,02	17,63	2,00	9,50
		F-1b	10,18	14,13	0,14	0,20	12,03	16,70	10,18	10,97	0,11	0,25	141,48	13,89	3,25	7,67
	72	F-2a	10,91	25,24	0,15	0,44	13,05	30,36	7,80	17,39	0,13	0,51	590,20	54,08	4,00	15,30
		F-2b	9,54	17,39	0,13	0,26	11,24	20,47	6,52	14,54	0,08	0,47	476,04	49,89	2,50	14,50
	108	F-3a	10,59	36,79	0,15	0,84	12,93	45,52	8,58	24,95	0,16	0,85	1168,02	110,31	4,75	25,00
		F-3b	10,17	34,88	0,14	0,72	12,11	41,96	11,40	24,35	0,10	0,82	1395,01	137,12	3,00	25,00

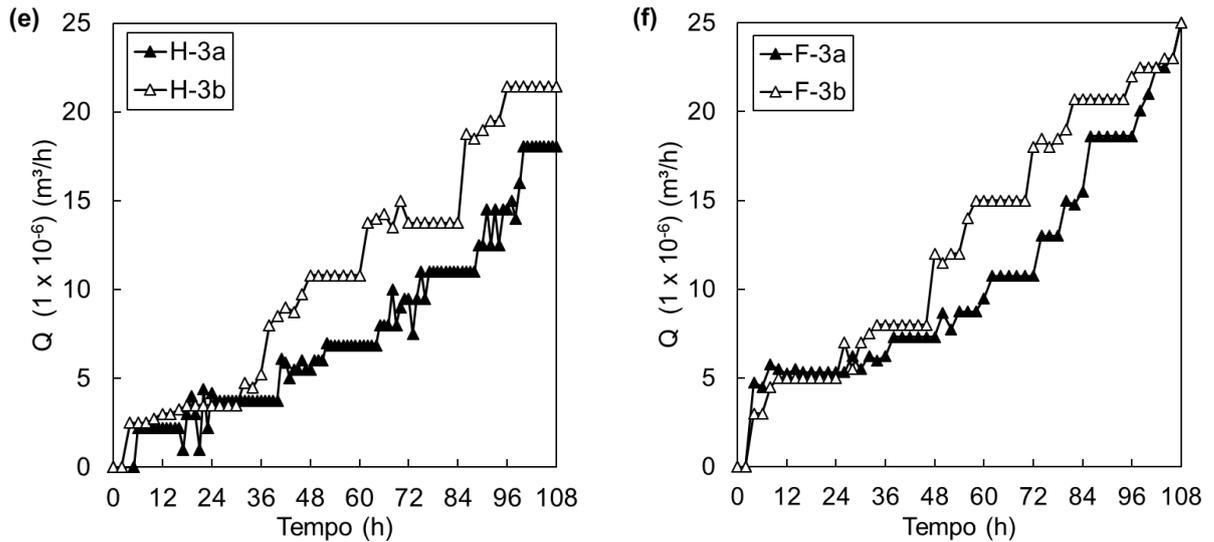
Fonte: O Autor (2024).

4.3 ANÁLISES DE VAZÃO, VELOCIDADE, PERMEABILIDADE A LÍQUIDO, VOLUME INJETADO E VOLUME POROSO INJETADO

A Figura 61(a-f) relaciona a evolução da vazão do fluido injetado (m^3/h) em função do tempo (h) durante os testes de acidificação realizados mantendo-se a pressão de injeção constante de 500 kPa, para os grupos de rochas homogênea e com fraturas. Observa-se um aumento de Q à medida em que o ensaio avança, passando de 5,00 para 6,50 ($1 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{h}$) em H-1a e de 5,25 para 7,75 ($1 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{h}$) em H-1b, após 36 h de acidificação. Analisando o mesmo tempo de ensaio, as amostras com fraturas apresentaram um aumento da vazão de 2,00 e 3,25 para 9,50 e 7,67 ($1 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{h}$) em F-1a e F-1b, respectivamente.

Figura 61 - Variação da vazão de percolação em função do tempo: (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.





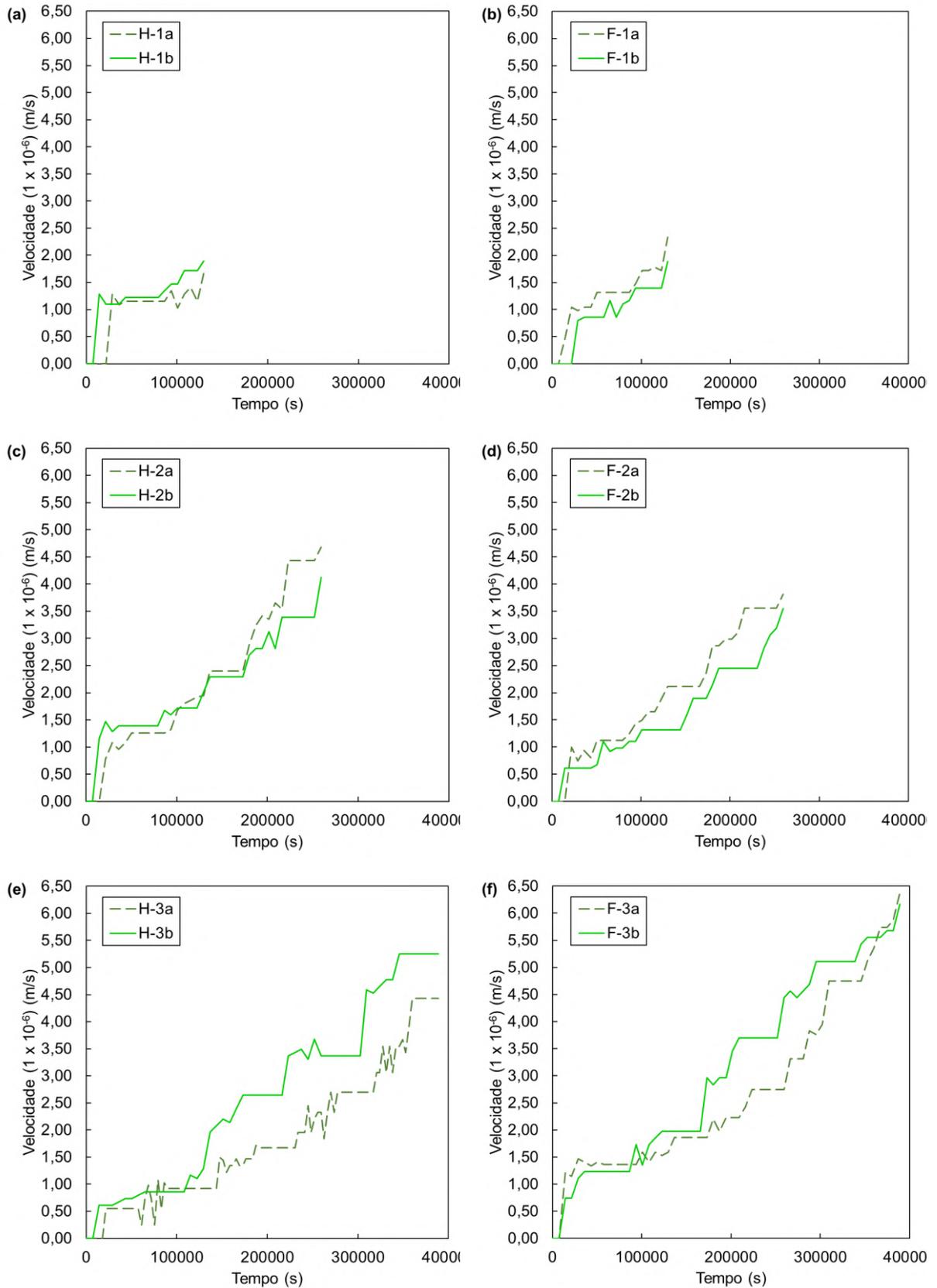
Fonte: O Autor (2024).

Após 72 h de ensaio, é possível perceber uma evolução da vazão, passando de 3,25 e 4,75 para 19,50 e 16,80 ($1 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{h}$) para H-2a e H-2b, respectivamente, e de 4,00 e 2,50 para 15,30 e 14,50 ($1 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{h}$) para F-2a e F-2b, respectivamente. Essa mesma tendência se manteve após 108 h de ensaio, passando de 2,23 e 2,50 para 18,10 e 21,40 ($1 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{h}$) para as amostras homogêneas H-3a e H-3b, respectivamente, e de 4,75 e 3,00 para 25,00 ($1 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{h}$) para F-3a e F-3b, ambas com fraturas. Os patamares observados nos gráficos indicam a manutenção de valores medidos onde determinou-se, para leituras seguidas (a cada 2 horas), o mesmo volume de efluente coletado.

Seguindo a mesma linha de análise, verificou-se-se a evolução da velocidade de percolação do fluido (m/s) em função do tempo, em segundos, cujos resultados são apresentados na Figura 62(a-f).

Analisando o tempo de 36 h, a velocidade aumenta gradativamente, passando de 1,28 e 1,29 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) para 1,66 e 1,90 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) para H-1a e H-1b, e de 0,49 e 0,80 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) para 2,34 e 1,89 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) em F-1a e F-1b, respectivamente. Após 72 h, a velocidade de percolação passa de 0,78 e 1,16 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) para 4,67 e 4,12 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) para H-2a e H-2b, respectivamente, e de 1,00 e 0,61 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) para 3,81 e 3,55 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) para F-2a e F-2b. Por fim, após o tempo de ensaio de 108 h, as velocidades de percolação variam de 0,55 e 0,61 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) para 4,43 e 5,25 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) em H-3a e H-3b, respectivamente, e de 1,21 e 0,74 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) para 6,38 e 6,17 ($1 \times 10^{-6} \text{ m/s}$) em F-3a e F-b, respectivamente.

Figura 62 - Variação da velocidade de percolação em função do tempo: (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.



Fonte: O Autor (2024).

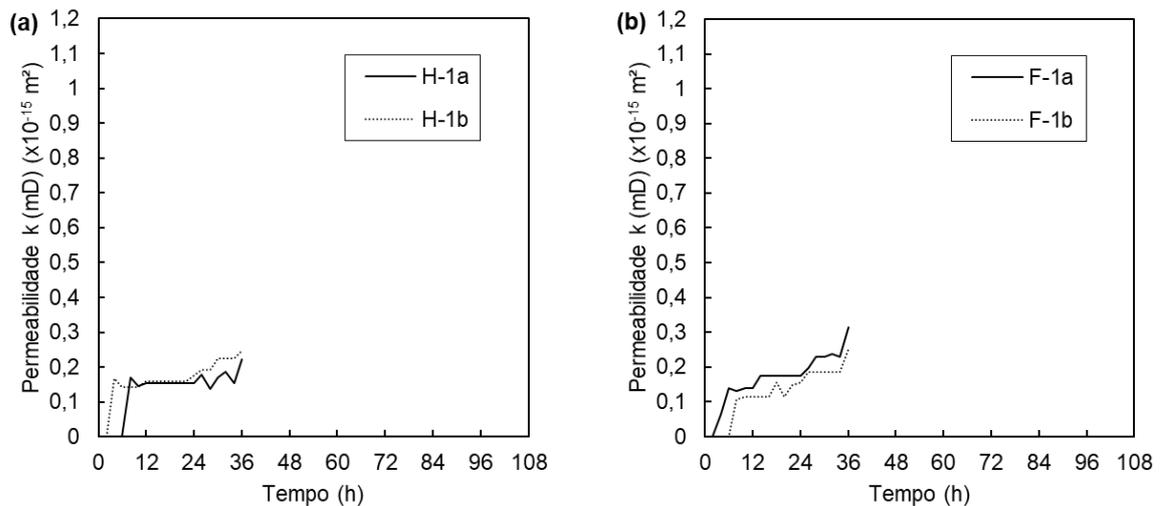
Comparando as amostras para um mesmo tempo de acidificação, nota-se valores próximos entre si para Q e conseqüentemente para a velocidade de percolação entre as amostras “a” e “b” das homogêneas e “a” e “b” das com fraturas.

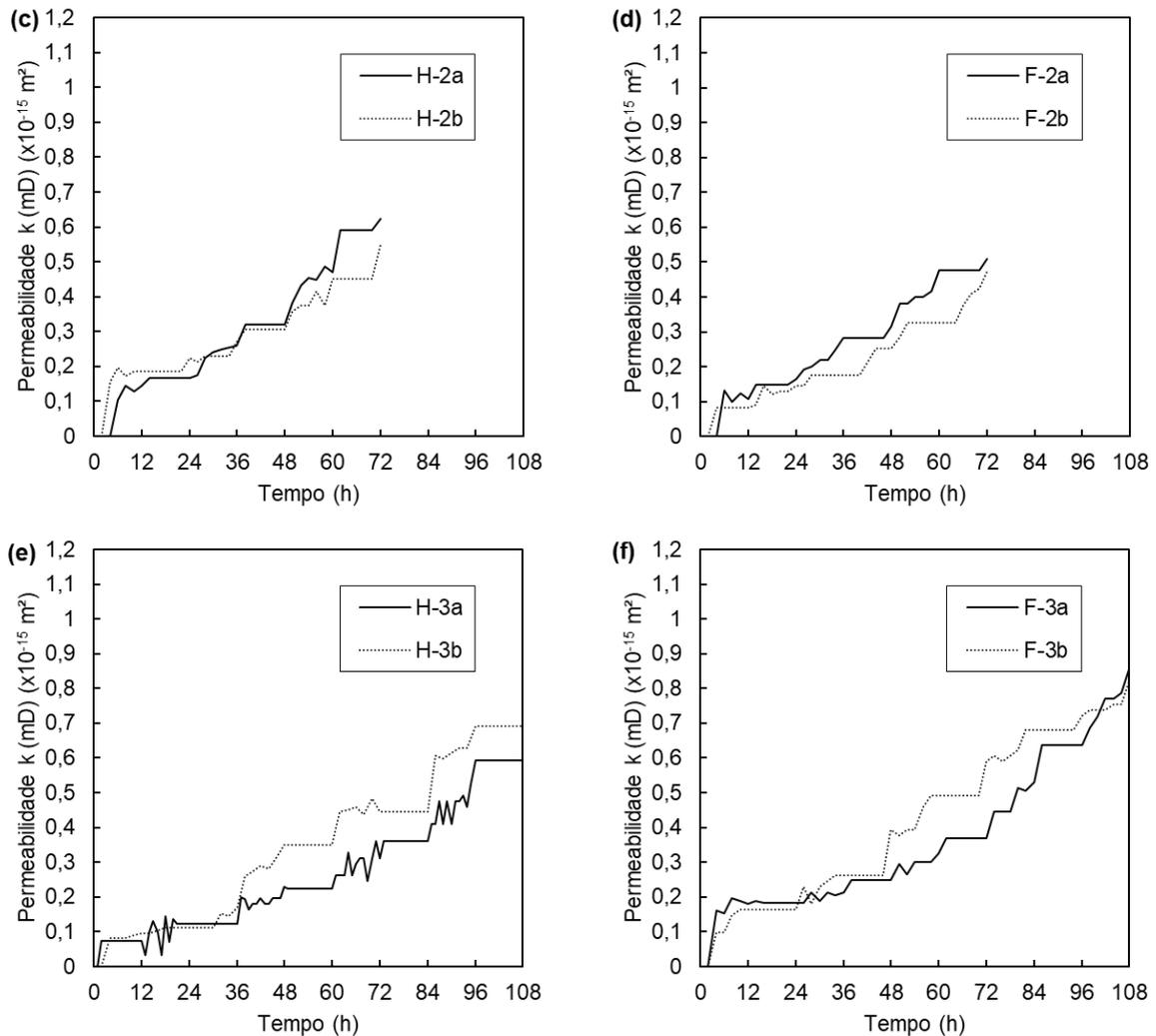
Comparando-se amostras homogêneas e com fraturas, verifica-se que para os tempos de 36 h e 108 h a vazão é maior para as amostras com fratura, indicando um aumento na porosidade do meio e sendo caminho preferencial ao longo da amostra. Esse mesmo comportamento não foi observado para o tempo de 72 h porque as condições internas de como o fluido encontra a rocha formam diferentes padrões de dissolução (*wormholes*), que se espalham e se distribuem de diferentes formas ao longo da estrutura da matriz carbonática, influenciando na velocidade de percolação da solução ácida e conseqüentemente na vazão do sistema, assim como observado por Polli (2016), Hakala *et al.* (2021). As imagens de microtomografia computadorizada apresentadas no Capítulo 5 destaca tal comportamento.

Analisando o aumento da vazão e conseqüentemente da velocidade de percolação do fluido associado ao aumento do tempo de contato ácido/fluido-rocha, observa-se que isto relaciona-se diretamente com o aumento da porosidade do sistema que, para pressão de injeção, mantida constante durante os testes, estão associados à formação de *wormholes* como caminhos preferenciais a partir da dissolução química da matriz rochosa, aumentando conseqüentemente a permeabilidade da rocha carbonática sintética (ECONOMIDES *et al.*, 2012).

Isto pode ser observado através dos gráficos da Figura 63(a-f), que relaciona a evolução com o tempo do coeficiente de permeabilidade (k) nas amostras ensaiadas.

Figura 63 - Evolução do coeficiente de permeabilidade a líquido (fluido injetado) em função do tempo: (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.





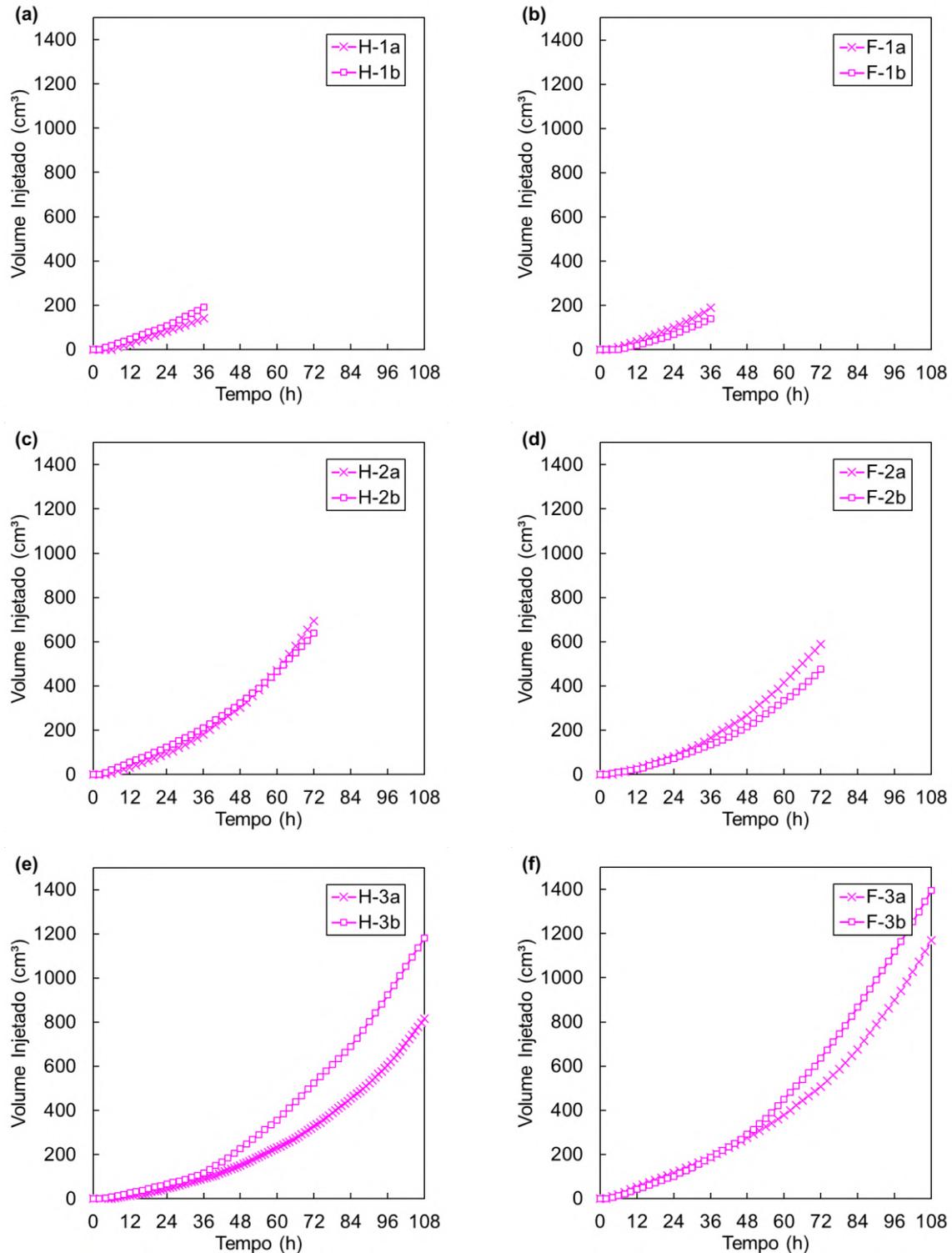
Fonte: O Autor (2024).

Para o tempo de 36 h, as amostras homogêneas apresentaram uma evolução de 0,17 mD para 0,22 mD (H-1a) e 0,25 mD (H-1b), 1,29 e 1,47 vezes maior que o inicial. Para as amostras com fraturas, a permeabilidade passou de 0,07 mD e 0,11 mD para 0,31 mD (F-1a) e 0,25 mD (F-1b), 4,43 e 2,27 vezes maior que k_i , respectivamente.

Ao analisar a acidificação após 72 h, H-2a e H-2b passaram de 0,10 mD e 0,16 mD para 0,62 mD e 0,55 mD, 6,2 e 3,44 vezes maior, respectivamente, que o valor inicial de k ; F-2a e F-2b passaram de 0,13 mD e 0,08 mD para 0,51 mD e 0,47 mD, sendo k_f iguais a $3,93k_i$ e $5,88k_i$, respectivamente. Às 108 h de acidificação, H-3a e H-3b tiveram um acréscimo de 8,43 e 8,63 vezes de k_i , passando de 0,07 mD e 0,08 mD para 0,59 mD e 0,69 mD, respectivamente; para F-3a e F-3b, tal acréscimo foi de 5,31 e 8,20 vezes, passando de 0,16 mD e 0,10 mD para 0,85 mD e 0,82 mD. Analisando ainda os valores de k_f em termos absolutos para o tempo de ensaio de 108 h, as amostras com fraturas apresentaram maiores permeabilidades. Esse acréscimo da permeabilidade com o aumento do tempo de contato ácido-rocha corrobora os resultados

observados por Melo (2012) e Oliveira (2016) que avaliaram a variação de k com o tempo em dissolução de carbonatos utilizando células de injeção de fluido ácido para avaliação da acidificação. Os gráficos da Figura 64(a-f) relacionam o volume de solução ácida injetada (VI) com os tempos de ensaios analisados.

Figura 64 - Evolução de VI com o tempo: (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.



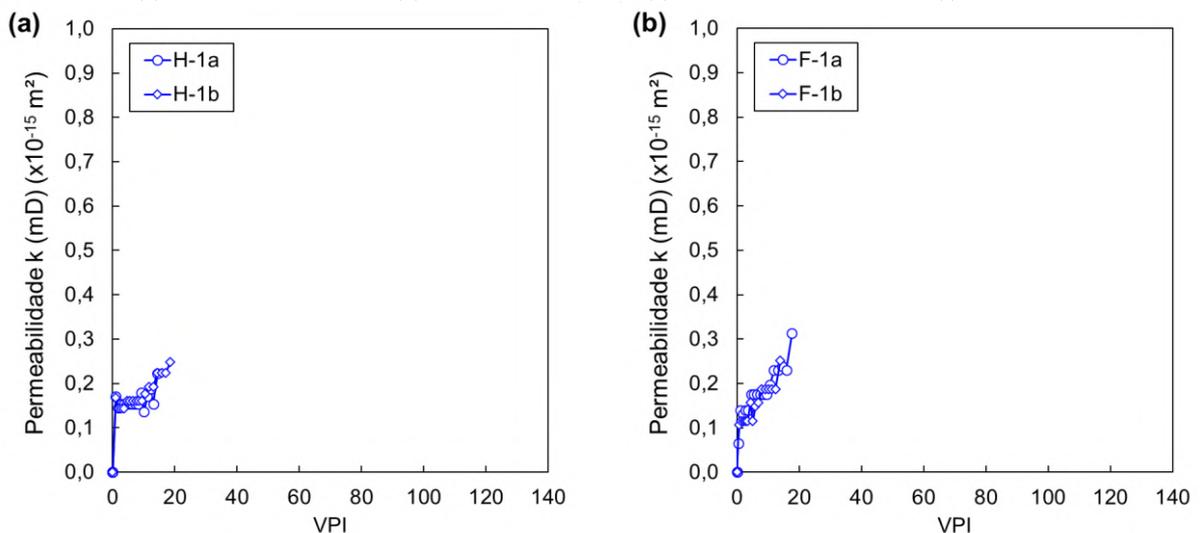
Para o tempo de 36 h, os volumes injetados foram de 143,00; 192,00; 89,02 e 141,48 cm³ para H-1a, H-1b, F-1a e F-1b, respectivamente; após 72 h, o volume injetado evoluiu para 694,75 cm³ (H-2a), 638,87 cm³ (H-2b), 590,20 cm³ (F-2a) e 476,04 cm³ (F-2b); para o tempo de 108 h, os volumes injetados foram de 886,80 e 1180,22 cm³ para as amostras H-3a e H-3b, respectivamente, e de 1168,02 e 1395,01 cm³ para as amostras F-3a e F-3b.

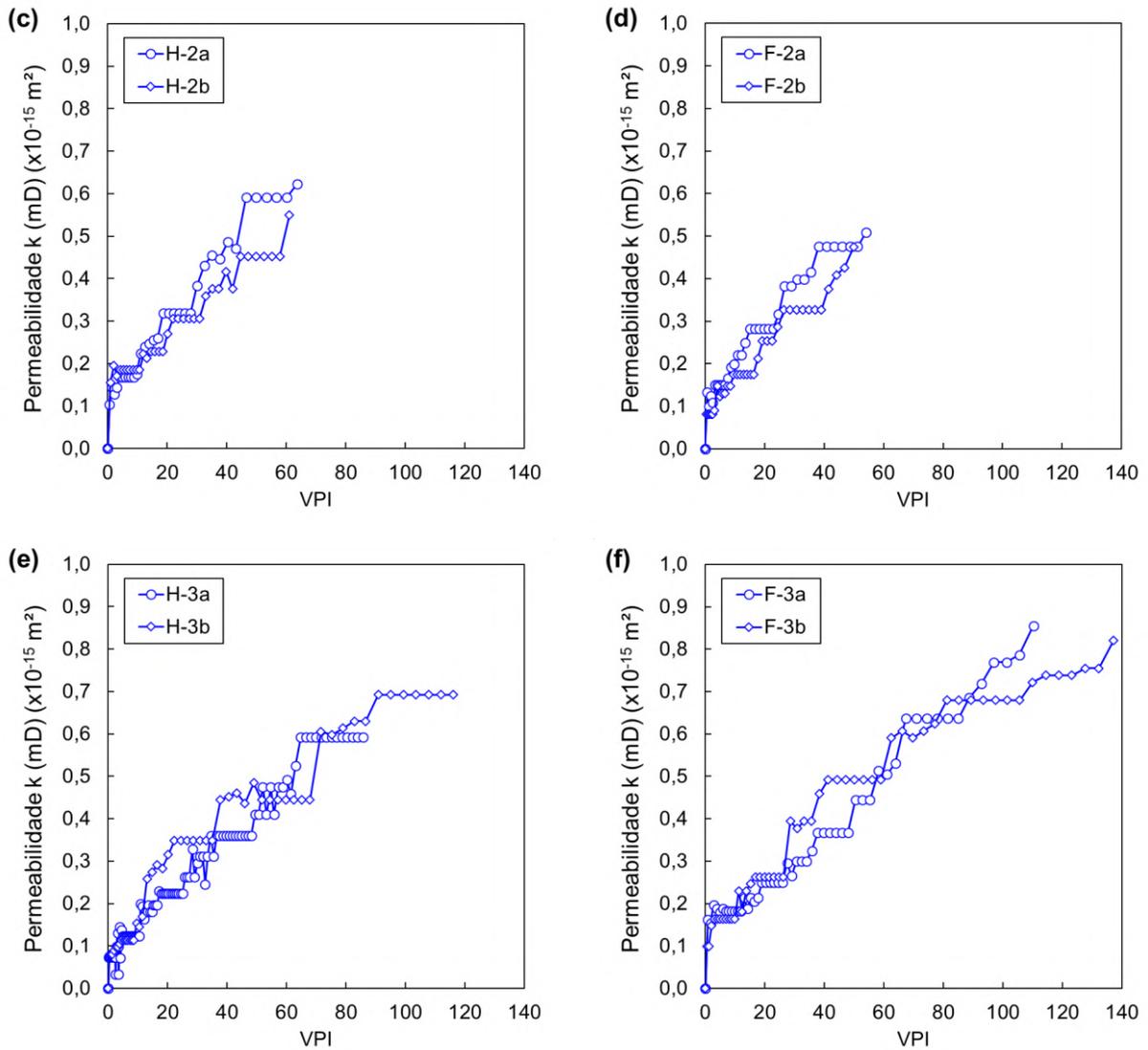
Embora haja o acréscimo da permeabilidade, os sistemas de estimulação utilizando o ácido acético requerem um tempo de contato maior que o necessário do que quando se aplica ácidos fortes, como o HCl (Harris, 1961; Buijse *et al.*, 2003), e conseqüentemente, maiores volumes de solução injetada são necessários para promover a dissolução química da matriz carbonática, passando lentamente ao longo de sua estrutura, elevando o tempo de contato necessário para que haja a dissolução, sendo influenciado também, pela taxa de injeção (vazão) empregada no sistema.

No entanto, pontos positivos como aumento da profundidade de penetração dos *wormholes*, maior ramificação e baixa corrosividade ao aplicar o ácido acético justificam a utilização do ácido nos processos dissolutivos (AKANNI E NASR-EL-DIN, 2016).

Relacionando o volume de solução ácida injetada com o volume poroso inicial da amostra (que é utilizado como parâmetro de avaliação), obtêm-se os valores de volume poroso injetado (VPI), cuja evolução é apresentada juntamente com a evolução do coeficiente de permeabilidade k , na Figura 65(a-f).

Figura 65 - Evolução da permeabilidade com o volume poroso injetado (VPI): (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.





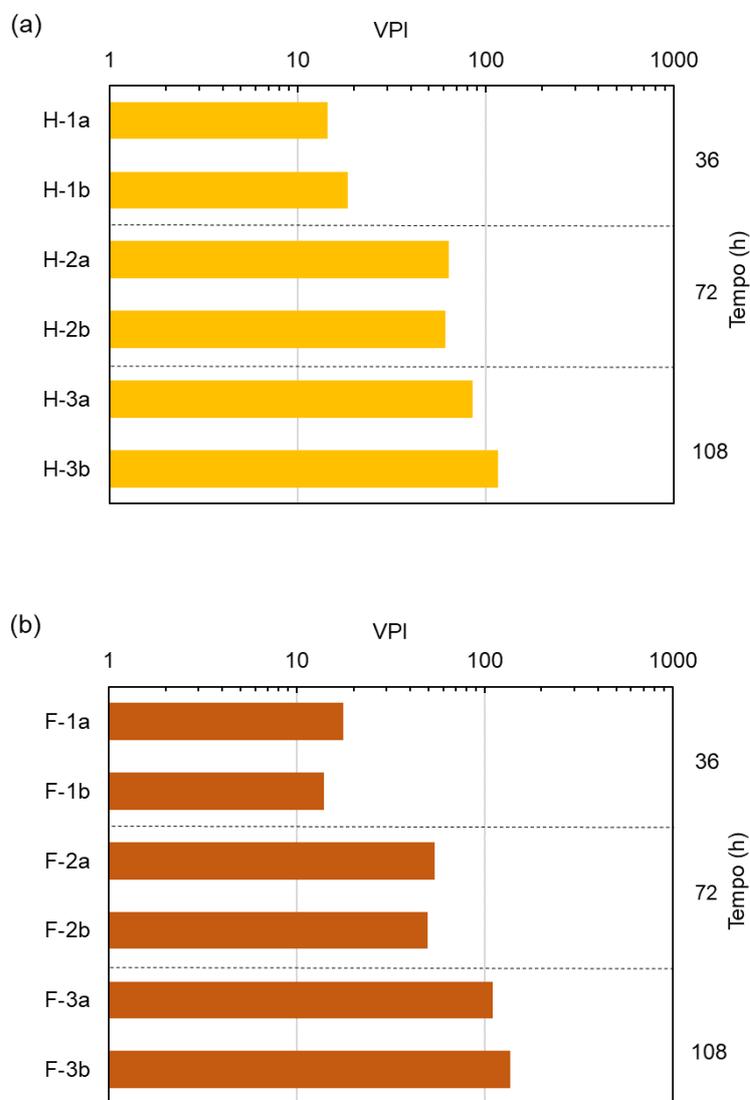
Fonte: O Autor (2024).

Para o tempo de 36 h, os valores de VPI apresentam-se abaixo de 20, sendo de 14,41 e 18,57 para H-1a e H-1b, e de 17,63 e 13,89 para as amostras F-1a e F-1b; isto indica que seja necessário a injeção deste volume poroso de solução ácida para que a permeabilidade k_f aumente 1,29, 1,47 4,43 e 2,27 vezes o seu valor inicial para as respectivas amostras.

Para o tempo de 72 h, os valores de VPI apresentam-se entre 63,60 e 61,02 para H-2a e H-2b, respectivamente, e de 54,08 e 49,89 para F-2a e F-2b, respectivamente; promovendo um aumento de permeabilidade ao fluido de 6,20 e 3,44 vezes nas amostras homogêneas (H-2a e H-2b), e um aumento de 3,93 e 5,88 vezes para as amostras com fraturas (F-2a e F-2b). Ao analisar o tempo de ensaio de 108 h, foram observados volumes porosos injetados de 85,69 e 116,22 para H-3a e H-3b, respectivamente, e de 110,31 e 137,12 para F-3a e F-3b, aumentando-se a permeabilidade inicial em 8,43 e 8,63 vezes nas amostras homogêneas e 5,31 e 8,20 vezes nas amostras com fraturas.

O aumento gradativo de VPI com o tempo observado tanto para amostras homogêneas (Figura 66(a)) quanto para amostras com fraturas (Figura 66(b)) reflete o aumento dos poros da rocha carbonática sintética provocado pela dissolução, sendo necessário um volume de solução ácida cada vez maior para preencher internamente os espaços vazios do meio, de modo que os poros maiores passam a receber um quantitativo de fluido em proporções cada vez maiores (ECONOMIDES *et al.*, 2012), fenômeno associado à formação dos caminhos preferenciais de alta permeabilidade (*wormholes*).

Figura 66 - Variação de VPI em função do tempo para (a) amostras homogêneas e (b) amostras com fraturas.

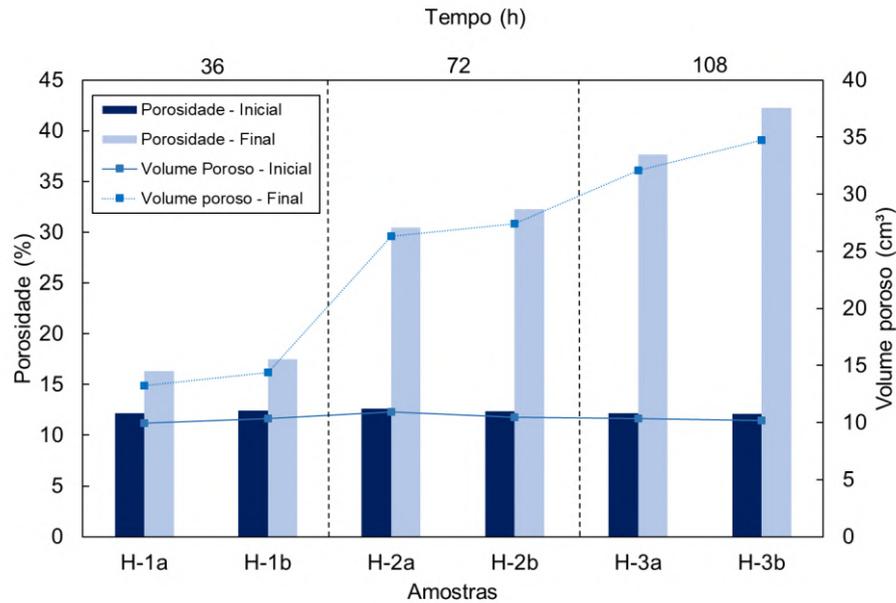


Fonte: O Autor (2024).

4.4 AVALIAÇÃO DA POROSIDADE E PERMEABILIDADE A GÁS

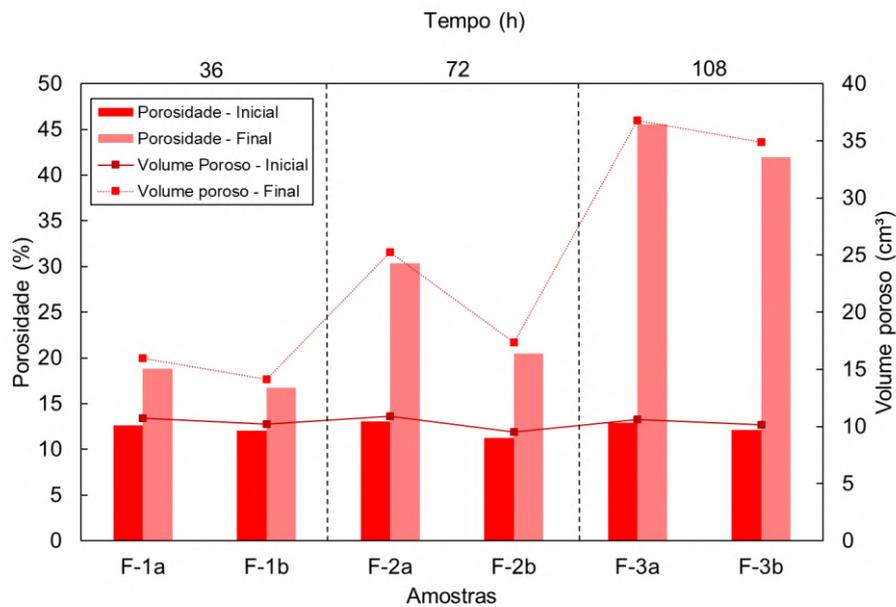
O gráfico da Figura 67 e gráfico da Figura 68 relacionam a porosidade inicial e final e volume poroso inicial e final das amostras acidificadas homogêneas e com fraturas, respectivamente, obtidas por porosimetria a gás hélio.

Figura 67 - Variação de porosidade e volume poroso para as amostras acidificadas ao longo do tempo – amostras homogêneas.



Fonte: O Autor (2024).

Figura 68 - Variação de porosidade e volume poroso para as amostras acidificadas ao longo do tempo – amostras com fraturas.



Fonte: O Autor (2024).

Considerando o efeito da acidificação nas amostras homogêneas (Figura 67), observa-se um aumento da porosidade com o aumento do tempo de ensaio: analisando o tempo de 36 h, a porosidade aumenta de 12,20% e 12,42% para 16,31% (H-1a) e 17,46% (H-1b); às 72 h, essa variação é maior, passando de 12,61% e 12,33% para 30,47% (H-2a) e 30,27% (H-2b) e; ao analisar o tempo de 108 h, essa variação aumenta, passando de 12,14% e 12,10% para 37,64% (H-3a) e 42,29% (H-3b). Ao avaliar o efeito da acidificação nas amostras com fraturas (Figura 68), observa-se o mesmo aumento da porosidade com a evolução do tempo de ensaio: analisando o tempo de 36 h, a porosidade de aumenta de 12,64% e 12,03% para 18,83% (F-1a) e 16,70% (F-1b); às 72 h, essa variação é maior, passando de 13,05% e 11,24% para 30,36% (F-2a) e 20,47% (F-2b) e; ao analisar o tempo de 108 h, essa variação cresce, passando de 12,93% e 12,11% para 45,52% (F-3a) e 41,96% (F-3b).

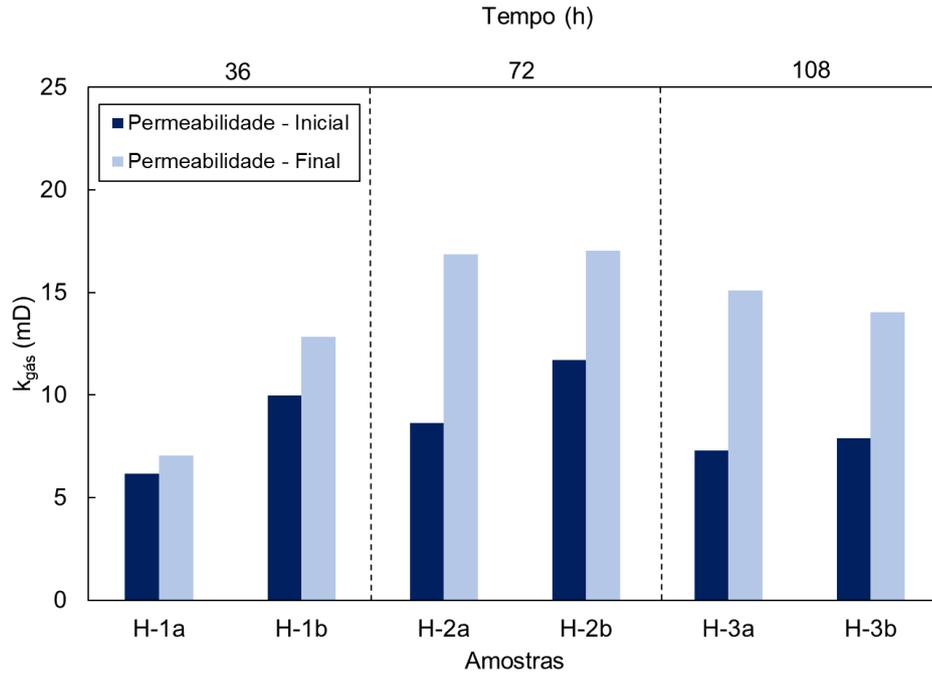
Em relação às porosidades iniciais das amostras homogêneas e com fraturas, observa-se uma manutenção da porosidade e volume poroso verificada pela proximidade dos valores apresentados com ϕ_i predominantemente na faixa de 12%. Isto evidencia a efetividade da metodologia de fabricação das rochas carbonáticas sintéticas, que produz amostras com uma mesma faixa de valores para uma determinada propriedade, desejável ao se aplicar a técnica de fabricação de rochas sintéticas.

Comparando ainda os valores iniciais desta propriedade petrofísica para as rochas homogêneas e com fraturas, não é possível notar uma diferença entre a porosidade das amostras considerando a presença das tiras de geotêxtil não-tecido que representam as fraturas, visto que, a metodologia de porosimetria a gás hélio, utilizada para a quantificação destes valores, obtém um valor total para o volume poroso, não sendo possível diferenciar o volume poroso por seção da estrutura da rocha; além disso, as fitas inseridas possuem dimensões reduzidas e, ao serem compactadas durante o processo de fabricação das rochas, unem-se ao material da matriz rochosa, sendo necessário metodologias mais precisas para avaliação local desta porosidade, identificando assim os espaços vazios (volume poroso) remanescentes mesmo após a consolidação destas.

Avaliando efeito da acidificação na permeabilidade a gás das amostras homogêneas (Figura 69), observa-se um aumento deste parâmetro com a evolução temporal: analisando o tempo de 36 h, a $k_{gás}$ aumenta de 6,16 mD e 9,99 mD para 7,04 mD (H-1a) e 12,85 mD (H-1b); às 72 h, essa variação é maior, passando de 8,62 mD e 11,72 mD para 16,86 mD (H-2a) e 17,05 mD (H-2b) e; ao analisar o tempo de 108 h, essa variação aumenta, passando de 7,30 mD e 7,90 mD para 15,08 mD (H-3a) e 14,02 mD (H-3b).

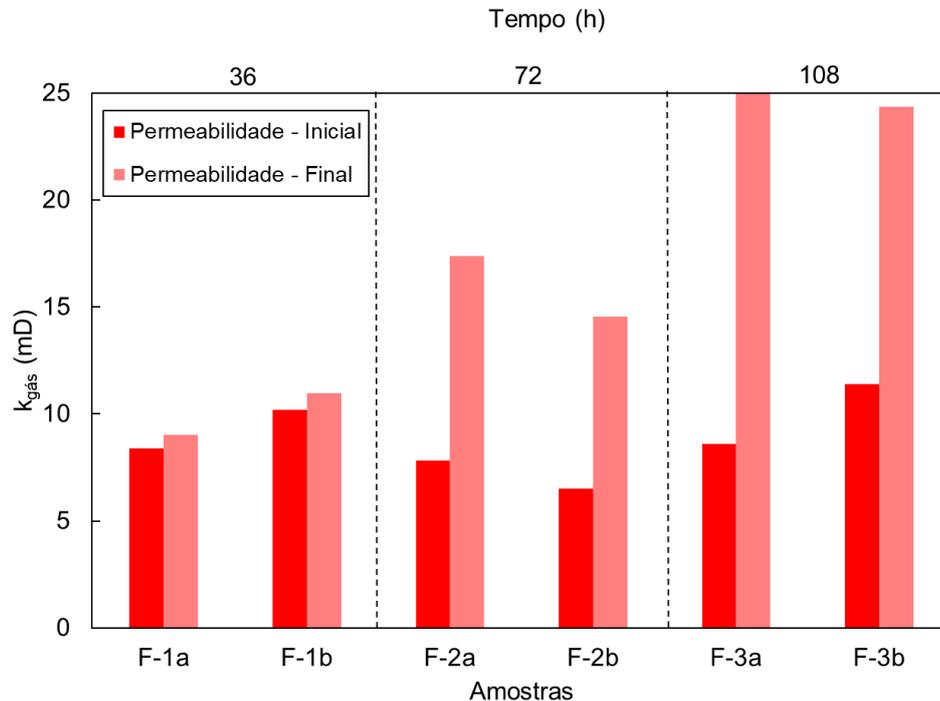
Ao avaliar a mudança de permeabilidade a gás nas amostras com fraturas (Figura 70), analisando o tempo de 36 h, a $k_{gás}$ de aumenta de 8,38 mD e 10,18 mD para 9,03 mD (F-1a) e 10,97 mD (F-1b); às 72 h, essa variação aumenta, passando de 7,80 mD e 6,52 mD para 17,39 mD (F-2a) e 14,54 mD (F-2b) e; ao analisar o tempo de 108 h, essa variação cresce, passando de 8,58 mD e 11,40 mD para 24,95 mD (F-3a) e 24,35 mD (F-3b).

Figura 69 - Variação da permeabilidade a gás para amostras acidificadas ao longo do tempo – homogêneas.



Fonte: O Autor (2024).

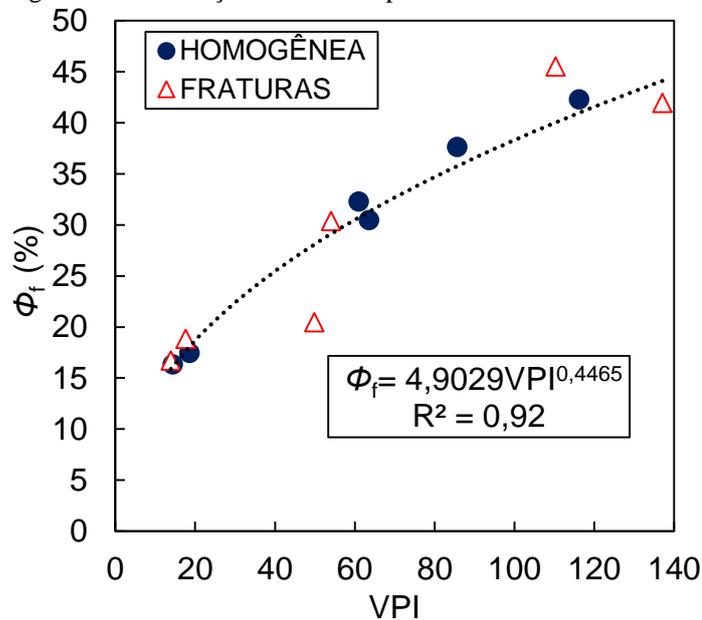
Figura 70 - Variação da permeabilidade a gás para amostras acidificadas ao longo do tempo – com fraturas.



Fonte: O Autor (2024).

Considerando as porosidades finais com o volume poroso injetado (VPI) calculado (Figura 71), estas apresentam-se próximas para o mesmo tempo de ensaio adotados, de modo que a evolução temporal está associada ao aumento de tempo de contato fluido/ácido-rocha e conseqüentemente ao aumento do volume poroso injetado (VPI) de ácido acético, promovendo sua dissolução (KHALIL *et al.*, 2021; FURUI *et al.*, 2022). Sendo Φ_f dependente do volume de solução ácida injetada, pode-se descrever uma tendência de potência com R^2 igual à 0,92, em que, quanto maior o VPI, maior é a porosidade final das rochas carbonáticas sintéticas, descrevendo um aumento potencial.

Figura 71 - Correlação entre VPI e porosidade final das amostras.

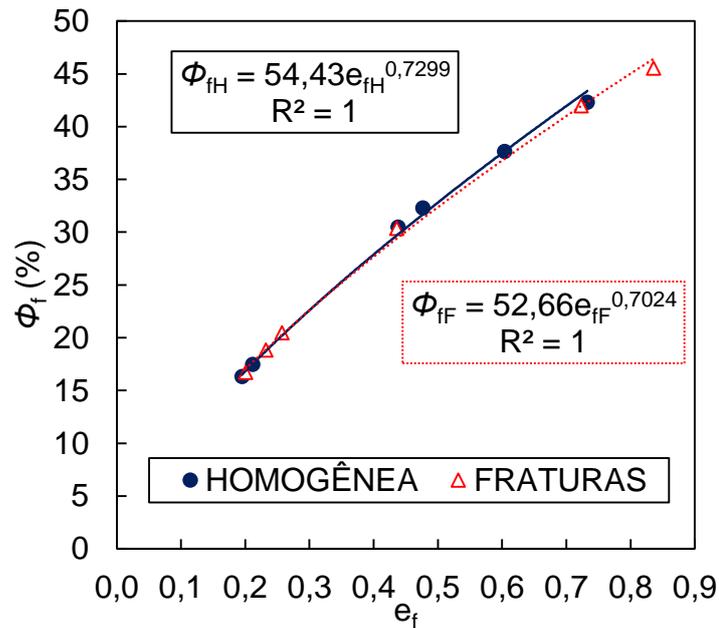


Fonte: O Autor (2024).

Uma correlação em tendência de potência (com $R^2 = 1$ para amostras homogêneas e com fraturas) também pode ser descrita ao relacionar a porosidade final com o índice de vazios final (e_f) (Figura 72), que considera a razão entre o volume poroso com o volume de sólidos presente nas amostras.

Com a evolução temporal, que causa o aumento da porosidade da matriz rochosa, aumenta-se conseqüentemente o índice de vazios do sistema, o qual, ao mesmo tempo em que se aumenta o denominador (volume poroso), reduz-se o volume de sólidos das amostras, fazendo com que esta propriedade física evolua com a evolução da porosidade.

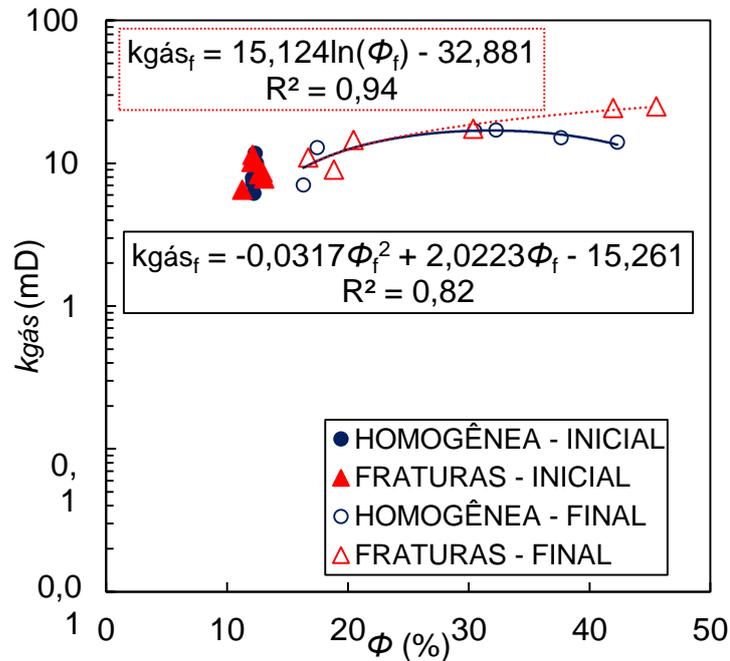
Figura 72 - Correlação entre índice de vazios final e porosidade final das amostras.



Fonte: O Autor (2024).

A Figura 73 correlaciona a porosidade a gás hélio com a permeabilidade a gás nitrogênio ($k_{gás}$) obtidos antes e após os testes de acidificação de matriz.

Figura 73 - Correlação entre porosidade e permeabilidade a gás das amostras.



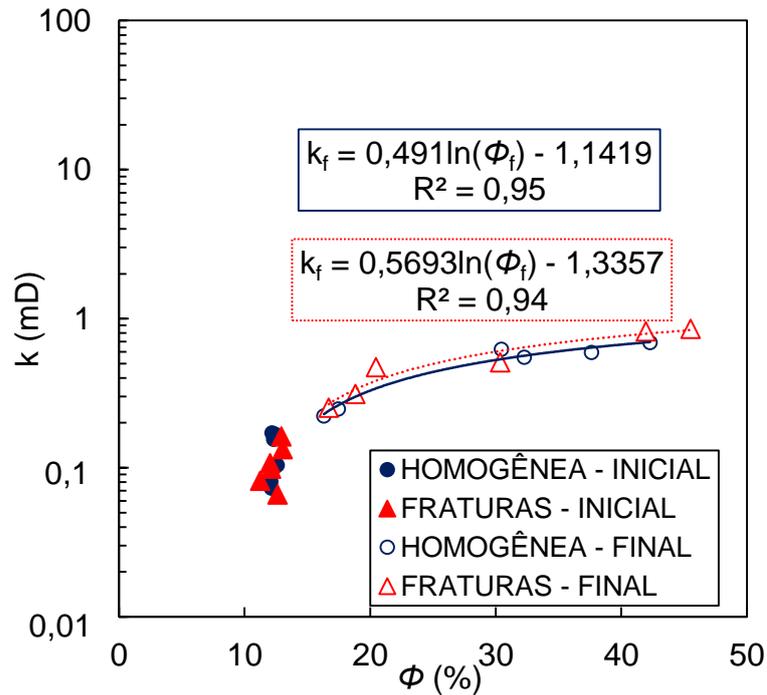
Fonte: O Autor (2024).

Observa-se que, antes do ensaio, os valores de porosidade e permeabilidade são muito próximos, evidenciado pela sobreposição dos pontos (cheios) indicada pelo gráfico; com a evolução temporal, essa correlação pode ser descrita em tendência polinomial para amostras

homogêneas ($R^2 = 0,82$), não apresentando uma boa correlação, e em tendência logarítmica para amostras com fraturas ($R^2 = 0,94$).

Uma mesma análise pode ser realizada, agora correlacionando a porosidade obtida via porosimetria a gás hélio com a permeabilidade ao fluido injetado (k) no início e no final dos testes de acidificação (Figura 74). Nesta correlação, tanto as amostras homogêneas quanto as com fraturas apresentam um acréscimo da permeabilidade com o aumento da porosidade descritas em tendência logarítmica (R^2 iguais a 0,95 e 0,94, respectivamente).

Figura 74 - Correlação entre porosidade e permeabilidade ao fluido injetado das amostras.



Fonte: O Autor (2024).

Com a passagem do ácido na rocha, os poros vão se tornando cada vez maiores e mais interconectados, criando canais de alta permeabilidade (*wormholes*) (FREDD E FOGLER, 1999; BUIJSE, 2000; YOO *et al.*, 2019; WANG *et al.*, 2020; RODRIGUES *et al.*, 2021; WANG *et al.*, 2023), cuja ideia central da técnica de estimulação é a formação destes canais, que conduzem os hidrocarbonetos do reservatório até o poço (JAFARPOUR *et al.*, 2021).

Entretanto, outros fatores podem influenciar nesta permeabilidade, que não só dependem do volume de poros formado pela estimulação, o que pode justificar a correlação apresentada entre a porosidade final e a permeabilidade a gás nitrogênio final para as amostras homogêneas, como a interconectividade existente entre os poros e as discontinuidades do sistema (WANG, W *et al.*, 2017); análises mais detalhadas acerca da permeabilidade são

sugeridas por Buiting e Clerke (2013) acerca de informações sobre a escala de poros, como distribuição de tamanho de poros (PSD) e a geometria de poros.

4.5 AVALIAÇÃO DA MASSA DISSOLVIDA

A Tabela 12 apresenta a massa inicial (m_i) e final (m_f), variação de massa ($m_i - m_f$), massa específica dos grãos inicial (γ_{gi}) e final (γ_{gf}) e índice de massa dissolvida (IMD) das rochas carbonáticas sintéticas utilizadas nos ensaios de acidificação de matriz.

Tabela 12 - Índice de massa dissolvida (IMD) das amostras acidificadas.

grupo	tempo (h)	amostra	m_i (g)	m_f (g)	$m_i - m_f$ (g)	γ_{gi} (g/cm ³)	γ_{gf} (g/cm ³)	IMD (%)
HOMOGÊNEA	36	H-1a	173,43	162,40	11,03	2,43	2,39	6,36
		H-1b	176,28	162,53	13,75	2,42	2,39	7,80
	72	H-2a	183,89	137,00	46,89	2,43	2,28	25,50
		H-2b	179,72	134,21	45,51	2,42	2,34	25,32
	108	H-3a	180,95	118,90	62,05	2,42	2,24	34,29
		H-3b	178,15	98,25	79,90	2,42	2,07	44,85
FRATURAS	36	F-1a	179,63	166,14	13,49	2,42	2,41	7,51
		F-1b	179,86	169,08	10,78	2,42	2,40	5,99
	72	F-2a	175,84	133,68	42,16	2,42	2,31	23,98
		F-2b	182,12	153,30	28,82	2,42	2,27	15,82
	108	F-3a	173,06	99,45	73,61	2,43	2,26	42,53
		F-3b	179,51	97,49	82,02	2,43	2,02	45,69

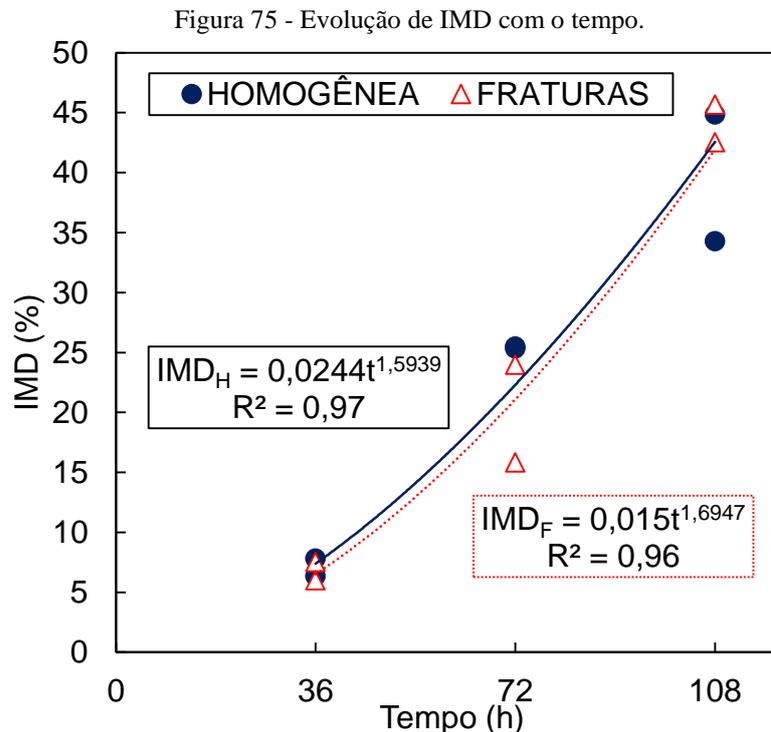
Fonte: O Autor (2024).

Considerando os valores iniciais de γ_{gi} iguais à 2,42 – 2,43 g/cm³, a massa específica pouco varia para 36 h de ensaio, apresentando uma redução máxima para 2,39 g/cm³ para as amostras homogêneas H-1a e H-1b, já que pouca massa foi dissolvida nesse estágio de tempo (11,03 g e 13,75 g, respectivamente); aumentando-se o tempo para 72 h, essa diferença cresce, atingindo uma redução máxima de 2,28 g/cm³ e 2,34 g/cm³ para H-2a e H-2b, respectivamente. Para o tempo de 108 h, o ataque ácido reduz γ_g para 2,24 g/cm³ (H-3a) e 2,07 g/cm³ (H-3b).

A redução de γ_g também é observada para amostras com fraturas, sendo próxima para o tempo de 36 h (de 2,42 g/cm³ para 2,41 g/cm³ e 2,40 g/cm³ em F-1a e F-1b, respectivamente) aumentando em 72 h, com valor final de 2,31 g/cm³ e 2,27 g/cm³ em F-2a e F-2b. Já ao analisar

o tempo de 108 h, a massa específica dos grãos reduz-se de forma mais expressiva na amostra F-3b, em que 82,02 g de sua massa inicial foi dissolvida durante o ensaio, com γ_{gf} igual a 2,02 g/cm³.

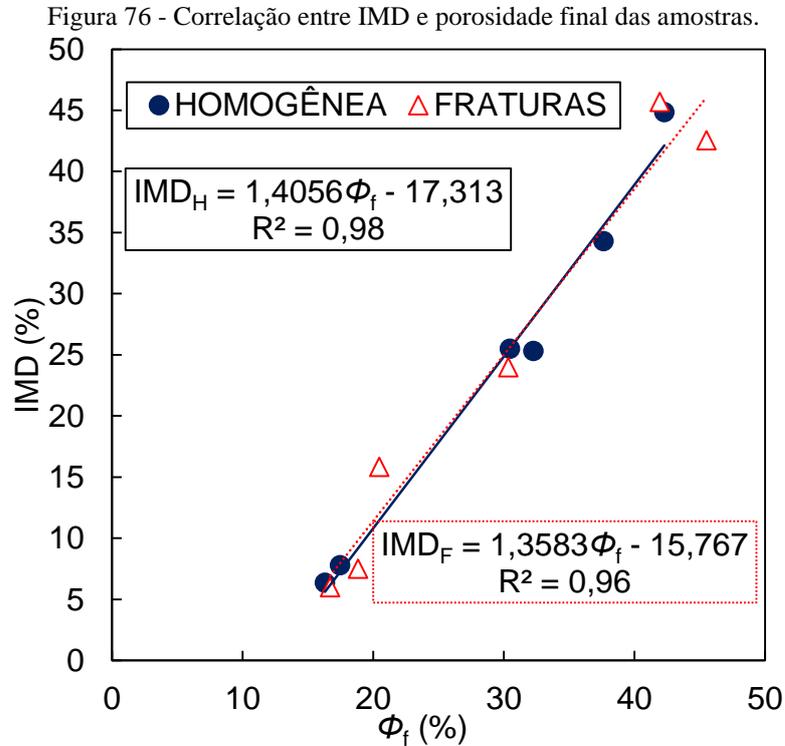
O índice de massa dissolvida (IMD) apresenta-se entre 6,36% e 7,80% para H-1a e H-1b, e de 7,51% e 5,99% para F-1a e F-1b, respectivamente, após 36 h de ensaio. Para o tempo de 72 h, o IMD aumenta para 25,50% e 25,32% para H-2a e H-2b, e para 23,98% e 15,82% em F-2a e F-2b, respectivamente. A massa dissolvida aumenta de forma expressiva após 108 h de ensaio, apresentando valores de 34,29% e 44,85% para H-3a e H-3b, e de 42,53% e 45,69% para F-3a e F-3b. Analisando os valores de massa específica dos grãos final, observa-se uma dependência da redução da massa específica dos grãos com o tempo relacionada diretamente com a perda de massa do sistema, já que, quanto maior o tempo de ensaio, mais grãos das rochas carbonáticas sintéticas são dissolvidos. Essa correlação entre a massa dissolvida com o avanço do tempo de acidificação (Figura 75) pode ser associada a uma tendência de potência com R² iguais a 0,97 e 0,96 para amostras homogêneas e com fraturas, respectivamente.



Fonte: O Autor (2024).

Observa-se que a porosidade final está diretamente ligada ao quanto de matriz rochosa foi dissolvida ao longo do ensaio, crescendo com o aumento de IMD a uma tendência linear (Figura 76) (R² iguais a 0,98 e 0,96 para amostras homogêneas e com fraturas,

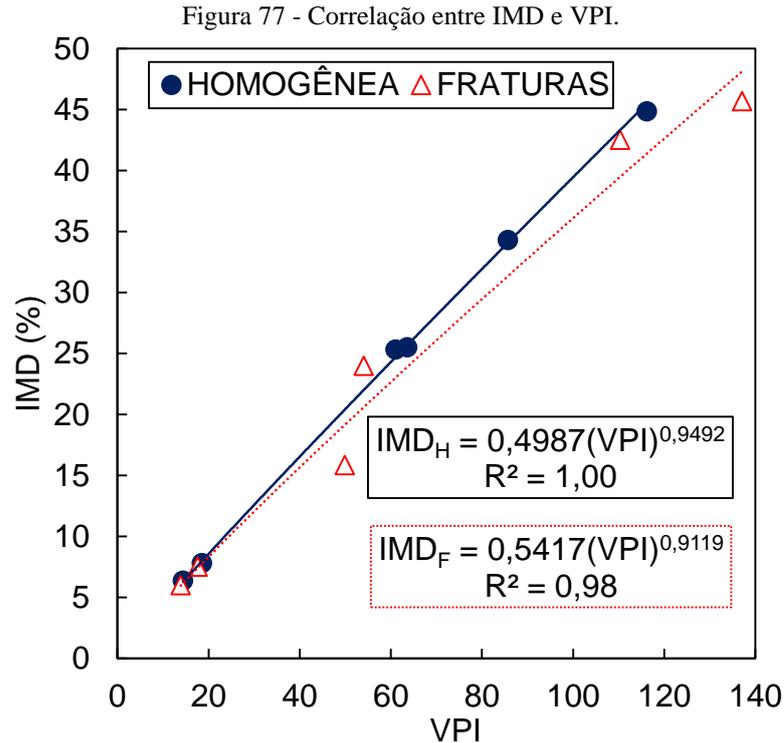
respectivamente), de modo que, quando mais massa dissolvida, menor é massa de matriz rochosa, passando a ser ocupado pelo volume de vazios formados pelos *wormholes* na parte interna da rocha.



Fonte: O Autor (2024).

Isto fica evidente para a amostra F-2b que, mesmo acidificada durante 72 h, esta apresentou um IMD de 15,82%, inferior aos valores apresentados pelas rochas que foram ensaiadas para o mesmo intervalo de tempo; isso pode ser explicado pela dificuldade que a solução de ácido acético encontrou ao penetrar em seu interior, relacionado à permeabilidade inicial, à interconectividade de poros, pelo seu volume poroso inicial ser pouco menor que os observados nas demais amostras e pela influência das fraturas presentes, as quais podem ter desviado e concentrado o escoamento de fluido para seu interior, impedindo o avanço dos *wormholes* e consequentemente o contato da solução com a matriz rochosa.

Uma correlação com tendência de potência também pode ser estabelecida entre o índice de massa dissolvida com o volume poroso injetado (Figura 77), apresentando R^2 iguais a 1,00 e 0,98 para amostras homogêneas e com fraturas, respectivamente. Quanto maior o volume poroso de solução injetada, maior é a taxa de matriz rochosa que é dissolvida de sua estrutura.



Fonte: O Autor (2024).

Sendo VPI a razão entre o volume de solução injetada e o volume poroso inicial das amostras, ao passo que a matriz carbonática é dissolvida, maior o volume de solução necessária para o preenchimento de seus vazios, que crescem pelo fato de os grãos estarem sendo dissolvidos e gerando cada vez mais espaços vazios maiores e interconectados, aumentando assim os valores de VPI. Esta correlação corrobora o que foi observado para a amostra F-2b ao relacionar a porosidade final com o IMD, a qual apresenta um VPI menor dentre as amostras acidificadas durante 72 h, associando-se aos fatores já citados.

A taxa de reação química de dissolução além da disponibilidade iônica de H^+ presente na solução, que é mais reduzida em se tratando de ácido acético (JORA *et al.*, 2021), governam a evolução do processo de dissolução da calcita, sendo representada por quanto de massa do mineral foi perdida ao longo da acidificação (SOUZA, 2023); entretanto, deve-se ressaltar que a liberação de CO_2 como produto da reação química entre o carbonato e o ácido acético pode impedir a total reação da rocha com a solução (CHATELAIN *et al.*, 1976; ALHAMAD *et al.*, 2020), o que pode justificar o lento processo dissolutivo observado.

4.6 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA/MINERALÓGICA DO FLUIDO EFLUENTE PÓS-ACIDIFICAÇÃO

A Tabela 13 resume os valores iniciais e finais do pH do efluente percolado durante os ensaios. Os gráficos da Figura 78(a-f) apresentam a evolução temporal do pH do efluente

coletado durante os testes de acidificação, tomando como valor inicial o pH da solução de ácido acético de 2,20 (25°C).

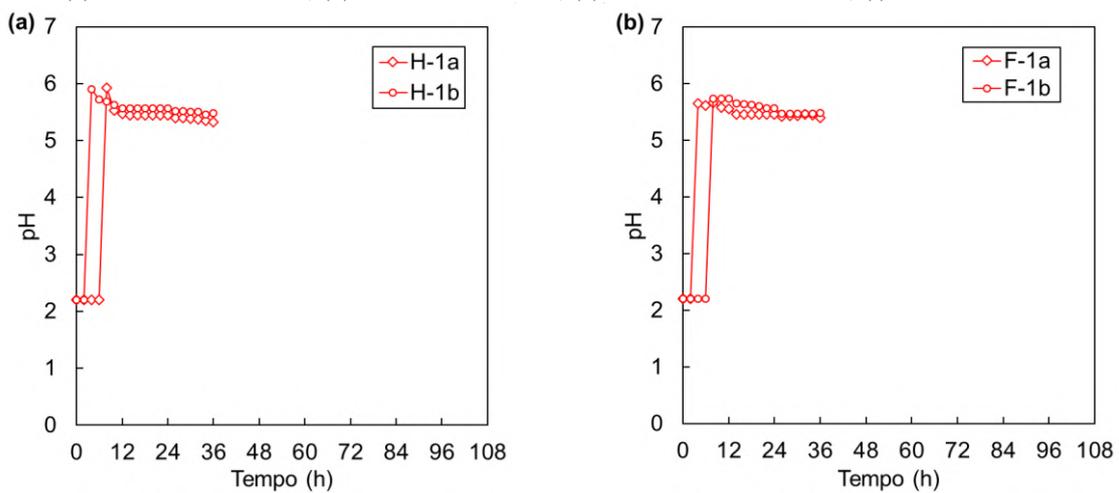
Tabela 13 - Valores de pH inicial e final do efluente durante os testes de acidificação.

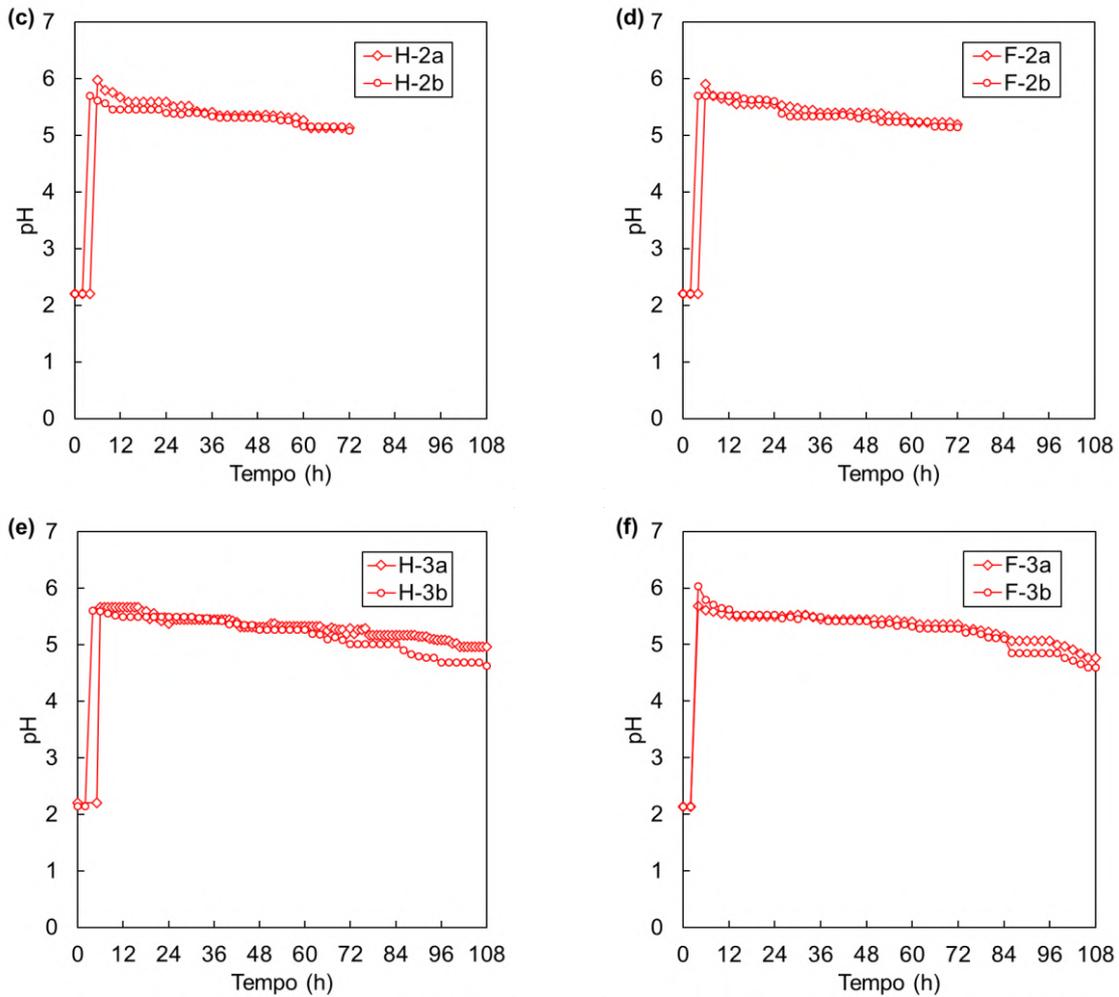
grupo	Tempo (h)	amostra	pH Solução	pH _i	pH _f
HOMOGÊNEA	36	H-1a	2,20*	5,93	5,33
		H-1b		5,90	5,48
	72	H-2a		5,97	5,13
		H-2b		5,70	5,08
	108	H-3a		5,67	4,96
		H-3b		5,60	4,63
FRATURAS	36	F-1a	2,20*	5,65	5,40
		F-1b		5,74	5,48
	72	F-2a		5,90	5,19
		F-2b		5,70	5,14
	108	F-3a		5,68	4,76
		F-3b		6,03	4,60

*(pH a 25°C).

Fonte: O Autor (2024).

Figura 78 - Variação do pH ao longo dos testes de acidificação: (a) H-1a e H-1b – 36 h; (b) F-1a e F-1b – 36 h; (c) H-2a e H-2b – 72 h; (d) F-2a e F-2b – 72 h; (e) H-3a e H-3b – 108 h e; (f) F-3a e F-3b – 108 h.





Fonte: O Autor (2024).

Para o tempo de 36 h, os pHs variaram de 5,93 para 5,33 (H-1a), 5,90 para 5,48 (H-1b), 5,65 para 5,40 (F-1a) e de 5,74 para 5,48 (F-1b) entre a primeira e a última medição do do pH do efluente. Em 72 h, as variações foram de 5,97 para 5,13 (H-2a), de 5,70 para 5,08 (H-2b), de 5,90 para 5,19 (F-2a) e de 5,70 para 5,14 (F-2b). Ao analisar o tempo de ensaio de 108 h, as variações foram de 5,67 para 4,96 (H-3a), de 5,60 para 4,63 (H-3b), de 5,68 para 4,76 (F-3a) e de 6,03 para 4,60 (F-3b).

Percebeu-se que, ao entrar em contato com a rocha, a partir do primeiro volume mensurado, o pH do efluente aumentou de 2,20 para valores próximos a 6,0, tornando-o menos ácido que a solução original, o que afirma a solubilidade do mineral carbonato de cálcio (CaCO_3) presente na matriz rochosa sintética, pois, ao reagir com o cálcio, o hidrogênio em excesso diminui a concentração inicial dos íons hidrogênio (H^+), fato também observado por Souza (2023).

Com a evolução do tempo, esse pH torna-se ligeiramente mais ácido em comparação ao pH do efluente medido inicialmente, indicando uma diminuição do consumo de íons H^+ , pois

ao passo em que ocorre a dissolução do carbonato de cálcio, a passagem do fluido ácido tende a se concentrar nos canais já formados (dissolvidos), que se tornam preferenciais devido à sua maior permeabilidade, apresentando maior facilidade de atravessar o meio poroso em regiões que já foram solubilizadas pelo ácido acético. Esse efeito se evidencia mais com o tempo maior de ensaio, no caso o de 108 h, onde observa-se que o pH vai se tornando ligeiramente mais ácido.

Como o critério de análise e de parada dos testes de acidificação deste estudo foi o tempo, os valores finais de pH são diferentes do valor inicial da solução ácida; além disso, observando-se a diferença entre a medida inicial e final do pH do efluente, estas não são altas, se relacionados aos tempos de ensaio adotados para a dissolução.

Isto corrobora os estudos apresentados por Buijse *et al.* (2004), que afirmam que a reação de ionização envolvendo o ácido acético impulsionada pelo consumo de H^+ na superfície da rocha é lenta, em que a concentração dos íons H^+ diminuem lentamente em comparação ao uso do HCl, sendo favorável, deste ponto de vista, por atingir e dissolver regiões mais profundas dos reservatórios. Ainda assim, observa-se uma tendência de queda em direção ao pH inicial da solução injetada (igual a 2,20), podendo atingir este valor após tempos superiores aos analisados nesta pesquisa.

A baixa dissociação de H^+ apresentada pelo ácido acético permite uma reação química mais controlada, o que pode justificar a variação lenta do pH ao longo do ensaio; isso influencia na taxa de injeção ideal que, neste caso, é menor se comparada à taxa de injeção de um ácido forte, compensando, como mostra (AKANNI E NASR-EL-DIN, 2016; BUIJSE *et al.*, 2003), a redução de reatividade durante o escoamento no meio carbonático poroso.

Comparando amostras homogêneas e com fraturas, a presença das fraturas não influenciaram no pH final da solução, visto que o geotêxtil não-tecido, material empregado para a representação das fraturas, são quimicamente inertes e não se dissolvem frente ao ácido empregado, confirmando o resultado obtido a partir da verificação do pH da solução ácida após quatro semanas, contendo uma tira do material submerso apresentado no Capítulo 3.

A Tabela 14 apresenta de forma quantitativa (%) os componentes químicos presentes nas amostras ensaiadas, obtidos através de testes de FRX para amostras não acidificadas e para amostras após 36, 72 e 108 h de acidificação. Para a amostra não acidificada, observa-se que o cálcio na forma de óxido de cálcio (CaO) encontra-se em maior proporção (82,02%), seguido de óxido de ferro (III) (Fe_2O_3), óxido de magnésio (MgO), sílica (SiO_2), óxido de manganês (MnO) e outros componentes em menores proporções.

Tabela 14 - Resultados obtidos via FRX.

tempo	COMPONENTES (%)										
	CaO	Fe ₂ O ₃	MgO	SiO ₂	MnO	SO ₃	SrO	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	K ₂ O	Cl
0 h	82,02	6,59	6,69	1,75	1,40	1,01	0,14	0,16	0,07	0,07	0,08
36 h	78,05	9,02	7,56	1,98	1,60	1,12	0,14	0,24	0,12	0,07	0,09
72 h	72,93	10,77	8,29	3,81	1,95	1,52	0,15	0,30	0,11	0,06	0,12
108 h	72,62	10,41	8,60	3,78	1,77	1,96	0,14	0,33	0,15	0,08	0,16

Fonte: O Autor (2024).

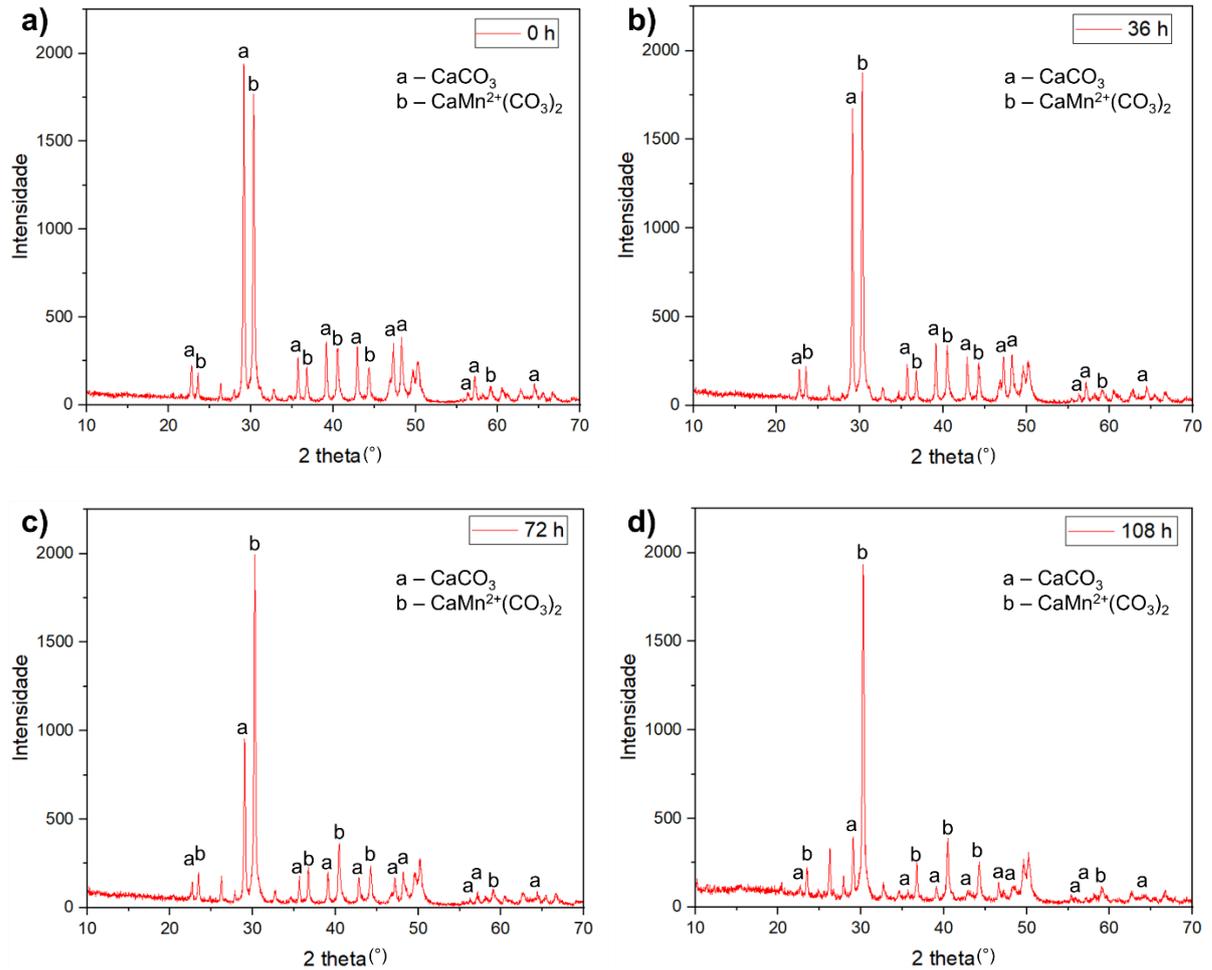
À medida em que o tempo de reação da rocha com o ácido acético aumenta, há o consumo de cálcio na amostra, indicado pela diminuição dos valores de CaO para os tempos de 36 h (78,05%), 72 h (72,93%) e 108 h (72,62%); os demais componentes presentes indicam aumento em suas proporções, influenciado pelo decréscimo dos valores de óxido de cálcio da rocha carbonática sintética.

A Figura 79 apresenta os difratogramas de Raios-X realizados nas amostras referentes aos tempos 0h (não acidificada), 36 h, 72 h e 108 h de acidificação, relacionando o ângulo 2 theta (°) com a intensidade dos picos difratados. Identificou-se a presença dos minerais de calcita (a – CaCO₃) e kutnohorita (b – CaMn²⁺(CO₃)₂), um carbonato de manganês (Mn) de cálcio membro do grupo da dolomita.

Para a amostra antes da acidificação, nota-se que o pico característico de calcita se mostra com maior intensidade em 2 theta entre 25° e 30° (Figura 79(a)); após a dissolução, observa-se a diminuição da intensidade deste pico e dos demais picos referentes à (a) medida em que o tempo de contato rocha-ácido aumenta; já o pico característico de (b) presente em 2 theta entre 30° e 35° apresenta-se com maior intensidade em relação ao de (a), mantendo-se praticamente constante para os tempos de 36 h (Figura 79(b)), 72 h (Figura 79(c)) e 108 h (Figura 79(d)).

A redução dos picos de calcita indica uma maior dissolução de carbonato de cálcio com o tempo, provocado pelo pH da solução de ácido acético injetada, o que diminui a estabilidade cristalina do mineral, favorecendo sua solubilidade. Tal comportamento corrobora os resultados quantitativos de FRX presentes na Tabela 14, que indica a presença de cálcio (Ca) e de manganês (Mn) na composição da rocha, além de indicar o consumo de CaO pela diminuição da proporção do componente com o aumento do tempo de acidificação.

Figura 79 - Difratoograma de Raios-X obtidos para as amostras: (a) não acidificada; após (b) 36 h, (c) 72 h e (d) 108 h de acidificação.



Fonte: O Autor (2024).

4.7 ANÁLISE MORFOLÓGICA DAS AMOSTRAS ACIDIFICADAS

A morfologia das rochas carbonáticas sintéticas pós-acidificação foi avaliada em termos de alterações sofridas em seu topo, base e face, além das variações de forma, altura e diâmetro médio.

A Figura 80 relaciona o aspecto geral do topo das amostras (entrada da injeção de fluido) em relação aos tempos de ensaio avaliados. A Figura 81 e Figura 82 relacionam, respectivamente, o aspecto geral da base (saída de injeção do fluido) e face das amostras.

Figura 80 - Morfologia das amostras acidificadas - topo.



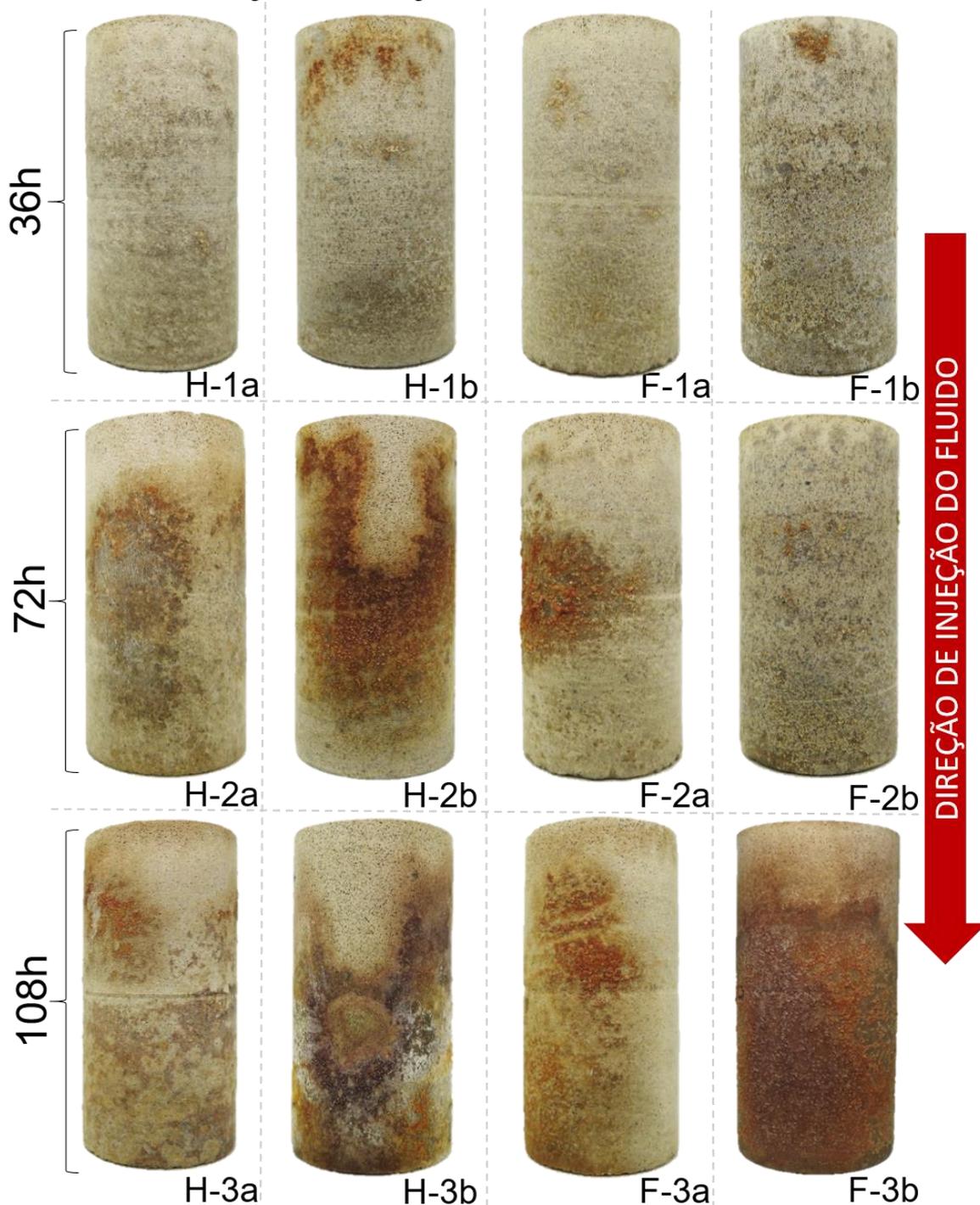
Fonte: O Autor (2024).

Figura 81 - Morfologia das amostras acidificadas - base.



Fonte: O Autor (2024).

Figura 82 - Morfologia das amostras acidificadas - face.



Fonte: O Autor (2024).

Uma alteração nos poros superficiais do topo foi notada nas amostras, tornando-os mais aparentes devido aos longos tempos de contato da rocha com a solução ácida, provocando o aumento de seus diâmetros, devido ao ataque ácido em sua superfície, comparando-se com os poros presentes no topo das amostras antes da acidificação. Uma maior rugosidade também foi observada na superfície destas amostras.

Também se observou uma mudança de coloração de tom marrom-alaranjado em regiões da superfície dos topos, bases e faces das rochas, podendo ser atribuído ao produto de reação química entre o óxido de ferro (III) (Fe_2O_3) - cuja presença é indicada pelas análises de FRX (Tabela 14) - e o ácido acético, havendo a corrosão metálica do ferro e formando o acetato de ferro (III) ($(\text{CH}_3\text{COO})_3\text{Fe}$), sal que apresenta coloração característica à observada nas amostras e no efluente percolado.

Quanto maior o tempo de contato entre o óxido ferroso III e o ácido acético, maior a formação do sal ferroso, indicado por sua maior evidência nas bases e faces das amostras com tempo de ensaio de 72 h e 108 h e em menor evidência em regiões isoladas nas faces para o tempo de 36 h.

Já os depósitos de coloração branca presentes na superfície das rochas (especialmente nas bases da Figura 81 – 36 h e faces da Figura 82) podem ser atribuídos ao produto de reação entre o carbonato de cálcio e o ácido acético, o acetato de cálcio ($\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$), precipitado de coloração branca, que consiste em um sal insolúvel, especialmente detectado na base e na região inferior das faces, também detectado por Mohamed *et al.* (2015) após a acidificação de carbonatos com ácido acético. A Figura 83 apresenta em detalhes o indicativo dos sais acetato de ferro (III) e acetato de cálcio em amostras após acidificação.

Figura 83 - Presença de acetato de ferro (III) e acetato de cálcio em amostras acidificadas.



Fonte: O Autor (2024).

Durante o ensaio de acidificação, nenhuma das amostras ensaiadas apresentaram ruptura, fato desejável, visto que, por se tratar de acidificação de matriz, pressões de injeção ácida foram aplicadas abaixo da pressão de fraturamento, não comprometendo sua integridade diante deste ponto de vista. Com relação às tiras de geotêxtil não-tecido utilizadas para representação das fraturas, estas permaneceram íntegras após os ensaios realizados (Figura 84), apresentando-se quimicamente inertes, confirmando o resultado obtido a partir do ensaio de perda mássica do material em solução ácida, o qual não apresentou variação entre sua massa

inicial e final para um tempo de 4 semanas, muito superior ao maior tempo de ensaio de acidificação analisado.

Figura 84 - Aspecto geral das fraturas (tiras de geotêxtil) após acidificação.



Fonte: O Autor (2024).

4.7.1 Avaliação das dimensões das amostras acidificadas

A Tabela 15 relaciona os comprimentos, diâmetros médios e a variação de dimensões das rochas carbonáticas sintéticas pré e pós-acidificação.

Tabela 15 - Variação de dimensões das amostras após acidificação.

grupo	t (h)	amostra	L_i (mm)	L_f (mm)	ΔL (mm)	D_i (mm)	D_f (mm)	ΔD (mm)
homogênea	36	H-1a	74,93	74,93	0,00	37,18	37,18	0,00
		H-1b	73,43	73,43	0,00	38,00	38,00	0,00
	72	H-2a	74,76	74,76	0,00	38,41	38,41	0,00
		H-2b	74,84	74,84	0,00	38,00	38,00	0,00
	108	H-3a	75,13	75,08	0,05	38,01	38,01	0,00
		H-3b	74,58	73,56	1,02	37,84	37,71	0,13
fraturas	36	F-1a	75,17	75,17	0,00	37,91	37,91	0,00
		F-1b	75,02	75,02	0,00	37,90	37,90	0,00
	72	F-2a	75,23	75,23	0,00	37,51	37,51	0,00
		F-2b	74,88	74,82	0,06	38,02	38,02	0,00
	108	F-3a	75,21	74,75	0,46	37,23	37,10	0,13
		F-3b	74,64	74,20	0,44	37,87	37,77	0,10

Fonte: O Autor (2024).

Observa-se que o diâmetro médio e o comprimento das amostras mantiveram-se praticamente inalterados após a acidificação, apresentando maiores alterações com redução de

1,02 mm no comprimento da amostra H-3b e redução de 0,13 mm no diâmetro médio das amostras H-3b e F-3a, ambas para o tempo de ensaio de 108 h. O fato da dissolução utilizando ácido acético ser mais homogênea mantém as dimensões das amostras, havendo apenas uma pequena variação para tempos maiores de ensaios.

A morfologia apresentada pelas amostras coincide com observado por Jora *et al.* (2021) que relatam, para diferentes matrizes carbonáticas ao reagirem com ácido acético, superfície rugosa, mas manutenção de suas dimensões, estando este comportamento ligado aos mecanismos de reação química envolvendo a disponibilidade de H^+ em solução, a qual é reduzida para ácidos fracos como é o caso do HAc.

5 AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DA ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ VIA ANÁLISES POR IMAGENS DE MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS-X

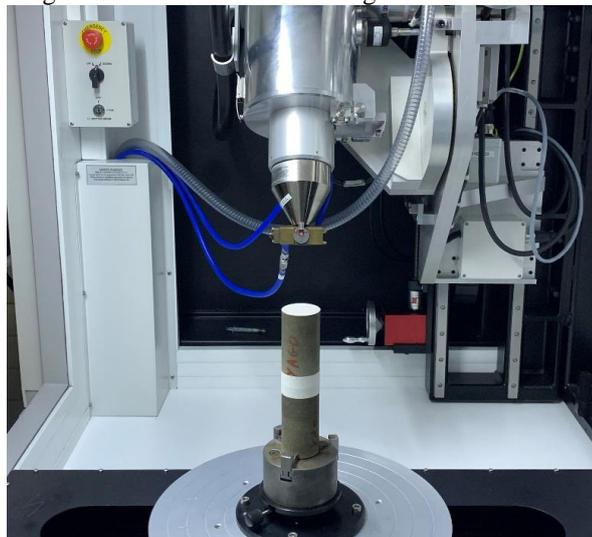
Este capítulo apresenta as metodologias e resultados da utilização da microtomografia computadorizada de Raios-X empregada para análise da acidificação de matriz em rochas carbonáticas sintéticas, verificando-se dos padrões de dissolução formados nas amostras acidificadas homogêneas e com fraturas. São apresentados ainda análises referentes ao perfil de distribuição de porosidade e distribuição de tamanho de poros apresentados pelas amostras acidificadas utilizando dados obtidos via escaneamentos tomográficos.

5.1 MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS-X

A microtomografia computadorizada de raios-X, que consiste em uma técnica de análise não destrutiva, foi realizada para verificação da morfologia interna em termos de homogeneidade, distribuição de tamanho e interconectividade de poros e padrões de dissolução (*wormholes*) formados na estrutura das rochas carbonáticas sintéticas homogêneas e com fraturas. A metodologia é amplamente utilizada para análises de morfologia, tamanho de grãos e de poros (Galindo *et al.*, 2022).

Para isso, amostras acidificadas do grupo homogênea e com fraturas foram escaneadas (Figura 85) utilizando o tomógrafo industrial (Nikon Metrology®, modelo XT H 225), com voltagem de 150 kV, corrente de 63 vA, filtro de alumínio e tempo de exposição de 500 ms do Departamento de Energia Nuclear da UFPE.

Figura 85 - Escaneamento tomográfico das amostras.



Fonte: O Autor (2024).

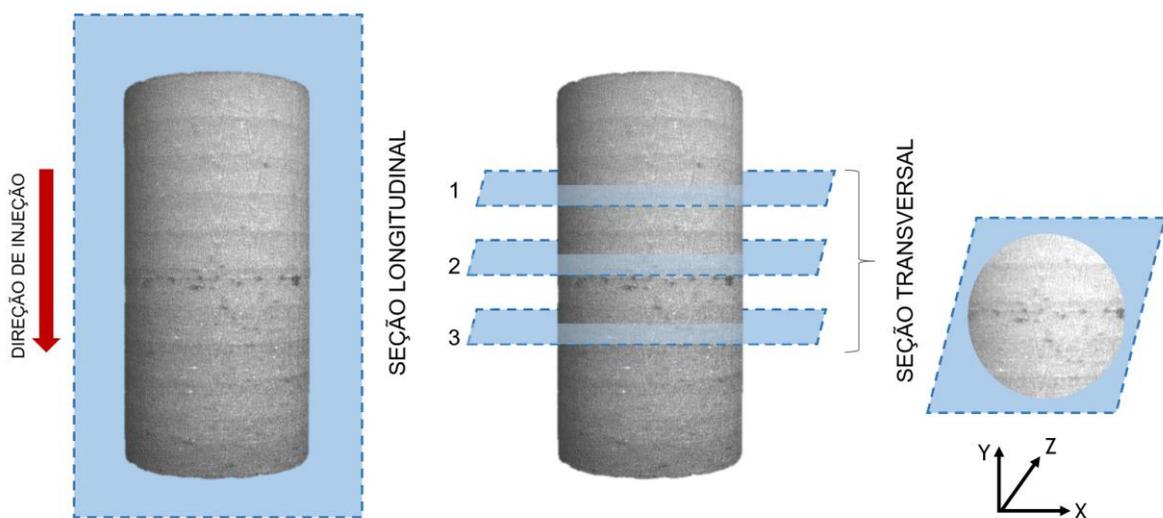
Os escaneamentos tomográficos subdividiram as rochas em 1490 fatias com resolução de 55 μm ; para a reconstrução das imagens, utilizou-se o software CT PRO 3D XT 3.0.3, gerando as fatias nos planos xy, xz e yz (2D). Para a visualização e análise das imagens, utilizou-se os softwares ImageJ® e VG Studio®, este último responsável pela reconstrução das amostras em três dimensões (3D) para futuras aplicações a serem descritas neste capítulo.

5.2 VERIFICAÇÃO DA MORFOLOGIA E PADRÕES DE DISSOLUÇÃO DAS ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS ACIDIFICADAS

Para análise dos padrões de dissolução das rochas carbonáticas sintéticas acidificadas, foram consideradas as imagens reconstruídas a partir das fatias geradas através da microtomografia computadorizada de Raios-X; tomou-se, para análise, a imagem em que melhor apresentou a formação dos canais preferenciais de dissolução para cada uma das rochas.

Foram analisadas imagens da seção longitudinal que melhor demonstrasse a formação do canal de dissolução principal, assim como três imagens referentes à seção transversal da rocha, localizadas especialmente nas posições as quais estão presentes as fraturas, sendo 1, a seção localizada mais próxima ao topo, 2, a seção localizada no centro da amostra e 3, localizada mais próxima à base (Figura 86), tendo como referência a direção da injeção da solução ácida utilizada; para melhor comparação, as seções transversais das amostras homogêneas foram tomadas a partir das mesmas posições das amostras com fraturas.

Figura 86 - Esquema de análise das seções para estudo dos padrões de dissolução das amostras.



Fonte: O Autor (2024).

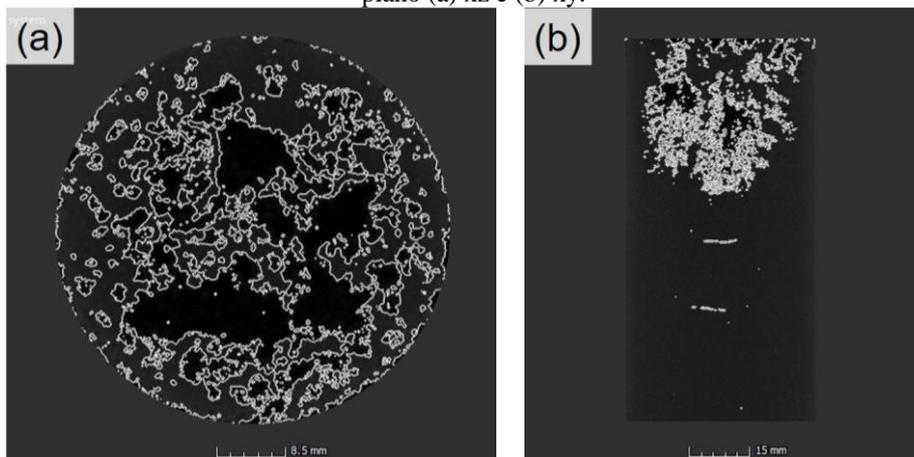
5.3 DETERMINAÇÃO DO PERFIL DE DISTRIBUIÇÃO DE POROSIDADE E DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE POROS (PSD)

O perfil de distribuição de porosidade consiste em descrever a distribuição de poros ao longo do comprimento das amostras, verificando a porosidade local em que os poros se concentram; já a distribuição de tamanho de poros, do inglês *pore size distribution* (PSD), consiste em determinar a frequência com que os diferentes diâmetros se apresentam, e as variações de frequência das suas dimensões. Ambas as análises foram realizadas em amostras não acidificadas e em amostras após testes de acidificação, comparando-as para discussão dos efeitos da dissolução química considerando estas análises.

Para ambas as análises, foi utilizado o software VG Studio®, em que inicialmente foram importadas as fatias feitas pelos escaneamentos correspondentes ao plano xz em 16 bits, selecionando a região de interesse e passando em seguida o filtro de mediana para eliminação de possíveis artefatos das imagens.

A próxima etapa foi a criação da superfície de análise, ajustando-se as condições de imagem e resolução de modo que fossem captadas as regiões em preto, referentes ao volume poroso (Figura 87), havendo a distinção da matriz sólida remanescente nas rochas de coloração cinza.

Figura 87 - Seleção de superfície de análise com destaque para a região correspondente ao volume poroso no plano (a) xz e (b) xy.



Fonte: O Autor (2024).

Por fim, através do módulo *transport phenomena* > *capillary pressure*, disponível no *software*, foram simulados a passagem de um fluido (água) nos espaços vazios, gerando-se em seguida os perfis de porosidade total, isolada e interconectada, assim como a distribuição do tamanho de poros.

O perfil de distribuição de porosidade é então determinado, apresentando a porosidade isolada, interconectada e total em (%), quantificando os poros isolados e interconectados distribuídos na estrutura interna da matriz rochosa ao longo de cada fatia segmentada de seu comprimento.

Já a distribuição do tamanho de poros (PSD) é calculada usando a abordagem de esferas inscritas máximas, cujo *software* utiliza esferas de tamanhos variados e as encaixa no espaço poroso; para cada ponto, é encontrada a maior esfera de ajuste que se sobrepõe a esse ponto, cujo diâmetro dessa esfera é atribuído ao diâmetro local do poro (ponto).

Ao final, geram-se os respectivos histogramas com a distribuição/frequência com que estas esferas se encaixam nesses espaços. Lonoy (2006) propôs faixas de classificação de tamanho de poros interpartículas (Tabela 16), distinguindo microporos, mesoporos e macroporos em rochas carbonáticas. Tal classificação será adotada para a presente pesquisa para a classificação do volume poroso das amostras.

Tabela 16 - Classificação do tamanho de poros.

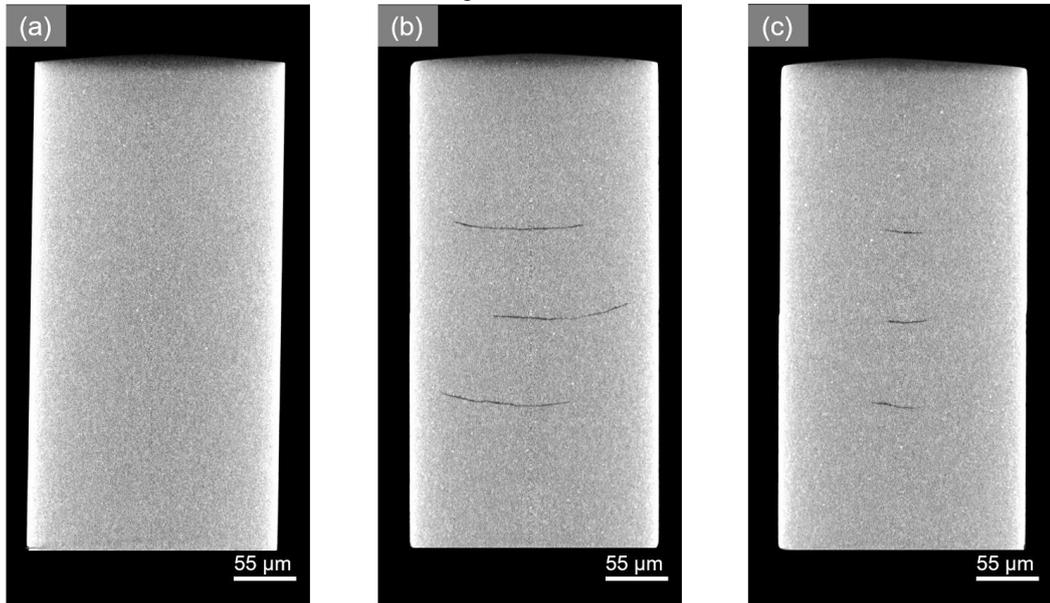
diâmetro do poro	microporo	mesoporo	macroporo
	10 - 50 μm	50 - 100 μm	> 100 μm

Fonte: Lonoy (2006).

5.4 ANÁLISE MORFOLÓGICA DOS PADRÕES DE DISSOLUÇÃO DAS AMOSTRAS ACIDIFICADAS

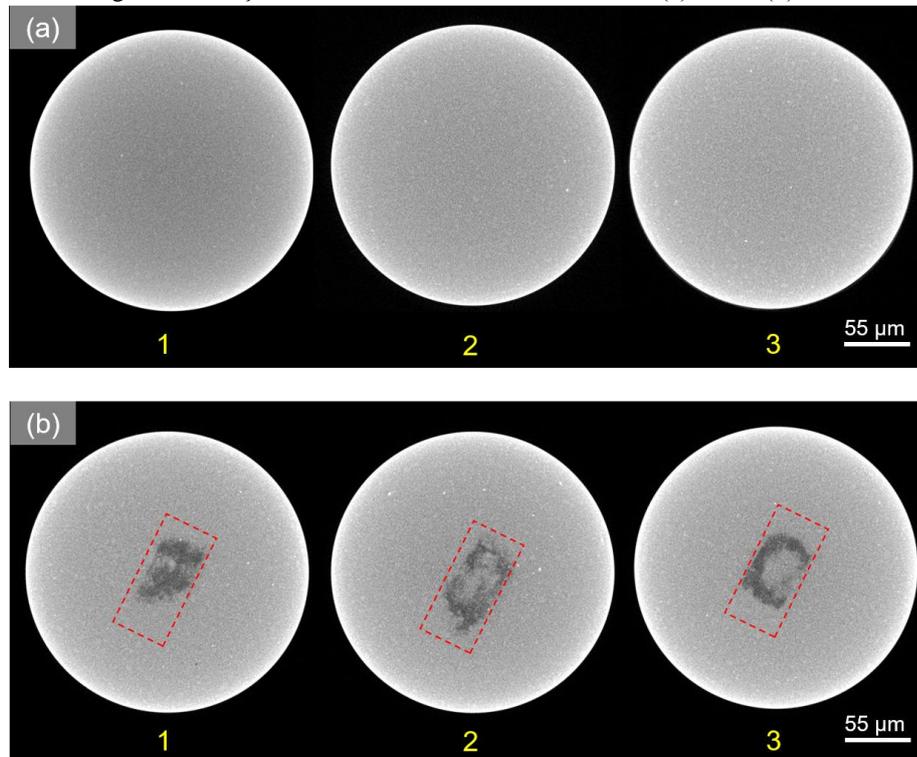
A Figura 88(a) apresenta a seção longitudinal da amostra homogênea “H” e com fraturas “F” na direção do comprimento (Figura 88(b)) e largura da fratura (Figura 88(c)); a Figura 89(a) e Figura 89(b) apresentam, respectivamente, as seções transversais de “H” (homogênea) e “F” (fraturada), tendo esta segunda as tiras de geotêxtil destacadas em vermelho. Ambas as amostras foram preparadas utilizadas para comparativo entre a morfologia das rochas carbonáticas sintéticas pré e pós-acidificação.

Figura 88 - Seção longitudinal da amostra: (a) “H” e “F” na direção do (b) comprimento da fratura e (c) da largura da fratura.



Fonte: O Autor (2024).

Figura 89 - Seções transversais 1, 2 e 3 das amostras (a) “H” e (b) “F”.



Fonte: O Autor (2024).

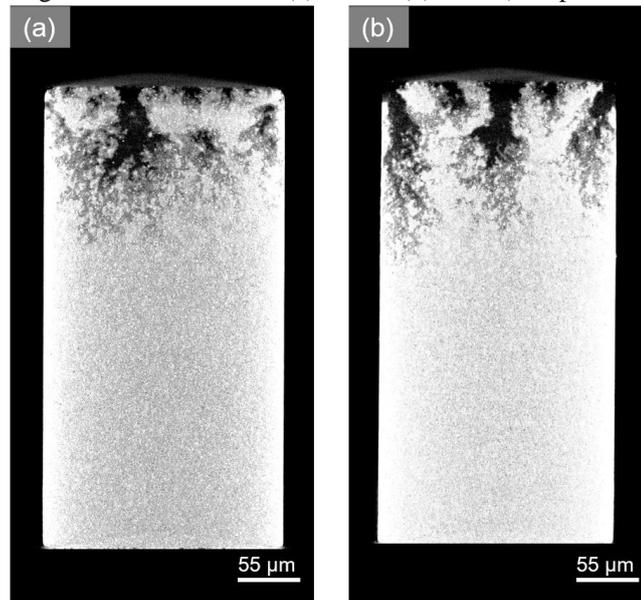
Destaca-se, para amostras que não foram acidificadas, a homogeneidade interna dos exemplares, devido à uniformidade observada ao longo das seções longitudinais e transversais de “H” e “F”, além da manutenção da posição das tiras de geotêxtil representando as fraturas; tal observação corrobora a efetividade da combinação dos materiais utilizados com a metodologia de consolidação para fabricação de amostras de rochas carbonáticas sintéticas.

Os tópicos a seguir apresentam análises feitas em amostras acidificadas, destacando a ação do ataque ácido na dissolução.

5.4.1 Amostras homogêneas

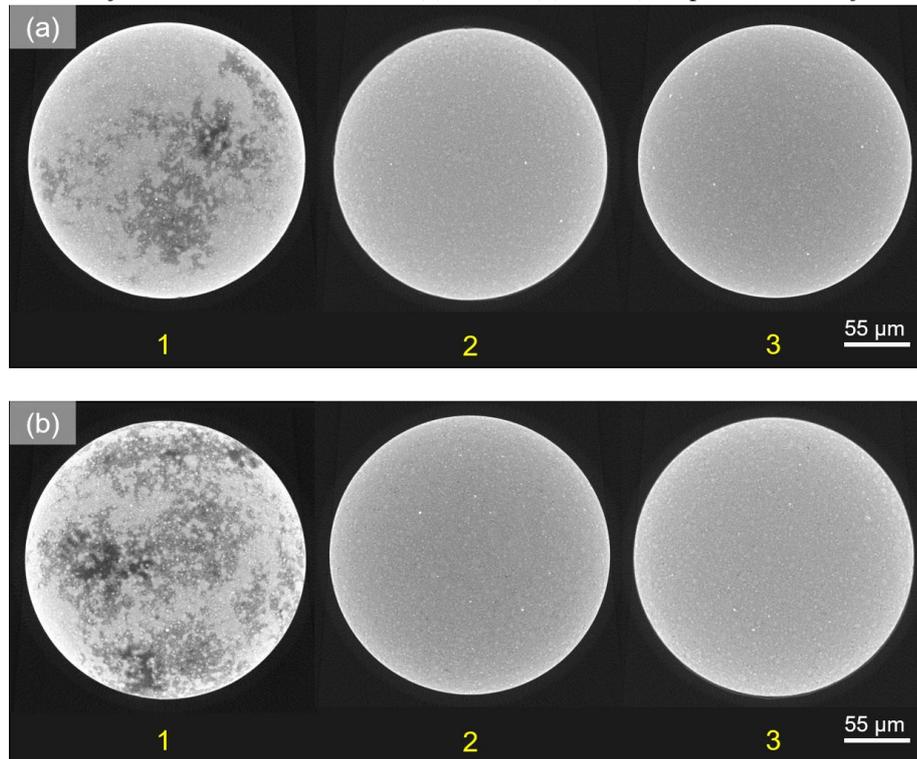
A Figura 90 apresenta a seção longitudinal das amostras H-1a (Figura 90(a)) e H-1b (Figura 90(b)), referentes aos resultados após 36 h de acidificação, onde as regiões claras representam a matriz carbonática e as regiões escuras (preto) representam as regiões dissolvidas. A Figura 91 apresenta as seções transversais destas amostras.

Figura 90 - Seção longitudinal das amostras (a) H-1a e (b) H-1b (Tempo de acidificação de 36 h).



Fonte: O Autor (2024).

Figura 91 - Seção transversal das amostras (a) H-1a e (b) H-1b (Tempo de acidificação de 36 h).



Fonte: O Autor (2024).

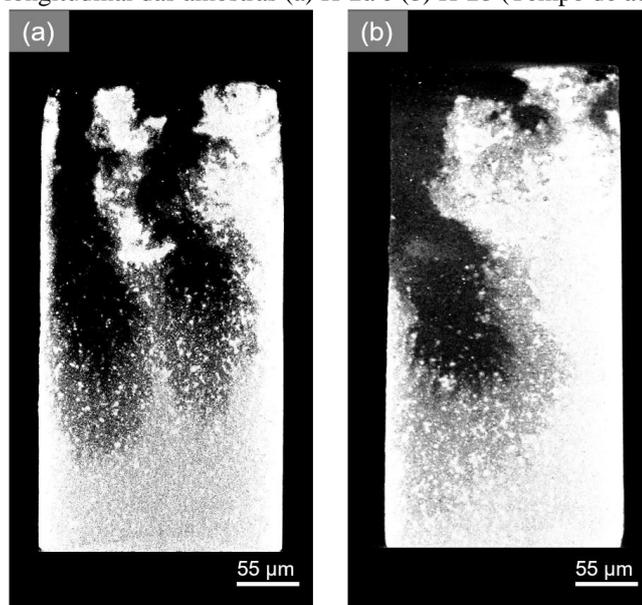
Para ambas as amostras, é possível observar a formação de canais de dissolução, *wormholes*, dispersos nas proximidades do topo da amostra, caracterizado por vários ramos (galhos) interligados por canais centrais, cujo diâmetro é superior em relação aos apresentados pelas ramificações. Em (a), observa-se a formação de um canal principal, enquanto que, em (b), há a formação de 3 canais principais predominantes.

Analisando as seções transversais dessas amostras (Figura 91), observa-se que os *wormholes* atingiram apenas a seção 1, caracterizadas por regiões mais escuras (dissolvidas), com característica mais dispersa em H-1b (Figura 91(b)), já que, de acordo com a seção longitudinal, notou-se a formação de três canais principais. Para ambas as amostras, as seções 2 e 3 permaneceram com o mesmo aspecto em relação à amostra pré-acidificação (Figura 89(a)).

Considerando os padrões de *wormholes* propostos por Fredd *et al.* (2017), observa-se um padrão de dissolução próximo ao ramificado, caracterizado por diversas ramificações formadas pelo vazamento de ácido do canal principal devido ao avanço limitado da solução por advecção, consumindo mais matriz carbonática, requerendo um volume de ácido acima do ideal para ser formado.

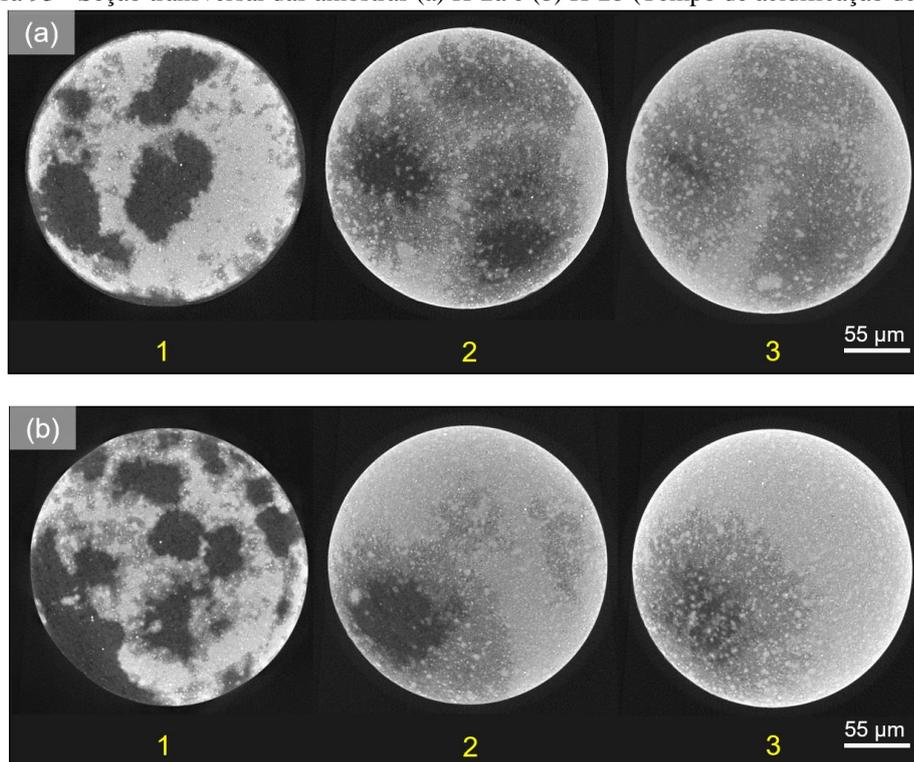
A Figura 92 apresenta a seção longitudinal das amostras H-2a e H-2b e a Figura 93 apresenta as seções transversais destas amostras para o tempo de 72 h.

Figura 92 - Seção longitudinal das amostras (a) H-2a e (b) H-2b (Tempo de acidificação de 72 h).



Fonte: O Autor (2024).

Figura 93 - Seção transversal das amostras (a) H-2a e (b) H-2b (Tempo de acidificação de 72 h).



Fonte: O Autor (2024).

Os resultados referentes à acidificação após 72 h apresentados pelas seções longitudinais da Figura 92, referentes à H-2a e H-2b, apontam o avanço da dissolução, caracterizado pela formação de dois canais preferenciais em H-2a e de um canal preferencial principal em H-2b, o qual concentrou-se na face da amostra, identificada na lateral esquerda da

seção longitudinal. Observa-se o aumento do diâmetro do *wormhole* e uma maior profundidade de dissolução atingida por eles em relação aos canais observados em 36 h, fato que pode ser atribuído à junção de canais menores, que vão se encontrando e se unindo ao longo da evolução temporal, formando assim um *wormhole* principal predominante. Ambos avançaram até aproximadamente 2/3 do comprimento da amostra.

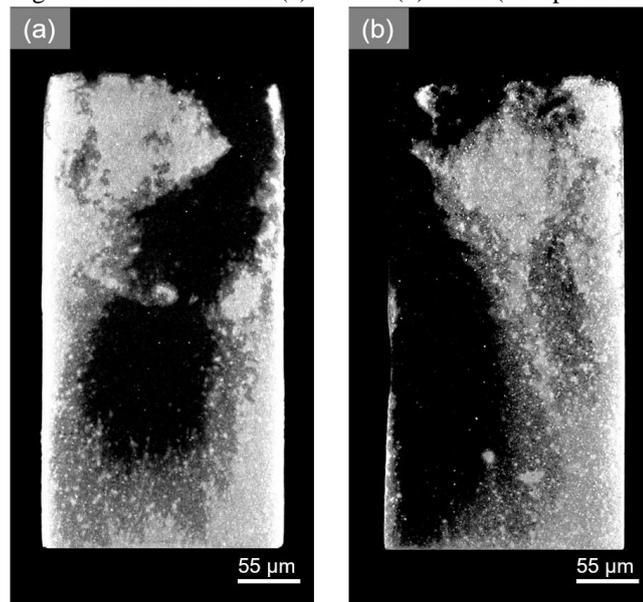
Analisando as seções transversais, observa-se que as regiões em preto (dissolvidas), são maiores na seção 1, região em que sofreu maior tempo de contato com o ácido acético, e menor na seção 3, cujo tempo de contato foi menor.

Analisando ainda a seção transversal 2, em H-2a (Figura 93(a)), observam-se duas regiões dissolvidas predominantes, associadas aos dois caminhos principais formados; já em H-2b (Figura 93(b)), apenas uma região predominante é identificada, associada ao canal central dominante formados após as 72 h de ensaio.

Observa-se um padrão de dissolução predominante do tipo uniforme, atribuído à alta densidade das ramificações, formando-se um canal de aspecto uniformemente dissolvido (FREDD *et al.*, 2017); ainda assim, notam-se várias ramificações menores predominantemente concentradas na extremidade inferior da frente de dissolução.

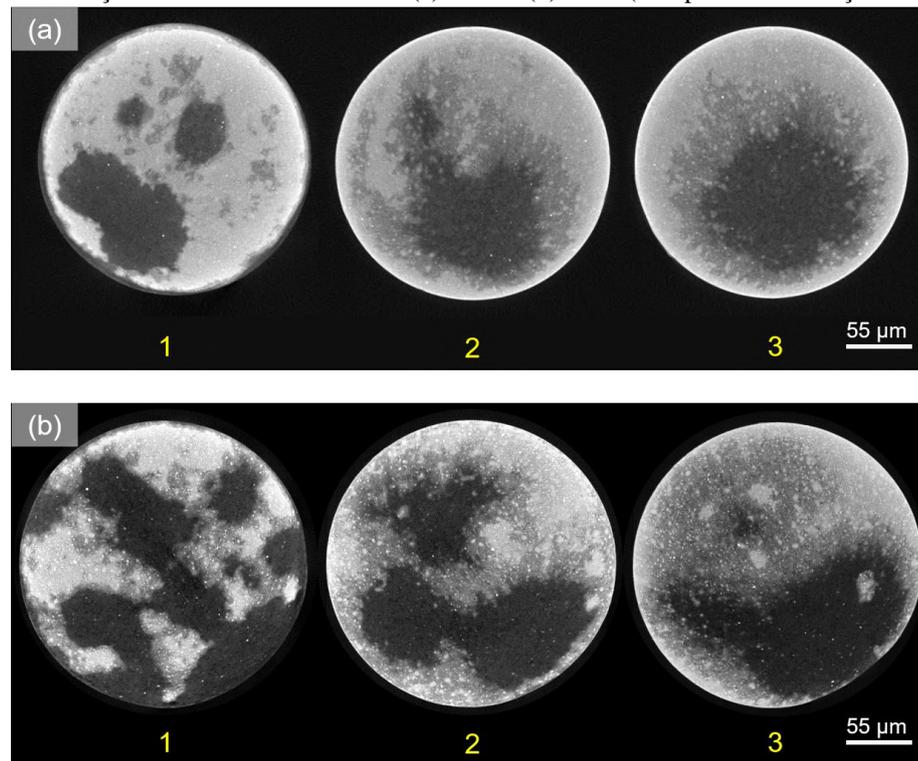
A Figura 94 apresenta a seção longitudinal das amostras H-3a e H-3b e a Figura 95 apresenta as seções transversais destas amostras, para o tempo de ensaio de acidificação de 108 h.

Figura 94 - Seção longitudinal das amostras (a) H-3a e (b) H-3b (Tempo de acidificação de 108 h).



Fonte: O Autor (2024).

Figura 95 - Seção transversal das amostras (a) H-3a e (b) H-3b (Tempo de acidificação de 108 h).



Fonte: O Autor (2024).

Avaliando a morfologia de dissolução apresentada pela seção longitudinal das amostras H-3a (Figura 94(a)) e H-3b (Figura 94(b)) após 108 h de acidificação, observa-se a formação de um canal dominante, com diâmetro superior ao observado pelos tempos anteriores, e comprimento atingindo as proximidades da base em (a) e atravessando todo o comprimento em (b); além disso, nota-se o aumento de diâmetro do canal à medida em que há o ganho de profundidade de dissolução.

Para H-3b, ainda é possível apontar um comportamento semelhante ao observado em H-2b, em que o *wormhole* principal desenvolveu-se junto à face da amostra (lateral esquerda da seção).

Como observado no tempo de 72 h, esse desenvolvimento do canal principal se dá pela união de canais menores, que vão se encontrando ao longo do ensaio, formando *wormhole* principal predominante.

Quanto às seções transversais, é possível identificar a dissolução em todas as seções analisadas, com maior região dissolvida em 1, e menor em 3; comparando as seções de H-3a (Figura 95(a)) com as de H-3b (Figura 95(b)), esta última apresenta uma maior região dissolvida, indicando um maior volume de poros em sua estrutura pós-acidificação.

Destaca-se também como padrão de dissolução predominante o do tipo uniforme, com um canal de aspecto uniformemente dissolvido (FREDD *et al.*, 2017), atribuindo-se à alta

densidade de ramificações formadas devido ao elevado volume de ácido injetado (VPI), não sendo possível identificar com precisão as ramificações individualmente formadas ao longo do ensaio.

Os padrões de dissolução formados estão relacionados à fatores como tipo de ácido utilizado, à variação da taxa de injeção (vazão), à pressão de injeção (constante) do fluido e propriedades petrofísicas (porosidade e permeabilidade iniciais).

Sendo o ácido acético um ácido orgânico fraco, sua reação química junto à matriz carbonática requer um tempo de contato maior para ocorrer a dissolução. Além disso, o fluido, é injetado a uma baixa pressão de 500 kPa em uma rocha com baixa permeabilidade (na ordem de 10^0 a 10^1 mD), com baixo volume poroso inicial disponível e interconectado para ocupar, dificultando ainda mais a sua transmissibilidade no meio.

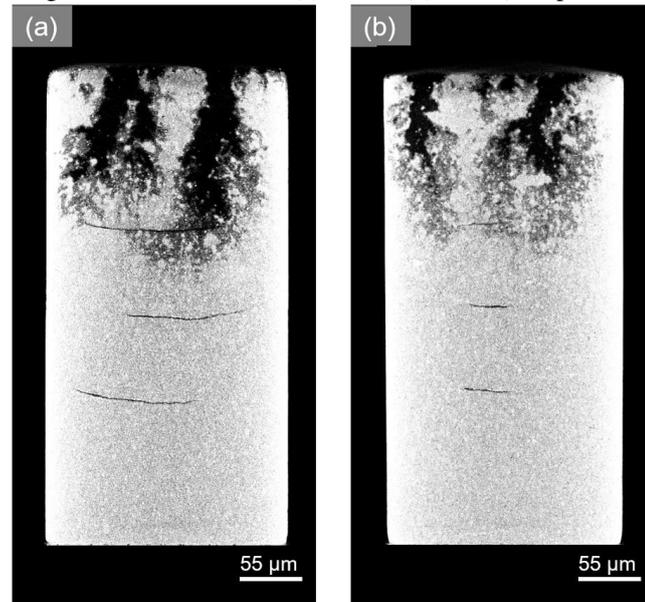
Isto justifica o fato de os canais principais de dissolução atingirem somente 1/3 e 2/3 do comprimento da rocha após 36 h e 72 h de ensaio, respectivamente, e atingindo a base da amostra apenas após 108 h, valores reduzidos frente ao tempo de ensaio executado (na ordem de dias).

Sendo a formação dos *wormholes* um fenômeno que depende do equilíbrio do processo de difusão, advecção e reação (LUCAS *et al.*, 2023), todos esses fatores influenciam na quantidade de volume poroso injetado necessário para a dissolução, requerendo um maior VPI, tornando a dissolução ineficiente e afetando este equilíbrio, visto que, neste caso, o sistema necessita de um volume maior de solução ácida e ao mesmo tempo não se forma o *wormhole* do tipo dominante, desejável e considerado como ideal ao se aplicar a técnica de acidificação de matriz (FREED E FLOGGER, 1998).

5.4.2 Amostras com fraturas

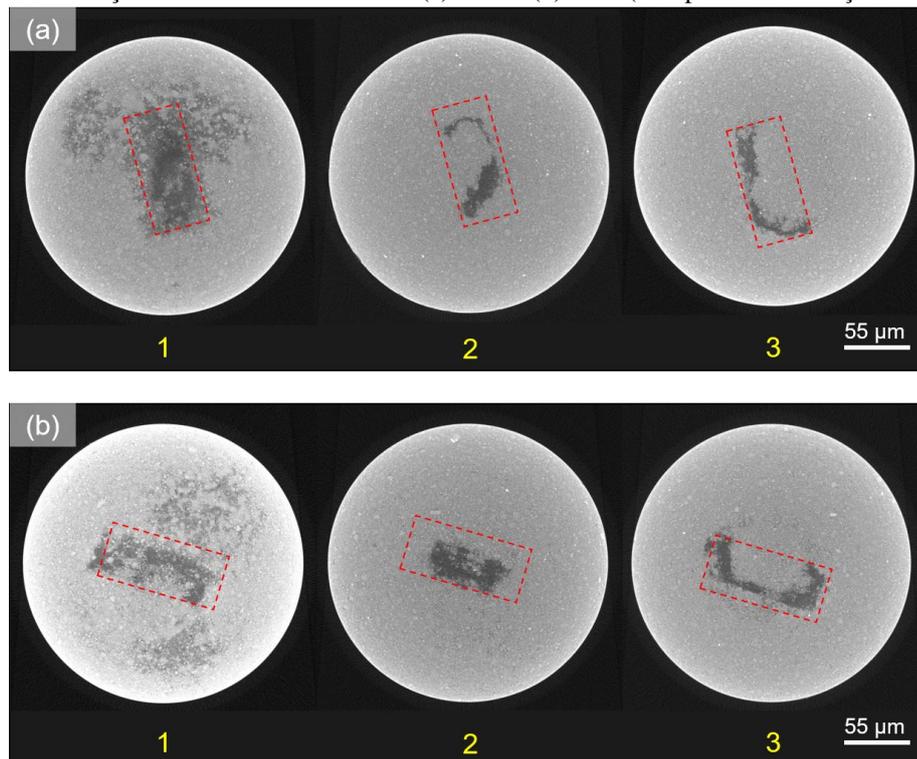
A Figura 96 apresenta a seção longitudinal das amostras F-1a (Figura 96(a)) e F-1b (Figura 96(b)), referentes ao resultado após 36 h de acidificação, onde as regiões claras representam a matriz carbonática e as regiões escuras (preto) representam as regiões dissolvidas. A Figura 97 apresenta as seções transversais destas amostras.

Figura 96 - Seção longitudinal das amostras (a) F-1a e (b) F-1b (Tempo de acidificação de 36 h).



Fonte: O Autor (2024).

Figura 97 - Seção transversal das amostras (a) F-1a e (b) F-1b (Tempo de acidificação de 36 h).



Fonte: O Autor (2024).

É possível observar a formação dos *wormholes*, dispersos nas proximidades do topo da amostra, caracterizado por vários ramos (galhos) interligados por canais centrais, cujo diâmetro é superior em relação aos apresentados pelas ramificações. Tanto F-1a quanto F-1b apresentam a formação de dois canais de dissolução principais, atingindo uma profundidade de propagação

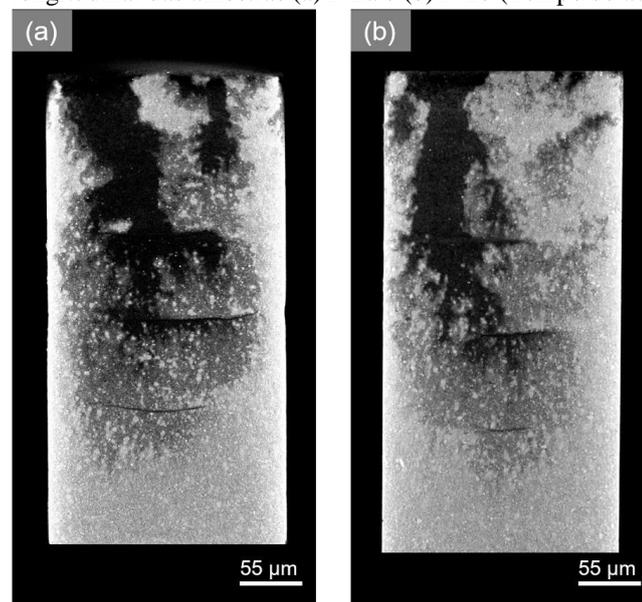
que chega até a fratura 1: em (a), o canal de dissolução é desviado ao longo do comprimento da fratura, propagando-se horizontalmente ao longo desta, e formando ramificações em sua região inferior; em (b), o *wormhole* propaga-se ao longo da largura da fratura 1, desviando o escoamento para a direção perpendicular em relação à direção de injeção e formando as ramificações na sua parte inferior.

Analisando as seções transversais dessas amostras (Figura 97), observa-se que os *wormholes* atingiram apenas a seção 1, região referente à fratura 1, caracterizadas por regiões que apresentam dissolução em torno da tira de geotêxtil. Para ambas as amostras, as seções 2 e 3 permaneceram com o mesmo aspecto em relação à amostra pré-acidificação (Figura 89(b)).

Observa-se um padrão de dissolução do tipo ramificado (FREDD *et al.*, 2017), o mesmo observado para as amostras homogêneas referentes a 36 h de ensaio, caracterizado por diversas ramificações formadas pelo vazamento de ácido do canal principal devido ao avanço limitado da solução por advecção, consumindo mais matriz carbonática, requerendo um volume de ácido acima do ideal para ser formado.

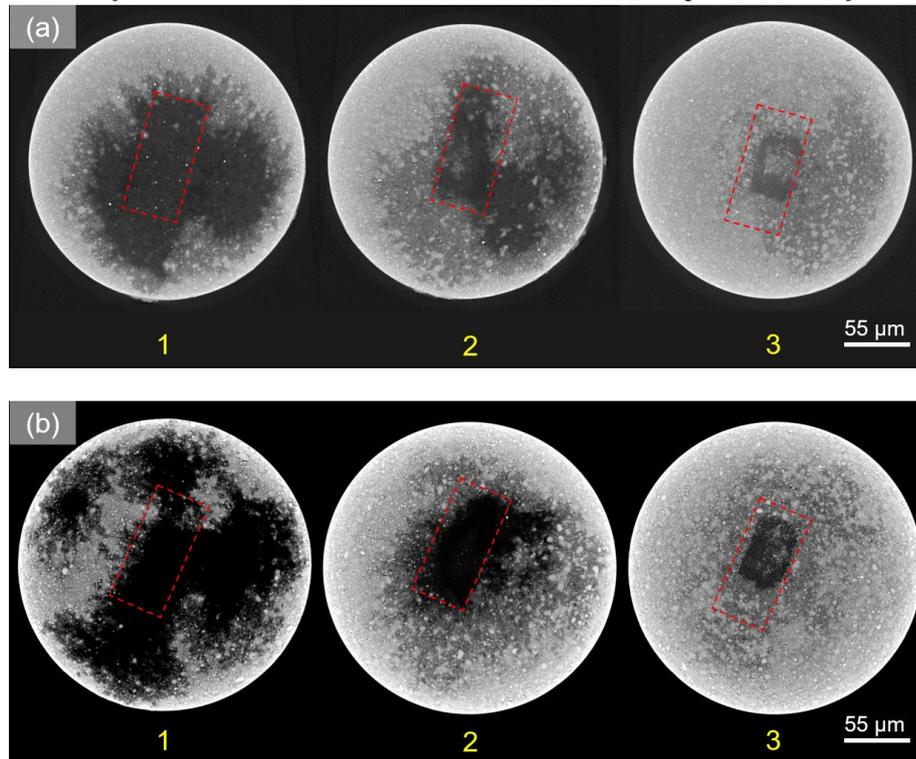
A Figura 98 apresenta a seção longitudinal das amostras H-2a e H-2b e a Figura 99 apresenta as seções transversais destas amostras para o tempo de acidificação de 72 h.

Figura 98 - Seção longitudinal das amostras (a) F-2a e (b) F-2b (Tempo de acidificação de 72 h).



Fonte: O Autor (2024).

Figura 99 - Seção transversal das amostras (a) F-2a e (b) F-2b (Tempo de acidificação de 72 h).



Fonte: O Autor (2024).

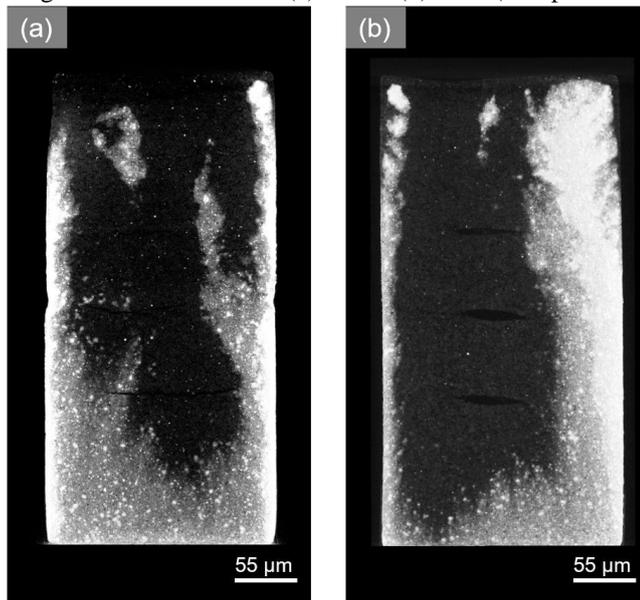
As seções longitudinais dos resultados referentes à acidificação após 72 h (Figura 98), referentes à H-2a e H-2b, apontam o avanço da dissolução, caracterizado pela formação de um canal principal em ambas as amostras, conseguindo alcançar a fratura 3 até uma profundidade aproximadamente igual a $2/3$ do comprimento da rocha, além de um aumento de seu diâmetro comparando-se aos *wormholes* formados após 36 h de ensaio, sendo atribuído à união de canais menores.

Analisando a fratura 1, observa-se que o fluido é desviado horizontalmente (perpendicular à direção de injeção) ao longo do comprimento em F-2a e predominantemente ao longo da sua largura em F-2b, apresentando intensa dissolução ao seu redor, especialmente observada na Figura 98(a). Observa-se também a formação de ramificações de maiores diâmetros em sua região inferior, aumentando horizontalmente a frente de dissolução química. O fluido segue e atinge a fratura 2, onde é possível observar também o desvio da injeção e concentração da dissolução ao longo de sua estrutura (desvio perpendicular), contudo, menor intensa comparada à fratura 1. Na fratura 3, observa-se apenas pequenas ramificações e poucas regiões dissolvidas, sem a presença do canal principal.

Analisando as seções transversais, observa-se as regiões dissolvidas ao redor das tiras de geotêxtil (destacadas em vermelho), especialmente na seção 1 e 2, cujo tempo de contato com o ácido foi maior, e menor em 3, corroborando tal fenômeno já observado nas seções

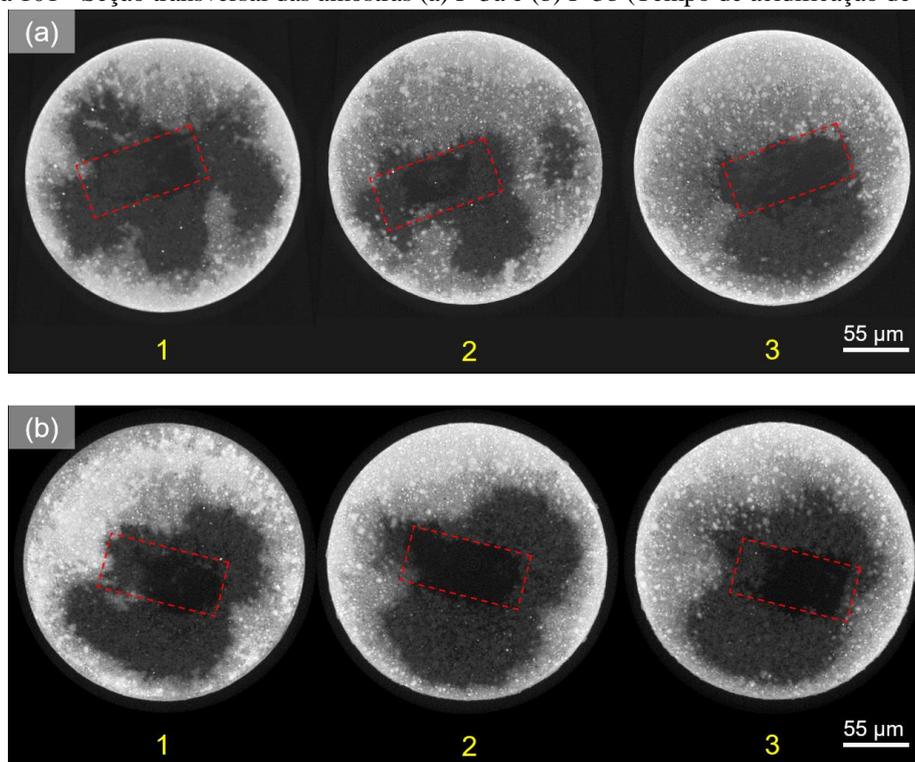
longitudinais. Observa-se como padrão de dissolução predominante uma transição entre o do tipo ramificado e do tipo uniforme (FREDD *et al.*, 2017). A Figura 100 apresenta a seção longitudinal das amostras F-3a e F-3b e a Figura 101 apresenta as seções transversais destas amostras para o tempo de ensaio de 108 h.

Figura 100 - Seção longitudinal das amostras (a) F-3a e (b) F-3b (Tempo de acidificação de 108 h).



Fonte: O Autor (2024).

Figura 101 - Seção transversal das amostras (a) F-3a e (b) F-3b (Tempo de acidificação de 108 h).



Fonte: O Autor (2024).

Quanto à morfologia de dissolução apresentada pela seção longitudinal das amostras F-3a (Figura 100(a)) e F-3b (Figura 100(b)) após 108 h de acidificação, observa-se uma dissolução intensa, com o encontro de três canais principais em F-3a e de dois canais em F-3b, que unem-se formando um canal principal central, atingindo a base das amostras. Neste tempo, não é possível identificar a influência das fraturas na condução do fluido na direção perpendicular à injeção; entretanto, nota-se um canal com diâmetro mais largo se comparado aos canais formados nas amostras homogêneas para o mesmo intervalo de tempo; pela posição perpendicular à direção de escoamento do fluido, as tiras de geotêxtil conduzem a solução horizontalmente, espalhando-a nesta direção e, conseqüentemente, formando mais ramificações que unem-se com a evolução temporal, formando assim um canal de maior diâmetro.

As seções transversais 1, 2 e 3 de ambas as amostras (Figura 101(a) e Figura 101(b)), apontam intensa dissolução ao redor das tiras de geotêxtil (destacadas em vermelho), indicando a propagação das ramificações em torno delas. Destaca-se também como padrão de dissolução predominante o do tipo uniforme, com um canal de aspecto uniformemente dissolvido (FREDD *et al.*, 2017).

Nota-se a influência das fraturas no caminho de dissolução formado ao longo dos ensaios; estando elas posicionadas na direção perpendicular à direção de injeção do fluido, como esperado, estas desviaram o escoamento para a sua estrutura, agindo como um conduto, atraindo mais ácido para a região onde ela está presente (WU, KOU e SUN, 2022).

As fraturas contribuíram para a dissolução localizada ao seu redor, especialmente observada no tempo de ensaio de 72 h, formando *wormholes* adicionais como ramificações saindo destas descontinuidades, como observado por Liu *et al.* (2017).

Observa-se que a propagação dos *wormholes* depende da orientação em que essas fraturas estão dispostas; no caso do presente trabalho, o fato do posicionamento das tiras terem sido perpendiculares à direção de injeção do fluido, ao mesmo tempo em que elas aumentaram a quantidade de ramificações (CHEN *et al.*, 2018), há um aumento em seu diâmetro na região antes e após sua estrutura, fato observado especialmente em F-2a, corroborando as observações feitas por Asl, Sedae e Kandowjani (2024).

Um pequeno retardo no avanço da propagação da dissolução pôde ser observado nas amostras F-2a e F-2b se comparadas com H-2a e H-2b, pois, por serem perpendiculares à direção de injeção, as fraturas desviaram e dispersaram parte deste fluido para esta direção, concentrando o ácido nas três fraturas presentes e impedindo que a totalidade da solução ácida que chega até aquela profundidade pudesse avançar livremente; tal comportamento é confirmado através dos resultados apresentados na literatura por Qi *et al.* (2019) e Asl, Sedae

e Kandowjani (2024), podendo ser corroborado também pela redução de VPI (54 – F-2a e 50 – F-2b) observado em comparação aos valores apontados pelas amostras homogêneas neste mesmo intervalo de tempo (64 – H-2a e 61 – H-2b), onde se observa esse desvio/retardo com maior intensidade em comparação ao tempo de 36 h.

Entretanto, este retardo não foi possível ser notado nas amostras com fraturas nos tempos de 36 h e 108 h, visto que, para as primeiras, não houve volume suficiente de ácido para haver uma concentração e conseqüentemente dissolução intensa que indicasse ou não influência no avanço e, para as últimas, o tempo de ensaio foi grande o suficiente para que não fosse possível identificar a influência das fraturas na propagação do canal, já que a rocha havia sido intensamente dissolvida uniformemente.

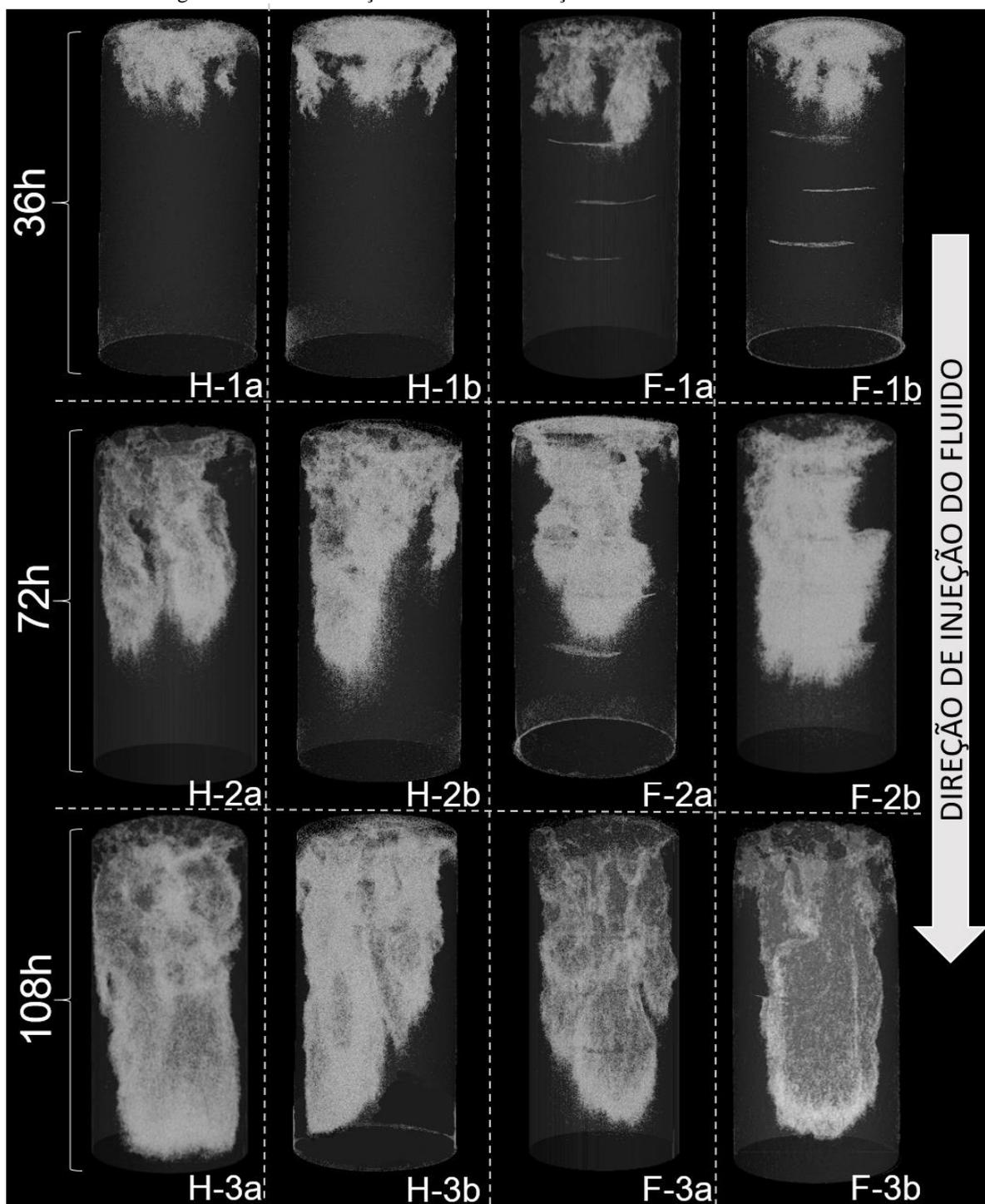
Em relação à utilização das tiras de geotêxtil como estruturas representativas de fraturas, pode-se dizer que o material apresentou resultados satisfatórios sob o ponto de vista de reproduzir a influência das fraturas na propagação dos *wormholes*, desviando a direção do fluido injetado e concentrando volume de ácido ao longo de seu comprimento.

O desvio de escoamento na direção perpendicular à injeção observado nos ensaios pode ser atribuída à sua propriedade hidráulica de transmissividade, que permite a passagem e transmissão de fluido ao longo de sua direção longitudinal; já a capacidade que o material tem em permitir que o fluido atravesse na direção normal ao plano está atribuída à sua permissividade, que é alta nesses materiais (DING *et al.*, 2021; GOURC E PALMEIRA; 2021); além disso, não se observou a colmatação do geotêxtil, garantindo a passagem do fluido reativo para os tempos de ensaios observados. Logo, diante destas propriedades, o geotêxtil utilizado pode ser empregado na fabricação de rochas sintéticas quando se pretende avaliar a influência da transmissividade de fluidos nas fraturas, cuja propriedade, segundo Cardona, Finkbeiner e Santamarina (2021), define os caminhos de escoamento predominantes.

5.5 COMPRIMENTO DE PROPAGAÇÃO DA DISSOLUÇÃO

A partir das imagens de μ CT geradas, foi possível realizar a reconstrução em três dimensões dos canais de dissolução formados para cada amostra acidificada. A Figura 102 apresenta a reconstrução em 3D de todos os canais formados em conjunto ao final dos testes, para as amostras homogêneas e com fraturas, que correspondem às regiões dissolvidas pela ação do ácido acético.

Figura 102 - Reconstrução em 3D da dissolução das amostras acidificadas.



Fonte: O Autor (2024).

É possível observar o avanço da propagação dos caminhos preferenciais com a evolução temporal, tanto na direção de seu comprimento (propagação vertical) quanto na direção de seu diâmetro (propagação horizontal), tomando como referência a direção do fluido injetado. Esse comprimento de propagação foi quantificado para ambas as direções (vertical – L_w e horizontal – D_w) considerando a propagação do principal *wormhole* formado ao longo dos ensaios, cujos

valores estão apresentados na Tabela 17, correlacionando-se com os comprimentos e diâmetros finais pós-acidificação.

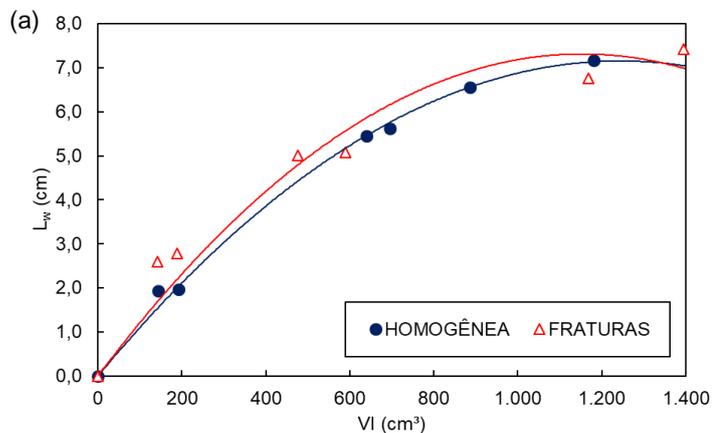
Tabela 17 - Comprimento e diâmetro de propagação da dissolução.

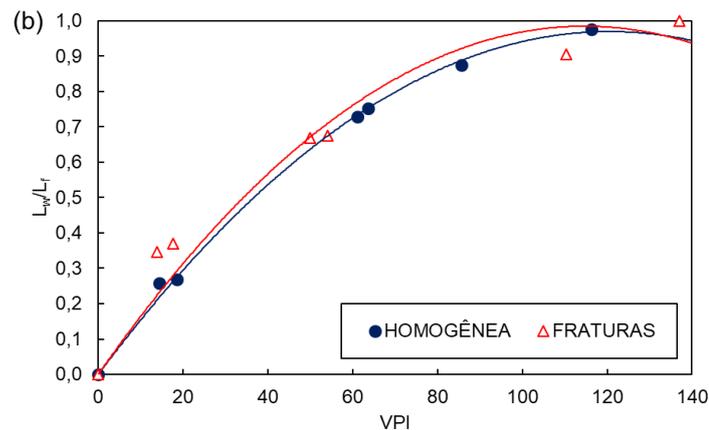
grupo	t (h)	amostra	L_f (cm)	L_w (cm)	L_w/L_f	L_w (%)	D_f (cm)	D_w (cm)	D_w/D_f	D_w (%)
homogênea	36	H-1a	7,49	1,94	0,26	26	3,72	0,47	0,13	13
		H-1b	7,34	1,97	0,27	27	3,80	0,62	0,16	16
	72	H-2a	7,48	5,63	0,75	75	3,84	1,60	0,42	42
		H-2b	7,48	5,46	0,73	73	3,80	1,56	0,41	41
	108	H-3a	7,51	6,56	0,87	87	3,80	2,53	0,67	67
		H-3b	7,36	7,18	0,98	98	3,77	3,24	0,86	86
fraturas	36	F-1a	7,52	2,78	0,37	37	3,79	0,95	0,25	25
		F-1b	7,50	2,60	0,35	35	3,79	0,52	0,14	14
	72	F-2a	7,52	5,07	0,67	67	3,75	2,71	0,72	72
		F-2b	7,48	5,00	0,67	67	3,80	2,23	0,59	59
	108	F-3a	7,48	6,76	0,90	90	3,71	3,11	0,84	84
		F-3b	7,42	7,42	1,00	100	3,78	3,51	0,93	93

Fonte: O Autor (2024).

A Figura 103(a) relaciona o volume total injetado (VI) com o comprimento de propagação do canal (*wormhole*) principal formado na direção vertical, e a Figura 103(b) relaciona o volume poroso injetado (VPI) com a razão entre a propagação vertical do canal principal (L_w) e o comprimento final da amostra acidificada (L_f) para ambos os grupos de amostras (homogênea e com fraturas), referindo-se aos dados da Tabela 17.

Figura 103 - Relação entre (a) VI e comprimento de propagação e relação entre (b) VPI e L_w/L_f .





Fonte: O Autor (2024).

Considerando a propagação vertical (L_w) das amostras homogêneas, após 36 h de ensaio, o avanço foi maior em H-1b, que apresentou um VPI de 19 (192,00 cm³), atingindo um comprimento de 1,97 cm, o que corresponde a 27% do comprimento total da amostra; para as amostras com fraturas, F-1a apresentou o maior L_w (2,78 cm), correspondendo a 37% do comprimento final da amostra, após a injeção de 189,00 cm³ de solução ácida, o que correspondeu a 18 VPI (Figura 103(b)).

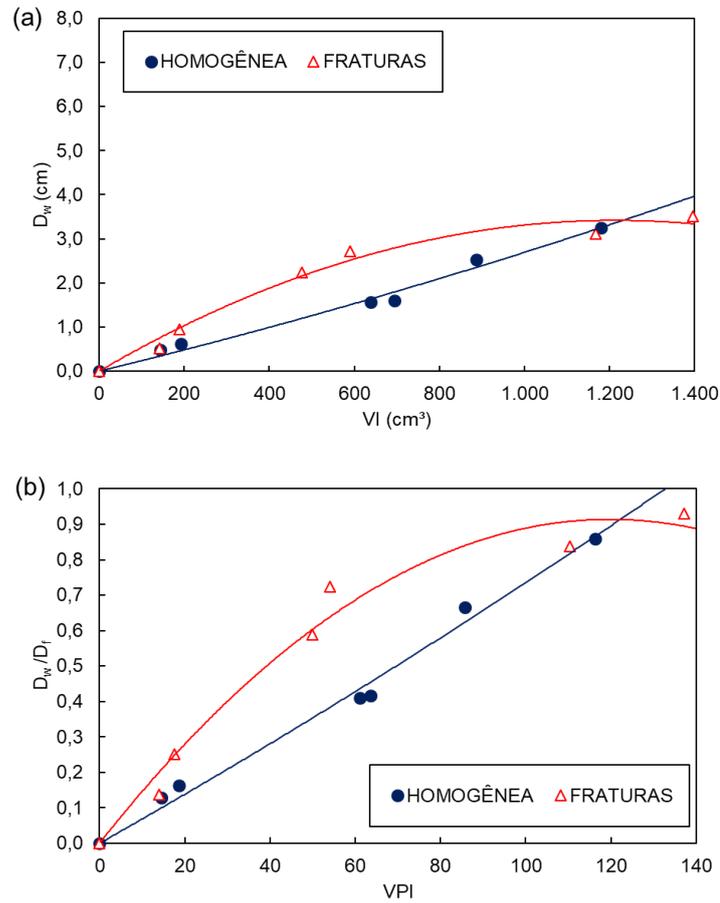
Após 72 h, houve o avanço dessa propagação, sendo maior, entre as amostras homogêneas, em H-2a (5,63 cm), correspondendo a 75% do comprimento final da rocha, com um VPI de 64 (Figura 103(b)), o que corresponde a 694,75 cm³ de volume injetado; considerando o grupo com fraturas, F-2a apresentou uma propagação de dissolução vertical de 5,07 cm (Figura 103(a)), atingindo 67% de seu comprimento final, com valor próximo observado em H-2b, cuja propagação estendeu-se em 5,00 cm (67%) de seu comprimento final, para valores de VPI de 54 (com VI de 590,20 cm³) e 50 (com VI de 476,04 cm³), respectivamente.

Para o tempo de 108 h, a dissolução atinge as proximidades da base das amostras homogêneas, com L_w de 6,56 cm (87%) e 7,18 cm (98%) para H-3a e H-3b (Figura 103(a)), respectivamente, com VPI's de 86 (VI de 886,80 cm³) e 110 (VI de 1180,22 cm³) (Figura 103(b)); para as rochas com fraturas, L_w atinge 90% do comprimento final de F-3a (6,76 cm) e a base (100%) de F-3b (comprimento total de 7,42 cm), após a injeção de 110 (VI de 1168,02 cm³) e 137 (VI de 1395,01 cm³) VPI, respectivamente.

A Figura 104(a) relaciona o volume total injetado (VI) com o comprimento de propagação do canal (*wormhole*) principal formado na direção horizontal (D_w), e a Figura 104(b) relaciona o volume poroso injetado (VPI) com a razão entre a propagação horizontal do

canal principal (D_w) e o diâmetro final da amostra acidificada (D_f) para ambos os grupos de amostras (homogênea e com fraturas).

Figura 104 - Relação entre (a) VI e comprimento de propagação e relação entre (b) VPI e D_w/D_f .



Fonte: O Autor (2024).

Após 36 h de acidificação, considerando a propagação horizontal das amostras homogêneas, a propagação foi maior em H-1b, que apresentou um VPI de 19 ($192,00 \text{ cm}^3$), atingindo um D_w de 0,62 cm (Figura 104(a)), o que corresponde a 16% do diâmetro final da amostra; para as amostras com fraturas, F-1a apresentou o maior D_w (0,95 cm), correspondendo a 25% do diâmetro final da amostra, após a injeção de $189,00 \text{ cm}^3$ de solução ácida, o que correspondeu à 18 VPI (Figura 104 (b)).

Em 72 h, houve o avanço dessa propagação, sendo superior, entre as amostras homogêneas, em H-2a (1,60 cm), correspondendo a 42% do diâmetro final da rocha, com um VPI de 64, com $694,75 \text{ cm}^3$ de volume injetado (Figura 104(a)); considerando o grupo com fraturas, F-2a apresentou uma propagação de dissolução horizontal de 2,71 cm, atingindo 72% de seu diâmetro final, com valor superior ao observado em H-2b, cuja propagação estendeu-se em 2,23 cm (59%) de seu diâmetro final, para valores de VPI de 54 (com VI de $590,20 \text{ cm}^3$) e

50 (com VI de 476,04 cm³) (Figura 104(b)), respectivamente. Para o tempo de 108 h a dissolução atinge, para as amostras homogêneas, D_w de 2,53 cm (67%) e 3,24 cm (86%) para H-3a e H-3b, respectivamente, com VPI's de 86 (VI de 886,80 cm³) e 110 (VI de 1180,22 cm³) (Figura 104(b)); para as rochas com fraturas, D_w atinge 84% do diâmetro final de F-3a (3,11 cm) e 93% de F-3b (D_w de 3,51 cm), após a injeção de 110 (VI de 1168,02 cm³) e 137 (VI de 1395,01 cm³) VPI (Figura 104(b)), respectivamente.

O avanço de L_w e de D_w com a evolução temporal é mostrando na Figura 105 e Figura 106, para as amostras homogêneas e com fraturas, respectivamente, o que se relaciona com o aumento do tempo de contato entre a solução ácida e a matriz carbonática, cuja interação química é capaz de dissolver a rocha, aumentando o comprimento dos canais (*wormholes*). Fazendo uma comparação entre as rochas (*a* e *b*) para um mesmo intervalo de tempo, verifica-se que, quanto maior o VPI, maior o valor de L_w e D_w , sendo os comprimentos de propagação vertical e horizontal diretamente proporcionais ao volume poroso injetado. Analisando a influência das fraturas nos comprimentos de propagação, devido ao seu posicionamento (perpendicular à direção de injeção) e à sua estrutura de alta porosidade, estas interferem no comprimento vertical e horizontal da dissolução, conforme os fatores já mencionados, especialmente D_w , aumentando-o, mesmo que de forma pouco expressiva, para todos os tempos observados em comparação aos valores apresentados para as amostras homogêneas. Isto se dá pelo fato de que sua estrutura facilita a transmissão/propagação do escoamento ao longo de seu comprimento longitudinal (transmissividade), espalhando os canais de dissolução na direção transversal da seção das rochas.

Figura 105 - Relação entre tempo e VPI no avanço de propagação da dissolução em amostras homogêneas.

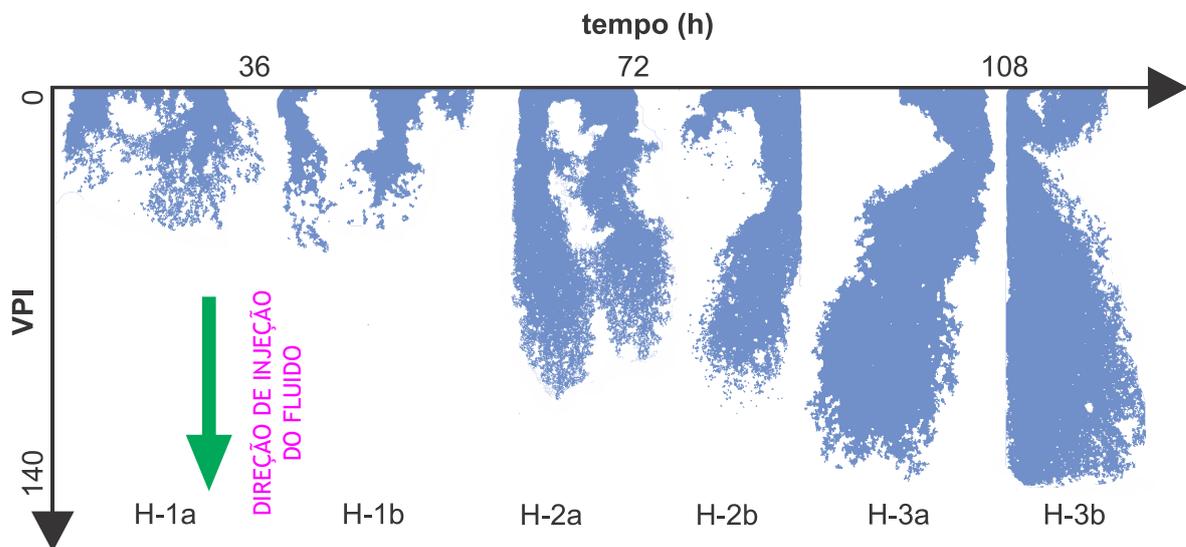
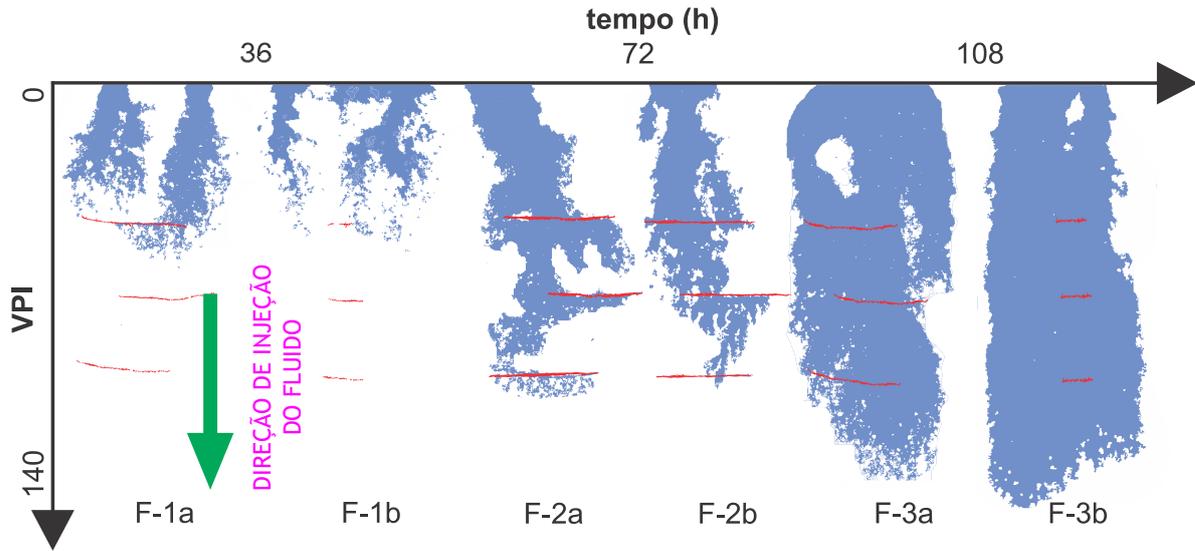


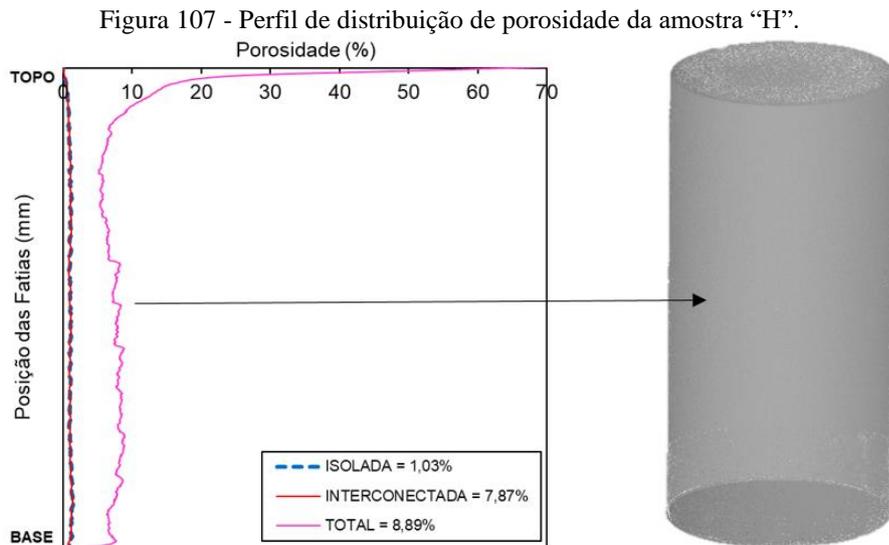
Figura 106 - Relação entre tempo e VPI no avanço de propagação da dissolução em amostras com fraturas.



Fonte: O Autor (2024).

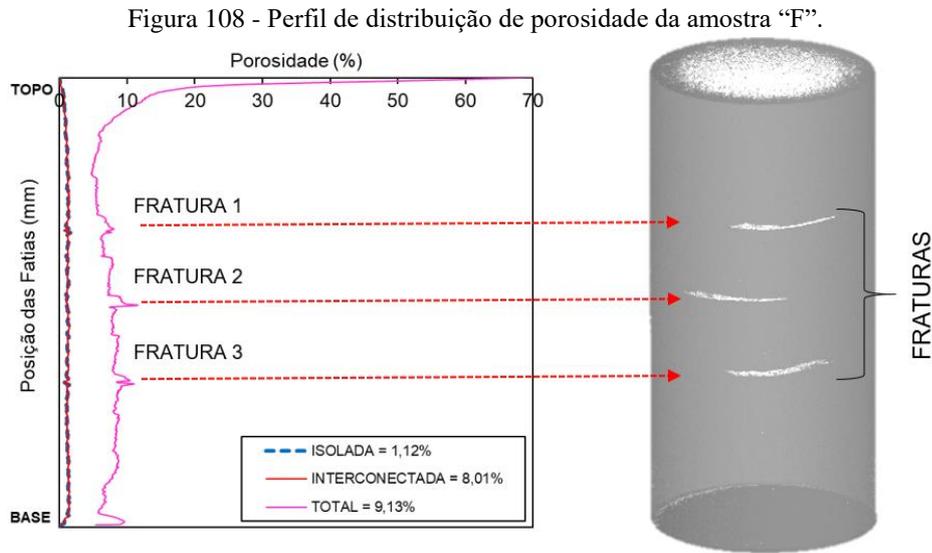
5.6 ANÁLISE DO PERFIL DE DISTRIBUIÇÃO DE POROSIDADE

Para a avaliação do avanço da dissolução com a evolução temporal no perfil de distribuição de porosidade, foram tomadas como rochas representativas as amostras H-1a e F-1a (36 h), H-2a e F-2a (72 h) e H-3a e F-3b (108 h), sendo elas, respectivamente, homogêneas e com fraturas, e que foram comparadas com as amostras “H” e “F”, que não sofreram acidificação. A Figura 107 apresenta o perfil de distribuição de porosidade da amostra “H”, juntamente com a reconstrução da rocha em 3D.



Fonte: O Autor (2024).

A amostra apresenta 1,03% de poros isolados e 7,87% de poros interconectados (que permite a transmissão do fluido de um poro a outro), com um total de 8,89%; além disso, nota-se que a rocha apresenta uma distribuição de poros uniforme ao longo de seu comprimento, evidenciada pela constância do comportamento das curvas entre a sua região superior (topo) e inferior (base). A reconstrução em 3D confirma tal comportamento, em que é possível perceber a homogênea e consolidada, e com uma conservação de sua morfologia entre seu topo e sua base, já observada através da Figura 88. A mesma análise foi feita com a amostra “F”, cujo perfil de distribuição de porosidade é apresentado na Figura 108.

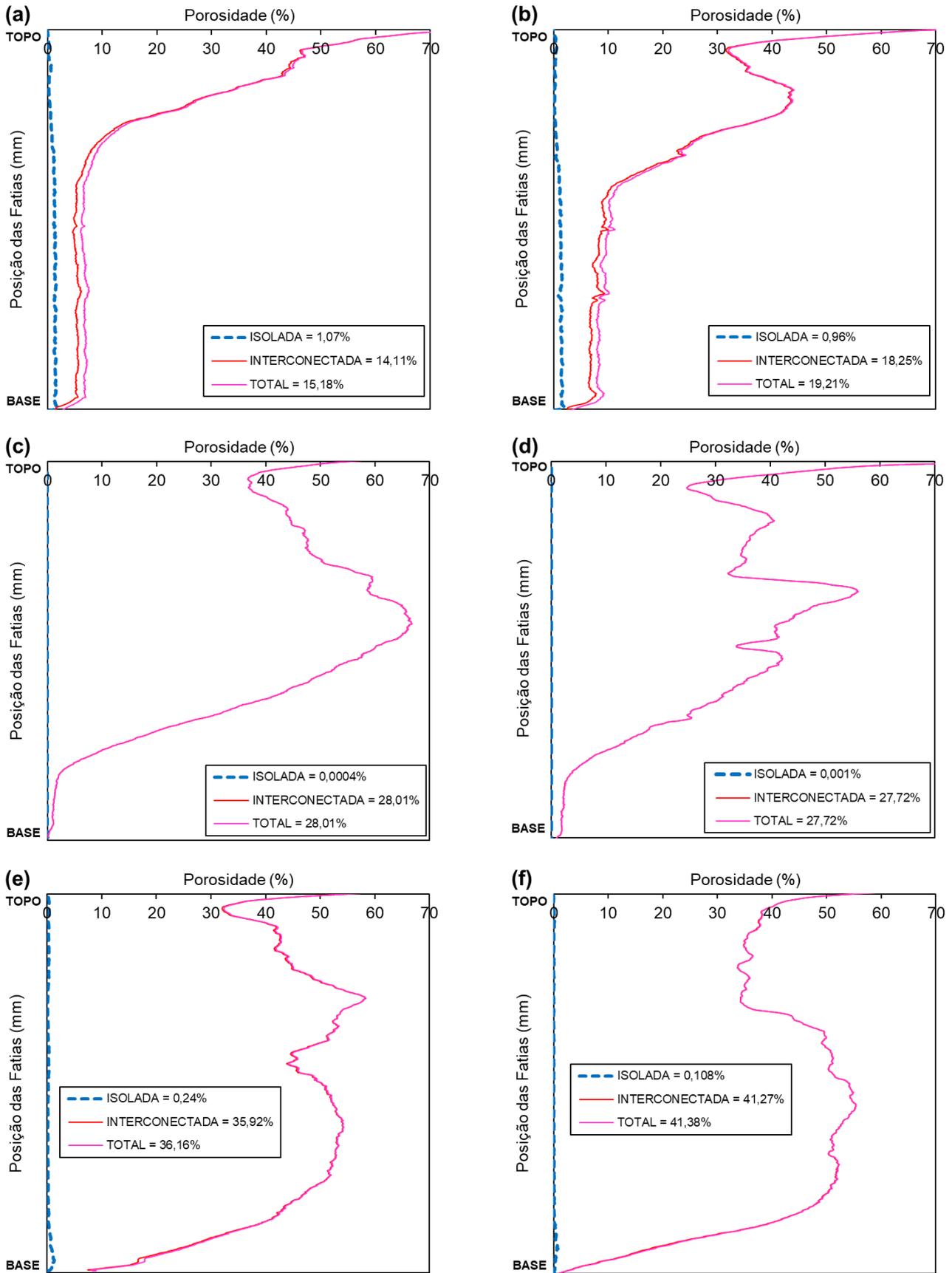


Fonte: O Autor (2024).

A rocha em questão apresenta 1,12% de porosidade isolada, 8,01% de porosidade interconectada e 9,13% de porosidade total. Através desta metodologia, é possível identificar picos de porosidade via perfil de distribuição, que coincidem com as regiões em que foram inseridas as tiras de geotêxtil para a representação das fraturas, algo que não se identifica na metodologia de porosimetria a gás hélio, já que esta calcula a porosidade geral das amostras. Nessas regiões, são observadas maiores porosidades, visto que o material inserido apresenta espaços vazios maiores em relação a matriz rochosa.

Esta observação corrobora a influência do material na propagação da frente de dissolução nos ensaios de acidificação realizados. Isto permite que fluido escoe com uma maior facilidade se comparado à rocha homogênea, desviando assim o escoamento e concentrando-o ao longo de seu comprimento. A Figura 109(a-f) apresenta os perfis de distribuição de porosidade ao longo do comprimento das rochas acidificadas considerando os tempos de ensaios para amostras homogêneas e com fraturas.

Figura 109 - Perfis de distribuição de porosidade para os tempos de: 36 h – H-1a (a) e F-1a (b); 72 h – H-2a (c) e F-2a (d) e; 108 h – H-3a (e) e F-3b (f).



Fonte: O Autor (2024).

Analisando a amostra H-1a (Figura 109(a)) após 36 h de ensaio, houve um aumento da porosidade, apontando valores de 1,07% para porosidade isolada, 14,11% para porosidade interconectada e 15,18% para porosidade total; o aumento do volume de poros se concentrou na região próxima ao seu topo, e avançou até uma distância de aproximadamente 1/3 de seu comprimento, o que coincide com a distância alcançada pelos *wormholes* nas seções longitudinais da Figura 90(a); como não foi possível observar uma dissolução nas regiões centrais e próximas à sua base, os seus perfis de porosidade comportaram-se semelhantes ao da amostra pré-acidificação. Para o mesmo tempo de análise, a amostra com fraturas F-1a (Figura 109(b)) apresentou 0,96% de porosidade isolada, 18,25% de porosidade interconectada e 19,21% de porosidade total, com comportamento semelhante ao apresentado pela amostra H-1a, além de ser possível identificar um maior pico de porosidade na fratura 1 (a qual concentrou e desviou o fluido da solução ácida em sua estrutura), e picos menores nas fraturas 2 e 3, as quais, de acordo com as imagens geradas, não influenciaram escoamento, visto que a frente de dissolução não foi capaz de atingi-las.

Para o tempo de 72 h, a amostra H-2a (Figura 109(c)) apresentou 0,0004% de porosidade isolada e 28,01% de porosidade interconectada e total; considerando a amostra F-2a (Figura 109(d)), esta apresentou 0,001% de porosidade isolada, e 27,72% de porosidade interconectada (a qual conicidade com a total). Isso mostra que, com o avanço da dissolução proporcionado pela acidificação de matriz, a diferença entre poros isolados e interconectados aumenta, havendo uma transição de poros isolados em interconectados e ampliação dos poros interconectados já presentes; ao analisar o comportamento do perfil, para ambas as amostras, há um avanço expressivo da porosidade nas fatias até 2/3 do comprimento da amostra e manutenção de comportamento na região próxima à base se comparado com as amostras “H” e com a amostra “F”, a qual apresenta uma tendência de maior porosidade nas fraturas 1 e 2 e menor porosidade na fratura 3, coincidindo com o comportamento observado pelos padrões de dissolução da Figura 92 e Figura 93.

A Figura 109(e) e Figura 109(f) apresentam os perfis de distribuição de porosidade após 108 h de ensaio, para as amostras H-3a e F-3b, respectivamente. Em H-3a, esta apresentou 0,24% de porosidade isolada, 35,92% de porosidade interconectada e 36,16% de porosidade total; em F-3b, os valores de porosidade isolada, interconectada e total, foram de 0,108%, 41,27% e 41,38%, respectivamente. Como observado para os tempos de ensaio anteriores, a diferença entre a porosidade isolada e interconectada aumentaram, proporcionado pela dissolução química da matriz carbonática. Analisando o comportamento dos perfis, o aumento da porosidade se dá até a base das amostras. Neste tempo, é possível identificar um mesmo padrão de perfil de

distribuição para as três fraturas considerando F-3b (Figura 109(f)), com um maior volume de poros que compreende a região em que as tiras de geotêxtil estão inseridas.

A Tabela 18 compara os valores de porosidade obtidos para as amostras considerando as metodologias de porosimetria a gás hélio e análise por imagem via microtomografia computadorizada (μ CT).

Tabela 18 - Comparativo entre a porosidade obtida por porosimetria a gás hélio e por análises de μ CT.

grupo	Tempo (h)	Amostra	Porosidade (%)	
			Porosimetria a gás hélio	μ CT
homogênea	0	H (Pré-acidificação)	12,23	8,89
	36	H-1a	16,31	15,18
	72	H-2a	30,47	28,01
	108	H-3a	37,64	36,16
fraturas	0	F (Pré-acidificação)	12,54	9,13
	36	F-1a	18,83	19,21
	72	F-2a	30,36	27,72
	108	F-3b	41,96	41,38

Fonte: O Autor (2024).

Observa-se que, para todas as amostras ensaiadas, os valores obtidos via análises por imagem (μ CT) são inferiores àqueles calculados pela porosimetria a gás hélio; isso se deve ao fato desta técnica ser limitada à capacidade do equipamento e consequentemente à resolução das imagens geradas, de modo que os poros do sistema menores do que os *voxels* da imagem analisada não são quantificados (COSTA *et al.*, 2016), limitação esta que não é observada pela metodologia utilizando o gás hélio. Observa-se na Tabela 18 que essa diferença é maior na amostra pré-acidificação onde deve conter poros menores do que os *voxels* da imagem.

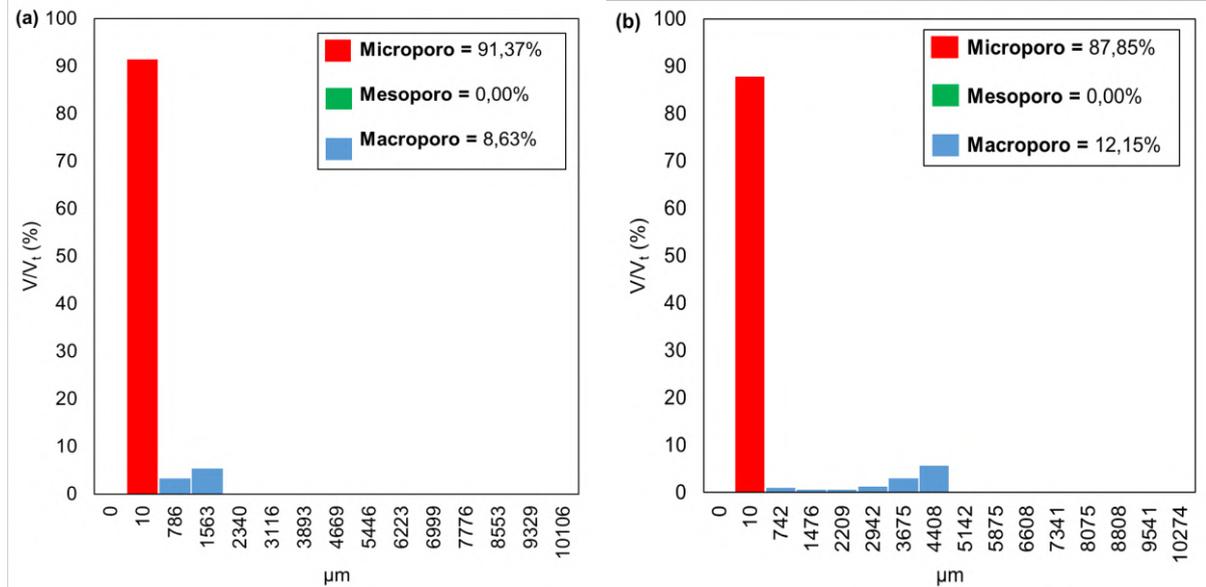
5.7 ANÁLISE DE DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE POROS (PSD)

A distribuição de tamanho de poros (PSD) levou em consideração as análises obtidas via análise por imagem utilizando o *software* VG Studio, comparando tal distribuição das amostras “H” e “F”, as quais não foram acidificadas, com as amostras acidificadas H-1a, F-1a, H-2a, F-2a, H-3a e F-3b.

A Figura 110 apresenta a distribuição do tamanho de poros com os respectivos diâmetros para as amostras “H” (Figura 110(a)) e “F” (Figura 110(b)). Observa-se que, para ambas as amostras, os poros se concentram na faixa de 10 μ m, com uma maior variedade de

tamanho de poros para a amostra com fraturas, o que pode ser atribuído à presença das tiras de geotêxtil, apresentando poros maiores do que os observados na amostra homogênea (H).

Figura 110 - PSD das amostras (a) “H” e (b) “F”.



Fonte: O Autor (2024).

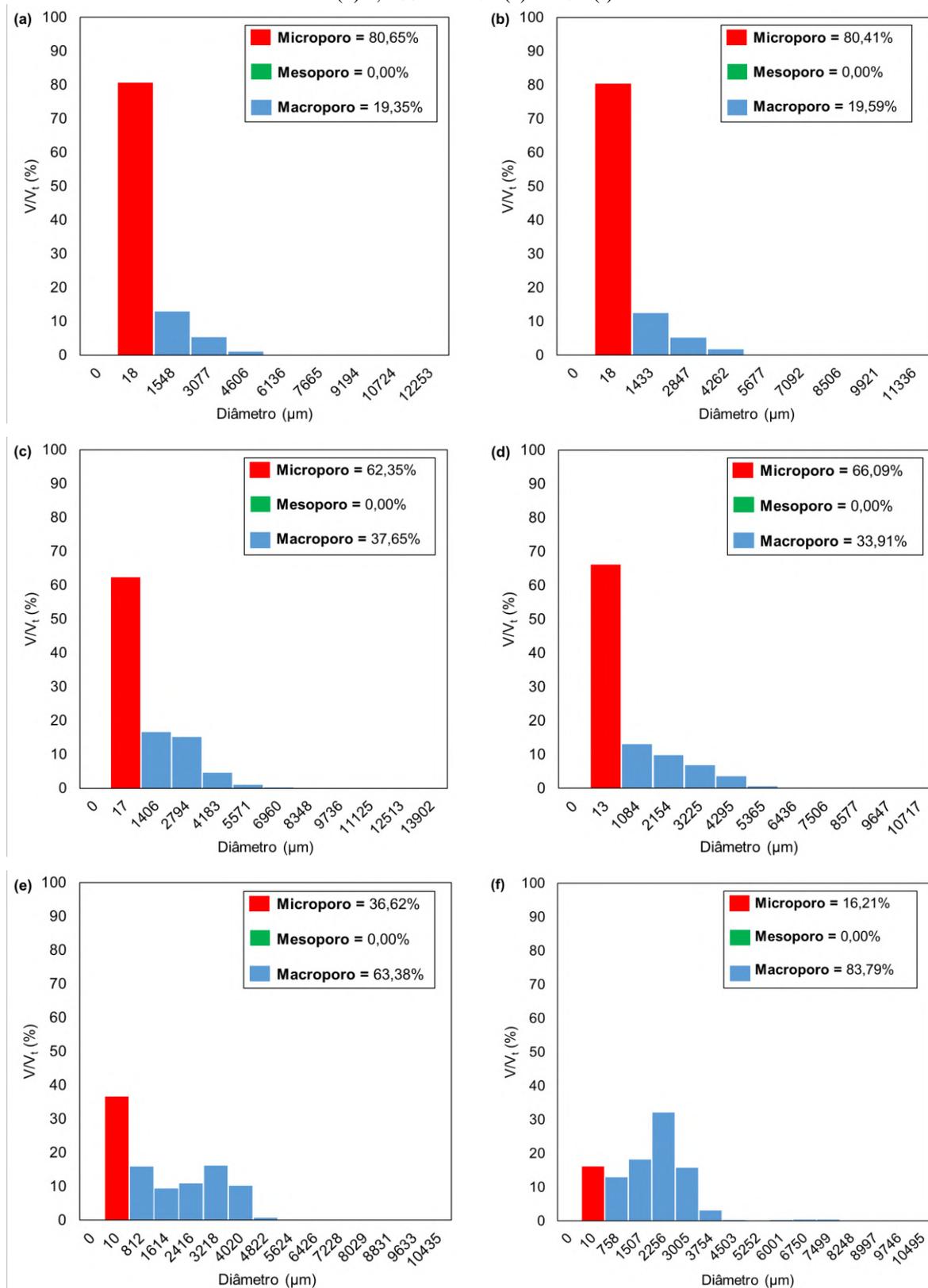
Considerando a classificação proposta por Lonoy (2006), a amostra “H” apresenta 91,37% de microporos e 8,63% de macroporos; para a amostra “F”, esta apresenta 87,85% de microporos e 12,15% de macroporos (superior ao observado em H), o que reflete a distribuição de poros maiores estendendo-se para a direita do gráfico, devido à presença das fraturas.

A Figura 111 apresenta a distribuição do tamanho de poros com os respectivos diâmetros das amostras acidificadas. Para a Figura 111(a), que representa a amostra H-1a após 36 h de ensaio, apresenta seus poros concentrando-se na faixa de 18 μm e variando até 4606 μm com predominância de microporos (80,35%) e 19,35% de macroporos; para a amostra F-1a (Figura 111(b)), os poros também se concentram em sua maior parte na faixa de 18 μm variando até 4262 μm , com 80,41% de microporos e 19,59% de macroporos.

As amostras H-2a (Figura 111(c)) e F-2a (Figura 111(d)), concentram a maior parte de seus poros na faixa de 17 μm e 13 μm , e que variam até 13902 μm e 5365 μm , respectivamente; quanto à classificação proposta, estas apresentam 62,35% e 66,09% de microporos e 37,65% e 33,91% de macroporos, respectivamente, mostrando um aumento dos macroporos e redução dos microporos após 72 h de acidificação.

H-3a (Figura 111(e)) e F-3b (Figura 111(f)) concentram seu maior quantitativo de poros na faixa de 10 μm e 2256 μm , e variando-se até 6425 e 8248 μm , respectivamente, com microporos e macroporos de 36,62% e 63,38% para H-3a e de 16,21% e 83,79% para F-3b, após 108 h de ensaio.

Figura 111 - PSD das amostras acidificadas para os tempos de: 36 h – H-1a (a) e F-1a (b); 72 h – H-2a (c) e F-2a (d) e; 108 h – H-3a (e) e F-3b (f).



Fonte: O Autor (2024).

Observa-se que, à medida em que a acidificação evolui, há uma inversão entre a proporção do tamanho de poros do sistema, havendo uma tendência de deslocamento dos picos

do gráfico para a direita (que representa o aumento de poros), de modo que, com o avanço do tempo, a frequência de microporos diminui, enquanto que a frequência de macroporos aumenta, mostrando a ação da dissolução do ácido acético no aumento do diâmetro de poros provocado pela estimulação (ECONOMIDES *et al.*, 2012); Meng *et al.* (2023), ao analisar os efeitos da acidificação em rochas carbonáticas via μ CT, também observaram esta mesma tendência de deslocamento do gráfico para a direita, com aumento da frequência dos poros maiores e redução dos poros menores após a dissolução de carbonatos.

Para todas as análises de PSD apresentadas na Figura 110 e Figura 111, não houve a quantificação de mesoporos ao ser considerada a classificação proposta por Lønøy (2006), que estabelece valores entre 50 e 100 μ m para esta faixa; isto pode ser justificado pela forma como o *software* distribuiu e subdividiu as faixas de diâmetros analisados, não considerando e quantificando os diâmetros correspondentes à classificação de mesoporos nas análises; observa-se ainda que, diâmetros inferiores à faixa de 10 μ m não foram quantificados, estando relacionado à resolução das imagens de μ CT utilizadas, as quais não foi possível identificar poros com diâmetros inferiores a estes, sendo esta uma limitação da metodologia para a presente análise.

6 EFEITOS DA ACIDIFICAÇÃO DE MATRIZ NAS PROPRIEDADES GEOMECÂNICAS DAS ROCHAS CARBONÁTICAS SINTÉTICAS

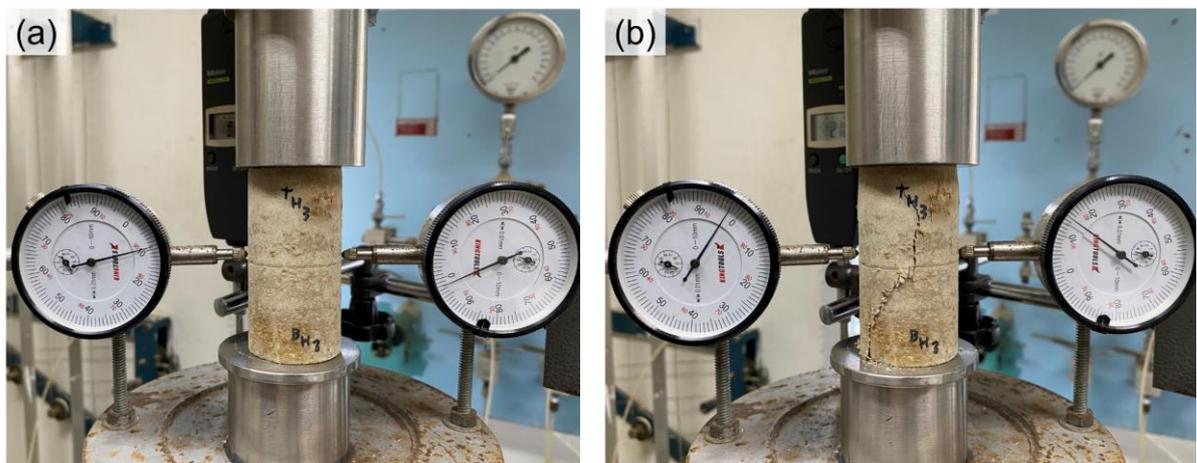
Este capítulo apresenta uma discussão dos efeitos da acidificação de matriz nas propriedades geomecânicas das rochas carbonáticas sintéticas, avaliando e comparando as variações do comportamento tensão-deformação das curvas e dos valores de UCS, Módulo de Elasticidade e Coeficiente de Poisson pós-dissolução química. São comparados os parâmetros geomecânicos antes e após a acidificação, assim como são correlacionados tais parâmetros com as propriedades petrofísicas, peso específico dos grãos e comprimento de dissolução das amostras.

6.1 ENSAIOS GEOMECÂNICOS EM AMOSTRAS ACIDIFICADAS

As propriedades geomecânicas das rochas carbonáticas sintéticas pós-acidificação de matriz foram determinadas através do ensaio de resistência à compressão simples (UCS) (Equação 7), utilizando uma prensa de compressão servocontrolada com deslocamento constante de 0,12 mm/min de capacidade de 100 kN, levando as amostras até a sua ruptura (Figura 112). Os deslocamentos axial e radial foram medidos ao longo do ensaio através de extensômetros posicionados ao longo da porção longitudinal e do diâmetro da amostra, respectivamente.

Os parâmetros elásticos de Coeficiente de Poisson (ν) e Módulo de Elasticidade médio (E_m) foram determinados de acordo com as Equações 09 e 10.

Figura 112 - Amostras acidificadas (a) antes e (b) após o ensaio de UCS.



Fonte: O Autor (2024).

6.1.1 Parâmetros geomecânicos das amostras acidificadas

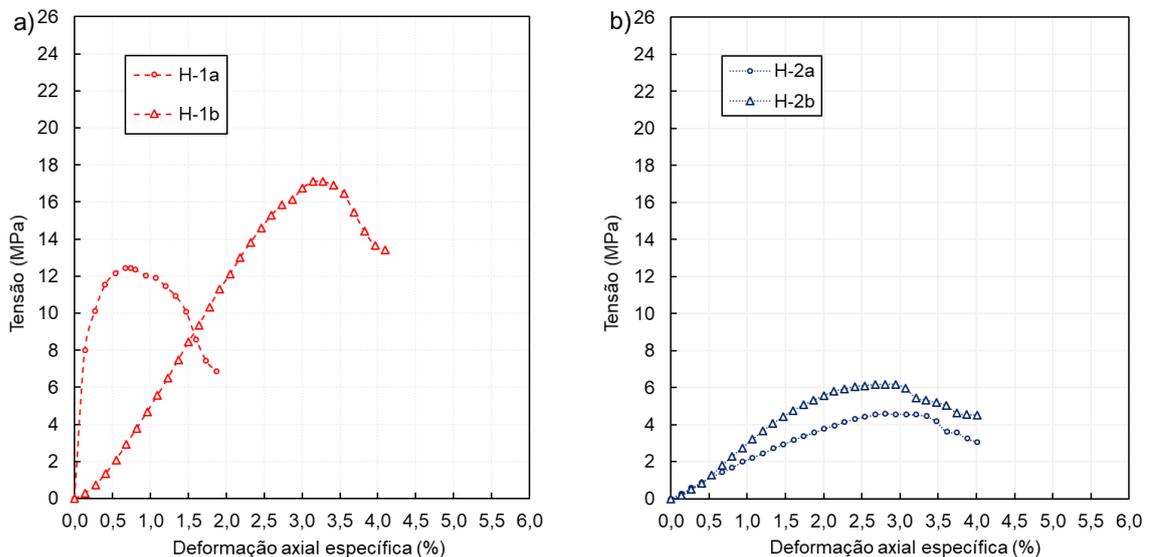
A Tabela 19 apresenta os valores de UCS, Módulo de Elasticidade (E_m) e Coeficiente de Poisson (ν) das amostras acidificadas. A Figura 113(a-c) e Figura 114(a-c) apresentam, respectivamente, as curvas tensão-deformação axial das amostras acidificadas homogêneas e com fraturas.

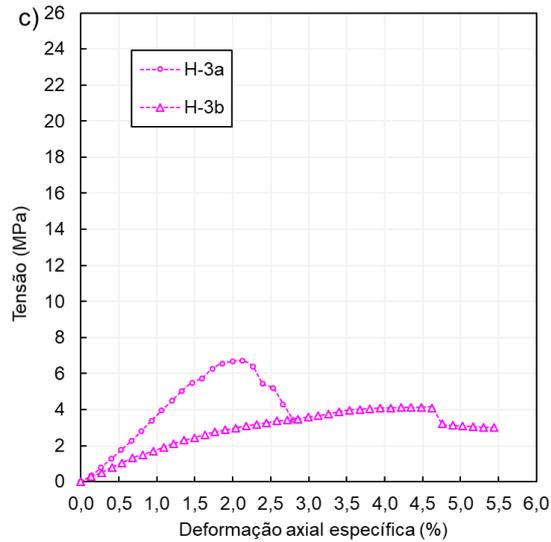
Tabela 19 - Parâmetros geomecânicos das amostras acidificadas.

Grupo	Tempo (h)	Amostras Acidificadas	UCS (MPa)	E_m (GPa)	ν
homogênea	36	H-1a	12,45	1,33	0,20
		H-1b	17,11	0,67	0,17
	72	H-2a	4,61	0,20	0,16
		H-2b	6,17	0,36	0,17
	108	H-3a	6,69	0,40	0,25
		H-3b	4,12	0,17	0,15
fraturas	36	F-1a	12,82	1,75	0,13
		F-1b	24,18	0,88	0,16
	72	F-2a	6,52	0,44	0,36
		F-2b	11,20	0,71	0,26
	108	F-3a	4,71	0,20	0,26
		F-3b	4,14	0,20	0,17

Fonte: O Autor (2024).

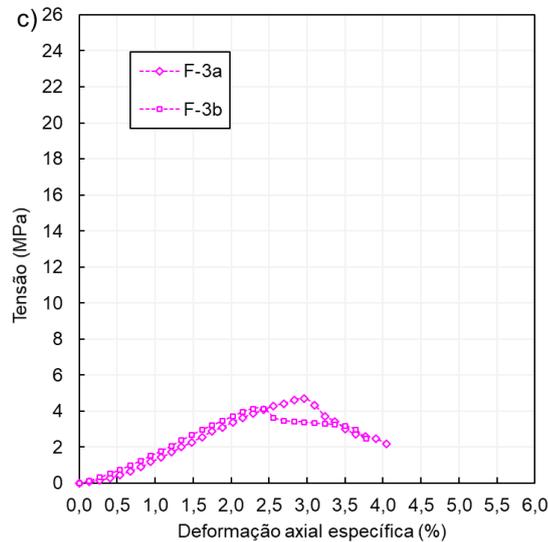
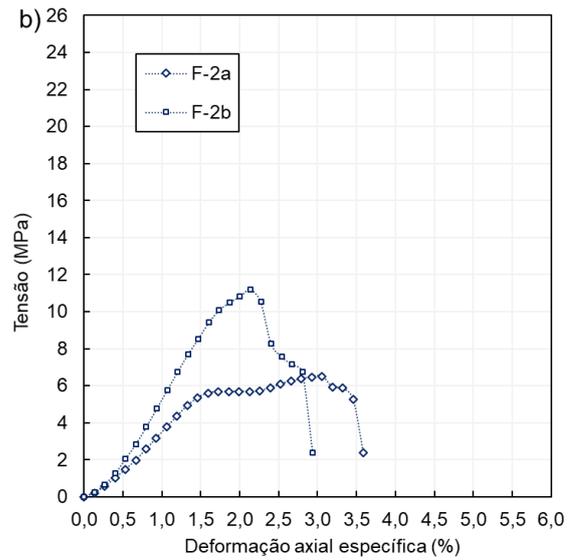
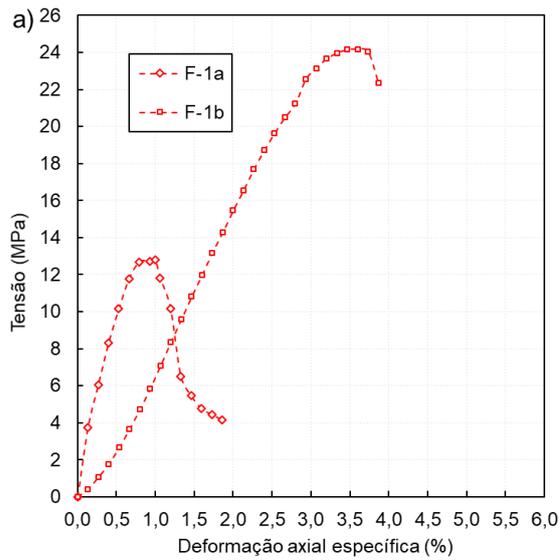
Figura 113 - Curvas tensão-deformação axial para amostras acidificadas homogêneas após tempos de ensaio de: (a) 36 h; (b) 72 h e; (c) 108 h.





Fonte: O Autor (2024).

Figura 114 - Curvas tensão-deformação axial para amostras acidificadas com fraturas após tempos de ensaio de: (a) 36 h; (b) 72 h e; (c) 108 h.



Fonte: O Autor (2024).

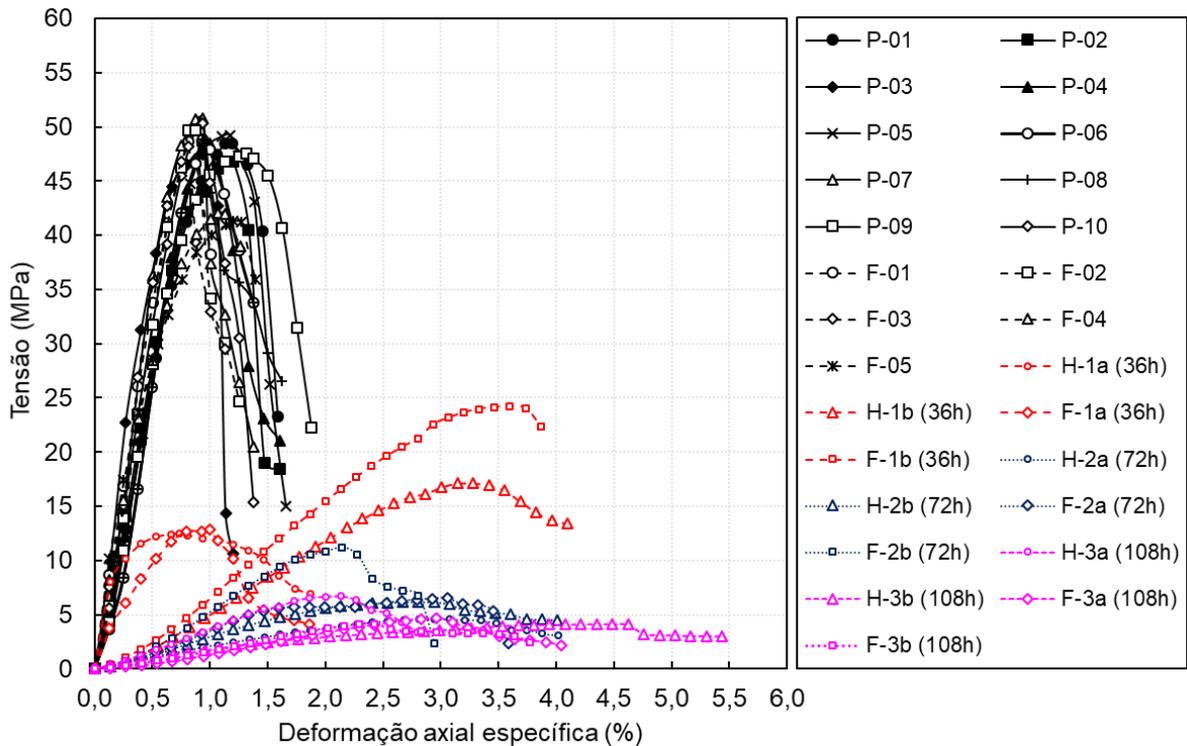
Comparando os valores de UCS para os tempos estudados, há uma redução progressiva de resistência com o aumento do tempo de contato fluido/ácido-rocha. Para o tempo de 36 h, as amostras apresentaram valores de UCS de 12,45 MPa a 17,11 MPa e de 12,82 MPa a 24,18 MPa, considerando, respectivamente, rochas homogêneas e com fraturas. Avaliando o tempo de 72 h, há uma redução dos valores de UCS, passando para 4,61 MPa a 6,17 MPa e de 6,52 MPa a 11,20 MPa, considerando, respectivamente, rochas homogêneas e com fraturas. Para o tempo de 108 h, a redução da resistência foi mais expressiva, apresentando valores de UCS de 6,69 MPa a 4,12 MPa e de 4,71 MPa e 4,14 MPa para, respectivamente, rochas homogêneas e com fraturas.

Uma variabilidade no comportamento das curvas pode ser observada comparando as amostras para um mesmo tempo de ensaio realizado. Essa variação pode ser atribuída a como os canais de dissolução (*wormholes*) foram formados na parte interna da rocha; associados a interconectividade dos poros e permeabilidade e para o caso das amostras com a presença das fraturas, os *wormholes* atingem áreas distintas, alterando as condições mineralógicas iniciais da matriz rochosa e, com isso, o material apresenta condições internas diferentes entre si, de modo que, ao se aplicar uma tensão até sua ruptura, a capacidade de absorver o acréscimo de tensão vai depender de como a sua estrutura está arranjada, refletida nesta variação de comportamento das curvas.

Quanto à influência das fraturas no comportamento UCS, as amostras com fraturas apresentam valores um pouco superior para os tempos de 36 h e 72 h, ao compará-las com as amostras homogêneas, podendo ser atribuído ao espalhamento da frente de dissolução causado pelo desvio de parcela do volume injetado para a direção transversal da rocha provocado pelos geotêxteis, comprometendo menos a integridade da rocha ao ser submetida a uma tensão de compressão; para o tempo de 108 h, a frente de dissolução já atingiu quase todo ou todo o comprimento das rochas, passando a não ser mais observada a influência das fraturas pelo elevado grau de dissolução.

O gráfico da Figura 115 compara as curvas tensão-deformação axial de amostras homogêneas e com fraturas que não sofreram ataques ácido, apresentadas no capítulo 3, com as curvas tensão-deformação das amostras acidificadas.

Figura 115 - Comparativo entre as curvas tensão-deformação axial de amostras não acidificadas e amostras acidificadas.



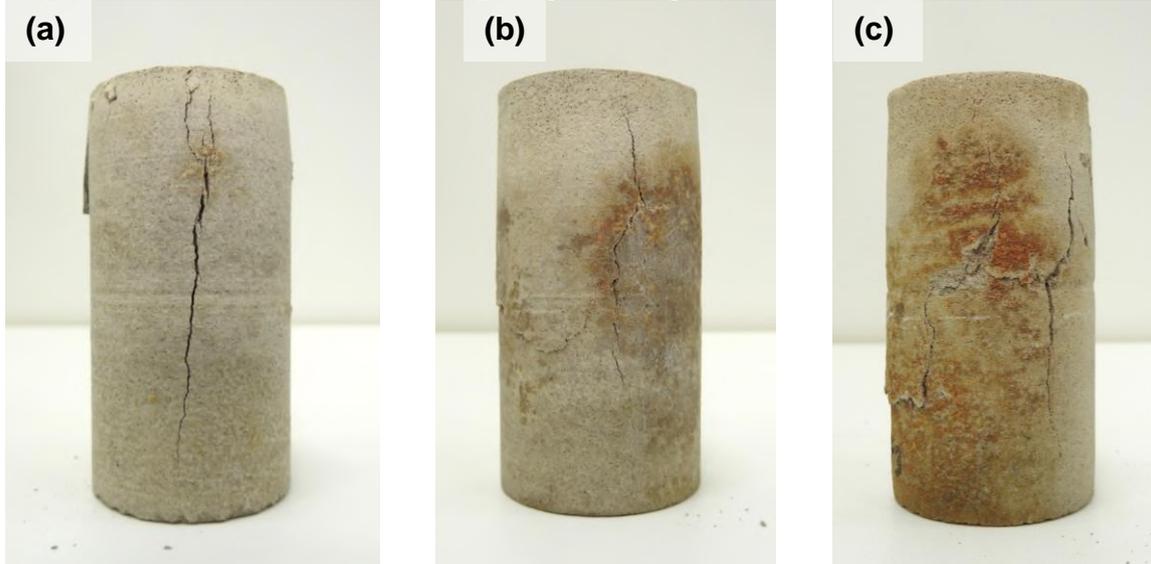
Fonte: O Autor (2024).

Fica evidente a mudança provocada pelos diferentes tempos de ataque do ácido acético na rocha carbonática, não só apenas na mudança do pico de resistência (UCS), mas também no comportamento das curvas. Analisando as amostras que não foram acidificadas, tanto as homogêneas como as com fraturas, observa-se um comportamento frágil, típico de rochas duras de alta resistência, apresentando pequenas deformações elásticas com redução significativa na resistência e com pouca ou nenhuma deformação plástica após sua ruptura.

Ao analisar o tempo de 36 h, há um aumento da deformação para duas (H-1b e F-1b) das quatro amostras ensaiadas, sugerindo uma transição de comportamento para frágil-dúctil, e redução expressiva na inclinação das curvas. Para os tempos de 72 h e 108 h, as curvas se comportam de maneira semelhante, de modo que as amostras apresentam um aumento progressivo das deformações sem que acontecesse perda de resistência, o que reflete numa maior capacidade de se deformar sem se romper, caracterizando um comportamento dúctil, com deformações plásticas irreversíveis (VALLEJO, 2002). A transição do comportamento frágil-dúctil de rochas carbonáticas, após a acidificação, também foi observada por Gou *et al.* (2019) e Zhang *et al.* (2020) após testes de UCS.

A Figura 116 apresenta amostras acidificadas após a ruptura, para os tempos de ensaio de 36 h (Figura 116(a)), 72 h (Figura 116(b)) e 108 h (Figura 116(c)), apontando diferentes padrões de ruptura.

Figura 116 - Amostras acidificadas após ruptura, para os tempos de ensaio de: (a) 36 h; (b) 72 h e; (c) 108 h.

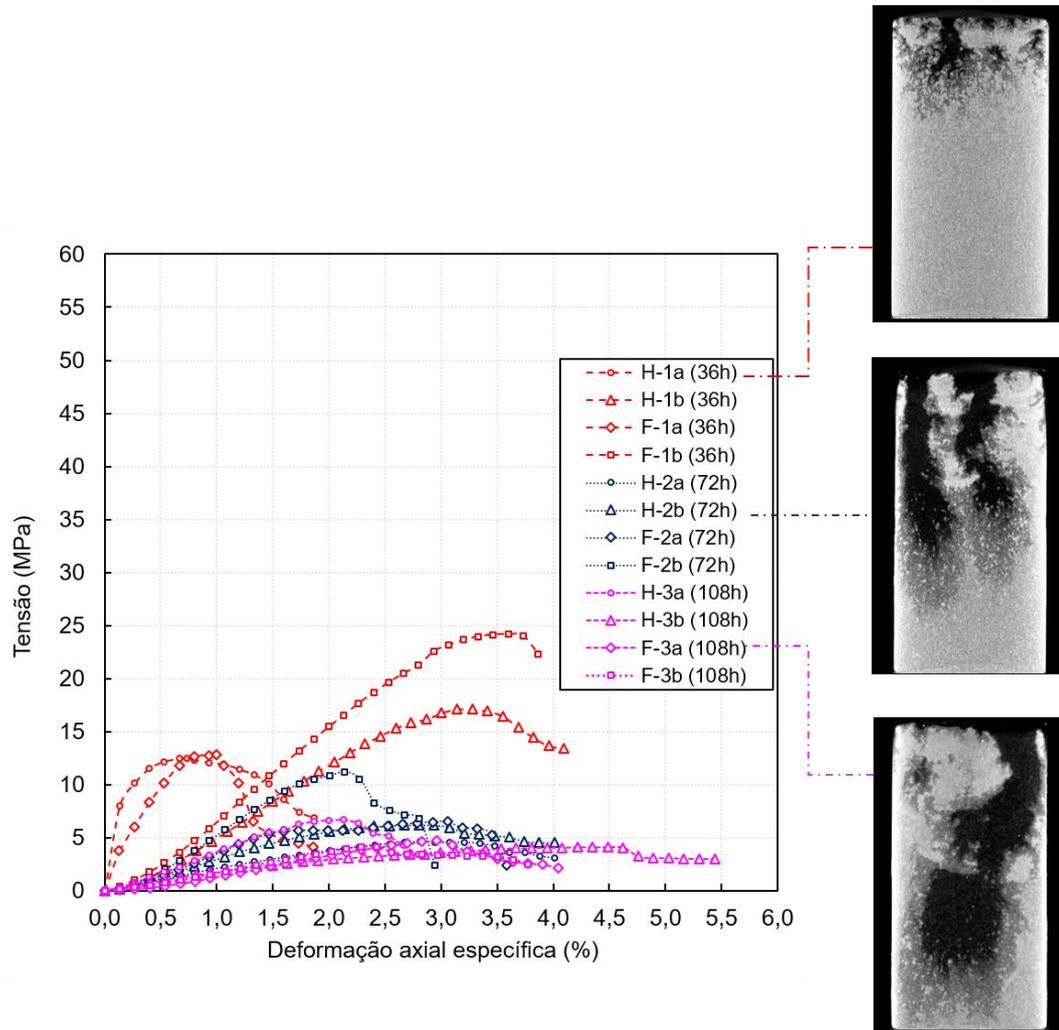


Fonte: O Autor (2024).

De acordo com a classificação proposta por ISRM (1981), após a acidificação, as rochas carbonáticas sintéticas homogêneas e com fraturas passaram de moderadamente dura a dura (com valores de UCS variando entre 41,32 e 50,80 MPa), para branda (5 – 25 MPa) após 36 h de ensaio, por apresentar valores entre 12,45 MPa e 24,18 MPa, e para muito branda (1 – 5 MPa) a branda (5 – 25 MPa) por apresentar valores de UCS entre 4,61 MPa e 11,20 MPa e entre 4,12 MPa e 6,69 MPa após, respectivamente, 72 h e 108 h de acidificação.

A Figura 117 relaciona as curvas tensão-deformação axial das amostras acidificadas com uma respectiva imagem de microtomografia computadorizada referente ao padrão de dissolução (*wormholes*) típico apresentado pelas amostras deste estudo, para os tempos de 36 h, 72 h e 108 h de ensaio.

Figura 117 - comparativo entre as curvas tensão-deformação axial e padrões de dissolução de amostras acidificadas.

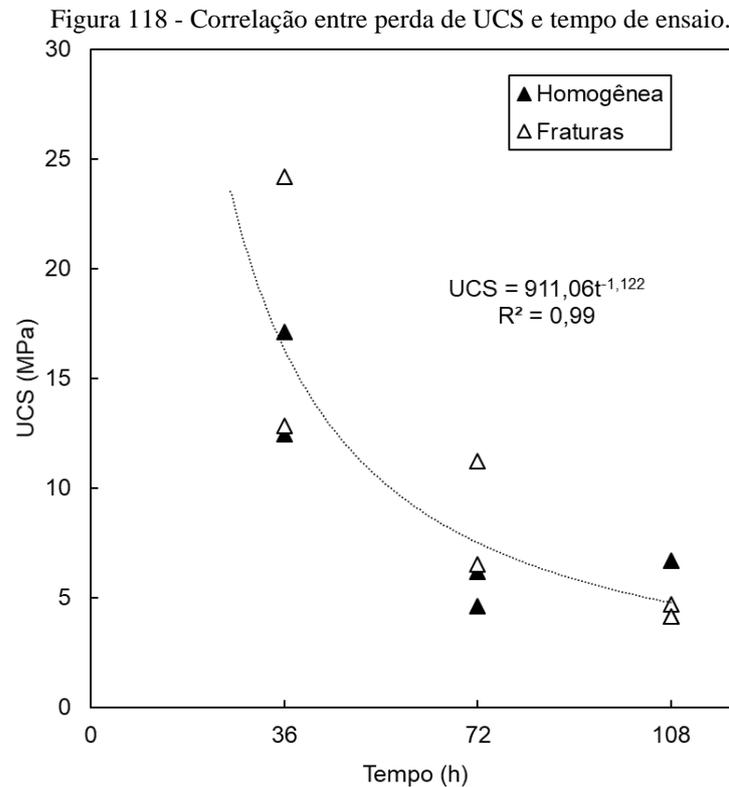


Fonte: O Autor (2024).

Observa-se um decréscimo progressivo do valor médio de UCS das curvas, representado pela redução do pico de resistência das amostras com o aumento do tempo de ensaio. Correlacionando com as imagens, a resistência foi significativamente reduzida pelo aumento de porosidade causado pela dissolução química do ácido acético que, com o aumento de tempo de ensaio (maior volume de ácido injetado) e a uma taxa de injeção baixa, mais massa da matriz rochosa foi dissolvida (representada pelas regiões em preto no interior da rocha), aumentando o volume de vazios da estrutura, além das mudanças mineralógicas sofridas pela rocha pós-acidificação, afetando, desta forma, a integridade da amostra; a combinação destes fatores, segundo Eide (2012), Alameedy *et al.* (2022) e Parandeh *et al.* (2023), pode causar danos severos à formação rochosa, envolvendo problemas geomecânicos no poço como o colapso de poros.

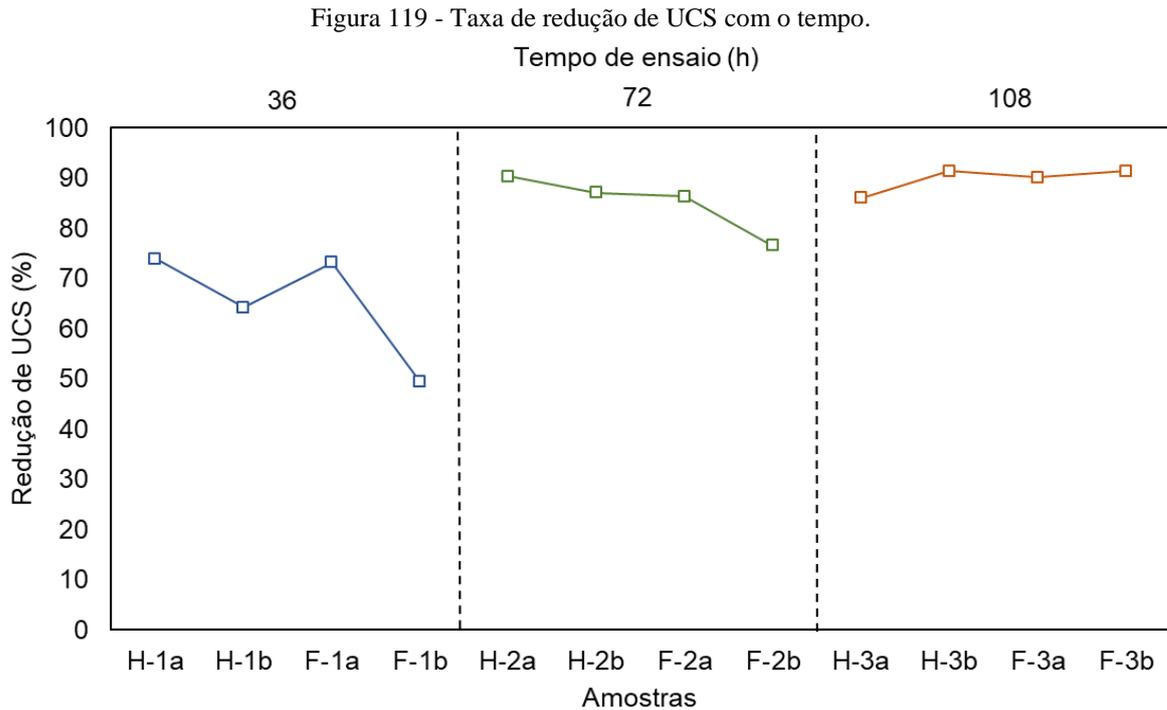
Nota-se ainda que, comparando amostras homogêneas e com fraturas antes da acidificação, identifica-se, como mostrado nas curvas tensão-deformação, pouca influência das descontinuidades inseridas (fitas de geotêxtil representativas como fraturas) na resistência da rocha; logo, as demais correlações serão apresentadas em conjunto, diferenciando-se apenas em termos de tempo de ensaio.

Os valores de UCS das amostras pós-acidificadas podem ser correlacionados com os tempos de ensaio analisados neste trabalho. A Figura 118 apresenta uma tendência média em potência com $R^2 = 0,99$ para as amostras, com a redução do UCS mostrando que a resistência mecânica é inversamente proporcional ao tempo de acidificação de matriz, diretamente relacionado ao aumento do volume de ácido injetado e consequentemente ao aumento do volume poroso das rochas.



Fonte: O Autor (2024).

A redução de UCS pode ser comparada com o valor médio obtido para a resistência à compressão simples das rochas carbonáticas sintéticas pré-acidificação, com UCS de 47,78 MPa, considerando amostras homogêneas e com fraturas. O gráfico da Figura 119 relaciona e compara a redução de UCS das amostras com o tempo de ensaio.

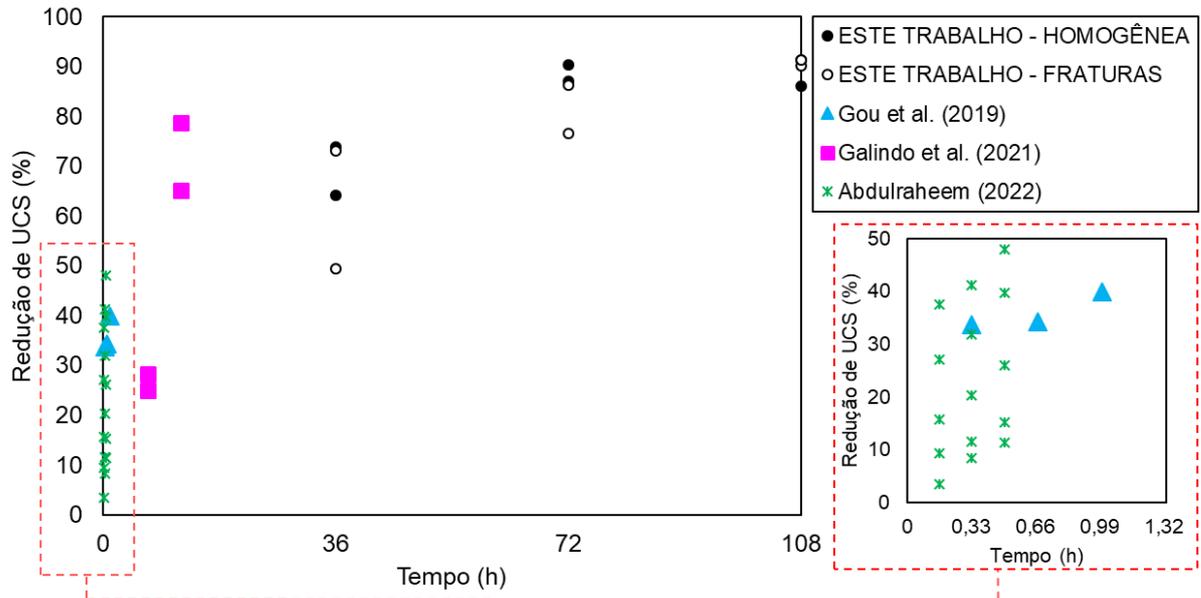


Fonte: O Autor (2024).

Para o tempo de 36 h, a redução variou entre 49,39% e 73,94%; para o tempo de 72 h, a redução apresentou-se entre 76,56% e 90,35% e; considerando o tempo de 108 h, a redução obtida variou entre 86,00% e 91,38%. Tal comportamento descreve uma redução da resistência mecânica com o aumento do tempo de contato fluido/ácido-rocha.

Analisando o tempo de contato ácido/fluido-rocha, os resultados apresentados na Figura 119 indicam uma redução brusca de UCS para os tempos de 36 h, 72 h e 108 h de ensaios, ocorrendo a diminuição do pico de resistência para tratamentos ácidos prolongados, assim como foi verificado por Gou *et al.* (2019), Galindo *et al.* (2022) e Abdulraheem (2022), que verificaram a influência do tempo e identificaram uma redução na resistência mecânica de rochas carbonáticas sintéticas após a acidificação com o aumento deste tempo de contato (Figura 120), sendo este um fator relevante ao se considerar a aplicação da técnica de estimulação, relacionando-se com o tipo de ácido e taxa de injeção empregada, a fim de evitar o colapso no entorno do poço.

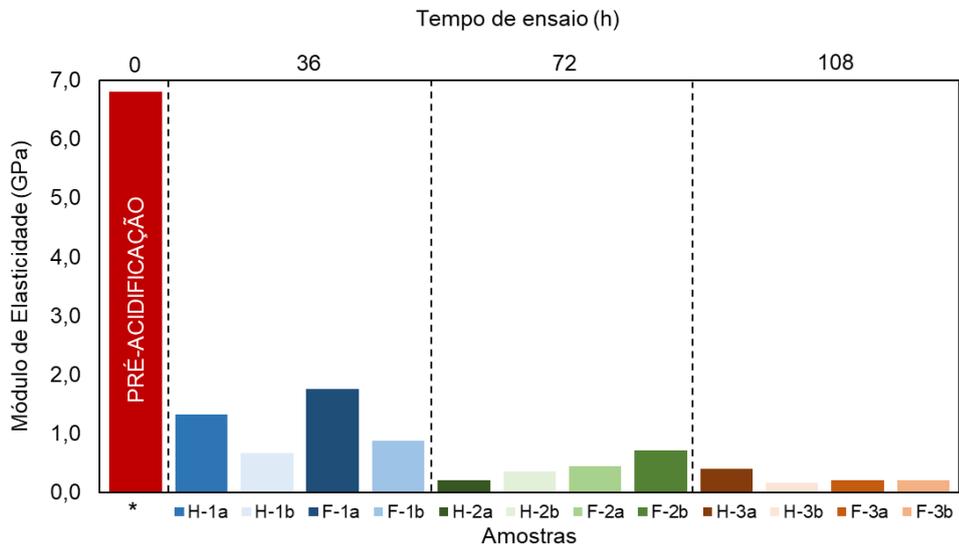
Figura 120 - Comparativo da redução de UCS com o aumento do tempo de acidificação com dados reportados pela literatura.



Fonte: O Autor (2024).

O gráfico da Figura 121 compara o Módulo de Elasticidade (E) pré-acidificação de 6,81 GPa, obtido a partir da média entre os valores de E das amostras homogêneas e com fraturas apresentadas no Capítulo 3, com os valores do parâmetro elástico das amostras acidificadas.

Figura 121 - Comparativo entre a média de E pré-acidificação com os valores de E das amostras acidificadas.



*média dos valores de E pré-acidificação (Capítulo 03).

Fonte: O Autor (2024).

Analisando o Módulo de Elasticidade (E), estes apresentaram redução entre seus valores, indicando a perda de rigidez gradativa da rocha à medida em que o tempo de ensaio aumenta. Essa redução pode ser observada através das curvas da Figura 115, evidenciada pela

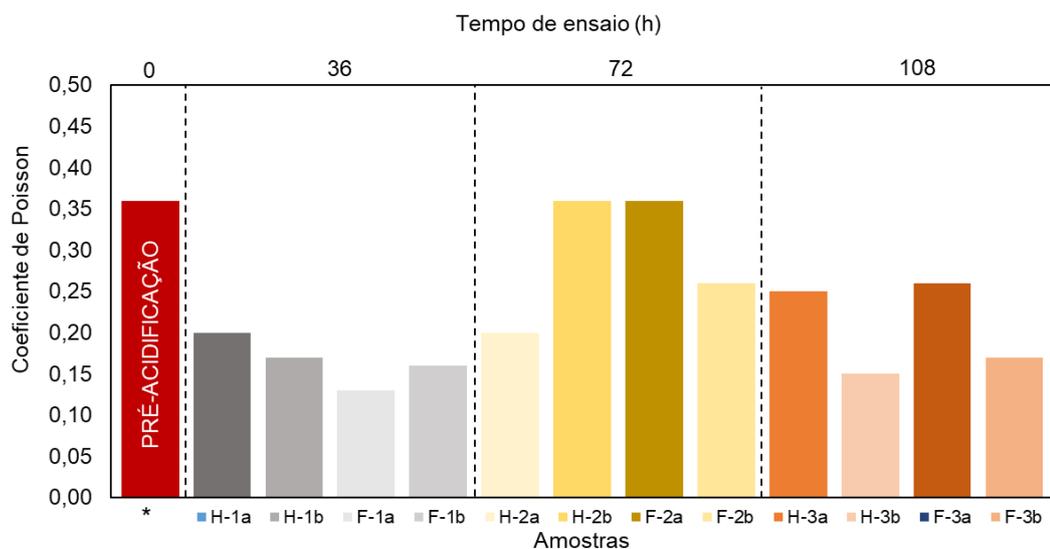
redução da inclinação do trecho elástico em relação à inclinação das curvas pré-acidificação, apresentando maiores deformações elásticas resultantes da aplicação de tensões.

O comportamento de redução do parâmetro com o tempo corrobora a tendência de diminuição gradativa da inclinação do trecho elástico das curvas, variando-se entre 0,67 GPa e 1,75 GPa após 36 h de ensaio, entre 0,20 GPa e 0,71 GPa após 72 h e entre 0,17 GPa e 0,40 GPa após 108 h de acidificação, tendo-se uma redução média comparada com o valor de E pré-acidificação de 83,00%, 93,72% e 96,44%, para os tempos de ensaio de 36 h, 72 h e 108 h, respectivamente.

A dissolução provocada pelo ácido acético, correlacionada com a perda de massa e aumento da porosidade influenciam diretamente na rigidez da rocha, de modo que, quanto maior o tempo de dissolução, maior a massa dissolvida e maior a porosidade, menor é o Módulo de Elasticidade e, conseqüentemente, menos rígida é a amostra. A variação de rigidez de rochas carbonáticas provocada pela acidificação também foi observada por Zhang *et al.* (2020), Alameedy *et al.* (2022), Mustafa *et al.* (2022), Abdulraheem (2022) e Lai *et al.* (2022), em que ambos relataram a redução do módulo elástico pós-acidificação.

Para o Coeficiente de Poisson ν (Figura 122), estes variaram entre 0,13 (F-1a para o tempo de 36 h) e 0,36 (F-2a para o tempo de 72 h), não sendo possível observar uma tendência de redução gradativa dos valores com o aumento do tempo de ensaio, mas que, sempre são menores ou iguais ao valor de ν das amostras não acidificadas.

Figura 122 - Comparativo entre a média de ν pré-acidificação com os valores de ν das amostras acidificadas.



*média dos valores de ν pré-acidificação (Capítulo 03).

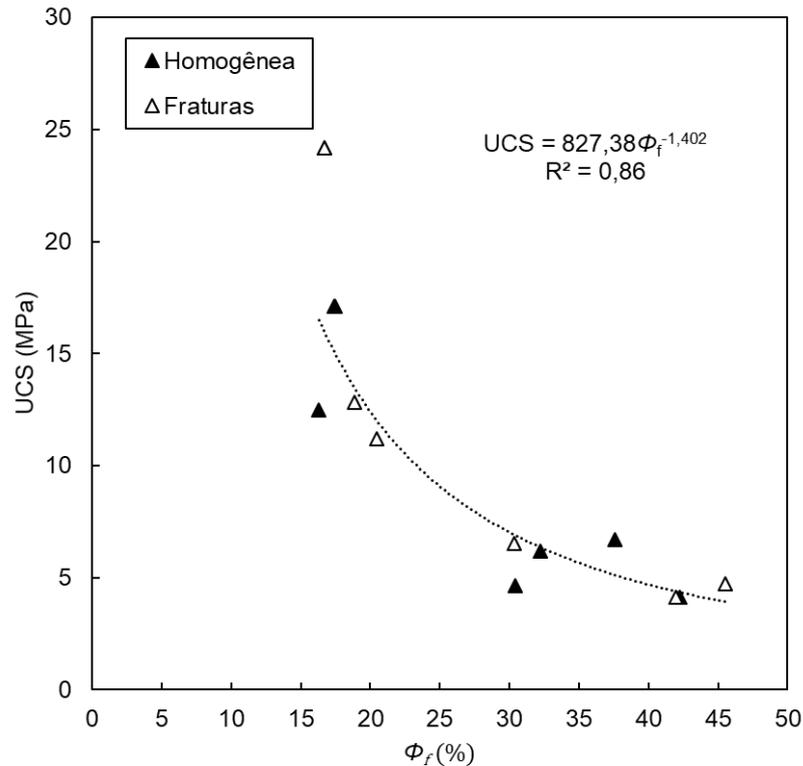
Fonte: O Autor (2024).

Comparado com o valor médio de ν obtido a partir da média dos valores do parâmetro de amostras homogêneas e com fraturas pré-acidificação, estes são iguais ou menores pós-acidificação, indicando que o ácido acético contribui para a redução da razão entre expansão radial e a compressão axial das rochas carbonáticas sintéticas, também observado por Alameedy *et al.* (2022).

6.2 RELAÇÃO ENTRE PROPRIEDADES PETROFÍSICAS E GEOMECÂNICAS DAS AMOSTRAS ACIDIFICADAS

A Figura 123 correlaciona os valores da porosidade pós-acidificação com os resultados de UCS apresentados pelas amostras acidificadas, em que é possível observar uma tendência de potência do decréscimo de UCS com o aumento da porosidade, sendo a resistência mecânica inversamente proporcional a esta propriedade petrofísica.

Figura 123 - Correlação entre porosidade e UCS das amostras acidificadas.



Fonte: O Autor (2024).

Pelo ataque do fluido reativo promovido pelo ácido acético, à medida em que a matriz rochosa é dissolvida, mais espaços vazios vão sendo formados, aumentando o volume de vazios do sistema, resultando numa perda de contato entre os grãos e degradação mineralógica da

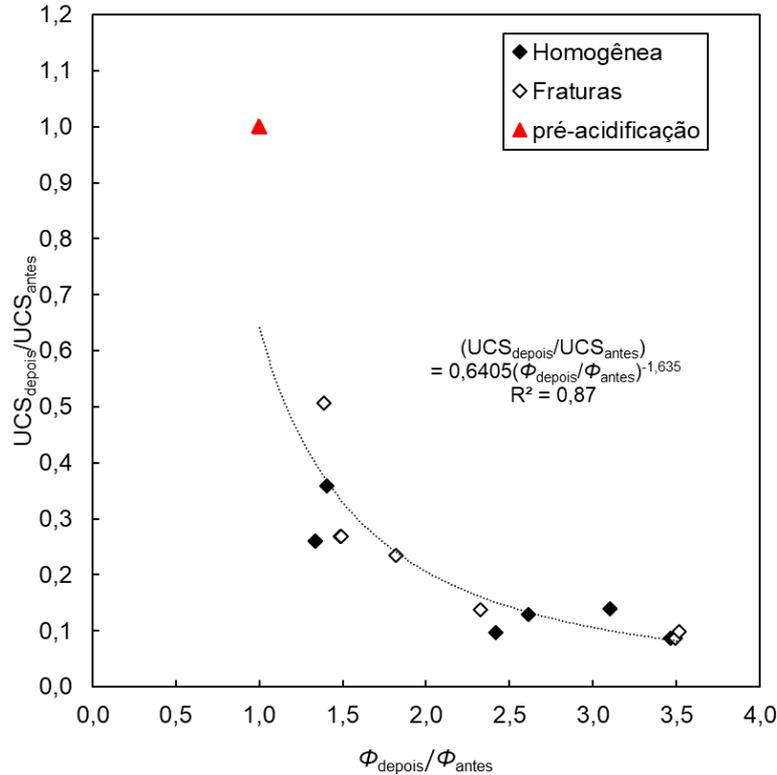
rocha. Oliveira (2016), Galindo *et al.* (2022) e Parandeh *et al.* (2023) observaram, por meio de resultados experimentais, tendência de decréscimo desta correlação.

Assim como apresentado por De Groot (1966), Ciantia *et al.* (2014) e Galindo *et al.* (2022), para amostras acidificadas, a dissolução química das ligações diagenéticas ocorre em maior proporção quanto mais a rocha carbonática é exposta ao contato com o ácido.

À medida em que o tempo evolui, as ligações que formam a estrutura são progressivamente desgastadas, sendo governada pela taxa de reação de dissolução e a composição iônica do fluido ao qual a rocha entra em contato, representada pela quantidade de calcita perdida ao longo do tempo, corroborado pelos resultados de FRX e DRX apresentados neste trabalho.

O gráfico da Figura 124 correlaciona a razão entre a porosidade final e inicial com a razão dos valores de UCS das amostras acidificadas com o valor médio de UCS pré-acidificação.

Figura 124 - Correlação entre razão de porosidade e razão de UCS antes e após acidificação.

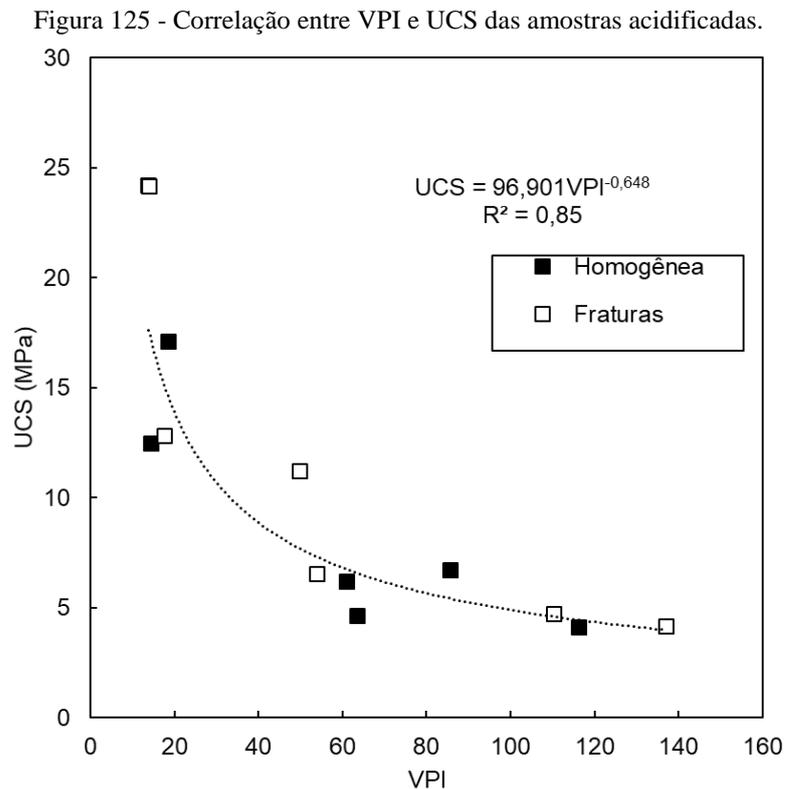


Fonte: O Autor (2024).

Observa-se um decréscimo da razão de UCS com o aumento da razão de porosidade das amostras em uma tendência de potência, mostrando que, um aumento a partir de aproximadamente 50% do volume de poros ($\Phi_{\text{depois}}/\Phi_{\text{antes}} = 1,5$) já é o suficiente para reduzir a resistência mecânica para 25% ($UCS_{\text{depois}}/UCS_{\text{antes}} = 0,25$) da resistência inicial; essa redução

aumenta com o aumento da razão da porosidade, em que, para valores de $\Phi_{\text{depois}} / \Phi_{\text{antes}}$ próximos a 2,5, a resistência reduz-se a valores próximos de 0,10 a 0,15 do valor inicial, apresentando, para um aumento da razão de porosidade para 3,5, um certo comportamento de estabilidade, com uma razão de UCS próximo dos valores de 0,10 e 0,15.

A correlação entre o volume poroso injetado (VPI) e a resistência mecânica das rochas é apresentada na Figura 125, que se descreve em uma tendência de potência. Com o aumento da injeção ácida, menor se apresentam os valores de UCS, sendo a resistência mecânica inversamente proporcional ao aumento de volume de ácido injetado nas rochas carbonáticas sintética. Assim, observa-se uma certa tendência de estabilidade, indicando que, a partir de VPI igual à 61,02, não é possível identificar uma redução expressiva da resistência mecânica com o aumento do volume de ácido injetado até o VPI de 137,12.



Fonte: O Autor (2024).

Essa tendência de estabilidade mantém-se aproximadamente igual ao que se observa na Figura 124, que corrobora a interdependência do aumento da porosidade com o decréscimo da resistência mecânica das rochas carbonáticas sintéticas acidificadas.

7 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

Este capítulo apresenta as conclusões obtidas a partir dos resultados obtidos pelo desenvolvimento das metodologias propostas neste trabalho. O capítulo traz também sugestões para trabalhos futuros, como forma de continuidade das investigações realizadas até o presente momento acerca da temática abordada.

7.1 CONCLUSÕES

Este trabalho utilizou a metodologia de fabricação de rochas carbonáticas sintéticas como forma de avaliar a acidificação de matriz em reservatórios de petróleo utilizando ácidos orgânicos (ácido acético), a fim de controlar suas propriedades e, com isso, analisar as mudanças causadas pela técnica de estimulação de poços em reservatórios carbonáticos quanto às suas propriedades petrofísicas, químicas, mineralógicas e geomecânicas, e a influência de fraturas no processo dissolutivo delas. As seguintes conclusões podem ser destacadas após o desenvolvimento deste trabalho:

(1) A metodologia de produção associada aos materiais utilizados para o desenvolvimento de 60 amostras de rochas carbonáticas sintéticas fabricadas nesta pesquisa, entre elas homogêneas e com fraturas, e que foram utilizadas para fins de definição de dosagem, caracterização petrofísica/petrográfica/geomecânica e testes de acidificação de matriz é vista como uma alternativa para fabricação de amostras sintéticas para estudos envolvendo reservatórios carbonáticos, controlando-se suas características e eliminando as heterogeneidades e outros fatores como custos e dificuldade de extração que impedem a observação de fenômenos de interação rocha-fluido em reservatórios carbonáticos naturais.

(2) As rochas sintéticas produzidas neste trabalho, quando comparadas com rochas carbonáticas naturais relatadas pela literatura, apresentaram semelhanças em sua estrutura e propriedades geomecânicas e petrofísicas, mostrando que a combinação dos materiais e o processo de consolidação utilizado para sua produção reproduziu a porosidade intergranular típica das rochas carbonáticas, além de contribuir para a sua resistência mecânica e manutenção de seu comportamento (observado pela semelhança entre os parâmetros e curvas tensão-deformação apresentados através dos ensaios de UCS, compressão diametral e compressão triaxial), podendo representar um reservatório carbonático e ser aplicado em estudos envolvendo mecânica de rochas e interação rocha-fluido em reservatórios de petróleo.

(3) A mudança de dosagem na proporção de materiais entre pó calcário e resina epóxi de 85%:15% para 90%:10% contribuiu para o aumento da porosidade e permeabilidade das rochas produzidas, aumentando-se o volume de poros e interconectando-os de modo a favorecer na sua aplicação nos testes de injeção do fluido; tal mudança contribuiu também na diminuição da resistência mecânica da rocha carbonática produzida, apresentando-se, ainda assim, com resistência superior às rochas sintéticas reportadas na literatura.

(4) A utilização de geotêxtil não-tecido como material representativo de fraturas mostrou-se como inovação no processo de síntese de rochas artificiais, cujo processo de fabricação empregado não comprometeu no posicionamento das tiras, mesmo após os testes de acidificação. A não necessidade de remoção do material para a representação de um caminho preferencial (já que esta permite o escoamento do fluido ao longo de sua estrutura por meio de suas propriedades de transmissividade e permissividade) após a consolidação das rochas sintéticas destaca-o como material alternativo para representação de fraturas em outras amostras sintéticas.

(5) O sistema desenvolvido para os ensaios de acidificação de matriz utilizando a célula de injeção mostra-se como uma alternativa para avaliação da técnica em laboratório, especialmente quando é desejável a manutenção da pressão de injeção e variação da taxa de injeção (vazão de injeção) durante a estimulação ácida; ajustes na sua capacidade de pressão de injeção são desejáveis para o aumento do escoamento de fluido nas rochas, reproduzindo condições de ensaio diferentes dos utilizados nesta pesquisa.

(6) O ácido acético (ácido orgânico fraco) injetado em solução com água destilada dissolvido a uma concentração de 10% contribuiu para a dissolução química da rocha carbonática sintética, mostrando ter uma ação retardada devido à sua baixa taxa de dissociação de H^+ e formação de CO_2 como produto da reação (que impede a total dissolução da rocha), sendo necessário um tempo de 108 h para que o canal principal de dissolução percolasse todo o comprimento da amostra até atingir sua base, tendo como vantagem a formação de ramificações mais intensas que contribuiriam para uma maior quantidade de massa dissolvida advinda de um maior tempo de contato necessário entre ácido e rocha para a dissolução ocorrer.

(7) A baixa pressão de injeção associada aos reduzidos valores de porosidade (especialmente o volume de poros interconectados) e permeabilidade requereram um volume poroso injetado (VPI) acima do volume ideal, contribuindo para a formação de *wormholes* do tipo ramificado (em 36 h de acidificação), ramificado e uniforme (em 72 h de acidificação), e uniforme após 108 h de ensaio, não sendo possível a verificação do *wormhole* do tipo dominante; ainda assim, a utilização de soluções com ácidos orgânicos fracos, devido à dissolução retardada do ácido

pela baixa dissociação de H^+ (evidenciada pela redução lenta de pH durante os testes), aumenta o tempo de contato com a matriz rochosa, contribuindo para o aumento da quantidade de massa dissolvida e requerendo uma taxa de injeção inferior àquela necessária ao se injetar ácidos fortes; baixa corrosividade e aplicabilidade em atividades envolvendo altas temperaturas são outras vantagens a serem destacadas ao escolher o ácido acético na técnica de acidificação.

(8) Mudanças nas propriedades petrofísicas de porosidade e permeabilidade foram evidentes após a acidificação, apresentando o aumento desses valores com a evolução temporal; o aumento do tempo de contato estabelecido entre o fluido injetado e a matriz rochosa provocou o aumento do volume de poros, além disso, observou-se uma transição entre poros isolados e interconectados, diminuindo-se os primeiros e aumentando-se os últimos à medida em que o tempo de ensaio aumentava, refletindo-se na permeabilidade das amostras. Foi possível destacar também o aumento da porosidade especialmente nas regiões onde as fraturas estavam presentes. Destaca-se ainda a transição entre o aumento de macroporos e diminuição de microporos, relacionado ao aumento do diâmetro dos poros.

(9) Alterações das análises de fluorescência de Raios-X e Difração de Raios-X após a acidificação revelam a dissolução da matriz carbonática micrítica com o aumento do tempo de ensaio, sendo evidenciada pela redução quantitativa de cálcio (CaO) nas proporções apresentadas pelo FRX e na redução gradativa do pico característico do carbonato de cálcio nos testes de DRX.

(10) As fraturas, representadas pelas tiras de geotêxtil não-tecido posicionadas em regiões específicas e perpendiculares à direção de injeção, influenciaram na formação dos canais de dissolução da rocha (atribuindo-se às suas condições de permissividade e transmissividade), especialmente observado após 36 e 72 h de ensaio, com intensificação da dissolução nas regiões das fraturas e desvio do fluido na direção perpendicular, espalhando as ramificações provenientes da formação dos *wormholes* ao longo de seu comprimento e largura; notou-se ainda sua influência no desvio do volume do fluido após 72 h, quando a solução ácida aplicada apresentava-se presente em todas as fraturas, concentrando parte do volume poroso injetado especialmente na fratura 1 e 2, apresentando pequena redução do VPI se comparado com as amostras homogêneas para o mesmo tempo de ensaio, já que este valor é medido somente após o fluido atravessar toda a rocha.

(11) O aumento do tempo de contato fluido-rocha influenciou no Módulo de Elasticidade e Coeficiente de Poisson, reduzindo sua rigidez e resistência de pico (resistência máxima) das rochas carbonáticas sintéticas, além de sua influência no comportamento tensão-deformação, observando-se a transição de comportamento frágil para dúctil com a evolução temporal.

Quanto à sua classificação considerando os valores de UCS, esta passou de moderadamente dura a dura para branda (após 36 h de acidificação) e de branda a muito branda após 72 e 108 h de ensaio; a dissolução advinda da técnica de estimulação, associada ao aumento do volume de solução ácida injetada representada pelo VPI e conseqüentemente aumento de porosidade das amostras provocada pela dissolução química das ligações diagenéticas, ocorrem em maior proporção à medida em que há o aumento deste tempo de contato, aumentando-se o risco de colapso do reservatório ao aplicar a técnica de acidificação de matriz; recomenda-se verificações adicionais da estabilidade mecânica do reservatório antes do tratamento ácido para avaliações desses efeitos, a fim de evitar resultados não desejáveis com a aplicação da estimulação em campo.

(12) Observou-se pouca influência da presença das fraturas nas propriedades geomecânicas das rochas pré-acidificação, sendo atribuído ao fato de suas dimensões (incluindo comprimento, largura e espessura) serem reduzidas e por estarem posicionadas em regiões (interna à estrutura) em que estas não influenciam de forma expressiva a resistência mecânica da rocha produzida. No cenário pós-acidificação, as amostras com fraturas apresentam valores de resistência pouco superiores para os tempos de ensaio iniciais de 36 h e 72 h, comparando-as com as amostras homogêneas, atribuindo-se ao espalhamento da frente de dissolução causado pelo desvio de parcela do volume injetado para a direção transversal da rocha provocado pelos geotêxteis, comprometendo menos a integridade da rocha ao ser submetida a uma tensão axial; para o tempo de 108 h, a frente de dissolução já atingiu quase todo ou todo o comprimento das amostras, passando a não ser mais observada a influência das fraturas pelo elevado grau de dissolução apresentado. Ensaio complementares seriam necessários para corroborar tal comportamento.

7.2 SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

Como sugestões para pesquisas futuras, tem-se:

- Testar novas proporções de materiais entre o pó de calcário e a resina epóxi para a fabricação de rochas carbonáticas sintéticas e avaliar suas mudanças nas propriedades petrofísicas e geomecânicas;
- Utilizar diferentes gramaturas (espessuras) de geotêxteis como forma de representar sistemas de fraturas com diferentes aberturas;
- Avaliar diferentes formatos, dimensões e posições das tiras de geotêxtil (fraturas) e avaliar sua influência na propagação dos canais de dissolução (*wormholes*);

- Ensaiar as amostras desenvolvidas utilizando “*coreflooding*” para determinação de PVBT e taxa de injeção ótima aplicando-se taxas de injeção superiores às utilizadas neste trabalho;
- Ajustar a capacidade do sistema de acidificação de matriz desenvolvido para aplicação de injeções de fluido a pressões superiores;
- Avaliar os efeitos da temperatura no tempo e nos padrões de dissolução formados utilizando ácido acético;
- Avaliar a acidificação de matriz na rocha desenvolvida utilizando ácidos fortes (ácido clorídrico) em diferentes concentrações;
- Realizar ensaio de compressão diametral (ensaio de tração) e triaxial para as amostras acidificadas;
- Empregar as amostras em outras aplicações relacionadas às rochas-reservatórios, como em testes de dano à formação e de efeito cíclicos de injeção de fluidos;
- Analisar numericamente os mecanismos de dissolução observados pelo ácido acético, considerando a degradação química e mecânica provocada pela acidificação, como também investigar os padrões de *wormholes* formados por esse ácido para diferentes condições de ensaio (taxa de injeção, temperatura, propriedades petrofísicas e geomecânicas) para a rocha carbonática sintética desenvolvida.

REFERÊNCIAS

- AADNOY, B.; LOOYEH, R. **Mecânica das rochas aplicada**: perfuração e projeto de poços. 1. ed. Rio de Janeiro: GEN LTC, 2014.
- ABDULRAHEEM, A. Impact of HCl Acidizing Treatment on Mechanical Integrity of Carbonaceous Shale, **ASC Omega**, 7, 2022, 13629-13643.
- AFSAR, H.; SAMADI, F.; ESMAEILZADEH, F.; AMERI, A. 3-D numerical simulation of sandstone matrix acidizing by non-Newtonian fluid, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 208, Part D, 2022, 109666, ISSN 0920-4105, <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2021.109666>.
- AHMED, T. **Reservoir Engineering Handbook**. 5 ed. Cambridge: Elsevier, 2019.
- AKANNI, O.O.; NASR-EL-DIN, H.A. Modeling of wormhole propagation during matrix acidizing of carbonate reservoirs by organic acids and chelating agents. In: **SPE Annual Technical Conference and Exhibition**, 2016. Disponível em: <http://doi:10.2118/181348-MS>
- ALAMEEDY, U.; ALHALEEM, A.A.; ISAH, A. et al. Effect of acid treatment on the geomechanical properties of rocks: an experimental investigation in Ahdeb oil field. **J Petrol Explor Prod Technol** 12, 3425–3441, 2022. <https://doi.org/10.1007/s13202-022-01533-x>
- AL-AMERI, A.; GAMADI, T. Optimization of acid fracturing for a tight carbonate reservoir, **Petroleum**, Volume 6, Issue 1, 2020, Pages 70-79, ISSN 2405-6561, <https://doi.org/10.1016/j.petlm.2019.01.003>.
- ALBALAWI, H.; KHAN, Z.N.; VALLE-PÉREZ, A.U.; KAHIN, K.M.; HOUNTONDJI, M.; ALWAZANI, H. et al. Sustainable and eco-friendly coral restoration through 3D printing and fabrication. **ACS Sustain Chem Eng** 9:12634–12645, 2021, <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.1c04148>
- ALHAMAD, L.; ALRASHED, A.; MUNIF, E.A.; MISKIMINS, J. A Review of Organic Acids Roles in Acidizing Operations for Carbonate and Sandstone Formations. In: **SPE International Conference and Exhibition on Formation Damage Control**, 2020. <https://doi.org/10.2118/199291-MS>
- ALMETWALLY A.G.; JABBARI H. Experimental investigation of 3D printed rock samples replicas. **J Nat Gas Sci Eng**, 2020, 76:103192. <https://doi.org/10.1016/j.jngse.2020.103192>
- ALVAREZ, L., GUIMARÃES, L., GOMES, I., BESERRA, L., PEREIRA, L., MIRANDA, T., MACIEL, B., BARBOSA, J. Impact of Fracture Topology on the Fluid Flow Behavior of Naturally Fractured Reservoirs. **Energies**, 2021. <https://doi.org.10.3390/en14175488>
- AMALOKWU, K.; BEST, A. I.; SOTHCOTT, J.; CHAPMAN, M.; MINSHULL, T.; LI, X-Y. Water saturation effects on elastic wave attenuation in porous rocks with aligned fractures, **Geophysical Journal International**, Volume 197, Issue 2, 2014, Pages 943–947, <https://doi.org/10.1093/gji/ggu076>.

ARAÚJO, A. F. L. **Estratigrafia Mecânica de Laminitos Aptianos da Bacia do Araripe: aplicação à caracterização de reservatórios naturalmente fraturados**, 2020. Dissertação (Mestrado em Geociências) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2020.

ARH, W. M. **Geology of Carbonate Reservoirs: the identification, description, and characterization of hydrocarbon reservoirs in carbonate rocks**, 1 ed., John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 2008.

ASL, A.M.; SEDAEE, B.; KANDOWJANI, A.E. Fracture and vug effects on wormhole pattern during acidizing of triple porosity carbonate rocks, **Geoenergy Science and Engineering**, Volume 232, Part A, 2024, 212417, ISSN 2949-8910, <https://doi.org/10.1016/j.geoen.2023.212417>

ASSINE, M. L. Bacia do Araripe. **Boletim de Geociências da PETROBRAS**, v. 15, n. 2, p. 371-389, 2007.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 6458 - Grãos de pedregulho retidos na peneira de abertura 4,8 mm - Determinação da massa específica, da massa específica aparente e da absorção de água**. Rio de Janeiro, 2016.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 7181 – Solo – Análise Granulométrica**. Rio de Janeiro, 2016.

ASTM D2664-04, **Standard Test Method for Triaxial Compressive Strength of Undrained Rock Core Specimens Without Pore Pressure Measurements** (Withdrawn 2005), ASTM International, West Conshohocken, PA, 2005.

ASTM D2938-95, **Standard Test Method for Unconfined Compressive Strength of Intact Rock Core Specimens** (Withdrawn 2005), ASTM International, West Conshohocken, PA, 2002.

ASTM D3967-16, **Standard Test Method for Splitting Tensile Strength of Intact Rock Core Specimens**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016.

ASTM D5322-17. **Standard Practice for Laboratory Immersion Procedures for Evaluating the Chemical Resistance of Geosynthetics to Liquids**, ASTM International 2017, 3p.

ATAPOUR H.; MORTAZAVI, A. The influence of mean grain size on unconfined compressive strength of weakly consolidated reservoir sandstones. **J Pet Sci Eng**, 2018, 171:63-70. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.07.029>

BARRI, A.; MAHMOUD, M.; ELKATATNY, S. Evaluation of Rock Mechanical Properties Alteration During Matrix Stimulation With Chelating Agents. **J. Energy Resour. Technol.**, 2016, 138(3), 032907. <https://doi.org/10.1115/1.4032546>

BASANT, T.; JAHAN, S. Engineering Use of Textiles in Geotextile, **Textile Review Magazine**, 2012.

BATHURST, R. J. **Geosynthetics classification. Leaflets on Geosynthetics Applications**, International Geosynthetics Society, IGS, 2p, 2007.

BONNET, E.; BOUR, O.; ODLING, N. E.; DAVY, P.; MAIN, I.; COWIE, P.; BERKOWITZ, B. Scaling of fracture systems in geological media. **Reviews of Geophysics**, 39, 2001, 347–383.

BRANKLING, D.; BAYMAN, M.; JENVEY, N. Formation and control of the vaterite scale polymorph of calcium carbonate in the galley field development. Society of Petroleum Engineers, SPE 68304, **SPE 3rd International Symposium on Oilfield Scale**, Aberdeen, United Kingdom, 30–31 January, 2001.

BUIJSE, M.; BOER, P.; BREUKEL, B.; KLOS, M.; BURGOS, G. Organic acids in carbonate acidizing. **In: SPE European Formation Damage Conference**, 2003, <https://doi.org/10.2118/82211-MS>

BUIJSE, M.A. Understanding wormholing mechanisms can improve acid treatments in Carbonate Formations. **SPE Prod. Facil.**, 2000, 15 (3), 168–175. <https://doi.org/10.2118/65068-PA>

BUITING J.J.M.; CLERKE, E.A. Permeability from porosimetry measurements: Derivation for a tortuous and fractal tubular bundle. **J Pet Sci Eng**, 2013, 108:267-278. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2013.04.016>

CARDONA, A.; FINKBEINER, T.; SANTAMARINA, J.C. Natural Rock Fractures: From Aperture to Fluid Flow. **Rock Mech Rock Eng** 54, 5827–5844, 2021. <https://doi.org/10.1007/s00603-021-02565-1>

CATTO B.; JAHNERT, R.J.; WARREN, L.V.; VAREJAO, F.G.; ASSINE, M.L. The microbial nature of laminated limestones: lessons from the upper aptian, Araripe Basin, Brazil. **Sediment Geol** 341:304–315, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.sedgeo.2016.05.007>.

CHANG, F.F.; NASR-EL-DIN, H.A.; LINDVIG, T.; QUI, X.W. Matrix Acidizing of Carbonate Reservoirs Using Organic Acids and Mixture of HCl and Organic Acids. **In: SPE Annual Technical Conference and Exhibition**, 2008. <https://doi.org/10.2118/116601-MS>

CHATELAIN, J.C.; SILBERBERG, I.H.; SCHECHTER, R.S. Thermodynamic Limitations in Organic-Acid/Carbonate Systems. **SPE J.** 16(4), 189–195, 1976. <https://doi.org/10.2118/5647-PA>

CHEN, J.; XU, J.; WANG, S.; SUN, Z.; LI, Z.; JIA, W.; PENG, P. Dissolution of different reservoir rocks by organic acids in laboratory simulations: implications for the effect of alteration on deep reservoirs. **Geofluids** 2021, 6689490, 1–16. <https://doi.org/10.1155/2021/6689490>

CHEN, Y.; MA, G.; LI, T.; WANG, Y.; REN, F. Simulation of wormhole propagation in fractured carbonate rocks with unified pipe-network method. **Comput. Geotech.** 98, 58–68, 2018.

CIANTIA, M.O.; CASTELLANZA, R.; DI PRISCO, C. Experimental study on the water-induced weakening of calcarenites. **Rock Mech. Rock. Eng**, 2014. <http://dx.doi.org/10.1007/s00603-014-0603-z>

- CORREIA, M.G. **Representação de Reservatórios Carbonáticos Naturalmente Fraturados em Simulação de Reservatórios**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2014.
- COSTA, L.F.; ANTONINO, A.C.D.; HECK, R.J.; COUTINHO, A.P.; PIMENTEL, R.M.M.; VASCONCELOS, T.C. et al. Porous space in Brazilian soils using X-ray computed tomography. **R bras Geogr Fís** 9(3):692-706, 2016. <https://doi.org/10.26848/rbgf.v09.3.p692-706>
- DACCORD, G.; TOUBOUL, E.; LENORMAND, R. Carbonate acidizing: Toward a quantitative model of the wormholing phenomenon. **SPE Prod. Eng.** 4 (01), 63–68, 1989. <https://doi.org/10.2118/16887-PA>
- DARCY, H. **Les fontaines publiques de la ville de Dijon**. Dalmont, Paris, 1856, 647 pp.
- DASGUPTA, T.; MUKHERJEE, S. Porosity in Carbonates. In: Sediment Compaction and Applications in Petroleum Geoscience. **Advances in Oil and Gas Exploration & Production**. Springer, Cham., 2020, https://doi.org/10.1007/978-3-030-13442-6_2
- DAVIES, M.; SCOTT, P. J. B. **Oilfield water technology**. Houston, TX: NACE International, 2006.
- DE CASTRO DANTAS, T.N.; DE OLIVEIRA, A.C.; DE SOUZA, T.T.C.; DOS SANTOS, L.C.R. et al. Experimental study of the effects of acid microemulsion flooding to enhancement of oil recovery in carbonate reservoirs. **J Pet Explor Prod Technol** 10:1127–1135, 2020. <https://doi.org/10.1007/s13202-019-00754-x>
- DE GROOT, S.R. **Thermodynamics of irreversible processes**. Amsterdam, North Holland, 1966.
- DESCAMPS, F.; TSHIBANGU, J.P.; SILVA, M.R.; VERBRUGGE, J.C. **Behavior of carbonated rocks under true triaxial compression**, In: Qian Q, Zhou Y, editors. Harmonising Rock Engineering and the Environment. 1st ed. Boca Raton: CRC Press; p. 597-602, 2011. <https://doi.org/10.1201/b11646-105>
- DING, P.; DI, B.; WANG, D.; WEI, J.; LI, X. Measurements of Seismic Anisotropy in Synthetic Rocks with Controlled Crack Geometry and Different Crack Densities. **Pure Appl. Geophys.** 174, 1907–1922, 2017. <https://doi.org/10.1007/s00024-017-1520-3>
- DING, P.; DI, B.; WANG, D. WEI, J.; LI, X. Measurements of Seismic Anisotropy in Synthetic Rocks with Controlled Crack Geometry and Different Crack Densities. **Pure Appl. Geophys.** 174, 1907–1922, 2017. <https://doi.org/10.1007/s00024-017-1520-3>
- DING, Y.; JIA, Y.; WANG, X.; ZHANG, J., LUO, H.; ZHANG, Y.; CHEN, X. The influence of geotextile on the characteristics of railway subgrade mud pumping under cyclic loading. **Transp. Geotech.** 37, 100831, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.trgeo.2022.100831>
- DING, Z.; BABAR, A.A.; WANG, C.; ZHANG, P.; WANG, X.; YU, J.; DING, B. Spunbonded needle-punched nonwoven geotextiles for filtration and drainage applications: Manufacturing and structural design. **Compo. Commun.** 25, 10081, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.coco.2020.100481>

DONG, K.; ZHU, Z.; HILL, A. D. The role of temperature on optimal conditions in dolomite acidizing: An experimental study and its applications, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 165, 2018, Pages 736-742, ISSN 0920-4105, <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.03.018>.

ECONOMIDES, M. J.; HILL, A. D.; EHLIG-ECONOMIDES, C. **Petroleum Production Systems**, 2 ed., Upper Saddle River: Prentice Hall, 2012.

EIDE, K. E. **CO₂ Sequestration: The effect of carbonate dissolution on reservoir rock integrity**. 2012. Tese (Mestrado em Ciências da Terra e Engenharia de Petróleo) – Universidade Norueguesa de Ciência e Tecnologia, Rijswijk, 2012.

ESEOSA, A.; ATUBOKIKI, A. J. Prediction and monitoring of oilfield carbonate scales using Scale Check®. Society of Petroleum Engineers, SPE 150797, **Nigeria Annual International Conference and Exhibition**, Abuja, Nigeria, 30 July–3 August, 2011.

FABIN, C.E.; CORREIA FILHO, O.J.; ALENCAR, M.L.; BARBOSA, J.A.; MIRANDA, T.S.; NEUMANN, V.H.; GOMES, I.F.; SANTANA, F.R. stratigraphic relations of the Ipubi Formation: siliciclastic-evaporitic succession of the Araripe Basin. **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, v. 90, n. 2, 2049-2071, 2018.

FÉ M.M.M.; BASTOS, F.H.; NASCIMENTO, M.A.L. Mining in the metropolitan region of cariri (rmcariri), Ceará: geohistory, environment and sustainability. **Geogr** 7(1):1-26, 2022. <https://doi.org/10.5016/geografia.v47i1.16472>

FEDRIZZI, R.M.; CEIA, M.A.R.; MISSÁGIA, R.M.; SANTOS, V.H.; LIMA NETO, I. Artificial carbonate rocks: Synthesis and petrophysical characterization. **J. Pet. Sci. Eng.** 163, 2018, 303-310. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2017.12.089>

FERNANDES, P. D. **Técnicas de Estimulação: Aumentando a Produtividade de Poços de Petróleo**, Boletim BVEP, ano I, Nº 17, 2001.

FORMIGLI, J. M., PINTO; A. C. C.; ALMEIDA, A. S. **SS: santos basin's pre-salt reservoirs development: the way ahead**. 2009. Offshore Technology Conference. Houston, Texas, 2009, doi:10.4043/19953-MS.

FREDD, C.N.; FOGLER, H.S. Alternative stimulation fluids and their impact on carbonate acidizing. **In: SPE Formation Damage Control Symposium**. Society of Petroleum Engineers, 1996. <https://doi.org/10.2118/31074-MS>

FREDD, C.N.; FOGLER, H.S. Alternative Stimulation Fluids and Their Impact on Carbonate Acidizing. **SPE J.** 3(01), 34–41, 1998. <https://doi.org/10.2118/31074-PA>

FREDD, C.N.; FOGLER, H.S. Optimum conditions for wormhole formation in carbonate porous media: influence of transport and reaction. **SPE J.** 4 (3), 196–205, 1999. <https://doi.org/10.2118/56995-PA>

FREDD, C.N.; HOEFNER, M.L.; FOGLER, H.S. Microemulsion Applications in Carbonate Reservoir Stimulation. **InTech**, 2017. doi: 10.5772/65973

FU, J.Y., YUE, X.; ZHANG, B. Methodology for concurrent multi-parametric physical modeling of a target natural unfractured homogeneous sandstone. **Processes** 8:1448, 2020. <https://doi.org/10.3390/pr8111448>

FURUI, K.; ABE, T.; WATANABE, T.; YOSHIOKA, K. Phase-field modeling of wormhole formation and growth in carbonate matrix acidizing. **J. Pet. Sci. Eng.** 209, 109866, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2021.109866>

GALINDO, K.; LINS, C.; GUIMARÃES, L.; LIMA, A.; SILVA, K.; NOVA, A. Application of microtomography and petrography techniques for the characterization of porosity of synthetic carbonatic rock minerals before and after acidification processes. **Sci Rep** 12:17026, 2022. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-19577-8>

GALINDO, K.; GUIMARÃES, L.; LINS, C.; LIMA, A.; SANTOS, Y.; GOMES, I. Minerals Dissolution Effect on the Mechanical Properties of Synthetic Carbonatic Rocks under a Reactive Fluid Injection, **ASRJETS Journal**, 2021, ISSN 2313-4402.

GELL, E.M.; WALLEY, S.M.; BRAITHWAITE, C.H. Review of the validity of the use of artificial specimens for characterizing the mechanical properties of rocks. **Rock Mech Rock Eng** 52:2949–2961, 2019. <https://doi.org/10.1007/s00603-019-01787-8>

GHARBI, O. **Fluid-Rock Interactions in Carbonates: Applications to CO₂ Storage**. 2014. - Imperial College London, 2014, <https://doi.org/https://doi.org/10.25560/24928>

GHOFRANI, R.; ALABOUDI, M. M.; SENGUPTA, P. Damage Caused by ClayBased and Clay-Free Inhibitive Fluids in Sandstone Formations. **Symposium on Formation Damage control**. Lafayette: SPE-23815, 1992.

GIROUD, J.P. Geotextiles and geomembranes. **Geotext. Geomembr.** 1(1), 5-40, 1984. [https://doi.org/10.1016/0266-1144\(84\)90003-7](https://doi.org/10.1016/0266-1144(84)90003-7)

GOMES J.M.P.; RIOS-NETTO, A.M.; BORGHI, L.; CARVALHO, I.S.; MENDONÇA FILHO, J.G.; SABARAENSE, L.D. et al. Cyclostratigraphic analysis of the early Cretaceous laminated limestones of the Araripe Basin, NE Brazil: Estimating sedimentary depositional rates. **J S Am Earth Sci** 112:103563, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jsames.2021.103563>

GOU, B.; ZHAN, L.; GUO, J.; ZHANG, R.; ZHOU, C.; WU, L.; YE, J.; ZENG, J. Effect of different types of stimulation fluids on fracture propagation behavior in naturally fractured carbonate rock through CT scan. **J. Pet. Sci. Eng.** .201, 108529, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2021.108529>

GOU, B.; GUAN, C.; LI, X.; REN, J.; ZENG, J.; WU, L.; GUO, J. Acid-etching fracture morphology and conductivity for alternate stages of self-generating acid and gelled acid during acid-fracturing, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 200, 2021, 108358, ISSN 0920-4105, <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2021.108358>.

GOU, B.; ZENG, M.; GUO, J.; LAI, J.; LIU, Z.; MA, H.; ZHOU, C.; FEI, L. Effects of Hydrochloric Acid on the Mechanical and Elastic Properties of Tight Dolomite. **In: ARMA-CUPB Geothermal International Conference**, Beijing, China, August 2019.

GOURC, J. P.; PALMEIRA, E. M. **Geosynthetics in Drainage and Filtration**. IGS, 2p. 2021.

GUO, Y.; HU, J.; ZHANG, X.; FENG, R.; HUABING, L. Flow Behavior Through Porous Media and Microdisplacement Performances of Hydrophobically Modified Partially Hydrolyzed Polyacrylamide. **SPE J** 21:688–705, 2016. <https://doi.org/10.2118/178921-PA>

GUO, J.; GOU, B.; QIN, N.; ZHAO, J.; WU, L.; WANG, K.; REN, J. An innovative concept on deep carbonate reservoir stimulation: Three-dimensional acid fracturing technology, **Natural Gas Industry B**, Volume 7, Issue 5, 2020, Pages 484-497, ISSN 2352-8540, <https://doi.org/10.1016/j.ngib.2020.09.006>.

GUO, J.; ZHAN, L.; GOU, B.; ZENG, J.; ZHOU, C. Experimental optimization of acid system for acidizing in mud-damaged deep fractured carbonate formation, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 195, 2020, 107639, ISSN 0920-4105, <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.107639>.

GUO, Y.; HU, J.; ZHANG, X.; FENG, R.; Huabing L. Flow Behavior Through Porous Media and Microdisplacement Performances of Hydrophobically Modified Partially Hydrolyzed Polyacrylamide. **SPE Journal**, Volume 21, 2016: 688–705. doi: <https://doi.org/10.2118/178921-PA>.

HAKALA, A.; VANKEUREN, A. N. P.; SCHEUERMANN, P. P.; LOPANO, C.; GUTHRIE, G. D. Predicting the potential for mineral scale precipitation in unconventional reservoirs due to fluid-rock and fluid mixing geochemical reactions, **Fuel**, Volume 284, 2021, 118883, ISSN 0016-2361, <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.118883>.

HARRIS, F.N. Applications of Acetic Acid to Well Completion, Stimulation and Reconditioning. **J. Pet. Technol.** 13(07), 637–639, 1961. <http://dx.doi.org/10.2118/63-PA>

HSIEH, Y.M.; LI, H.H.; HUANG, T.H.; JENG, F.S. Interpretations on how the macroscopic mechanical behavior of sandstone affected by microscopic properties—Revealed by bonded-particle model. **Eng Geol** 99:1-10, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2008.01.017>

HUANG, T., OSTENSEN, L., HILL, A.D. Carbonate Matrix Acidizing with Acetic Acid. **In: SPE International Symposium on Formation Damage Control**, 2000. <http://dx.doi.org/10.2118/58715-MS>

HUDSON, M.D.; SHEPERD, P.; RICCI, J. February. Flexible cement slurry survives multistage hydraulic fracturing treatment. **In: SPE Unconventional Resources Conference**, OnePetro, 2017. <https://doi.org/10.2118/185068-MS>

HURST, W.; CLARK, J. D.; BRAUER, E. B. **The skin effect in producing wells**. 1967. SPE-1854, Houston, TX, USA, 1967.

HUSSEINY, A. E.; VANORIO, T. The effect of micrite content on the acoustic velocity of carbonate rocks, **Geophysics**, Volume 80, 2015, ISSN 1942-2156, <https://doi.org/10.1190/geo2014-0599.1>.

INTERNATIONAL SOCIETY FOR ROCK MECHANICS. 1981. **Rock characterization, testing & monitoring: ISRM suggested methods**. Oxford: Published for the Commission on Testing Methods, International Society for Rock Mechanics, editor Brown, E. T. & by Pergamon Press.

ISHUTOV, S.; HASIUK, F.J.; JOBE, D.; AGAR, S. Using resin-based 3D printing to build geometrically accurate proxies of porous sedimentary rocks. **Ground Water**, 2018, 56: 482–490. <https://doi.org/10.1111/gwat.12601>

JAFARPOUR, H., MOGHADASI, J., KHORMALI, A., PETRAKOV, D.G., ASHENA, R. Increasing the stimulation efficiency of heterogeneous carbonate reservoirs by developing a multi-batched acid system. **J. Pet. Sci. Eng.**, 2019, 172, 50–59. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.09.034>

JAFARPOUR, H.; AGHAEI, H.; LITVIN, V.; ASHENA, R. Experimental optimization of a recently developed matrix acid stimulation technology in heterogeneous carbonate reservoirs, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 196, 2021, 108100, ISSN 0920-4105, <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.108100>

JIawei, K.; YAN, J.; KUNPENG, Z.; PENGJU, R. Experimental investigation on the characteristics of acid-etched fractures in acid fracturing by an improved true tri-axial equipment, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 184, 2020, 106471, ISSN 0920-4105, <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.106471>.

JORA, M.Z., SOUZA, R.N., LUCAS-OLIVEIRA, E., SPEGLICH, C., BONAGAMBA, T.J., SABADINI, E. Static acid dissolution of carbonate outcrops investigated by 1H NMR and X-ray tomography. **J. Pet. Sci. Eng.** 2021, 207, 109124. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2021.109124>

KARGARPOUR, M.A. Carbonate reservoir characterization: an integrated approach. **J Pet Explor Prod Technol.** 2020, 10:2655–2667. <https://doi.org/10.1007/s13202-020-00946-w>

KARIMI, M., SHIRAZI, M.M., AYATOLLAHI, C. Investigating the effects of rock and fluid properties in Iranian carbonate matrix acidizing during pre-flush stage. **J. Pet. Sci. Eng.** 2018, 166, 121-130. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.03.002>

KHALIL, R., EMADI, H., ALTAWATI, F. Investigating the effect of matrix acidizing injection pressure on carbonate-rich Marcellus shale core samples: an experimental study. **J. Petrol. Explor. Prod. Technol.** 2021, 11, 725–734. <https://doi.org/10.1007/s13202-020-01047-4>

KLINKENBERG, L.J. The Permeability of Porous Media to Liquids and Gases. *Drilling and Production Practice*. **API-41-200**, 1941.

KONG, L.; OSTADHASSAN, M.; LIU, B.; LI, C.; LIU, K. Multifractal characteristics of MIP-based pore size distribution of 3D-printed powder-based rocks: a study of post-processing effect. **Transport Porous Media**, 2019, 129:599–618. <https://doi.org/10.1007/s11242-018-1152-9>

KREBS, M., LUNGWITZ, B., SOUZA, A., PEPIN, A., MONTOYA, S., SCHLIT, P., BOYD, A., VIDOTO, E., POLLI, R., BONAGAMBA, T. The first visualization of acid treatments on carbonates with 3D nuclear-magnetic-resonance imaging. **SPE J.** 2015, 20, 678–688. <https://doi.org/10.2118/168198-MS>

KRUEGER, R. F. An Overview of Formation Damage and Well Productivity in Oilfield Operations. **Journal Petroleum Technology**, 38, 131–152, 1986. doi: <https://doi.org/10.2118/10029-PA>.

KURTULUS, C.; ÇAKIR, S.; YOĞURTCUOĞLU, A.C. Ultrasound Study of Limestone Rock Physical and Mechanical Properties. **Soil Mech Found Eng** 52, 348–354, 2016. <https://doi.org/10.1007/s11204-016-9352-1>

LAI, J.; GUO, J.; MA, Y. et al. Effect of Acid–Rock Reaction on the Microstructure and Mechanical Property of Tight Limestone. **Rock Mech Rock Eng** 55, 35–49, 2022. <https://doi.org/10.1007/s00603-021-02650-5>

LEI, B; ZUO, J; COLI, M; YU, X; LI, Y; LIU, H. Investigation on failure behavior and hydraulic fracturing mechanism of Longmaxi shale with different bedding properties, **Computers and Geotechnics**, Volume 167, 2024, 106081, ISSN 0266-352X, <https://doi.org/10.1016/j.compgeo.2024.106081>

LIMA, R. E. M. **Simulador de Dano à Formação, aplicado ao Projeto e à Execução da Perfuração de Poços de Petróleo**. 2010. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia do Petróleo) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2010.

LIU, P.; YAO, J.; COUPLES, G.D.; HUANG, Z.; SUN, H.; MA, J. Numerical modelling and analysis of reactive flow and wormhole formation in fractured carbonate rocks. **Chem. Eng. Sci.**, 2017, 172, 143-157. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ces.2017.06.027>

LONNOY, A. Making sense of carbonate pore systems. **AAPG** (Am. Assoc. Pet. Geol.) Bull. 90 (9), 1381–1405, 2006.

LOPES, F. R. **Estudo Experimental de Dano de Formação em Meios Porosos**. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia do Petróleo) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2012.

LUCAS, C.R.S.; NEYRA, J.R.; ARAÚJO, E.A.; SILVA, D.N.N.; LIMA, M.A.; RIBEIRO, D.A.M.; AUM, P.T.P. Carbonate acidizing – A review on influencing parameters of wormholes formation. **J. Pet. Sci. Eng.** 2023, 220, 111168. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2022.111168>

LUCIA, F.J. Rock-Fabric/Petrophysical Classification of Carbonate Pore Space for Reservoir Characterization. **AAPG Bull**, 1995, 79(9):1275–1300. <https://doi.org/10.1306/7834D4A4-1721-11D7-8645000102C1865D>

LUCIA, F. J. **Carbonate Reservoir Characterization: An Integrated Approach**, 2 ed., Austin: Springer, 2007.

LUTTEROTTI, L. Maud: a Rietveld analysis program designed for the internet and experiment integration, 2000. **Acta Cryst.** A56, s54.

MELO, L.M.P. **Análise Numérico-experimental de Rochas Carbonáticas Sintéticas Submetidas à Injeção de Um Fluido Reativo**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2012.

MIRANDA, M.C.F.S. **Análise experimental do comportamento geomecânico de fraturas em rochas carbonáticas sintéticas**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2022.

- MIRANDA, T. S.; SANTOS, R. F.; BARBOSA, J. A.; GOMES, I. F.; ALENCAR, M. L.; CORREIA, O. J.; FALCÃO, T. C.; GALE, J. F. W.; NEUMANN, V. H. Quantifying aperture, spacing and fracture intensity in a carbonate reservoir analogue: Crato Formation, NE Brazil, **Marine and Petroleum Geology**, Volume 97, 2018, Pages 556-567, ISSN 0264-8172, <https://doi.org/10.1016/j.marpetgeo.2018.07.019>.
- MISZKOWSKA, A.; LENART, S.; KODA, E. Changes of Permeability of Nonwoven Geotextiles due to Clogging and Cyclic Water Flow in Laboratory Conditions. **Water** 2017, 9(9), 660. <https://doi.org/10.3390/w9090660>
- MOHAMED, R.S.; RABIE, A.I.; NASR-EL-DIN, H.A. A new technique to increase the performance os organic acids to stimulate carbonate reservoirs at high acid concentrations. **In: SPE Kuwait Oil and Gas Show and Conference**, Mishref, Kuwait, 2015.
- MOHAMMED, T.E.; SCHMITT, D.R. Preliminary experiments towards understanding the influence of fractures on the anisotropy of electrical conductivity. **J. Appl. Geophys.** 2020, 182, 104197. <https://doi.org/10.1016/j.jappgeo.2020.104197>
- MOORE, E.W.; CROWE, C.W.; HENDRICKSON, A.R. Formation, effect and prevention of asphaltene sludges during stimulation treatments. **J. Petrol. Technol.** 1965, 17, 1023–1028. <https://doi.org/10.2118/1163-PA>
- MORACI, N.; BILARDI, S.; MANDAGLIO, M.C. Factors affecting geotextile filter longterm behaviour and their relevance in design. **Geosynth. Int.** 2022, 29(1), 19–42. <https://doi.org/10.1680/jgein.21.00019>
- MORAIS, M.M.; CAMARGO, I.L.; COLOMBO, P.; FORTULAN, C.A. Additive manufacturing of calcium carbonate parts through vat-photopolymerization and sintering in carbon dioxide atmosphere. **Open Ceramics**, 2023, 14:100348. <https://doi.org/10.1016/j.oceram.2023.100348>
- MUSTAFA, A.; ALZAKI, T.; ALJAWAD, M.S.; SOLLING, T.; DVORKIN, J. Impact of acid wormhole on the mechanical properties of chalk, limestone, and dolomite: Experimental and modeling studies, **Energy Reports**, Volume 8, 2022, Pages 605-616, ISSN 2352-4847, <https://doi.org/10.1016/j.egy.2021.11.249>
- NASR-EL-DIN, H.A.; LYNN, J.D.; TAYLOR, K.C. Lab Testing and Field Application of a Large-Scale Acetic Acid-Based Treatment in a Newly Developed Carbonate Reservoir. **In: SPE International Symposium on Oilfield Chemistry**, 2001. <http://dx.doi.org/10.2118/65036-MS>
- NELSON, R. **Geologic analysis of naturally fractured reservoirs**, 2 ed., Gulf Professional Publishing, 2001.
- NGUYEN, M. C.; DEJAM, M.; FAZELALAVI, M.; ZHANG, Y.; GAY, G. W.; BOWEN, D. W.; SPANGLER, L. H.; ZALUSKI, W.; STAUFFER, P. H. Skin factor and potential formation damage from chemical and mechanical processes in a naturally fractured carbonate aquifer with implications to CO₂ sequestration, **International Journal of Greenhouse Gas Control**, Volume 108, 2021, 103326, ISSN 1750-5836, <https://doi.org/10.1016/j.ijggc.2021.103326>.

- OLIVEIRA, A. D. **Análise das alterações físico-químicas decorrentes de ensaios de dissolução em rochas carbonáticas sintéticas**. 2016. Dissertação (Mestrado em engenharia Civil) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2016.
- OLIVEIRA, S. M. F. **Estudo do comportamento geomecânico e químico das fraturas de rochas carbonáticas**. Tese (Doutorado em engenharia civil) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2019.
- PALCHICK, V. On the Ratios between Elastic Modulus and Uniaxial Compressive Strength of Heterogeneous Carbonate Rocks. **Rock Mech Rock Eng**, 2011, 44:121–128. <https://doi.org/10.1007/s00603-010-0112-7>
- PALMEIRA, E.M. **Geossintéticos em geotecnia e meio ambiente**, 1 ed., São Paulo: Oficina de textos, 2018.
- PALMEIRA, E. M.; GARDONI, M. G. A. Geotextiles in filtration: a state of the art review and remaining challenges. 2000. **International Symposium on Geosynthetics in Geotechnical and GeoEnvironmental Engineering**, Melbourne, Australia, 2000.
- PALMEIRA, E. M.; GARDONI, M. G.; ARAÚJO, G. L. Geosynthetics in Geotechnical and Geoenvironmental Engineering: advances and prospects. **Geotecnia**, n. 152, pp. 337-368, 2021, https://doi.org/10.14195/2184-8394_152_10.
- PALMEIRA, E.M.; GARDONI, M.G. The influence of partial clogging and pressure on the behaviour of geotextiles in drainage systems. **Geosynth. Int.** 7 (4–6), 2000, 403–431. <https://doi.org/10.1680/gein.7.0178>
- PARANDEH, M.; DEHKOHNEH, H.Z.; SOULGANI, B.S. Experimental investigation of the acidizing effects on the mechanical properties of carbonated rocks. **Geoen. Sci. Eng.**, 2023, 222, 211447. <https://doi.org/10.1016/j.geoen.2023.211447>
- PETROBRAS. **Pré-sal**. Rio de Janeiro. Disponível em: <<https://petrobras.com.br/pt/nossas-atividades/areas-de-atuacao/exploracao-e-producao-de-petroleo-e-gas/pre-sal/>> Acesso em: abr. 2021.
- POLLI, R. S. **Estudo do processo de acidificação de rochas reservatório por meio de RMN e microtomografia de raios-X**. 2016. Tese (Doutorado em Física) - Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2016.
- QI, N.; CHEN, G.; LIANG, C.; GUO, T.; LIU, G.; ZHANG, K. Numerical simulation and analysis of the influence of fracture geometry on wormhole propagation in carbonate reservoirs. **Chem. Eng. Sci.**, 2019, 198, 124-143. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2018.12.047>
- RADWAN, A.E.; TRIPPETTA, F.; KASSEM, A.A.; KANIA, M. Multi-scale characterization of unconventional tight carbonate reservoir: Insights from October oil field, Gulf of Suez rift basin, Egypt. **J Pet Sci Eng**, 2021, 197:107968. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.107968>
- REYER, D.; PHILIPP, S.L. Empirical relations of rock properties of outcrop and core samples from the Northwest German Basin for geothermal drilling. **Geotherm Energy Sci**, 2014, 2:21–37. <https://doi.org/10.5194/gtes-2-21-2014>

- RICE-BIRCHALL, E.; FAULKNER, D.R.; BEDFORD, J.D. The manufacture, mechanical properties, and microstructural analysis of synthetic quartz-cemented sandstones. **Int J Rock Mech Min Sci**, 2021, 146:104869. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2021.104869>
- RODRIGUES, M.A.F., ARRUDA, G.M., SILVA, D.C., COSTA, F.M.F., BRITO, M.F.P., ANTONINO, A.C.D., WANDERLEY NETO, A.O. Application of nonionic surfactant nonylphenol to control acid stimulation in carbonate matrix. **J. Pet. Sci. Eng.**, 2021, 203, 108654. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2021.108654>
- SALEK, M.F.; SHINDE, V.V.; BECKINGHAM, B.S.; BECKINGHAM, L.E. Resin based 3D printing for fabricating reactive porous media. **Mater Lett**, 2022, 322:132469. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132469>
- SANTOS, L. K.; FIGUEIREDO, J. J. S.; MACEDO, D. L.; MELO, A. L.; SILVA, C. B. A new way to construct synthetic porous fractured medium, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 156, 2017, Pages 763-768, ISSN 0920-4105, <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2017.06.044>.
- SANTOS, R. F. V. C.; MIRANDA, T. S.; BARBOSA, J. A.; GOMES I. F.; GABRIEL, G. C.; GALE, J. F. W.; NEUMANN, V. H. L. M.; GUIMARÃES, L. J. N. Characterization of natural fracture systems: Analysis of uncertainty effects in linear scanline results, **AAPG Bulletin**, v. 99, n. 12, p. 2203–2219, 2015.
- SAUERWEIN, M.; DOUBROVSKI, E.L. Local and recyclable materials for additive manufacturing: 3D printing with mussel shells. **Mater. Today Commun.**, 2018, 15:214–217. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2018.02.028>
- SCHÖN, J. **Propriedades Físicas das Rochas Aplicadas à Engenharia de Petróleo: Fundamentos Teóricos e Práticos**. Elsevier Brasil, 2014.
- SHAFIQ, M. U.; MAHMUD, H. K. B.; ARIF, M. Mineralogy and pore topology analysis during matrix acidizing of tight sandstone and dolomite formations using chelating agents, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 167, 2018, pages 869-876, <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.02.057>.
- SHAKED, H.; POLISHCHUK, I.; NAGEL, A.; BEKENSTEIN, Y.; POKROY, B. Long-term stabilized amorphous calcium carbonate—an ink for bio-inspired 3D printing. **Mater Today Bio**. 2021, 11:100120. <https://doi.org/10.1016/j.mtbio.2021.100120>
- SHAKIBA, M.; KHAMEHCHI, E.; FAHIMIFAR, A.; DABIR, B. An experimental investigation of the proportion of mortar components on physical and geomechanical characteristics of unconsolidated artificial reservoir sandstones, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 189, 2020, 107022, ISSN 0920-4105, <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.107022>.
- SHARMA, M.; YORTSOS, Y.; HANDY, L. Release and Deposition of Clays uub Sandstones. **International Symposium on Oilfield and Geothermal Chemistry**. Phoenix: SPE-13562, 1985.
- SILVA, C., FIGUEIREDO, J.J.S., CHICHININA, T., NASCIMENTO, M.J.S., KIRCHHOF, L. Experimental characterization of synthetic porous orthorhombic fractured medium: A

physical modeling approach. **Ultrasonics**. 2019, 94, 82-91.
<https://doi.org/10.1016/j.ultras.2018.11.015>

SOUZA, K.B.T.G. **Estudo experimental e numérico da influência da dissolução dos minerais em rochas carbonáticas sintéticas com injeção de um fluido reativo**. Tese (Doutorado em engenharia civil) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2023.

SU, H., ZHOU, F., ZHENG, A., WANG, L., WANG, C., YU, F., KANG, L., LI, J. Heavy oil recovery by alkaline-cosolvent-polymer flood: a multiscale research using micromodels and computed tomography imaging. **SPE J.** 2022, 1–13. <https://doi.org/10.2118/204766-PA>

Suguio K. **Sedimentary geology**, 1st. ed. Blucher: São Paulo, 2003.

TERRA, G. J. S.; SPADINI, A.; FRANÇA, A.; SOMBRA, C.; ZAMBONATO, E.; JUSCHAKS, L. C.; ARIENTI, L.; ERTHAL, M.; BLAETH, M.; FRANCO, M. Classificação de rochas carbonáticas aplicável às bacias sedimentares brasileiras, **Boletim de Geociências da Petrobras**, Rio de Janeiro, v. 18, n. 1, p. 9-29, maio 2010.

TIAB, D.; DONALDSON, E. C. **Petrophysics Theory and Practice of Measuring of Reservoir Rocks**, 2 ed., Gulf Professional Publishing, 2004.

TILLOTSON, P.; SOTHCOTT, J.; BEST, A.I.; CHAPMAN, M.; LI, X-Y. Experimental verification of the fracture density and shear-wave splitting relationship using synthetic silica cemented sandstones with a controlled fracture geometry. **Geophysical Prospecting**, 60: 2012, 516-525. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2478.2011.01021.x>.

VALLEJO, L. L., FERRER, M., ORTUÑO, L., & OTEO, C. **Ingeniería Geológica**. Espanha: Prentice Hall, 2002.

VIEIRA, K.N. **Estudo experimental e numérico da dissolução ácida em rocha carbonática artificial utilizando cimento**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2018.

WANG, W.; YAO, J.; LI, Y.; LV, A. Research on carbonate reservoir interwell connectivity based on a modified diffusivity filter model. **Open Phys**, 2017, 15(1):306-312. <https://doi.org/10.1515/phys-2017-0034>

Wang, Z.; Wang, R.; Wang, F.; Qiu, H.; Li, T. Experimental study of pore structure effects on velocities in synthetic carbonate rocks. **Geophys**, 2015, 80:D207-D219. <https://doi.org/10.1190/geo2014-0366.1>

WANG, L.; MOU, J.; MO, S.; ZHAO, B.; LIU, Z.; TIAN, X. Modeling matrix acidizing in naturally fractured carbonate reservoirs. **J. Pet. Sci. Eng.**, 2020, 186, 106685. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.106685>

WANG, R.; CHEN, Z.; JISHUN, Q.; ZHAO, M. Performance of Drainage Experiments With Orinoco Belt Heavy Oil in a Long Laboratory Core in Simulated Reservoir Conditions. **SPE Journal**, 13, 2008: 474–479. doi: <https://doi.org/10.2118/104377-PA>.

WANG, W.; YAO, J.; LI, Y.; LV, A. Research on carbonate reservoir interwell connectivity based on a modified diffusivity filter model, **Open Physics**, vol. 15, no. 1, 2017, pp. 306-312. doi: <https://doi.org/10.1515/phys-2017-0034>.

WANG, Y.; ZHOU, F.; ZHANG, Y.; WANG, Y.; SU, H.; DONG, R.; WANG, Q., BAI, H. Numerical studies and analysis on reaction characteristics of limestone and dolomite in carbonate matrix acidizing. **Geoen. Sci. Eng.** 222, 211452, 2023.
<https://doi.org/10.1016/j.geoen.2023.211452>

WANG, Z.; WANG, R.; WANG, F.; QIU, H.; LI, T. Experiment study of pore structure effects on velocities in synthetic carbonate rocks. **Geophys.** 80, D207-D219, 2015.
<https://doi.org/10.1190/geo2014-0366.1>

WANG, Z.; WANG, R.; LI, T.; ZHAO, M. The combined effects of pore structure and pore fluid on the acoustic properties of cracked and vuggy synthetic rocks, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 156, 2017, Pages 202-211, ISSN 0920-4105,
<https://doi.org/10.1016/j.petrol.2017.05.023>.

WEIMER, R. J.; TILLMAN, R.W. Sandstone Reservoirs. In. **International Petroleum Exhibition and Technical Symposium**, Beijing, China, 1982. doi:
<https://doi.org/10.2118/10009-MS>

WU, Y.; KOU, J.; SUN, S. Matrix acidization in fractured porous media with the continuum fracture model and thermal Darcy-Brinkman-Forchheimer framework. **J. Petrol. Sci. Eng.** 211, 110210, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2022.110210>

YANG, L.; ZHIJIANG, K.; ZHAOJIE, X.; SONGQING, Z. Theories and practices of carbonate reservoirs development in China. **Petroleum Exploration and Development**, 2018, 45(4): 669-678.

YOO, H.; KIM, Y.; JANG, H.; LEE, J. Propagation characteristics of optimum wormhole in carbonate matrix acidizing using micro X-ray CT imaging, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 196, 2021, 108010, ISSN 0920-4105,
<https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.108010>.

YU, H.; GONG, L.; QU, Z.; HAO, P.; LIU, J.; FU, L. Wettability enhancement of hydrophobic artificial sandstones by using the pulsed microwave plasma jet, **Colloid and Interface Science Communications**, Volume 36, 2020, 100266, ISSN 2215-0382,
<https://doi.org/10.1016/j.colcom.2020.100266>.

YUAN, L.; LI, X-P.; TAN, X-H.; ZHANG, L-H. Study on Skin Factor and Productivity of Horizontal Well after Acidizing with Nonuniform Damage, **Journal of Chemistry**, ISSN, 2090-9063, 2015, <https://doi.org/10.1155/2015/706312>

ZHANG J.J.; BENTLEY, L.R. Pore geometry and elastic moduli in sandstones. **CREWES Res Rep** 115:1-20, 2003.

ZHANG, H., ZHONG, Y., ZHANG, J., ZHANG, Y., KUANG, J., YANG, B. Experimental research on deterioration of mechanical properties of carbonate rocks under acidified conditions. **J. Petrol. Sci. Eng.** 185, 106612, 2020.
<https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.106612>

ZHANG, K.; CHEN, M.; ZHOU, C.; DAI, Y.; LIU, F.; LI, J. Study of alternating acid fracturing treatment in carbonate formation based on true tri-axial experiment, **Journal of Petroleum Science and Engineering**, Volume 192, 2020, 107268, ISSN 0920-4105,
<https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.107268>.

ZHANG, R.; HOU, B.; ZHOU, B.; LIU, Y.; XIAO, Y.; ZHANG, K. Effect of acid fracturing on carbonate formation in southwest China based on experimental investigations, **Journal of Natural Gas Science and Engineering**, Volume 73, 2020, 103057, ISSN 1875-5100, <https://doi.org/10.1016/j.jngse.2019.103057>.

ZHANG, S., FANG, Z. Permeability damage micro-mechanisms and stimulation of low-permeability sandstone reservoirs: a case study from Jiyang Depression, Bohai Bay Basin, China. **Petrol. Explor. Dev.** 47, 374–382, 2000. [https://doi.org/10.1016/S1876-3804\(20\)60054-4](https://doi.org/10.1016/S1876-3804(20)60054-4)

ZHOU, X., XU, Z., XIA, Y., LI, B., QIN, J. Pore-scale investigation on reactive flow in porous media with immiscible phase using lattice Boltzmann method. **J. Pet. Sci. Eng.** 191, 107224, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2020.107224>