LEANDRO PALOMBO

**A microtomografia de raios X e a porosimetria por intrusão de
mercúrio na determinação de porosidade e densidade de rochas
reservatório**

**São Paulo
2017**

LEANDRO PALOMBO

**A microtomografia de raios X e a porosimetria por intrusão de
mercúrio na determinação de porosidade e densidade de rochas
reservatório**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
para obtenção do título de Mestre em
Ciências.

**São Paulo
2017**

LEANDRO PALOMBO

**A microtomografia de raios X e a porosimetria por intrusão de
mercúrio na determinação de porosidade e densidade de rochas
reservatório**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
para obtenção do título de Mestre em
Ciências.

Área de concentração:
Engenharia Mineral

Orientadora:
Profa. Dra. Carina Ulsen

**São Paulo
2017**

Este exemplar foi revisado e alterado à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.
São Paulo, 10 de janeiro de 2017.

Assinatura do autor

Assinatura do orientador

Catálogo-na-publicação

Palombo, Leandro

A microtomografia de raios X e a porosimetria por intrusão de mercúrio na determinação de porosidade e densidade de rochas reservatório / L. Palombo -- versão corr. -- São Paulo, 2017.

88 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo.

1.microtomografia de raios X 2.rocha reservatório 3.porosidade 4.porosimetria por intrusão de mercúrio I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo II.t.

Dedico este trabalho aos meus pais

AGRADECIMENTOS

À professora doutora Carina Ulsen, pela orientação e pelo constante estímulo transmitido durante todo o trabalho.

A todo o corpo de profissionais do Laboratório de Caracterização Tecnológica – LCT – do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Universidade de São Paulo, que sempre estiveram dispostos a fornecer a ajuda necessária para a execução deste trabalho.

E aos meus pais, que nunca deixaram de me apoiar em qualquer situação.

Depois de escalar uma montanha muito alta,
descobrimos que há muitas outras
montanhas por escalar.

(Nelson Mandela)

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Integração de dados espaciais geológicos com dados de engenharia numérica por meio do estudo da estrutura da rocha	2
Figura 2 – Desenho esquemático de uma amostra de arenito	13
Figura 3 – Os três tipos básicos morfológicos de porosidade	15
Figura 4 – Seção transversal de uma amostra de rocha	16
Figura 5 – Grãos de areia mostrando a diferença entre arredondamento e esfericidade	20
Figura 6 – Envelope imaginário envolvente à partícula	25
Figura 7 – Definições de volumes	26
Figura 8 – Conceitos teóricos utilizados pela porosimetria	30
Figura 9 - Princípio da técnica de Porosimetria por Intrusão de Mercúrio	32
Figura 10 – Mão de Bertha Röntgen (1896), Wilhelm Conrad Röntgen (1845 - 1923) e sua assinatura	34
Figura 11 – Espectro eletromagnético. Apesar das frequências e comprimentos de onda variarem, a velocidade é a mesma (300 000 000 m/s) para todos os tipos de ondas eletromagnéticas	34
Figura 12 – Ilustração do princípio da técnica de tomografia de raios X	37
Figura 13 – Fluxograma de atividades	43
Figura 14 – Sequência de preparação das amostras para microtomografia	45
Figura 15 – Divisão aplicada nos volumes de amostra com variação de seções dependendo do volume de amostra analisado	47
Figura 16 – <i>BS (Bentheimer Sandstone)</i> . A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (azul). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.	51
Figura 17 – <i>IGS (Idaho Grey Sandstone)</i> . A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (verde). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.	52
Figura 18 – <i>GBS (Grey Berea Sandstone)</i> . A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (rosa claro). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.	53
Figura 19 – <i>DPL (Desert Pink Limestone)</i> . A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (vermelho). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.	54
Figura 20 – <i>IL (Indiana Limestone)</i> . A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (amarelo). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.	56

Figura 21 – <i>SD (Silurian Dolomite)</i> . A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (rosa). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.	57
Figura 22 – Variação das porosidades em seções bidimensionais das amostras e suas posições relativas ao comprimento.	59
Figura 23 – Cortes bidimensionais da amostra BS (<i>Bentheimer Sandstone</i>). A – Corte 94. B – Corte 278. C – Corte 462. D – Corte 646. E – Corte 830.	61
Figura 24 – Cortes bidimensionais da amostra IGS (<i>Idaho Grey Sandstone</i>). A – Corte 99. B – Corte 297. C – Corte 495. D – Corte 693. E – Corte 891.	62
Figura 25 – Cortes bidimensionais da amostra GBS (<i>Grey Berea Sandstone</i>). A – Corte 99. B – Corte 297. C – Corte 495. D – Corte 693. E – Corte 891.	63
Figura 26 – Cortes bidimensionais da amostra DPL (<i>Desert Pink Limestone</i>). A – Corte 83. B – Corte 249. C – Corte 415. D – Corte 581. E – Corte 747.	64
Figura 27 – Cortes bidimensionais da amostra IL (<i>Indiana Limestone</i>). A – Corte 92. B – Corte 273. C – Corte 454. D – Corte 635. E – Corte 816.	65
Figura 28 – Cortes bidimensionais da amostra SD (<i>Silurian Dolomite</i>). A – Corte 94. B – Corte 278. C – Corte 462. D – Corte 646. E – Corte 830.	66
Figura 29 – Gráfico de intrusão cumulativa	67
Figura 30 – Garganta de poros características	68
Figura 31 – Gráfico de correlação entre os valores de densidade obtidos pelas análises de Picnometria e Porosimetria.....	71
Figura 32 – Dados com resultados dos ensaios de porosidade (A). Gráfico de correlação MRX 2D x MRX 3D (B). Gráfico de correlação Porosimetria x MRX 2D (C). Gráfico de correlação Porosimetria x MRX 3D (D).....	73

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Processos de intemperismo	9
Tabela 2 – Principais classes de rochas sedimentares e sedimentos silisiclásticos	11
Tabela 3 – Classificação de rochas sedimentares e sedimentos químicos e biológicos	12
Tabela 4 – Classificação dos tipos de porosidade	18
Tabela 5 – Porosidade e permeabilidade de alguns tipos de rocha	23
Tabela 6 - Definições de tipos de densidades que seguem a partir das definições de volume	27
Tabela 7 – Relação de amostras estudadas	42
Tabela 8 - Condições instrumentais para coleta dos difratogramas	44
Tabela 9 – Condições de coleta das imagens de microtomografia.	46
Tabela 10 – Parâmetros utilizados nos ensaios de porosimetria	48
Tabela 11 – Composição em porcentagens de óxidos para as respectivas amostras	49
Tabela 12 – Estimativa mineral em porcentagem (%)	50
Tabela 13 – Frações do volume de poros conectados da amostra <i>SD (Silurian Dolomite)</i> ..	58
Tabela 14 – Dados e porosidade calculada por MRX no volume de sólidos	58
Tabela 15 – Porosidade média e número de seções analisadas por MRX em seções bidimensionais	59
Tabela 16 – Dados de porosidade MRX 2D para a amostra <i>DPL (Desert Pink Limestone)</i> . ..	60
Tabela 17 – Resultados das análises de porosimetria (pressão máxima de intrusão de 40.000 psi)	68
Tabela 18 – Densidade esqueleto determinada por picnometria com gás hélio	69
Tabela 19 – Resumos dos resultados das análises de porosidade e densidade	70
Tabela 20 – Porosidade média obtida por quatro diferentes determinações	71

RESUMO

A caracterização de rochas de reservatórios por microtomografia de raios X (MRX) consiste em uma técnica de análise digital para estudar tridimensionalmente microestruturas e formações geológicas. Para materiais geológicos porosos, a distinção do corpo mineral e dos vazios é facilmente realizada devido à diferença de atenuação dos raios X irradiados, fornecendo modelos tridimensionais de tamanho de grão, porosidade e estrutura de poros. Os métodos tradicionais de petrologia, como a microscopia óptica ou a microscopia eletrônica de varredura (MEV), apresentam menor significância estatística para a área analisada e são limitados à análise bidimensional; assim o MRX apresenta um avanço para as técnicas de caracterização por aquisição e análise digital de imagens.

Paralelamente, são conhecidas outras técnicas experimentais para caracterização de porosidade de materiais geológicos por intrusão de fluidos ou envelopamento de partículas. Destas, destaca-se a porosimetria com intrusão de mercúrio que atua no intervalo de poros micro a nanométricos, e possibilita também a determinação da distribuição de tamanho de poros.

Este trabalho tem por objetivo determinar a porosidade e densidade de análogos de rocha reservatório pela conjugação de procedimentos de MRX bi e tridimensionais, porosimetria por intrusão de mercúrio e picnometria com gás Hélio. As condições operacionais foram previamente avaliadas até se estabelecer parâmetros capazes de gerar resultados reprodutíveis e com elevada repetitividade.

Os resultados demonstram que as melhores correlações foram estabelecidas entre os resultados da porosimetria com mercúrio e microtomografia tridimensional, considerando-se a mesma resolução de tamanho de poro. Apesar dos princípios serem distintos e das comparações serem entre medidas indiretas e análise de imagens digitais, ambas são medidas volumétricas. Na avaliação de continuidade de poros, a correlação entre as determinações bi e tridimensionais revela presença de heterogeneidades. As determinações de densidade por porosimetria com mercúrio e picnometria com gás hélio são congruentes, desde que a quantidade de poros fechados não seja significativa em relação à porosidade total.

A microscopia de raios X contribui significativamente para análise digital de rochas reservatório com possibilidade de determinação de porosidade, distribuição de tamanho, morfologia e conectividade de poros. Com a proibição iminente do uso de mercúrio por restrições ambientais, a MRX se torna uma suplente possível para estudos de materiais com porosidades micrométricas, com limitações na detecção de poros nanométricos.

Palavras chave: rocha reservatório, porosidade, microtomografia de raios X, porosimetria por intrusão de mercúrio.

ABSTRACT

Reservoir rock characterization by X-ray microtomography (XRM) consists of a digital analysis to study microstructures and geological formations. The distinction of matrix and voids within the rock sample can be easily carried out due to the attenuation difference of irradiated X-rays, providing three-dimensional models of grain size, porosity and pore structure. Traditional petrology methods, such as optical microscopy or scanning electron microscopy (SEM) presents lower statistical significance for the characterized area and are limited to two-dimensional analysis; therefore, XRM presents an advance for characterization techniques by acquisition and digital image analysis.

At the same time, experimental techniques are known for porosity characterization of geological materials by fluid intrusion or particle envelopment. It can be emphasized the mercury intrusion porosimetry acts in the range of micro and nanopores and also allows the analysis of pore size distribution.

This study aims to determine porosity and density of reservoir rock analogous by the combination of two and three dimensional XRM procedures, mercury intrusion porosimetry and helium gas pycnometry. Operating parameters were prior evaluated to establish conditions for obtaining reproducible results with high repeatability.

The results were assessed individually with subsequent correlations under the same resolution. The results demonstrate that the best correlations were established between mercury porosimetry and three-dimensional microtomography data, considering the same pore size resolution. Although the principles are completely different, and the comparisons refers to indirect measurements and digital image analysis, both considers volumetric measurements. In the evaluation of pore continuity, the correlation between two and three-dimensional determinations reveals the presence of heterogeneities. The density determinations by mercury intrusion porosimetry and pycnometry with helium gas are congruent, as long as the number of closed pores is not significant in relation to the total porosity.

X-ray microscopy contributes significantly to reservoir rock digital analysis with the possibility of determining porosity, pore size distribution, morphology and pore connectivity. With the mercury use prohibition by environmental constraints, MRX

becomes a possible substitute to characterize materials with micrometric porosities, with limitations in the detection of nanometric pores.

Keywords: reservoir rock, porosity, X-ray microtomography, mercury intrusion porosimetry.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	1
1.1	RELEVÂNCIA DO TEMA	4
1.2	OBJETIVO	5
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
2.1	ROCHAS SEDIMENTARES.....	6
2.1.1	<i>Rochas reservatório.....</i>	<i>12</i>
2.2	POROSIDADE	13
2.2.1	<i>Definição e classificação.....</i>	<i>13</i>
2.2.2	<i>Influência textural na porosidade</i>	<i>19</i>
2.2.3	<i>Rochas carbonatadas</i>	<i>21</i>
2.2.4	<i>Relação entre porosidade e permeabilidade</i>	<i>22</i>
2.3	DENSIDADE.....	24
2.4	MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA POROSIDADE	27
2.4.1	<i>Porosimetria por intrusão de mercúrio.....</i>	<i>28</i>
2.4.2	<i>Microscopia por tomografia de raios X</i>	<i>33</i>
2.5	TÉCNICAS COMPLEMENTARES	39
2.5.1	<i>Difração de raios X.....</i>	<i>39</i>
2.5.2	<i>Espectroscopia por fluorescência de raios X.....</i>	<i>40</i>
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	42
3.1	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	42
3.1.1	<i>Composição</i>	<i>43</i>
3.1.2	<i>Tomografia de raios X.....</i>	<i>44</i>
3.1.3	<i>Densidade e porosidade</i>	<i>47</i>
4	RESULTADOS	49
4.1	COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA.....	49
4.2	MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X (MRX)	50
4.2.1	<i>Análises tridimensionais</i>	<i>50</i>
4.2.2	<i>Análises bidimensionais.....</i>	<i>58</i>
4.3	POROSIMETRIA POR INTRUSÃO DE MERCÚRIO	67
4.4	DENSIDADE ESQUELETO POR PICNOMETRIA	69
4.5	ANÁLISE CRÍTICA DOS DADOS E RESULTADOS.....	70
4.5.1	<i>Análises de densidade.....</i>	<i>70</i>
4.5.2	<i>Análises de porosidade.....</i>	<i>71</i>
4.5.3	<i>Correlações.....</i>	<i>72</i>
5	CONCLUSÕES.....	75
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77

1 INTRODUÇÃO

A ocorrência de recursos energéticos na natureza, como petróleo e gás, ocorre predominantemente no meio microscópico dos espaços vazios das rochas onde tais recursos se encontram. A estes espaços vazios é atribuída a definição de porosidade e por consequência seu conhecimento relacionado se torna essencial na investigação de reservatórios. Pesquisas em laboratório têm contribuído para caracterização e correlação dos litotipos com a capacidade de armazenamento de fluidos.

Em breve definição, rochas reservatório são rochas geralmente sedimentares com porosidade e permeabilidade suficientes para armazenar e permitir o escoamento dos fluidos contidos nos seus poros. As principais rochas reservatórios são os arenitos, formados principalmente por quartzo, e os calcários, compostos principalmente por carbonatos de cálcio. Para o geocientista de petróleo, reservatórios são corpos rochosos porosos e permeáveis que contêm quantidades comerciais de hidrocarbonetos. Reservatórios devem suas propriedades petrofísicas – porosidade, permeabilidade e pressão capilar – a processos de deposição, diagênese, ou fraturamento, individualmente ou em combinação (AHR, 2008). Engenharia de reservatórios é baseada em modelamentos geológicos, os quais requerem informação sobre as propriedades petrofísicas dos reservatórios de hidrocarbonetos (AHR, 2008; CHILINGER; GUREVICH, 1996).

Compreender e caracterizar digitalmente as propriedades petrofísicas de rochas reservatório é essencial para avaliação e previsão, simulada e suportada por ferramentas computacionais, de suas características e comportamento durante a produção de petróleo, além das propriedades dos fluidos, dados geológicos, de produção e completação (APPOLONI; FERNANDES; RODRIGUES, 2007). O objetivo da caracterização de reservatórios é descrever a distribuição espacial dos parâmetros petrofísicos, tais como porosidade e densidade, além da permeabilidade e saturação. Registros de perfis de poço, análises de amostras de rochas, dados de produção, dados de testes de poço fornecem medidas quantitativas de parâmetros petrofísicos na vizinhança do poço (LUCIA, 1995). Este conhecimento é geralmente obtido a partir da retirada de testemunhos de rochas onde várias propriedades são obtidas experimentalmente, tais como: porosidade, distribuição de tamanho de poro, permeabilidade, fator de formação, dentre outras. Estas propriedades são medidas

em apropriadas amostras de rocha em testes experimentais de laboratório que podem por vezes serem morosos e custosos (APPOLONI; FERNANDES; RODRIGUES, 2007).

Tais propriedades são utilizadas em equações e modelos computacionais, determinam o comportamento de reservatórios em simulações e monitoramento ao longo do tempo de áreas que já se encontram em exploração. Estes dados de poço devem ser integrados com um modelo geológico para mostrar as propriedades petrofísicas em espaço tridimensional. Estudos que relacionam a estrutura da rocha à distribuição de tamanho de poro, e assim, às propriedades petrofísicas, são fundamentais para quantificar modelos geológicos em termos numéricos para a abastecer simuladores computacionais. A integração de todos estes dados é mostrado de forma esquemática na Figura 1, em que a estrutura da rocha fornece informações tanto para a geologia quanto para engenharia, visando o abastecimento dos modelos petrofísicos (LUCIA, 1995).

Figura 1 – Integração de dados espaciais geológicos com dados de engenharia numérica por meio do estudo da estrutura da rocha

Fonte : Adaptado de (LUCIA, 1995)

Modelos geológicos são geralmente baseados em observações e informações sísmicas interpretadas em termos de ambientes deposicionais e sequências. No subsolo, amostras e registros de perfil de poço são a principal fonte de dados para estas interpretações. Modelos de engenharia são baseados em cálculos de perfil de poço, propriedades médias de rocha e fluidos a partir de análises de amostras. Dados

de engenharia numérica e dados geológicos interpretativos são unidos no nível de estrutura da rocha pois a estrutura de poros é fundamental para as propriedades petrofísicas e a estrutura de poro é o resultado dos processos deposicionais e diagenéticos distribuídos espacialmente (LUCIA, 1995).

O sistema de poros, incluindo as gargantas de poros e os tipos de poros, são alguns dos principais parâmetros controladores nos movimentos fluidos e aprisionamento em rochas reservatórios. Por sua vez, é o resultado das interações entre a textura da rocha de deposição e impressão sobreposta diagenética. Assim, o sistema de poros pode ser considerado como um parâmetro que liga as propriedades geológicas e características dinâmicas na rocha reservatório. Em outras palavras, os processos de deposição e diagenéticos controlam as características do reservatório, formando o sistema de poros e governando suas variações. Assim, sendo a porosidade o parâmetro que liga as propriedades da rocha ao comportamento de fluido precisa ser caracterizada (ALIAKBARDOUST; RAHIMPOUR-BONAB, 2013). Logo o refinamento dos modelos de sistema de poros depende de uma aquisição de dados mais precisa.

Recentemente, o progresso da análise de imagens e métodos de simulação de fluxo em meios porosos sugerem a introdução de uma técnica promissora para previsão destas propriedades petrofísicas, a partir do conhecimento da microestrutura porosa 3D da rocha reservatório (APPOLONI; FERNANDES; RODRIGUES, 2007). A caracterização de rochas reservatório por microtomografia de raios X (MRX), também conhecida por análise digital de rochas, é considerado um grande avanço no estudo de reservatórios petrolíferos. Por sua vez, representa um avanço tecnológico fundamental na determinação das características das rochas que compõem os reservatórios, por conseguir maior precisão na aquisição das imagens a serem utilizadas na determinação dos parâmetros petrofísicos, além de fornecer a possibilidade de estudo tridimensional sem danificar as amostras, preservando todas as características originais. As reconstruções digitais geradas das rochas contribuem para determinação dos valores de porosidade no estudo de rochas reservatório.

A caracterização das rochas reservatório torna-se componente fundamental em um projeto de exploração e produção de hidrocarbonetos, uma vez que as informações obtidas embasarão decisões críticas ao projeto. Neste sentido, a

caracterização por MRX proporciona uma aquisição direta de dados volumétricos, análise quantitativa em 3D e menor tempo de análise em comparação às técnicas tradicionais de caracterização (MILLER; LIN, 2004).

1.1 Relevância do tema

Em geociências, as características das rochas são normalmente estudadas em duas dimensões, analisando-se seções delgadas ou polidas utilizando microscopia de luz transmitida ou refletida respectivamente (REMEYSEN; SWENNEN, 2008), ou por microscopia eletrônica de varredura (MEV). No entanto, esta abordagem não fornece informações quantitativas com precisão sobre distribuições tridimensionais (3D), como a rede de poros ou as interconexões de fases cristalinas (IKEDA; NAKANO; NAKASHIMA, 2000).

Mesmo os estudos em MEV, que representam saltos tecnológicos nos estudos minerais em termos de resolução e automatização, aliadas a ferramentas computacionais cada vez mais sofisticadas, são restritos ao espaço bidimensional, sub ou superestimando valores e também apresentando distorções no caso de reconstruções tridimensionais a partir de imagens bidimensionais. Este método atinge o objetivo de medição da porosidade por um cálculo direto de porções individuais de matriz e poros que podem ser binarizados em uma imagem, entretanto, não trazem informações sobre a morfologia e continuidade de propriedades, como conectividade de poros e fases cristalinas interconectadas. Para garantir maior representatividade dos resultados, deve-se proceder com grande quantidade de observações de imagens seguidas de tratamento estatístico dos dados, que embora morosa, aproximam os resultados dos valores volumétricos.

A microtomografia de raios X (MRX) é um método que se desenvolve rapidamente e que provê um meio para aquisição não destrutiva de imagens 3D de alta resolução (SVITELMAN; DINARIEV, 2013). Representa um novo salto tecnológico na caracterização de rochas, em particular nas rochas sedimentares onde a representação geométrica e topológica das estruturas internas é necessária para avaliação de propriedades físicas (VERGÉS et al., 2011) que governam o acúmulo e fluxo de fluidos na rede de poros. Com uma metodologia mais simples no tratamento

de amostras e geração de imagens 3D, a MRX possibilita que informações fundamentais sobre a rede de poros sejam aferidas com maior rapidez em relação à petrofísica tradicional em duas dimensões.

O campo de petrografia sedimentar se beneficia da técnica com os modelos tridimensionais quantitativos gerados nas diferentes fases sedimentológicas e diagenéticas. Os modelos em três dimensões de grãos depositados podem fornecer informações precisas sobre os modelos deposicionais das regiões em estudo. Juntamente com dados de porosimetria por intrusão de mercúrio e composição mineralógica, a MRX contribui para o refinamento de modelos de comportamento e simulação de fluidos no interior das rochas. Com o maior avanço da MRX, obtém-se validação dos resultados de métodos convencionais de análise de porosidade, permeabilidade e de mineralogia.

A capacidade de geração de um espaço virtual para análise, ao invés de somente interpretação de números, é o grande diferencial motivador que direciona os estudos para a técnica de MRX. Assim este trabalho procura explorar a ferramenta de MRX para o amadurecimento do conhecimento que está em plena expansão.

1.2 Objetivo

Esta dissertação tem como objetivo avaliar, os métodos diretos e indiretos para determinações de porosidade e densidade em amostras análogas de rochas reservatório por procedimentos de microtomografia de raios X (MRX) bi e tridimensionais, porosimetria por intrusão de mercúrio (MIP) e picnometria com gás hélio (PIC).

Foram realizadas avaliações individuais de cada método assim como comparativos para identificação das tendências e discrepâncias dos resultados obtidos. As seguintes correlações serão feitas para as análises de porosidade:

- Porosidade por MRX 2D (imagens) x MRX 3D (volume reconstruído);
- Porosidade por MRX 2D x MIP;
- Porosidade por MRX 3D x MIP.
- Densidade esqueleto: MIP x PIC.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Rochas sedimentares

Rochas sedimentares cobrem cerca de 80 por cento da crosta terrestre. Todo o nosso conhecimento de estratigrafia, e o principal de nosso conhecimento de geologia estrutural é baseado em estudos de rochas sedimentares. Uma esmagadora porcentagem dos depósitos econômicos mundiais, em valor monetário, provém de rochas sedimentares: petróleo, gás natural, carvão, sal, enxofre, potássio, gipsita, calcário, fosfato, urânio, ferro, manganês, sem mencionar bens tão prosaicos quanto areia de construção, pedra de construção ou argilas. Estudos sedimentológicos também são vitais em prospecção econômica de reservas minerais, especialmente quando novos depósitos se tornam mais difíceis de localizar. O estudo de sedimentos está sendo perseguido intensamente por companhias de petróleo, fosfato, urânio e empresas mineradoras de ferro para localizar novos depósitos e explicar a origem dos previamente conhecidos (FOLK, 1968).

A procura por petróleo e outros tipos de hidrocarbonetos deram maior relevância aos estudos de rochas sedimentares. Juntamente sendo utilizadas para estabelecer o conceito das correntes de turbidez e também em definições de geologia estrutural como topo e base de rochas sedimentares deformadas. Na pesquisa do petróleo, alguns dos objetivos da geoquímica orgânica são identificação e avaliação de rochas geradoras, detecção de hidrocarbonetos gasosos, compreensão da evolução diagenética dos sedimentos. Os sedimentos modernos acabaram sendo alvo de tendências de estudo devido à procura de hidrocarbonetos em armadilhas estratigráficas (KUENEN, 1951; SHROCK, 1948; SUGUIO, 1994).

As rochas sedimentares são tipos de rocha formados pela deposição de material na superfície da Terra e também dentro de corpos de água. Sedimentação é o nome dado para todos os processos que causam acúmulo, assentamento ou ainda precipitação de solução de material mineral e/ou orgânico. Partículas que formam uma rocha sedimentar por acúmulo são chamadas de sedimento. Antes de serem depositados, os sedimentos detríticos foram formados pelo intemperismo e erosão em

uma área de origem, e em seguida encaminhados para o local de deposição pela água, vento, gelo, movimento de massas ou de geleiras.

Durante as etapas de superfície do ciclo das rochas são produzidos os sedimentos que vão dar origem as rochas sedimentares. As rochas formadas no interior da terra acabam sendo expostas na superfície devido à ação tectônica e são passíveis aos processos de superfície antes de sofrerem subducção e retornarem a níveis mais profundos. Estes processos em superfície movimentam o material gerado (as partículas sedimentares) da área fonte para uma área de acúmulo, onde são eventualmente depositados em camadas. Ao longo de todo o trajeto, desde a área fonte até a área de depósito, estas partículas sofrem inúmeros processos importantes resultantes das interações entre a tectônica de placas e os sistemas do clima (GROTZINGER; JORDAN, 2010).

Os sedimentos são soterrados dispostos em camadas, uma sobre a outra, empilhados, que vão se aprofundando na crosta terrestre, onde podem estar preenchidos de óleo e gás natural valiosos. São soterrados conforme mais material é depositado em superfície. Outros processos também contribuem para a subducção, não somente o aumento de esforços verticais devido ao peso. Os processos de superfície do ciclo das rochas que são importantes na formação de rochas sedimentares estão resumidos a seguir (GROTZINGER; JORDAN, 2010):

- Intemperismo;
- Erosão;
- Transporte;
- Deposição;
- Soterramento;
- Diagênese.

Os produtos do intemperismo de uma rocha podem ser removidos mecanicamente ou em solução. Erosão é o nome dado a todo o processo de remoção dos produtos do intemperismo e o transporte corresponde a todo o processo de movimentação destes produtos. Denudação é o processo chamado pelo conjunto de intemperismo e erosão. Geralmente os depósitos destes sedimentos dá-se ao mar, onde são acumulados, compactados e pela ação da diagênese podem formar rochas

sedimentares. Os movimentos crustais podem elevar estas rochas até o nível do mar, assim reiniciando o ciclo (SUGUIO, 1994). A diagênese refere-se à litificação destes sedimentos que estão soterrados nas bacias sedimentares pela ação de mecanismos físicos e químicos incluindo pressão e calor, e as reações químicas (GROTZINGER; JORDAN, 2010; WILLIAMS; TURNER; GILBERT, 1970).

O intemperismo físico e químico de rochas preexistentes forma partículas clásticas que são transportadas e depositadas na forma de sedimentos. Essas partículas variam em tamanho, desde matacão e seixo até areia, silte e argila. Elas também variam muito na forma. A ruptura natural ao longo de juntas, planos de acamamento e outras fraturas da rocha-matriz determina a forma dos matacões, calhaus e seixos. Os grãos de areia tendem a herdar suas formas dos cristais individuais da rocha-matriz, na qual eram anteriormente encaixados uns nos outros.

O intemperismo pode ser causado por processos físicos, químicos e também biológicos. A Tabela 1 resume estes três tipos, onde o intemperismo físico ou mecânico é também chamado de desintegração e o intemperismo químico, decomposição (SUGUIO, 1994).

Tabela 1 – Processos de intemperismo

Tipo de intemperismo	Exemplos	Resumo
Físico	Alívio de pressão (expansão da rocha durante a erosão) Expansão térmica (insolação) Congelamento/degelo (ação de cunha)	Em geral, de importância secundária. Redução da granulometria e aumento de superfície específica, sem mudança de composição química.
Químico	Dissolução Hidratação e hidrólise Oxidação (com ou sem aumento de valência) Redução Carbonatação (em parte, reações de troca)	Ocorre completa mudança das propriedades físicas e químicas. Aumento no volume dos compostos minerais formados secundariamente, quando comparado com os minerais primários.
Biológico	Ação de cunha das raízes Ação de escavação de animais Ácidos vegetais	Combinação de efeitos de intemperismo físico e químico.

Fonte: (SUGUIO, 1994)

Cada camada de sedimento se vai enterrando sempre mais profundamente quando as camadas que se sucedem se depositam sobre sua parte superior e, sempre que a deposição tenha continuado mais ou menos ininterruptamente por longos períodos de tempo, os sedimentos podem na verdade, ser enterrados muito profundamente. Os estudos estratigráficos provam que as rochas sedimentares podem acumular-se em espessuras de muitos milhares de metros. Enquanto a deposição prossegue, cada camada fica sujeita a pressão e temperatura sempre crescentes, e pode-se estar seguro de que todos os sedimentos profundamente enterrados sofreram condições físico-químicas inteiramente diferentes das existentes na superfície sobre a qual foram depositados. São de esperar alterações na textura e na composição desses sedimentos, posteriores à deposição, constituindo elas uma forma de metamorfismo de grau baixo pelo qual as rochas sedimentares passam gradativamente para rochas metamórficas. Alguns sedimentos em geossinclinais, enterrados sob espessuras enormes da rocha suprajacente, estiveram sujeitos a esforços poderosos e, assim, tornaram-se tão extensamente recristalizados a ponto de se transformarem em rochas metamórficas típicas. Outros, enterrados menos

profundamente e sujeitos a calor e a esforços menores, estão menos modificados (WILLIAMS; TURNER; GILBERT, 1970).

A distinção entre as rochas metamórficas e sedimentares é, todavia, arbitrária e não é definida facilmente exceto onde os esforços, assim como o calor, tenham sido um fator de primordial importância na produção da mudança. A classificação de certas rochas comuns é, portanto, uma questão de preferência, e pode parecer inconsistente (WILLIAMS; TURNER; GILBERT, 1970).

A petrologia sedimentar, incluindo a descrição e a interpretação das rochas sedimentares, e a geoquímica sedimentar (DEGENS, 1965) serão importantes principalmente na definição das características mineralógicas ligadas à fonte (minerais detríticos) e a processos diagenéticos (minerais autigênicos), e às condições físico-químicas (pH, Eh, salinidade, etc.) dos ambientes deposicionais durante e após a sedimentação (SUGUIO, 1994). Estudos da composição e propriedades das rochas sedimentares são vitais na interpretação de estratigrafia: é o trabalho do petrologista sedimentar determinar a localização, litologia, relevo, clima e atividade tectônica da área fonte; deduzir as características do ambiente de deposição; determinar as causas para mudanças na espessura ou litologia; e correlacionar precisamente as camadas (FOLK, 1968).

O tamanho das partículas de rochas sedimentares detríticas constitui uma propriedade textural fundamental, que é também utilizada da subdivisão básica dos sedimentos clásticos em conglomerados, arenitos e folhelhos (SUGUIO, 1994). Os sedimentos e as rochas sedimentares siliciclásticas são classificados pelo tamanho dos grãos segundo a Tabela 2.

Tabela 2 – Principais classes de rochas sedimentares e sedimentos silisiclásticos

Tamanho da partícula	Sedimento	Rocha
GROSSO	CASCALHO	Conglomerado
Maior que 256 mm	Matacão	
256-64 mm	Calhau	
64-2 mm	Seixo	
MÉDIO	AREIA	Arenito
2-0,062 mm		
FINO	LAMA	Siltito
0,062-0,0039 mm	Silte	
Menor que 0,0039 mm	Argilominerais	Lamito (fratura em bloco) Folhelho (rompe ao longo do acamamento) Argilito

Fonte: (GROTZINGER; JORDAN, 2010)

Os produtos dissolvidos pelo intemperismo químico são íons ou moléculas que se acumulam nas águas dos solos, rios, lagos e oceanos. Essas substâncias dissolvidas são precipitadas como reações químicas e biológicas para formar sedimentos químicos e biológicos. A Tabela 3 mostra a distinção que os geólogos fazem entre sedimentos químicos e biológicos para enfatizar a importância dos organismos como os principais mediadores desse tipo de sedimentação. Os dois tipos de sedimentos podem nos trazer informações sobre as condições químicas do ambiente predominante de deposição.

Tabela 3 – Classificação de rochas sedimentares e sedimentos químicos e biológicos

Sedimento	Rocha	Composição química	Minerais
BIOLÓGICO			
Areia e lama (originalmente bioclásticos)	Calcário	Carbonato de Cálcio (CaCO_3)	Calcita, aragonita
Sedimentos silicosos	Sílex	Sílica (SiO_2)	Opala, calcedônia e quartzo
Turfa, matéria orgânica	Orgânicas	Compostos de carbono; carbono combinado com oxigênio e hidrogênio	(Carvão, petróleo e gás)
Originalmente não sedimentar (formado pela diagênese)	Fosforito	Fosfato de cálcio ($\text{Ca}_3[\text{PO}_4]_2$)	Apatita
QUÍMICO			
Originalmente não sedimentar (formado pela diagênese)	Dolomito	Carbonato de magnésio e cálcio ($\text{CaMg}[\text{CO}_3]_2$)	Dolomita
Sedimento de óxido de ferro	Formação ferrífera	Silicato de ferro; óxido (Fe_2O_3); carbonato	Hematita, limonita, siderita
Sedimento evaporítico	Evaporito	Cloreto de sódio (NaCl); sulfato de cálcio (CaSO_4)	Gipsita, anidrita, halita e outros sais

Fonte: (GROTZINGER; JORDAN, 2010)

2.1.1 Rochas reservatório

Reservatórios são geralmente definidos como recipientes de armazenamento. Para o geocientista petróleo, reservatórios são corpos rochosos porosos e permeáveis que contêm quantidades comerciais de hidrocarbonetos. Os reservatórios devem a sua porosidade e permeabilidade aos processos de deposição, diagênese, ou fratura - individualmente ou em combinação (AHR, 2008).

As ocorrências comerciais de petróleo estão em sua maioria em reservatórios formados por rochas sedimentares clásticas e não clásticas, principalmente em arenitos e calcários. Porém reservatórios podem ser qualificados em vários outros tipos de rocha desde que estas apresentem porosidade local o suficiente para serem consideradas igualmente relevantes. Neste caso a porosidade é encontrada na forma intersticial, mas na maioria das vezes é devida à presença de fraturas (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006).

Reservatórios são corpos tridimensionais compostos de rocha matriz e redes de poros interconectados. Se a geometria tridimensional (tamanho e forma) de um

sistema de poros conectado é conhecido, é possível (1) determinar os locais de perfuração na exploração ou perspectivas de desenvolvimento, (2) estimar o volume do recurso no reservatório ou aquífero, (3) obter a melhor extração do recurso, (4) determinar a praticidade de perfuração de poços (de injeção) adicionais para alcançar o espaçamento ideal entre poços de campo durante o desenvolvimento, e (5) prever o caminho que será tomado pelos fluidos injetados enquanto eles "varrem" os hidrocarbonetos remanescentes durante a recuperação secundária e aumentada. Em sentido amplo, estudos de reservatórios incluem geologia do reservatório, caracterização de reservatórios e engenharia de reservatórios (AHR, 2008).

As rochas-reservatório mais frequentes encontradas em todo o mundo são os arenitos. Podem ser espessos, atingindo várias centenas de metros de espessura, e também podem apresentar grande continuidade lateral. A Figura 2 apresenta um desenho esquemático de uma amostra de arenito.

Figura 2 – Desenho esquemático de uma amostra de arenito

Fonte: (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006)

2.2 Porosidade

2.2.1 Definição e classificação

Em engenharia, não somente de reservatórios, geologia, hidrologia, ciências da terra e ciência dos materiais entre outros contextos, a porosidade é uma das propriedades de maior importância, uma vez que determina a capacidade de armazenagem de fluidos no interior das rochas. É esta propriedade que descreve a fração de espaço vazio do material em estudo (tal como rocha ou sedimentos). A

porosidade é definida pela porcentagem de espaços vazios existentes em uma rocha quando comparada com seu volume total (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006; SUGUIO, 1994).

Os espaços de poro, ou vazios, no interior de uma rocha são comumente preenchidos com água da própria formação, mas contém óleo ou gás quando em um campo (SELLEY, 1998). A porosidade é definida pela seguinte relação:

$$\phi = \frac{V_v}{V_t}$$

onde V_v é o volume do espaço vazio e V_t é o volume total do material, incluindo os componentes sólidos e vazios. É convencionalmente simbolizada pela letra grega phi (ϕ) minúscula (SELLEY, 1998) ou ainda o símbolo matemático η .

A porosidade é tanto expressa como a razão de vazios, que é a razão entre vazios e rocha sólida, ou, mais frequentemente, como uma porcentagem (SELLEY, 1998):

$$\text{Porosidade (\%)} = \frac{\text{volume de vazios}}{\text{volume total da rocha}} \times 100$$

Em rochas sedimentares, a porosidade pode variar de zero em sílex compacto não fraturado a 80% / 90% em argilitos recém depositadas por exemplo. Porém valores da ordem de 5% a 25% são mais frequentes para porosidade. Encontrando-se valores entre os 25% e 35% diz-se que tais porosidades são excelentes tanto para reservatórios de água quanto de hidrocarbonetos (SUGUIO, 1994).

Poros são de três tipos morfológicos: catenária, cul-de-sac e fechados. A Figura 3 mostra os tipos de poros de forma esquemática. Catenárias são os poros que se comunicam com outros por mais de uma garganta de passagem. Poros cul-de-sac, ou sem-saída, têm apenas uma garganta de passagem conectando com outro poro. Poros fechados não têm nenhuma comunicação com outro poro (SELLEY, 1998).

Figura 3 – Os três tipos básicos morfológicos de porosidade

Fonte: (SELLEY, 1998)

Ao conjunto de todos os espaços vazios da rocha dá-se o nome de porosidade absoluta, que é definida pela razão entre o volume de todos os espaços vazios e o volume total da rocha. Já a porosidade efetiva leva apenas em consideração os espaços vazios interconectados para estabelecer a razão com o volume total em estudo (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006; SUGUIO, 1994). Do ponto de vista da engenharia de reservatórios, o parâmetro importante a se determinar é a porosidade efetiva, já que representa o espaço ocupado pelos fluidos que podem ser deslocados através do meio poroso. Rochas com presença de material intergranular, consideradas de pobre a moderadamente cimentadas, podem apresentar valores próximos das porosidades absoluta e efetiva. Já rochas com alto teor de cimentação podem apresentar maiores variações entre os valores dessas porosidades. Calcários geralmente também apresentam maior discrepância dos valores (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006).

Poros catenária e sem-saída constituem a porosidade efetiva, em que hidrocarbonetos podem emergir destes. Em poros catenária, hidrocarbonetos podem ser empurrados pelo movimento natural ou artificial de água. Poros sem-saída não são afetados por este movimento, mas podem produzir algum óleo ou gás por expansão com a queda de pressão do reservatório. Poros fechados não são capazes de liberar hidrocarbonetos (no caso em que petróleo ou gás terem invadido um poro aberto posteriormente fechado por compactação ou cimentação). A razão entre

porosidade total e efetiva é extremamente importante, sendo diretamente relacionada a permeabilidade da rocha (SELLEY, 1998; TULLBORG; LARSON, 2006).

A Figura 4 mostra um exemplo esquemático de seção transversal de uma amostra de rocha, onde ambos os tipos de poros, isolados e interconectados, podem ser observados. O volume total de poros é a somatória do volume poroso isolado e do volume poroso interconectado, sendo assim a definição da porosidade absoluta da rocha. Apenas o espaço poroso interconectado define a porosidade efetiva (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006).

Figura 4 – Seção transversal de uma amostra de rocha

Fonte: (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006)

Várias propostas foram elaborados para classificar tipos de porosidade (CHOQUETTE; PRAY, 1970; LEVORSEN, 1967; ROBINSON, 1966). Dois tipos principais de porosidade podem ser definidos de acordo com seus períodos de formação (MURRAY, 1960).

A porosidade primária ou singenética (deposicional) é formada quando ocorre o depósito do sedimento, ou seja, se desenvolveu durante a deposição do material sedimentar. Exemplos de porosidade primária ou original são a porosidade intergranular dos arenitos e as porosidades intercrystalina e oolítica de alguns calcários (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006; SUGUIO, 1994).

Porosidade secundária ou epigenética (pós-deposicional) é desenvolvida nas rochas posteriormente à deposição, não instantaneamente depois. É resultante de alguns dos processos geológicos subsequentes à conversão dos sedimentos em rochas. Exemplos de porosidade secundária ou induzida são dados pelo desenvolvimento de fraturas, como as encontradas em arenitos, folhelhos e calcários, e pelas cavidades devidas à dissolução de parte da rocha, comumente encontradas em calcários (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006; SELLEY, 1998; SUGUIO, 1994).

A Tabela 4 mostra que a porosidade primária pode ser dividida em dois subtipos: interpartícula (ou intergranular) e intrapartícula (ou intragranular). A porosidade interpartículas que está inicialmente presente em todos os sedimentos, geralmente é perdida rapidamente devido os efeitos combinados de compactação e cimentação em argilas e areias carbonáticas. Grande parte da porosidade encontrada em arenitos é porosidade primária intergranular preservada. Porosidade intragranular é comumente encontrada dentro dos grãos esqueletos de areias carbonáticas e assim geralmente são poros cul-de-sac. Devido à compactação e cimentação são comumente ausentes em reservatórios carbonáticos (SELLEY, 1998; SUGUIO, 1994).

Tabela 4 – Classificação dos tipos de porosidade

Período de formação	Tipo	Origem
Primária ou deposicional	Intergranular ou interpartículas Intragranular	Sedimentação
Secundária ou pós deposicional	Intercristalina Fenestral (janelas)	Cimentação
	Vesicular De molde	Dissolução
	De fratura	Movimentação tectônica, compactação ou desidratação

Fonte: (MURRAY, 1960)

O sistema de poros, incluindo as gargantas de poros e os tipos de poros, é o principal parâmetro de controle no movimento dos fluidos e aprisionamento em rochas reservatório. Por sua vez, é o resultado das interações entre a textura deposicional e diagenética da rocha. Assim, o sistema de poros pode ser considerado como um parâmetro que liga as propriedades dinâmicas e características geológicas na rocha reservatório. Em outras palavras, os processos de deposição e diagênese em sucessões sedimentares controlam a qualidade do reservatório, formando o sistema de poros e governando suas variações. A porosidade como um parâmetro que conecta as propriedades da rocha com o comportamento dos fluidos precisa ser caracterizada precisamente (ALIAKBARDOUST; RAHIMPOUR-BONAB, 2013).

A porosidade de uma rocha, ou camada sedimentar, é uma consideração importante quando se tenta avaliar o volume potencial de água ou hidrocarbonetos que possa conter. Porosidade sedimentar é uma decorrência complexa de muitos fatores, incluindo, mas não se limitando à: taxa de soterramento, profundidade de soterramento, a natureza dos fluidos, a natureza dos sedimentos que se sobrepõem (o que pode impedir a expulsão de fluido), entre outros.

As propriedades microestruturais de rochas sedimentares porosas (por exemplo arenitos, calcários, dolomitos, etc) influenciam uma variedade de processos de transporte tanto de interesse industrial, como recuperação de petróleo e gás de reservatórios rochosos, ou de significância ambiental, como a contaminação de aquíferos subterrâneos por água do mar, produtos químicos industriais, produtos

químicos agrícolas e lixiviação de aterros sanitários, a remediação no local de água subterrânea contaminada (TSAKIROGLOU; PAYATAKES, 2000).

2.2.2 Influência textural na porosidade

A textura de um sedimento é intimamente correlacionada com sua porosidade e permeabilidade. A textura de uma rocha reservatório é relacionada à estrutura original do sedimento deposicional, que é modificado por diagênese subsequente. Essa diagênese pode ser negligenciada em vários arenitos, mas em carbonatos pode ser suficiente para descaracterizar atributos deposicionais. Antes de se considerar os efeitos da diagênese na porosidade, os efeitos da estrutura deposicional original devem ser averiguados.

2.2.2.1 Granulometria e seleção

Como regra geral, a porosidade em arenitos pode ser encontrada de duas formas: intergranular e por fraturas. A porosidade intergranular é decorrente do espaço vazio remanescente após a redução por cimentação da porosidade inicial, que é simplesmente o espaço vazio entre os grãos. O grau de seleção dos grãos de areia é o fator principal que determina a porosidade inicial. A razão de tal fato é facilmente encontrada. Quanto mais rigorosa for a seleção de partículas de um sedimento, menor será a quantidade de detritos finos que acabam por preencher os espaços entre as partículas mais grossas, assim resultado em uma relação grãos/matriz baixa.

Quando há muita variabilidade de dimensões entre as partículas, a porosidade será pequena, uma vez que os grãos menores preenchem parcialmente os interstícios existentes entre os grãos maiores. As passagens dos poros acabam sendo bloqueadas pelos grãos mais finos inibindo a porosidade. Como exemplo pode ser citado um caso de um sedimento bimodal que sofrerá diminuição da porosidade devido o arranjo das partículas ou os tamanhos relativos dos dois extremos. Os valores das porosidades acabam sendo menores que 30% (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006; SUGUIO, 1994).

2.2.2.2 Formato dos grãos

Considera-se também que a forma e o arredondamento dos grãos também podem afetar a porosidade intergranular, mas não se encontram muitos trabalhos sobre o tema. As porosidades são menores em sedimentos compostos por grãos mais esféricos do que os compostos de grão menos esféricos, devido um maior empacotamento dos primeiros (FRASER, 1935). Tal constatação é atribuída ao fato de um empacotamento mais robusto, ou fechamento dos grãos mais arredondados. Se estes grãos forem moderadamente arredondados e possuírem aproximadamente o mesmo tamanho, formarão agregados com porosidade variando de 35% a 40% (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006; SELLEY, 1998; SUGUIO, 1994; WILLIAMS; TURNER; GILBERT, 1970).

Os dois aspectos a se considerar no formato de grão são o arredondamento e a esfericidade. Como a Figura 5 mostra, estas duas propriedades são bem distintas. Arredondamento descreve o grau de angulosidade da partícula. Esfericidade descreve o grau ao qual a partícula se aproxima de um formato esférico. Métodos matemáticos de análise destas variáveis estão disponíveis (SELLEY, 1998).

Figura 5 – Grãos de areia mostrando a diferença entre arredondamento e esfericidade

Fonte: (SELLEY, 1998)

2.2.2.3 Diagênese e cimentação

Mudanças diagenéticas em um reservatório arenítico incluem cimentação e dissolução. Também somados aos fatores anteriores, a compactação e as

irregularidades de grãos ajudam a diminuir o valor da porosidade inicial de valores entre 30 e 40% para valores entre 10 e 20%, mas ainda sendo a maior perda devido à cimentação. Uma quantidade pequena de cimentação é benéfica ao reservatório arenítico pois previne que areia seja produzida com o óleo. A presença de areia no óleo não apenas danifica o próprio reservatório, mas também o sistema de produção. Cimentação extensiva é prejudicial, de qualquer maneira, pois diminui a porosidade e a permeabilidade (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006; SELLEY, 1998; SUGUIO, 1994).

Vários minerais podem crescer nos poros de um arenito, mas apenas três são de principal significância: quartzo, calcita e as argilas autigênicas. A sílica é um dos cimentos mais comuns entre vários tipos encontrados em arenitos, e constitui geralmente o ponto irreversível de um espectro de diagênese, a não ser que o arenito seja submetido à epidíagênese, que são efeitos intempéricos, podendo assim ocasionar o desenvolvimento de porosidade secundária. Outros tipos comuns de cimento são: cimento calcítico, cimento limonítico, cimento hematítico, etc (ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006; SELLEY, 1998; SUGUIO, 1994).

2.2.3 *Rochas carbonatadas*

As rochas carbonatadas incluem calcário, dolomito e todas as combinações de composição intermediária entre os dois. Os reservatórios formados por rochas carbonatadas diferem dos areníticos em diferentes aspectos. A porosidade provavelmente não é tão direcional como nos arenitos e é localizada tanto lateral como verticalmente dentro de uma camada. Por outro lado, os poros podem ser muito maiores que os de arenitos, dando à rocha uma grande permeabilidade.

Reservatórios carbonáticos são corpos rochosos, mas não necessariamente estão de acordo com os limites estratigráficos, pois reservatórios são definidos pela porosidade e permeabilidade. Em forte contraste com reservatórios arenosos, porosidade e permeabilidade em carbonatos podem ser independentes de fácies ou limites de formação de deposição, como exemplificado pela porosidade diagenética e pela porosidade por fratura que atravessam fronteiras de fácies deposicionais (AHR, 2008; MOORE, 2002).

A mesma distinção entre porosidade primária e secundária também é feita para as rochas carbonatadas. Resultante da deposição original da rocha e considerada porosidade primária, são as acumulações de conchas e recifes, e os calcários oolíticos. Também existem os calcários e dolomitos clásticos resultantes da acumulação de “grãos” provenientes de rochas carbonatadas mais antigas. Nestes casos a porosidade se aproxima das ordens de grandeza dos arenitos, porém a calcita e dolomita são muito mais susceptíveis à posteriores influências de soluções e recristalizações, causando drásticas reduções dos valores de porosidade (MOORE, 2002; ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006).

De maneira geral, as rochas carbonatadas apresentam a predominância de porosidade secundária devido ao fato de seus componentes serem muito mais susceptíveis a processos de dissolução. A dolomitização e também o fraturamento são processos importantes no desenvolvimento da porosidade secundária. Destaque é dado à dissolução, em que a calcita ou a dolomita acabam sendo lixiviadas por águas subterrâneas e assim dando origem a cavidades variando de microscópicas à gigantescas cavernas (MOORE, 2002; ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006).

Apesar de os maiores reservatórios de óleo e gás serem principalmente arenitos ou rochas carbonatadas devido suas características de formação com os sistemas de poros disseminados e também devido a fraturas, outros diversos tipos de rocha podem se tornar importantes como reservatórios por possuir porosidade o suficiente para garantir o armazenamento. Em alguns casos a porosidade é intersticial, mas em sua grande maioria é devida à presença de fissuras. Os seguintes tipos de rocha podem ser encontrados como rochas reservatório: conglomerados e brechas, folhelhos fraturados, siltes, arcósios e rochas ígneas ou metamórficas fraturadas (MOORE, 2002; ROSA; CARVALHO; XAVIER, 2006).

2.2.4 Relação entre porosidade e permeabilidade

Apesar de serem grandezas distintas, a porosidade e a permeabilidade apresentam algumas correlações entre si. É de fácil compreensão que uma rocha não porosa é por consequência impermeável, não considerando nenhum outro processo

de fissuramento ou dissolução. Mas por outro lado uma rocha porosa não é necessariamente muito permeável.

Embora a porosidade informe o potencial teórico de armazenamento de fluidos de uma rocha se todos os seus poros estiverem preenchidos, ela não fornece informação alguma sobre a facilidade ou dificuldade que os fluidos podem encontrar ao permear através desses poros. Os fluidos deslocam-se no material poroso com uma trajetória sinuosa entre os grãos e através das fissuras.

Quanto menores os espaços porosos e mais tortuoso o caminho, mais lentamente os fluidos o percorrem. A permeabilidade é a capacidade que um sólido tem de deixar que um fluido atravesse seus poros e geralmente, aumenta com o aumento da porosidade, mas também depende da forma dos poros, do quão tortuoso é o caminho que os fluidos devem percorrer para passar através do material. Redes de poros vacuolares em rochas carbonáticas podem ter permeabilidade extremamente alta (GROTZINGER e JORDAN, 2010).

A Tabela 5 resume a porosidade e a permeabilidade de alguns tipos de rocha detríticas por serem mais previsíveis de certa forma. As rochas carbonatadas apresentam muito mais variações e particularidades devido suas susceptibilidades aos processos de dissolução e fraturamento.

Tabela 5 – Porosidade e permeabilidade de alguns tipos de rocha

Tipo de rocha ou sedimento	Porosidade	Permeabilidade
Cascalho	Muito alta	Muito alta
Areia grossa a média	Alta	Alta
Areia fina e silte	Moderada	Moderada a baixa
Arenito, moderadamente cimentado	Moderada a baixa	Baixa
Folhelho fraturado ou rochas metamórficas	Baixa	Muito baixa
Folhelho não fraturado	Muito baixa	Muito baixa

Fonte: (GROTZINGER e JORDAN, 2010)

A porosidade pode ser proporcional à permeabilidade. Para dois arenitos semelhantes, um com porosidade mais elevada terá tipicamente permeabilidade maior (mais área aberta para o fluxo), mas existem muitas complicações para esta relação. A principal complicação é que não há uma proporcionalidade direta entre a

porosidade e a permeabilidade, mas sim uma proporcionalidade inferida. Há uma clara relação entre os diâmetros de garganta de poros e permeabilidade.

Rochas argilosas e de granulação fina são muito porosas, porém apenas levemente permeáveis por exemplo. Os argilitos têm tipicamente permeabilidade muito baixa (devido ao seu pequeno diâmetro de garganta de poro), mas também tem porosidades muito elevadas (devido à natureza estruturada de minerais de argila), o que significa que argilas podem conter um grande volume de água por volume de material, mas que não liberam água rapidamente e, portanto, têm uma baixa permeabilidade. (SELLEY, 1998; SUGUIO, 1994).

2.3 Densidade

A densidade de um material é definida como a massa de certa quantidade deste material dividida pelo volume desta mesma quantidade (g/cm^3), ou seja, é a massa por volume unitário. Por ser uma propriedade direta e de fácil compreensão, a densidade precisa ser cuidadosamente definida e medida com precisão (SUGUIO, 1994; WEBB; ORR, 1997).

Determinar a massa de um objeto é bastante simples. A determinação de seu volume é o que causa dificuldades. O volume de um objeto sólido, sendo uma única peça ou uma massa de pó muito fino, é um daqueles conceitos que não podem ser utilizados em uma única definição simples e generalista (WEBB, 2001).

Para análise em rochas reservatório pode-se considerar as amostras como análogas de pequenos tijolos. Um tijolo, obviamente, é composto de material sólido e tem um volume que pode ser calculado após ser medido o seu comprimento, largura e espessura. Contudo, ele também contém irregularidades da superfície, pequenas fraturas, fendas, poros que tanto se comunicam com a superfície como estão isolados no interior da estrutura. Vazios que se conectam à superfície são chamados de poros abertos, espaços vazios interiores inacessíveis a partir da superfície são chamados de poros fechados ou cegos (WEBB, 2001).

É preciso considerar algumas definições de volume para discussão de densidade, sendo:

- Volume geométrico: o volume de um material calculado a partir das medidas de suas dimensões físicas;
- Volume envelope: segundo a norma ASTM¹ D3766, é a soma dos volumes do sólido em cada peça e os espaços vazios dentro de cada peça, ou seja, dentro de envelopes imaginários que cercam completamente cada peça;
- Volume esqueleto: segundo a norma ASTM D3766, é a soma dos volumes do material sólido e dos poros fechados (ou cegos) dentro das peças;
- Volume real: segundo a BSI², é o volume excluindo poros abertos e fechados.

A Figura 6 ilustra como o conceito de envelope é utilizado nas definições de volume e densidade. A secção transversal da partícula é mostrada envolta por um envelope imaginário, análogo a uma película fina envolvendo a partícula.

Figura 6 – Envelope imaginário envolvente à partícula

Fonte: (WEBB, 2001)

¹ American Society for Testing and Materials

² British Standards Institute

A Figura 7 mostra de forma esquemática as definições dos volumes envelope, esqueleto e real. As três imagens representam a partícula, sendo a Figura 7A o volume no interior do envelope, a Figura 7B é o mesmo do volume envelope menos o volume de volume de poros abertos, e Figura 7C é o volume no interior do envelope menos poros abertos e fechados.

Figura 7 – Definições de volumes

Fonte: (WEBB, 2001)

Como cada definição de densidade depende do volume adotado, a Tabela 6 apresenta alguns dos diversos tipos de definição explicitando os volumes considerados.

Tabela 6 - Definições de tipos de densidades que seguem a partir das definições de volume

Norma	Densidade	Definição	Volumes incluídos
ASTM	Teórica	A razão entre a massa de um conjunto de peças distintas de material sólido e a soma dos volumes das referidas peças; o material sólido que tem um arranjo regular ideal ao nível atômico	Material sólido
ASTM D3766	Envelope	A razão entre a massa de uma partícula e a soma dos volumes: do sólido em cada peça e os espaços vazios dentro de cada peça, que é, dentro de um envelope ajustado estreito que envolve completamente cada peça	Material sólido Poros abertos Poros fechados
ASTM D3766	Esqueleto	A razão entre a massa de peças distintas de material sólido e a soma dos volumes: do material sólido nas peças e dos poros fechados (ou cegos) dentro das peças	Material sólido Poros fechados

Fonte: (WEBB, 2001)

2.4 Métodos de determinação da porosidade

As técnicas tradicionais de petrografia fazem uso da análise de seções delgadas de rochas tanto no caso de microscopia óptica quanto eletrônica. Ambos os equipamentos aplicam o mesmo princípio de descrição de componentes, minerais e/ou espaços vazios (poros). Após a identificação destes, de forma automatizada ou manual, uma malha é sobreposta à seção delgada e a quantificação dos componentes desejados é feita. O ponto negativo dessa análise em duas dimensões é análogo tanto no caso da quantificação de minerais quanto na de poros. A continuidade do componente analisado não pode ser verificada, assim obtendo um resultado que não reflete a realidade.

Técnicas de petrofísica tradicional como microscopia de seções delgadas e microscopia eletrônica de varredura (TULLBORG; LARSON, 2006) têm sido empregadas para estudar a microestrutura de rochas, mas existem algumas questões sobre o sistema de espaço de poros que não puderam ser estudadas em dados de duas dimensões (OLIVEIRA et al., 2012).

A porosidade pode ter inúmeras heterogeneidades que acabam sendo destruídas na preparação das seções delgadas. As técnicas analíticas apresentadas nesse estudo abordam a análise de frações tridimensionais representativas dos

corpos de amostra, de forma indireta como a porosimetria por intrusão de mercúrio, e de simulação de forma direta (visualização digital) pela microtomografia de raios X.

2.4.1 Porosimetria por intrusão de mercúrio

A representação geométrica e topológica da estrutura interna de rochas é necessária para a avaliação de suas propriedades físicas. Isto promove meios de simular o transporte e a distribuição de fluidos como água, petróleo ou gás através de sua estrutura de poros.

Em ciências dos materiais, o método experimental mais utilizado para medir porosidade é a porosimetria por intrusão de mercúrio, baseada na lei de capilaridade que governa a penetração de um líquido que não molha a superfície dentro de regiões porosas. É utilizado para caracterizar a distribuição de tamanho da garganta de poros em da escala micrométrica (máximo 360 μm para pressões mínimas de 0,5 psi e 180 μm para pressão de 1 psi) à escala nanométrica (mínimo 3 nm com pressão máxima de 60.000 psi). O método permite a determinação da distribuição de volume de poros acessível ao mercúrio através de gargantas de poros (constricções sem volume no espaço de poros) de tamanhos diferentes. A falta de informação sobre a distribuição, agrupamento espacial e interligação dos corpos dos poros por porosimetria dificulta a interpretação física dos possíveis fluxos de fluidos no interior do sistema, senão impossível (AMIRTHARAJ; IOANNIDIS; MACDONALD, 2003; ANOVITZ; COLE, 2015; JOSH et al., 2012; VERGÉS et al., 2011).

O termo “porosimetria” é geralmente utilizado para incluir as medidas de tamanho, volume, distribuição e densidade de poros, além de outras características de um material relacionadas à quantidade de vazios que possui, ou seja, sua porosidade. Especialmente importante no entendimento da formação, estrutura e potencial uso de diversos materiais, a porosidade afeta as propriedades físicas e consequentemente o comportamento do material no meio em que se encontra. Adsorção, permeabilidade, resistência e densidade são alguns dos fatores influenciados pela porosidade e determinam a maneira e a forma em que um material possa ser utilizado apropriadamente.

O estudo de porosidade pode ser realizado pela técnica de porosimetria por intrusão de mercúrio, considerada a mais versátil para determinação de porosidade de materiais diversos (WEBB; ORR, 1997). Em um único ensaio com duração de aproximadamente 60 minutos é possível determinar a porosidade da amostra, distribuições de tamanho de poro, volume total de poros e de área específica do material. A técnica consiste em introduzir mercúrio sob pressão em amostras porosas e quantificar esta intrusão em função da pressão aplicada.

Porosimetria de mercúrio é o método mais rápido de se determinar as curvas de pressão capilar, em que estão incorporadas informações sobre uma grande variedade de tamanhos de poros. Por esta razão, a porosimetria de mercúrio é o método mais importante de análise da estrutura de poros de uma vasta gama de materiais porosos (TSAKIROGLOU; PAYATAKES, 2000).

A interpretação convencional dos dados de pressão capilar é baseada no modelo de espaço de poro que pode ser representado como um conjunto de cilindros sem intersecção em paralelo de igual comprimento mas com diâmetros diferentes (AGGELOPOULOS et al., 2005; GROTZINGER; JORDAN, 2010; TSAKIROGLOU; PAYATAKES, 2000).

2.4.1.1 Definição da análise

Uma vez que o mercúrio não molha a maioria das superfícies e não penetra espontaneamente em seus poros por ação capilar, este deve ser forçado a entrar nos poros pela ação de uma força externa. A pressão equilibrada requerida é inversamente proporcional ao tamanho dos poros. Pequenas pressões caracterizam poros grandes (macroporos), e pressões maiores são requeridas para forçar o mercúrio em poros pequenos.

O mercúrio é considerado o melhor exemplo de um líquido não molhante. Não entra em poros por ação capilar, e só pode acessar poros interconectados. O volume de mercúrio que pode entrar no espaço dos poros é limitado pela pressão máxima obtida durante a análise, que para muitos instrumentos é de 60.000 psi. A pressão de entrada é inversamente proporcional ao tamanho da abertura. O mercúrio líquido tem uma tensão superficial interfacial elevada, isto é, a força molecular (485 dyne cm^{-1}) na

sua superfície tende a contrair o seu volume na forma com a menor área de superfície possível. O mercúrio também exibe um ângulo de contato alto quando em contato com a maioria dos sólidos - variando entre 112° e 142° , sendo 130° o valor mais aceito para uso em uma experiência de intrusão; ângulos de extrusão são tipicamente cerca de 30° menores em magnitude, ou seja, 80 a 110° (ANOVITZ; COLE, 2015).

A Figura 8 ilustra os conceitos de molhabilidade e a pressão aplicada que são utilizados na análise por porosimetria. A molhabilidade é um fenômeno de interface, assim dependendo da interação da superfície com o líquido em contato com a mesma. São considerados líquidos que “molham” a superfície os líquidos que apresentam ângulo de contato menor que 90° com esta superfície. Os líquidos considerados que “não molham” fazem ângulos maiores de 90° com a superfície.

Figura 8 – Conceitos teóricos utilizados pela porosimetria

Fonte: elaborado pelo autor

Para um poro de forma circular, a atração superficial do mercúrio atua ao longo do círculo de contato por um comprimento igual ao perímetro do círculo. A força com que o mercúrio resiste entrando no poro é igual a $-\pi D \gamma \cos \theta$, onde D é o diâmetro do poro. O sinal negativo aparece porque para $\theta > 90^\circ$ o termo é intrinsecamente negativo. Uma pressão aplicada externamente produz uma força que atua sobre a área do contato do círculo e é expressa como $\pi D^2 P / 4$ onde P é a pressão aplicada. No equilíbrio, onde a força aplicada é igual à resistência, tem-se:

$$-\pi D \gamma \cos \theta = \frac{\pi D^2 P}{4}$$

Que simplificando gera a seguinte equação:

$$D = - \frac{4 \gamma \cos \theta}{P}$$

D = diâmetro de garganta do poro (nm)
P = pressão aplicada (MPa)
γ = tensão superficial do mercúrio (dyne/cm)
θ = ângulo de contato do mercúrio com a amostra (rad)

Está é conhecida como a Equação de Washburn. Assumindo um ângulo de contato de 130° e uma tensão superficial de 485 dyne cm⁻¹, requer uma pressão de apenas 0,5 psi para que o mercúrio penetre em poros com aproximadamente 360 μm de diâmetro. Para poros menores, uma pressão de 60.000 psi pode resultar em poros de acesso ao mercúrio tão pequenos quanto 3 nm de diâmetro (ANOVITZ; COLE, 2015).

A análise por porosimetria de mercúrio é a intrusão progressiva de mercúrio em uma estrutura porosa sob pressões rigorosamente controladas. Dessa forma, é possível controlar o diâmetro de garganta dos poros acessíveis ao mercúrio em função da pressão aplicada. O volume de vazios do material é intrudido pelo mercúrio sob alta pressão. A variação do volume de mercúrio no porta amostra é identificada pela diferença de potencial elétrico medida e então relacionada ao tamanho dos poros (DOHNALIK; JARZYNA, 2016). A Figura 9 mostra de forma esquemática como é feita a análise por porosimetria e os parâmetros envolvidos.

Pressão é transmitida ao mercúrio que envolve a amostra. Essa transmissão é feita pelo fluido de alta pressão que preenche a câmara de pressão. O aumento de pressão faz o mercúrio penetrar nos poros na amostra causando uma proporcional diminuição de volume de mercúrio contido na haste do porta amostra (denominado penetrômetro). Esta variação de volume de mercúrio, que é volume total de mercúrio que intrudiu na amostra - uma vez que o aumento de pressão deslocou o mercúrio para os espaços vazios (poros) no interior da amostra - é medida por diferença de potencial elétrico e então relacionada pelo gráfico (diâmetro de garganta de poros X intrusão cumulativa) ao volume de poros da amostra.

Figura 9 - Princípio da técnica de Porosimetria por Intrusão de Mercúrio

Fonte: Adaptado de Micromeritics®

2.4.2 *Microscopia por tomografia de raios X*

2.4.2.1 *Um breve histórico dos raios X*

Wilhelm Conrad Röntgen foi um físico alemão, que em 08 de novembro de 1895 produziu e detectou radiação eletromagnética no comprimento de onda que hoje compreende-se por raios X. Fato ocorrido enquanto estudava os fenômenos que acompanham a passagem de uma corrente elétrica através de um gás sob pressão extremamente baixa. Tal realização lhe rendeu o primeiro prêmio Nobel de física em 1901.

Trabalhos anteriores nesta área já haviam sido realizados, e as propriedades dos raios catódicos haviam se tornado bem conhecidos. O trabalho de Röntgen levou-o, no entanto, à descoberta de um novo e diferente tipo de radiação. Durante seus experimentos, Röntgen descobriu que objetos de diferentes espessuras interpostas nos caminhos dos raios mostravam transparência variável a estes quando gravados em uma chapa fotográfica.

Ao imobilizar a mão de sua esposa por alguns momentos no caminho dos raios, Röntgen observou, após a revelação da chapa fotográfica, uma imagem que mostrava as sombras geradas pelos ossos da mão e um anel que ela estava usando, rodeados pela penumbra dos músculos e tecidos dos dedos, que eram mais permeáveis aos raios X, portanto, geravam uma sombra tênue. A imagem gerada pode ser visualizada na Figura 10.

Figura 10 – Mão de Bertha Röntgen (1896), Wilhelm Conrad Röntgen (1845 - 1923) e sua assinatura

Fonte: Deutsches Röntgen-Museum

Esta foi a primeira radiografia tirada na história. Em outros experimentos Röntgen mostrou que novos raios são produzidos pelo impacto de raios catódicos em matéria. Devido à natureza desconhecida dos raios, Röntgen batizou-os de raios X. Mais tarde, Max von Laue e seus alunos mostraram que os raios X eram da mesma natureza eletromagnética que a luz, mas se diferenciam destes apenas pela maior frequência de vibração.

Figura 11 – Espectro eletromagnético. Apesar das frequências e comprimentos de onda variarem, a velocidade é a mesma (300 000 000 m/s) para todos os tipos de ondas eletromagnéticas

Fonte: ("Engrade Wikis", [s.d.])

A principal vantagem dos raios X é a capacidade de penetrar em volumes espessos de matéria sem alterá-la, registrando-se então a diferença entre os materiais constituintes desde que possuam contraste natural (LIN; MILLER, 2002). O contraste dos materiais numa radiografia se dá principalmente pela diferença de densidade, além da espessura em materiais de mesma densidade.

Após sua descoberta, a radiologia tornou-se uma área de especialização médica na década de 1900. Cinquenta anos depois, foi desenvolvido o amplificador de raios X, o qual permitiu registrar as radiografias geradas em filmagens e apresentá-las em um monitor. A radiografia é amplamente utilizada para a inspeção de materiais em diversas aplicações até hoje. Nota-se, entretanto, que estruturas sobrepostas geram ambiguidade quanto à sua posição física na radiografia convencional. Este problema pode ser solucionado pelo emprego da tomografia (LIN; MILLER, 2002).

2.4.2.2 A tomografia de raios X

O termo tomografia origina-se dos radicais gregos *tomos*, que significa parte de algo e *grafein*, o qual denota escrever ou registrar. O princípio matemático da tomografia computadorizada (*computerized tomography* - CT) foi desenvolvido no começo do século 20 por Radon (CNUDD; BOONE, 2013).

A tomografia computadorizada de alta resolução é interessante para visualizar e caracterizar a estrutura interna de objetos em três dimensões. Como é uma técnica de maior precisão, rápida e não requer pouco ou nenhum preparo de amostras sofisticado com maior rigor e delicadeza (como impregnação, desbaste polimento, etc.), é frequentemente usada em análises qualitativas e quantitativas de pesquisa geológica. Além disso, o método fornece dados numéricos, que podem conduzir sistematicamente à conclusões objetivas. Várias aplicações da técnica podem ser utilizadas geociências (DULIU, 1999; MEES et al., 2003).

Desde a sua descoberta em 1895 pelo físico alemão Wilhelm Rontgen, os raios X têm sido utilizados nos campos da medicina e engenharia. Não foi até a década de 1960 que a conexão entre raios X e materiais geológicos foi estabelecida, que o valor de seu uso neste campo particular foi plenamente realizado. Em 1966, os raios X foram usados para medir as propriedades dinâmicas das rochas, injetando um fluido

opaco nas estruturas rochosas e analisando as imagens ao longo do tempo. Os computadores são agora usados para reconstruir a imagem tridimensional (tomografia) da série de projeções bidimensionais (2D - radiografias) e resultaram em enormes avanços no poder analítico (MCKAY, 2015).

No campo da caracterização de rochas reservatórios, a microtomografia torna-se uma técnica de pesquisa interessante. Na maioria dos estudos de reservatórios, a ênfase foi principalmente na visualização da estrutura de poros e fraturas para mostrar as características de fluxo de fluidos (BERTELS; DICARLO; BLUNT, 2001; COLES et al., 1998; VAN GEET et al., 2002). Uma vez que o coeficiente de atenuação – o parâmetro medido pela microtomografia – depende da densidade e número atômico, os poros e fraturas podem ser facilmente distinguidos do material rochoso.

A MRX tem sido amplamente utilizada para gerar imagens de pequenas amostras de meios porosos e materiais geológicos em alta resolução. As informações são processadas de modo a caracterizar a microestrutura geométrica da amostra revelando porosidade total e distribuição de tamanho de poro. A técnica em si é não invasiva e pode ser usada para analisar quantitativamente o interior de uma amostra porosa em grande detalhe. A possibilidade de ter imagens de alta resolução em três dimensões revela um cenário promissor para estudos e aplicações em caracterização de meios porosos. Sua principal vantagem quando comparado com muitas outras técnicas de geração de imagens em uma escala similar é que pode fornecer dados e imagens geradas por computador em verdadeira forma tridimensional. É possível simular a invasão de fluido nestas estruturas e estimar as suas propriedades petrofísicas. A MRX tem vantagens sobre a ressonância magnética (IRM) em amostras geológicas, uma vez que oferece maior resolução e não depende da presença de água (MCKAY, 2015; SAKELLARIOU et al., 2004; SANTOS et al., 2002).

A tomografia é uma técnica que produz um conjunto de dados 3D, chamado tomograma, a partir de uma série de projeções 2D. A técnica baseia-se no mesmo princípio de geração de imagens por raios X. Várias imagens – radiografias – são registradas do objeto em estudo em diferentes ângulos de rotação totalizando 360°, e tais imagens são utilizadas para compor uma representação em três dimensões através de processamento computacional. A amostra é posicionada entre a fonte de emissão de raios X e o detector, sendo então rotacionada para a aquisição de

projeções em várias posições. Uma série de radiografias é capturada à medida que a amostra gira. Cada nova captura é realizada após a amostra ter rotacionado um determinado ângulo ou fração de ângulo. Passos de rotação maiores produzem tomogramas com uma qualidade de imagem inferior. As próprias radiografias são projeções 2D da amostra. Essas projeções são proporcionais à quantidade de radiação que chega ao detector, que varia de acordo com os distintos coeficientes de atenuação dos raios X de cada material. A imagem 3D é composta de unidades de volume individuais referidas como voxels. Cada um desses elementos contém um valor de escala de cinza associado à atenuação da amostra neste local (FERNANDES; APPOLONI; FERNANDES, 2012; LIN; MILLER, 2002; MCKAY, 2015). A Figura 12 ilustra as etapas do processo de aquisição de imagem por tomografia.

Figura 12 – Ilustração do princípio da técnica de tomografia de raios X

Fonte: (LANDIS; KEANE, 2010)

O feixe de raios X é em formato cônico, proveniente de um filamento de tungstênio na fonte. A amostra a ser analisada é colocada em um suporte de rotação que pode ser girado em pequenos incrementos. O detector de raios X converte os raios X em fótons por meio de um cintilador (material que se torna luminescente quando excitado por radiação ionizante). Os fótons são então guiados por cabo de fibra óptica para um detector de tela plana. Cada um destes valores de detecção

recebidos é convertido para o valor de escala de cinza equivalente. Filtros podem ser aplicados ao sistema para remover raios X de baixa energia para minimizar a geração de ruído na imagem. O tipo de filtro é escolhido com base no tamanho da amostra e composição (FERNANDES; APPOLONI; FERNANDES, 2012; MCKAY, 2015).

A fonte de raios X da tomografia emite um feixe de ftons com intensidade I_0 . Os raios X atravessam um objeto e as interações dos ftons no feixe de raios X com os elementos constituintes do objeto atenuam os raios X. O feixe saindo do objeto tem portanto uma intensidade menor I , que subsequentemente é medido pelo detector. A relação entre a intensidade de entrada I_0 e a intensidade medida I para raios X monocromáticos é expressa pela lei de Beer (FERNANDES; APPOLONI; FERNANDES, 2012; REMEYSEN; SWENNEN, 2008):

$$I = I_0 e^{(-\mu t)}$$

em que μ é o coeficiente de atenuação linear do objeto e t a espessura. O coeficiente de atenuação linear μ pode ser expresso como se segue:

$$\mu(E) = \rho Z^{3,8} \alpha(E) + \rho \beta(E)$$

sendo ρ a densidade e Z o número atômico do objeto escaneado, E a energia dos raios X e $\alpha(E)$ e $\beta(E)$ são funções da energia dos raios X. Para compostos ou misturas, é usado o número atômico efetivo:

$$Z_e = \left(\sum f_i Z_i^{3,8} \right)^{1/3,8}$$

em que Z_e é o número atômico efetivo, Z_i o número atômico do i -ésimo elemento no composto e f_i a fração correspondente de elétrons (REMEYSEN; SWENNEN, 2008).

Após a aquisição de dados de projeção dos raios X nas amostras e reconstrução das seções microtomográficas, interpretações podem ser feitas na rocha

apenas com a observação de seus cortes virtuais. No entanto, é a análise petrográfica (2D) que permite a identificação de fases minerais por meio de correlação direta de imagens geradas pelas duas técnicas.

O sinal das radiografias depende do fluxo de raios X captado pela câmera. Maiores distâncias entre a fonte e o detector aumentam a ampliação da imagem, mas em menor fluxo de raios X, necessitando assim de maiores tempos de exposição e aquisição para preservar o sinal. A filtragem de distorções de câmera por uma etapa de pré-processamento permite uma aquisição de imagem mais clara. A captura de imagens de fundo sem amostra no local é utilizada para medir a atenuação do material em cada ponto no detector. Todas as imagens adquiridas são então enviadas para serem reconstruídas passo a passo para produzir o tomograma 3D utilizando processamento computacional (JARZYNA et al., 2016; MCKAY, 2015).

2.5 Técnicas complementares

Técnicas complementares são outras técnicas analíticas empregadas para determinação e quantificação dos elementos e minerais presentes nas amostras. A relevância na caracterização integrada se faz do fato que o ângulo de contato entre fluido e rocha muda conforme o mineral efetivamente em contato com o fluido. Assim para abastecer modelos complexos de simulação e transporte em meios porosos, a determinação dos minerais constituintes do meio se faz relevante.

2.5.1 Difração de raios X

A difração de raios X (DRX) é empregada na identificação de mais de 95% das substâncias inorgânicas, pela caracterização dos planos cristalinos que compõem a amostra. A técnica consiste na detecção dos fótons difratados devido à interação entre o feixe de raios X incidente e os elétrons dos átomos componentes de um material (LUZ; SAMPAIO; FRANÇA, 2010).

A difração de raios X é utilizada rotineiramente para identificação qualitativa de minerais em amostras geológicas por abordagem por impressão digital (MOORE; REYNOLDS, 1997), e também foi provada ser efetiva na quantificação de dados

mineralógicos (HARDY; TUCKER, 1988). A quantificação é baseada no fato que as intensidades dos picos de um mineral individual são proporcionais ao conteúdo deste na amostra. A medida das intensidades dos picos deve, portanto, prover informação em relação a relativa quantidade da correspondente fase ou mineral (AL-JAROUDI et al., 2007).

Entretanto, outros fatores além do conteúdo mineral como coeficiente de absorção das diferentes fases em uma mistura (OUHADI; YONG, 2003), tamanho da partícula (BRINDLEY, 1945), grau de cristalinidade, orientação preferencial da amostra (DOLLASE, 1986) são variáveis que afetam as intensidades dos picos

Uma parcela dos raios X, ao atingir a superfície do material, sofre espalhamento elástico sem perda de energia (dispersão ou espalhamento coerente). Caso os átomos que geram o espalhamento estejam arranjados sistematicamente, como numa estrutura cristalina, a interação das ondas eletromagnéticas com os átomos pode gerar uma interferência construtiva ou destrutiva (BISH; POST, 1989).

O difratômetro de raios X é composto basicamente por um sistema de geração dos raios X, um sistema de filtros e fendas e um sistema de detecção. A geração é dada em tubos de raios X, os feixes gerados são focalizados por filtros e fendas e incidem na amostra. A interação com a amostra gera feixes difratados, que também são filtrados e captados pelo detector. De maneira simplificada pode-se dizer que os parâmetros instrumentais que influenciam no resultado da análise são: tubo gerador (tipo de ânodo, intensidade e foco), filtros (filtro $k\beta$ ou monocromador), fendas (configuração) e detector (BISH; POST, 1989).

2.5.2 Espectroscopia por fluorescência de raios X

A fluorescência de raios X (FRX) é um método de análise química altamente versátil. Bastante empregada nos dias de hoje, permite a determinação da composição química de materiais tanto em estado sólido quanto líquido, através do processo de excitação da amostra por feixe primário de raios X.

O resultado é a produção de uma radiação secundária devido às características dos elementos químicos presentes. Conhecendo-se os ângulos de reflexão e as

intensidades da radiação, é possível, não só identificar esses elementos, como também proceder à quantificação (GOMES et al., 1984).

A técnica baseia-se na irradiação e excitação de uma dada substância por meio de um feixe de raios X, emanado de um tubo operado em condições de alta voltagem, trazendo como resultado a produção de uma radiação secundária (fluorescente), característica dos elementos químicos presentes em uma amostra. Conhecendo-se os ângulos de reflexão e as intensidades dessa radiação, é possível, a partir de cristais analisadores e detectores específicos, a determinação qualitativa e quantitativa de todos os elementos constituintes. Os detectores captam a radiação fluorescente característica do átomo que a emitiu e conseguem distinguir diferentes radiações características pelas suas energias (RATTI, 1994; SANT'AGOSTINO, 1996).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente estudo foi realizado em amostras de afloramento identificados como análogos de rochas reservatório. Foram caracterizadas três amostras de arenitos, duas de calcário e um dolomito, referentes a afloramentos norte americanas descritas na Tabela 7.

Tabela 7 – Relação de amostras estudadas

Amostra	Formação	Tipo de rocha
BS - Bentheimer Sandstone	Germany	Arenito
IGS - Idaho Grey Sandstone	Idaho	Arenito
GBS - Grey Berea Sandstone	Kipton	Arenito
DPL - Desert Pink Limestone	Edwards Plateau	Calcário
IL - Indiana Limestone	Bedford	Calcário
SD - Silurian Dolomite	Thornton	Dolomito

Todas as amostras apresentam feições homogêneas e isotrópicas quando observadas macroscopicamente. O procedimento empregado na caracterização das amostras envolveu a determinação dos parâmetros abaixo:

- Composição química por espectrometria de fluorescência de raios X;
- Composição mineralógica por difratometria de raios X, com apoio de microscopia eletrônica de varredura e microanálise química;
- Porosidade por intrusão de mercúrio para determinação dos poros acessíveis e por intrusão de gás hélio;
- Densidade dos minerais presentes por picnometria com intrusão de gás hélio;
- Porosidade por análise digital de rochas em imagens 3D e 2D obtidas por microscopia por tomografia de raios X.

3.1 Procedimento experimental

As atividades laboratoriais compreenderam a determinação da composição química e mineralógica, densidade e porosidade. O procedimento experimental

adotado é apresentado na Figura 13 e as condições operacionais são apresentados detalhadamente a seguir.

Figura 13 – Fluxograma de atividades

3.1.1 Composição

Os elementos químicos das amostras, expressados em óxidos, foram definidos por meio de determinações quantitativas por fluorescência de raios X em espectrômetro Axios Advanced, marca PANalytical, com determinações de SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, MgO, Na₂O, K₂O, TiO₂, MnO e P₂O₅. Os teores apresentados foram determinados por análise quantitativa em amostra fundida com tetraborato de lítio anidro, por comparação com materiais certificados de referência na calibração Rochas TBL. A perda ao fogo (PF) foi efetuada a 1.050°C por 1h.

A composição mineralógica foi determinada por difratometria de raios X, método do pó, em equipamento marca Philips, modelo MPD 1880, cujas condições de coleta dos difratogramas são apresentadas na Tabela 8. As identificações das fases cristalinas foram realizadas a partir do *software* High Score Plus (versão 2.2d, 2008) da PANalytical. Foram obtidas por comparação dos difratogramas das amostras

com os bancos de dados PDF2 do ICDD - International Centre for Diffraction Data (2003) e PAN-ICSD – PANalytical Inorganic Crystal Structure Database (2007).

Tabela 8 - Condições instrumentais para coleta dos difratogramas

Radiação	Tubo Cu K α (λ = 1,54186 Å)
Energia no tubo (voltagem x corrente)	40 kV x 40 mA
Faixa angular ($^{\circ}2\theta$)	2,5 a 70 $^{\circ}$
Passo angular ($^{\circ}2\theta$)	0,02 $^{\circ}$
Tempo de coleta por passo	2s
Rotação (<i>spinner</i>)	0,5 revolução / s

Fonte: elaborado pelo autor

As composições mineralógicas quantitativas foram determinadas por cálculos estequiométricos, correlacionando-se os minerais presentes e os teores dos elementos químicos dosados por FRX, considerando-se a fórmula teórica dos minerais constituintes

As composições colaboram com uma análise futura de microtomografia em que os diferentes minerais da amostra são visualizados em diferentes tons de cinza, ajudando numa interpretação de interfaces por exemplo.

3.1.2 Tomografia de raios X

As porosidades foram determinadas por análise digital de rochas por microscopia de raios X (tomografia), em equipamento Zeiss, modelo XRadia VersaXRM-510. A distinção entre as fases é realizada em função da densidade do material, número atômico médio e energia dos raios X irradiados.

As amostras foram obtidas a partir de fragmentos cilíndricos de 15 a 20 cm de altura, tal como procedimento ilustrado na Figura 14. Inicialmente, as amostras foram cortadas com serra de disco diamantado para obtenção de uma pastilha com 20 mm

de altura; na sequência, foi extraída uma nova amostra cilíndrica de 10 mm de diâmetro por 20 mm de altura por meio de corte com jato de água de alta pressão³.

Figura 14 – Sequência de preparação das amostras para microtomografia

Fonte: elaborado pelo autor

Foram realizadas análises em seis tipos de rochas sedimentares, todas com características análogas a rochas reservatório. Foram avaliados diferentes parâmetros operacionais para configurações de coleta de imagens, variando tamanho das amostras, tempo de exposição aos raios X, potência do tubo de raios X e diferentes filtros a fim de otimizar o procedimento e a qualidade das imagens. Os parâmetros operacionais que permitiram as melhores discriminações de fases são descritos na Tabela 9.

Para a aquisição das imagens de microtomografia foram estabelecidos os mesmos parâmetros para todas as amostras.

³ Corte com jato de água realizado no Laboratório de Mecânica de Rochas do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da USP.

Tabela 9 – Condições de coleta das imagens de microtomografia.

Voltagem	80 kV
Potência	7 W
Tempo de exposição	7 s
Tempo de coleta	2h15min
Filtro	<i>LH6 – Low Energy 6</i>
Tamanho do pixel	4 μm
<i>FOV – Field of View</i>	4x4 mm

Fonte: elaborado pelo autor

As informações foram processadas de modo a caracterizar a microestrutura geométrica das amostras ressaltando porosidade total e distribuição de tamanho de poros. As imagens de raios X reconstruídas em 3 dimensões foram analisadas utilizando-se o *software Avizo Fire* - FEI.

As imagens tridimensionais seguiram em sequência para seleção de volume, tratamento com filtro para redução de ruído, segmentação da imagem em 2D (atribuição de uma cor para o espaço de poros), segmentação 3D e cálculos dos volume de poros e volume total.

A segmentação do espaço de vazios em corte bidimensional foi ajustada considerando-se os tons de cinza relativos ao ar em cada amostra; posteriormente, a segmentação tridimensional foi aplicada para o restante do volume de dados. Uma vez determinado o volume tridimensional de poros, a porosidade foi determinada pela razão deste com o volume cilíndrico total.

Também foi feita a análise do volume de poros por seções 2D, em que o volume total foi seccionado perpendicularmente ao eixo do cilindro da amostra. O volume então foi calculado somando-se as áreas de todas as seções bidimensionais fazendo-se as mesmas considerações de segmentação por cores das áreas de poros e áreas de material. A porosidade é obtida pela razão entre a somatória das áreas de poro pela somatória das áreas totais das seções. O corte em seções é mostrado para um volume genérico na Figura 15 com o intervalo de seções aplicado nas amostras.

Figura 15 – Divisão aplicada nos volumes de amostra com variação de seções dependendo do volume de amostra analisado.

Fonte: elaborado pelo autor

As seis imagens reconstruídas apresentaram boa definição e a aplicação de filtro de suavização de ruídos de imagem apresentou pouca ou nenhuma diferença, sugerindo uma boa rotina de coleta.

3.1.3 Densidade e porosidade

A determinação da densidade esqueleto (desconsiderando o volume de poros) foi efetuada por picnometria por intrusão de gás Hélio. As amostras foram previamente pulverizadas e secas em estufa à 45°C até obtenção de massa constante e garantia de secagem completa. As análises foram efetuadas em equipamento da marca Micromeritics, modelo AccuPyc II 1340, em ciclos de três determinações por alíquota.

As determinações de porosimetria por intrusão de mercúrio foram realizadas em equipamento AutoPore IV - Micromeritics, de acordo com o procedimento descrito pela norma ISO 15901-1/ 2005. As medidas foram efetuadas com leitura gradual para cada pressão aplicada (modo *stepwise*) na amostra previamente seca; os parâmetros dos ensaios são apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 – Parâmetros utilizados nos ensaios de porosimetria

Densidade do Hg	13,53 g/cm ³
Tensão superficial do Hg (γ)	485 dyne/cm
Ângulo de contato do Hg (ϕ)	130°
Pressão de enchimento (F.P.)	1,02 psi
Pressão máxima de intrusão	40.000 psi e 30 psi
Tempo de equilíbrio	10 s

Fonte: elaborado pelo autor

A penetração do mercúrio com pressão máxima de intrusão de 40.000 psi atinge diâmetros médios de garganta de poros de 4,5 nm (calculados segundo a equação de Washburn para $\gamma = 485$ dyne/cm e $\phi = 130^\circ$), valor muito inferior ao tamanho do pixel atingido pela tomografia (4 μm). Assim, para possibilitar a comparação dos resultados das diferentes análises, o valor de porosidade determinado com intrusão de mercúrio foi recalculado para a pressão máxima de intrusão de 30 psi (equivalente a 6 μm , valor correspondente a 1,5 voxel da imagem de tomografia).

4 RESULTADOS

Os resultados obtidos são apresentados e discutidos na forma de subitens deste capítulo relativos a todas os processos desenvolvidos.

4.1 Composição química e mineralógica

Os resultados indicam que os arenitos BS, GBS e IGS possuem presença predominante de SiO_2 , e a amostra IGS apresenta aproximadamente 10% de Al_2O_3 provável componente do cimento de seu arcabouço estrutural.

Os calcários DPL e IL apresentam composição em torno de 50% de CaO e muito suscetíveis à perda ao fogo. O dolomito SD apresenta a relação entre CaO e MgO em torno de 30% e 20% respectivamente. Os resultados totais para todos os óxidos analisados são apresentados na Tabela 11.

Tabela 11 – Composição em porcentagens de óxidos para as respectivas amostras

Litologia	Arenito			Calcário		Dolomito
Amostras	BS	GBS	IGS	DPL	IL	SD
Na ₂ O	0,05	0,28	2,93	0,05	0,03	-
MgO	0,04	0,42	0,19	0,12	0,36	19,8
Al ₂ O ₃	1,54	5,19	10,29	0,03	0,05	0,13
SiO ₂	96,3	86,7	77,3	0,36	0,45	0,40
K ₂ O	0,49	1,40	3,61	0,30	0,21	0,04
CaO	0,26	0,90	1,09	55,5	54,9	31,8
Fe ₂ O ₃	0,60	2,19	2,31	0,16	0,23	0,79
perda ao fogo	0,45	1,95	1,52	43,4	43,4	46,9

Os resultados de difratometria de raios X indicam que as amostras de arenito são compostas basicamente por quartzo enquanto as amostras calcárias por calcita, e dolomita, em proporções variáveis. Os teores de alumina podem estar associados à possível presença de caulinita e/ou mica, porém em concentrações abaixo do limite de detecção da técnica de difração de raios X (de 1 a 2%). Os difratogramas de raios X das amostras estudadas são apresentados no Apêndice 2.

A Tabela 12 apresenta os minerais identificados e o cálculo estequiométrico para estimativa das composições minerais em porcentagens para cada amostra

conforme os resultados de fluorescência de raios X e difratometria de raios X. Observa-se que as composições mineralógicas das amostras estão de acordo com suas respectivas classificações e nomenclaturas.

Tabela 12 – Estimativa mineral em porcentagem (%)

Litologia	Fórmula	Arenito			Calcário		Dolomito
		BS	GBS	IGS	DPL	IL	SD
Dolomita	$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$	-	-	-	-	-	90,7
Calcita	CaCO_3	-	-	-	99,1	97,9	7,5
Quartzo	SiO_2	92,9	73,3	38,9	0,4	0,5	-
Caulinita	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	3,2	13,7	-	-	-	-
Microclinio	KAlSi_3O_8	2,9	7,6	19,2	-	-	-
Albita	$(\text{Na,Ca})\text{Al}(\text{Si,Al})_3\text{O}_8$	-	2,5	26,2	-	-	-
Muscovita	$\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$	-	1,0	3,0	-	-	-
Stilbita	$\text{NaCa}_4(\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}) \cdot (\text{H}_2\text{O})$	-	-	12,0	-	-	-
Total		99,0	98,1	99,3	99,4	98,4	98,2

4.2 Microtomografia de raios X (MRX)

4.2.1 Análises tridimensionais

Os resultados da caracterização 3D por microtomografia de raios X são apresentados nas figuras 16 à 21, e mostram o volume reconstruído em quatro situações: a) o corte 2D da imagem reconstruída, com seus minerais em tons de cinza e os espaços vazios em preto; b) espaços vazios segmentados e coloridos para ressaltar os poros; c) imagem do corpo de prova cilíndrico com cerca de 10 mm de diâmetro e 20 mm de altura e o respectivo volume selecionado para a construção do modelo tridimensional do volume de poros; d) modelo tridimensional reconstruído para determinação da porosidade. Ao final do item a Tabela 14 apresenta o resumo das porosidades e os volumes totais de poros de cada amostra.

Figura 16 – *BS (Bentheimer Sandstone)*. A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (azul). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.

A amostra *BS (Bentheimer Sandstone)* é um arenito homogêneo de cor amarelo claro, com grãos bem selecionados e moderadamente angulosos. A Figura 16A mostra o corte 2D da imagem microtomográfica reconstruída, com seus minerais em tons de cinza e os espaços vazios em preto. Na Figura 16B os espaços vazios foram segmentados com a cor azul e posteriormente criado um modelo 3D (Figura 16D) a partir desta segmentação

A Figura 16C mostra o arenito *BS (Bentheimer Sandstone)* cortado em formato de cilindro de aproximadamente 10 mm de diâmetro por 20 mm de altura e o respectivo volume selecionado para a construção do modelo tridimensional do volume de poros. A porosidade foi calculada considerando-se o volume 3D (Figura 16D) gerado após a segmentação. A amostra apresenta um volume total cilíndrico de $1,13\text{E}+11 \text{ } \mu\text{m}^3$ e um volume de poros de $2,32\text{E}+10 \text{ } \mu\text{m}^3$, resultando em uma porosidade de 20%. Deste volume total de poros 99% ($2,31\text{E}+10 \text{ } \mu\text{m}^3$) estão

conectados. Na análise tridimensional não se observou orientação preferencial da rede de poros.

Figura 17 – *IGS (Idaho Grey Sandstone)*. A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (verde). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.

A amostra *IGS (Idaho Grey Sandstone)* é um arenito homogêneo de coloração acinzentada, com grãos bem selecionados e angulosos. A Figura 17A mostra o corte 2D da imagem microtomográfica reconstruída, com seus minerais em tons de cinza e os espaços vazios em preto. Na Figura 17B os espaços vazios foram segmentados com a cor verde e posteriormente criado um modelo 3D (Figura 17D) a partir desta segmentação

A Figura 17C mostra o arenito *IGS (Idaho Grey Sandstone)* cortado em formato de cilindro de aproximadamente 10 mm de diâmetro por 20 mm de altura e o respectivo volume selecionado para a construção do modelo tridimensional do volume

de poros. A porosidade foi calculada considerando-se o volume 3D (Figura 17D) gerado após a segmentação. A amostra apresenta um volume total cilíndrico de $9,99\text{E}+10 \mu\text{m}^3$ e um volume de poros de $2,63\text{E}+10 \mu\text{m}^3$, resultando em uma porosidade de 26%. Deste volume total de poros 99% ($2,62\text{E}+10 \mu\text{m}^3$) estão conectados. Na análise tridimensional não se observou orientação preferencial da rede de poros.

Figura 18 – GBS (*Grey Berea Sandstone*). A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (rosa claro). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.

A amostra GBS (*Grey Berea Sandstone*) é um arenito homogêneo de coloração acinzentada, com grãos de bem a moderadamente selecionados e angulosos. A Figura 18A mostra o corte 2D da imagem microtomográfica reconstruída, com seus minerais em tons de cinza e os espaços vazios em preto. Na Figura 18B os espaços vazios foram segmentados com a cor rosa claro e posteriormente criado um modelo 3D (Figura 18D) a partir desta segmentação.

A Figura 18C mostra o arenito *GBS* (*Grey Berea Sandstone*) cortado em formato cilíndrico de aproximadamente 10 mm de diâmetro por 20 mm de altura e o respectivo volume selecionado para a construção do modelo tridimensional do volume de poros. A porosidade foi calculada considerando-se o volume 3D (Figura 18D) gerado após a segmentação. A amostra apresenta um volume total cilíndrico de $6,67\text{E}+10 \mu\text{m}^3$ e um volume de poros de $7,62\text{E}+09 \mu\text{m}^3$, resultando em uma porosidade de 11%. Deste volume total de poros 84% ($6,43\text{E}+09 \mu\text{m}^3$) estão conectados. Na análise tridimensional não se observou orientação preferencial da rede de poros.

Figura 19 – *DPL* (*Desert Pink Limestone*). A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (vermelho). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.

A amostra *DPL* (*Desert Pink Limestone*) é um calcário homogêneo de coloração rosa e isotrópica. A Figura 19A mostra o corte 2D da imagem microtomográfica reconstruída, com seus minerais em tons de cinza e os espaços

vazios em preto. Na Figura 19B os espaços vazios foram segmentados com a cor vermelha e posteriormente criado um modelo 3D (Figura 19D) a partir desta segmentação.

A Figura 19C mostra o calcário *DPL (Desert Pink Limestone)* cortado em formato cilíndrico de aproximadamente 10 mm de diâmetro por 20 mm de altura e o respectivo volume selecionado para a construção do modelo tridimensional do volume de poros. A porosidade foi calculada considerando-se o volume 3D (Figura 19D) gerado após a segmentação. A amostra apresenta um volume total cilíndrico de $8,70\text{E}+10 \mu\text{m}^3$ e um volume de poros de $1,65\text{E}+10 \mu\text{m}^3$, resultando em uma porosidade de 18%. Deste volume total de poros 92% ($1,52\text{E}+10 \mu\text{m}^3$) estão conectados. Na análise tridimensional não se observou orientação preferencial da rede de poros.

Figura 20 – *IL (Indiana Limestone)*. A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (amarelo). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.

A amostra *IL (Indiana Limestone)* é um calcário de coloração acinzentada. A Figura 20A mostra o corte 2D da imagem microtomográfica reconstruída, com seus minerais em tons de cinza e os espaços vazios em preto. Na Figura 20B os espaços vazios foram segmentados com a cor amarela e posteriormente criado um modelo 3D (Figura 20D) a partir desta segmentação.

A Figura 20C mostra o calcário *IL (Indiana Limestone)* cortado em formato cilíndrico de aproximadamente 10 mm de diâmetro por 20 mm de altura e o respectivo volume selecionado para a construção do modelo tridimensional do volume de poros. A porosidade foi calculada considerando-se o volume 3D (Figura 20D) gerado após a segmentação. A amostra apresenta um volume total cilíndrico de $1,01\text{E}+11 \mu\text{m}^3$ e um volume de poros de $1,60\text{E}+09 \mu\text{m}^3$, resultando em uma porosidade de 1%. A amostra apresenta baixa conexão entre os poros e também não se observou orientação preferencial destes.

Figura 21 – SD (*Silurian Dolomite*). A – Corte 2D da imagem de MRX reconstruída. B – Segmentação 2D (rosa). C – Volume de dados tratados digitalmente. D – Segmentação 3D.

A amostra SD (*Silurian Dolomite*) é um dolomito homogêneo de coloração esbranquiçada e isotrópica. A Figura 21A mostra o corte 2D da imagem microtomográfica reconstruída, com seus minerais em tons de cinza e os espaços vazios em preto. Na Figura 21B os espaços vazios foram segmentados com a cor rosa e posteriormente criado um modelo 3D (Figura 21D) a partir desta segmentação.

A Figura 21C mostra o calcário SD (*Silurian Dolomite*) cortado em formato cilíndrico de aproximadamente 10 mm de diâmetro por 20 mm de altura e o respectivo volume selecionado para a construção do modelo tridimensional do volume de poros. A porosidade foi calculada considerando-se o volume 3D (Figura 21D) gerado após a segmentação. A amostra apresenta um volume total cilíndrico de $1,04\text{E}+11 \mu\text{m}^3$ e um volume de poros de $1,36\text{E}+10 \mu\text{m}^3$, resultando em uma porosidade de 13 %.

Diferentemente das demais amostras, no dolomito SD foram identificados 7 conjuntos de poros com conexões acima de 1% do volume total de vazios. Os valores e os respectivos conjuntos estão representados na Tabela 13. Foram considerados os elementos de maior tamanho e interpretados como poros conectados, uma vez que suas dimensões são consideravelmente maiores que os tamanhos dos poros característicos da amostra.

Tabela 13 – Frações do volume de poros conectados da amostra SD (*Silurian Dolomite*)

Conjunto	1	2	3	4	5	6	7
Tamanho (μm^3)	7,86E+09	1,74E+09	5,67E+08	5,57E+08	3,59E+08	1,96E+08	1,75E+08
Fração	58,0%	12,8%	4,18%	4,11%	2,64%	1,44%	1,29%

Os valores calculados dos volumes de poros e de volume total das seis amostras obtidos pelas análises de MRX estão apresentados na Tabela 14, juntamente com as porosidades resultantes.

Tabela 14 – Dados e porosidade calculada por MRX no volume de sólidos

Amostra	Volume de Poros (μm^3)	Volume Total (μm^3)	Porosidade MXR 3D
BS	2,32E+10	1,13E+11	21%
IGS	2,63E+10	9,99E+10	26%
GBS	7,62E+09	6,67E+10	11%
DPL	1,65E+10	8,70E+10	19%
IL	1,60E+09	1,01E+11	2%
SD	1,36E+10	1,04E+11	13%

4.2.2 Análises bidimensionais

O valor médio e o desvio padrão das porosidades determinadas em seções bidimensionais do sólido cilíndrico, considerando-se a área de vazios ou poros em relação à área total ocupada pela seção são apresentadas na Tabela 15. Diferentemente das análises tridimensionais, nesse caso a porosidade é uma relação de área e não de volumes. A variação da porosidade ao longo de um intervalo de 5 mm das amostras é mostrada na Figura 22.

Tabela 15 – Porosidade média e número de seções analisadas por MRX em seções bidimensionais

Amostra	Porosidade MRX 2D	Desvio padrão	nº de seções analisadas
BS (<i>Bentheimer Sandstone</i>)	23%	1%	924
IGS (<i>Idaho Grey Sandstone</i>)	26%	2%	990
GBS (<i>Grey Berea Sandstone</i>)	11%	1%	991
DPL (<i>Desert Pink Limestone</i>)	14%	1%	830
IL (<i>Indiana Limestone</i>)	7%	1%	908
SD (<i>Silurian Dolomite</i>)	14%	2%	924

Figura 22 – Variação das porosidades em seções bidimensionais das amostras e suas posições relativas ao comprimento.

Todas as amostras apresentam pequenas variações de porosidade ao longo de seu comprimento. A porosidade do arenito IGS (*Idaho Grey Sandstone*), apresenta um comportamento mais oscilante justificado pela maior variabilidade dos tamanhos de poro como pode ser observado nos cortes a serem mostrados na Figura 24. Ainda assim, a porosidade varia, em média, entre 23% e 29%.

As curvas relativas aos arenitos BS (*Bentheimer Sandstone*) e GBS (*Grey Berea Sandstone*) apresentam comportamento bem homogêneo, o que justifica a constância dos tamanhos de poro em toda a extensão analisada das amostras. A Figura 23 e Figura 25 mostram essa característica para as duas amostras.

O calcário *DPL (Desert Pink Limestone)* apresenta maior oscilação de valores de porosidade ao longo do comprimento analisado, como pode ser observado na Figura 26. Vale destacar o valor discrepante de 5% do corte 663, como pode ser visto na Tabela 16, sugerindo uma descontinuidade de porosidade.

Tabela 16 – Dados de porosidade MRX 2D para a amostra *DPL (Desert Pink Limestone)*.

Corte	Intervalo (µm)	Área (µm ²)	Porosidade (%)
...	...	...	...
660	3616,724	2788401	14%
661	3622,212	2788672	14%
662	3627,7	2794614	14%
663	3633,188	1040539	5%
664	3638,677	2798836	14%
665	3644,165	2820761	14%
666	3649,653	2833880	14%
...	...	...	...

O calcário *IL (Indiana Limestone)* apresenta comportamento considerado constante ao longo do comprimento analisado e está em conformidade com as imagens geradas dos cortes na Figura 27, não apresentando grandes variações nos tamanhos de poro.

A variação de porosidade do dolomito *SD (Silurian Dolomite)* mostra uma tendência de diminuição de porosidade ao longo do comprimento analisado, assim como uma maior variabilidade dos tamanhos de poro. Essas diferenças nos tamanhos de poro podem ser observadas nas imagens da Figura 28.

Figura 23 – Cortes bidimensionais da amostra BS (Bentheimer Sandstone). A – Corte 94. B – Corte 278. C – Corte 462. D – Corte 646. E – Corte 830.

Figura 24 – Cortes bidimensionais da amostra *IGS (Idaho Grey Sandstone)*. A – Corte 99. B – Corte 297. C – Corte 495. D – Corte 693. E – Corte 891.

Figura 25 – Cortes bidimensionais da amostra *GBS* (*Grey Berea Sandstone*). A – Corte 99. B – Corte 297. C – Corte 495. D – Corte 693. E – Corte 891.

Figura 26 – Cortes bidimensionais da amostra *DPL* (*Desert Pink Limestone*). A – Corte 83. B – Corte 249. C – Corte 415. D – Corte 581. E – Corte 747.

Figura 27 – Cortes bidimensionais da amostra *IL* (*Indiana Limestone*). A – Corte 92. B – Corte 273. C – Corte 454. D – Corte 635. E – Corte 816.

Figura 28 – Cortes bidimensionais da amostra *SD* (*Silurian Dolomite*). A – Corte 94. B – Corte 278. C – Corte 462. D – Corte 646. E – Corte 830.

4.3 Porosimetria por intrusão de mercúrio

A Figura 29 apresenta as curvas de intrusão cumulativa para as respectivas gargantas de poro calculadas.

Figura 29 – Gráfico de intrusão cumulativa

Observa-se patamares claros para todas as amostras, exceto para o arenito GBS (*Grey Berea Sandstone*) que não mostra um ponto de inflexão bem definido, apresentando uma maior variabilidade nos tamanhos de garganta de poro.

A Figura 30 apresenta as curvas de garganta de poros características para as seis amostras, obtidos pela correlação feita pela equação de Washburn. Pressão é convertida em garganta de poros que é representado pelos picos de intrusão.

Figura 30 – Garganta de poros características

Os dados compilados da porosimetria de todas as amostras são apresentados na Tabela 17, incluindo informações de volume máximo de intrusão para identificação dos picos característicos de tamanho de poro, área total de poros, diâmetro mediano de poros, densidade e porosidade.

Tabela 17 – Resultados das análises de porosimetria (pressão máxima de intrusão de 40.000 psi)

Resultados da intrusão	BS	IGS	GBS	DPL	IL	SD
Volume máximo de intrusão (ml/g)	0,0312	0,0454	0,0296	0,0368	0,0046	0,0088
Área total de poros (m ² /g)	0,130	0,338	0,726	0,189	0,740	0,195
Diâmetro mediano de poros (nm)	3533,1	1740	460,6	2985,3	309,3	1382,6
Densidade esqueleto (g/ml)	2,667	2,537	2,654	2,663	2,670	2,816
Porosidade (%)	23,51	27,17	18,17	27,27	13,25	15,95

Observa-se um comportamento semelhante das curvas de intrusão para os arenitos *BS* (*Bentheimer Sandstone*), *IGS* (*Idaho Grey Sandstone*) e *GBS* (*Grey Berea Sandstone*), que apesar de suas litologias diferentes apresentam caracterização de poros que podem ser enquadradas no mesmo contexto de sedimentação física e diagenética.

Já o calcário *DPL (Desert Pink Limestone)* apresentou uma curva bem distinta, mais próxima do comportamento dos arenitos do que das amostras com mesmas características de formação por sedimentação química.

Uma maior proximidade das curvas é notada entre as amostras *IL (Indiana Limestone)* e *SD (Silurian Dolomite)*. Não apresentando picos destacados de intrusão característicos, ambas demonstram maior conformidade aos respectivos ambientes de deposição química que as originaram.

Os arenitos apresentaram valores de porosidade esperados em torno de 20%. Apenas o arenito *IGS (Idaho Grey Sandstone)* apresentou uma maior porcentagem de porosidade na casa dos 27%.

Observa-se também maior similaridade de características entre as amostras *IL (Indiana Limestone)* e *SD (Silurian Dolomite)* que apresentaram porosidade na faixa de 14%. O calcário *DPL (Desert Pink Limestone)* apresentou 27% de porosidade, divergindo das amostras representantes da sedimentação química.

4.4 Densidade esqueleto por picnometria

Os valores de densidade esqueleto determinados por picnometria com gás hélio mostram resultados compatíveis à literatura para os tipos de rochas analisados (Tabela 18). Observa-se valores de massa específica maiores nas rochas carbonáticas ($> 2,69 \text{ g/cm}^3$) quando comparadas aos arenitos ($< 2,67 \text{ g/cm}^3$).

Tabela 18 – Densidade esqueleto determinada por picnometria com gás hélio

Amostra	Densidade esqueleto (g/cm^3)
BS	2,658
IGS	2,605
GBS	2,670
DPL	2,754
IL	2,699
SD	2,839

4.5 Análise crítica dos dados e resultados

A Tabela 19 apresenta o resumo de todos os dados que serão analisados e correlacionados.

Tabela 19 – Resumos dos resultados das análises de porosidade e densidade

Amostra	Porosidade				Densidade (g/cm³)	
	MRX 3D	MRX 2D	PoroHg até 30 PSI	PoroHg até 40.000 PSI	Picnometria	Porosimetria
BS	21%	23%	21%	24%	2,658	2,667
IGS	26%	26%	23%	27%	2,605	2,537
GBS	11%	11%	11%	18%	2,670	2,654
DPL	19%	14%	18%	27%	2,754	2,663
IL	2%	7%	1%	13%	2,699	2,670
SD	13%	14%	14%	16%	2,839	2,816

4.5.1 Análises de densidade

Os valores de densidade esqueleto obtidos por porosimetria com intrusão de mercúrio e por picnometria com gás hélio são similares mesmo sendo obtidos por técnicas e princípios diferentes.

A correlação entre os dois métodos distintos pode ser observada no gráfico de correlação da Figura 31 apresenta relação de $R^2 = 0,83$ e mostra que os valores de densidade esqueleto são sistematicamente maiores quando determinados por intrusão de gás, devido à maior penetração nos poros em relação ao mercúrio.

Figura 31 – Gráfico de correlação entre os valores de densidade esqueleto obtidos pelas análises de Picnometria e Porosimetria

4.5.2 Análises de porosidade

As médias de porosidade determinadas por MRX 2D e 3D e porosimetria com intrusão máxima de 30 psi e 40.000 psi para cada amostra são apresentados na Tabela 20.

Tabela 20 – Porosidade média obtida por quatro diferentes determinações

Amostra	Porosidade média	Desvio padrão
BS	22%	1%
IGS	26%	2%
GBS	13%	4%
DPL	20%	6%
IL	6%	6%
SD	14%	1%

Os valores de porosidade obtidos pelas diferentes análises mostraram-se muito similares para as três amostras de arenito (BS, IGS, GBS), confirmando as conclusões obtidas pelas análises de imagens feitas com a tomografia.

As maiores diferenças foram verificadas nas amostras de calcário DPL e IL, com 6% de desvio padrão, o que sugere uma possível heterogeneidade da estrutura de poros, mas

principalmente a ocorrência de poros de diâmetros inferiores ao limite de resolução da microtomografia. Tal evidência pode ser observada dado ao acréscimo substancial de porosidade quando a intrusão de mercúrio foi realizada até 40.000 psi, atingindo poros de até 4,5 nm.

4.5.3 Correlações

A Figura 32 apresenta o resumo das correlações dos valores de porosidade calculados pela MRX e os medidos pela porosimetria, com pressão máxima de intrusão de 30 psi.

A Figura 32-B apresenta a correlação entre as análises digitais 2D e 3D que apresentou elevada correlação para as amostras de arenito BS, IGS e GBS, demonstrando homogeneidade das amostras. Boa correlação também apresentou o dolomito SD. As discrepâncias aparecem nos dois carbonatos, DPL e IL.

A amostra *DPL (Desert Pink Limestone)*, apresentou um aumento de 5% no valor de porosidade quando calculado pela análise tridimensional em comparação à bidimensional, sugerindo uma maior conexão entre os poros ao longo do sentido do comprimento do volume analisado, característica que não pode ser aferida na análise por segmentação bidimensional.

O carbonato *IL (Indiana Limestone)*, apresenta uma variação de porosidade de 7% determinada em 2D para 2% quando calculada em 3D. Tal diferença pode ser interpretada como uma menor conexão dos espaços vazios constituintes da porosidade total da amostra.

Figura 32 – Dados com resultados dos ensaios de porosidade (A). Gráfico de correlação MRX 2D x MRX 3D (B). Gráfico de correlação Porosimetria x MRX 2D (C). Gráfico de correlação Porosimetria x MRX 3D (D)

A Figura 32-C apresenta a correlação entre a porosimetria com mercúrio e a MRX 2D. Observa-se grande similaridade de resultados para as três amostras de arenito BS, IGS e GBS, assim como do dolomito SD. Na amostra IL, as mesmas discrepâncias da correlação anterior entre MRX 2D e MRX 3D estão presentes também nesta correlação e até mesmo com valores parecidos. Para a amostra *DPL* (*Desert Pink Limestone*), a diferença de 4% nos cálculos de porosidade sugere uma maior conectividade dos poros no sentido perpendicular à segmentação

bidimensional. A mesma interpretação para o carbonato *IL (Indiana Limestone)* feita anteriormente – MRX 2D x MRX 3D – pode ser feita também para este caso de PoroHg x MRX 2D. A diferença de 1% (porosimetria) para 7% (MRX 2D) sugere uma menor conectividade dos poros da rocha no sentido do comprimento do volume analisado.

A correlação final é apresentada na Figura 32-D entre as análises de porosimetria e MRX 3D. Esta é a melhor das três correlações feitas entre os métodos de medida de porosidade abordadas, apresentando $R^2 = 0,97$. A boa correlação dá-se pelo fato de ambas as medidas serem volumétricas, e também sugere a boa interpretação e procedimento abordado para o estabelecimento da mesma resolução de tamanho de poro para as diferentes análises.

Considerando-se os resultados obtidos pelas três correlações, pode-se estabelecer a mesma rotina para análise de mais amostras, atentando-se obviamente para a exata repetição dos procedimentos aplicados.

5 CONCLUSÕES

Todas as técnicas utilizadas podem ser feitas em paralelo a partir de um plugue retirado de uma testemunhagem.

A microtomografia de raios X mostrou ser uma análise segura e confiável no estudo de porosidade em laboratório. A MRX permite a visualização de cortes não destrutivos, volume tridimensional e quantificações de poros em diferentes orientações. A etapa de aquisição das imagens é fundamental para a reconstrução digital das amostras. Tem-se como limitação, a resolução possível de ser obtida nas imagens, que pode não ser suficiente para atingir o menor tamanho de poro. Assim a etapa de segmentação pode ser prejudicada, e em consequência subestimar os valores de porosidade. A ferramenta de microtomografia é muito poderosa e não a mais barata, requerendo um robusto processamento computacional para geração e manipulação do espaço virtual 3D que representa as amostras. Assim seu uso não deve ser limitado apenas à quantificação da porosidade. Morfologia e tortuosidade da rede de poros são tópicos que também devem ser abordados.

A porosimetria de mercúrio possibilita a caracterização de poros muito menores (até 3 nm). Requerendo experiência técnica, o limite de pressão a ser aplicado tem que ser definido para não causar danos ao fragmento de rocha analisado, ou seja, arrombamento de sua estrutura de poros.

A correlação entre as análises digitais bi e tridimensionais forneceu informações sobre a conectividade dos poros no sentido perpendicular à segmentação, como identificado um aumento na amostra DPL (Desert Pink Limestone) e uma diminuição de conectividade na amostra IL (Indiana Limestone). Estas mesmas discrepâncias foram identificadas nas correlações entre a porosimetria e a segmentação bidimensional, o que sugere uma heterogeneidade nas redes de poros. Assim fica claro que a análise por área em apenas uma direção, no caso a MRX 2D, pode levar a resultados pouco acurados a depender da heterogeneidade das amostras e ocorrência de poros fechados em análises bidimensionais; já a correlação entre as análises volumétricas por porosimetria e MRX 3D apresentaram resultados congruentes. Se faz necessário um estudo bidimensional segmentando as amostras nos outros dois eixos ortogonais, para melhorar as correlações e evidenciar possíveis

direções preferenciais das redes de poros caracterizando possíveis heterogeneidades.

A MRX permite correlacionar resultados obtidos por métodos diferentes, pois fornece visualização da estrutura interna do objeto de estudo com a geração do espaço virtual tridimensional. Mesmo a consagrada técnica de ciências dos materiais de porosimetria por mercúrio baseia toda a interpretação das informações obtidas em resultados numéricos.

Os valores de garganta de poro característicos obtidos pela porosimetria para as amostras com picos de intrusão bem definidos estão todos acima da resolução atingida pela MRX (4 μm) com o menor sendo o da amostra DPL com 9 μm . A comparação e entendimento de diferenças de alcance e resolução são vitais para o entendimento dos resultados no qual a técnica foi abordada na caracterização das rochas. O acesso a somente um tipo de análise acaba por enviesar a interpretação dos dados obtidos.

Como passo seguinte à esta pesquisa, os dados de porosidade e mineralogia poderiam contribuir para o estudo da permoporosidade, que poderá utilizar os modelos de rede de poros gerados, assim como as características minerais para cálculos de molhabilidade, difusão de gases e fenômenos de interface.

Os resultados apresentados para as seis amostras comprovam a capacidade da MRX para caracterização da estrutura de poros distintos, permitindo análises qualitativas e quantitativas contribuindo significativamente para análise de reservatórios.

Com o desuso da técnica de porosimetria por intrusão de mercúrio, devido a geração de resíduos e o controle do uso de mercúrio pelas agências reguladoras, a MRX se torna uma suplente para estudos de porosidade e permeabilidade de fluidos contidos nos espaços vazios das rochas. Com o aumento da resolução obtida pela tomografia e com o desenvolver da técnica, pode-se prever que a porosimetria com mercúrio terá seu uso cada vez mais restrito e substituída pelos já atuais nanotomógrafos e seus sucessores.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGGELOPOULOS, C. et al. Large-scale effects on resistivity index of porous media. **Journal of Contaminant Hydrology**, v. 77, n. 4, p. 299–323, 2005.

AHR, W. M. **Geology of carbonate reservoirs the identification, description, and characterization of hydrocarbon reservoirs in carbonate rocks**Hoboken, N.J.Wiley, , 2008.

AL-JAROUDI, S. S. et al. Use of X-ray powder diffraction for quantitative analysis of carbonate rock reservoir samples. **Powder Technology**, v. 175, n. 3, p. 115–121, 2007.

ALIAKBARDOUST, E.; RAHIMPOUR-BONAB, H. Effects of pore geometry and rock properties on water saturation of a carbonate reservoir. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 112, n. 0, p. 296–309, 2013.

AMIRTHARAJ, S. E.; IOANNIDIS, M. A.; MACDONALD, I. F. **Statistical Synthesis of Image Analysis and Mercury Porosimetry for Multiscale Pore Structure Characterization**. [s.l.] University of Waterloo [Department of Chemical Engineering], 2003.

ANOVITZ, L. M.; COLE, D. R. Characterization and Analysis of Porosity and Pore Structures. **Reviews in Mineralogy and Geochemistry**, v. 80, n. 1, p. 61 LP-164, 29 jul. 2015.

APPOLONI, C. R.; FERNANDES, C. P.; RODRIGUES, C. R. O. X-ray microtomography study of a sandstone reservoir rock. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment**, v. 580, n. 1, p. 629–632, 2007.

BERTELS, S. P.; DICARLO, D. A.; BLUNT, M. J. Measurement of aperture distribution, capillary pressure, relative permeability, and in situ saturation in a rock fracture using computed tomography scanning. **Water Resources Research**, v. 37, n. 3, p. 649–662, 2001.

BISH, D. L.; POST, J. E. **Modern powder diffraction**. [s.l.] Mineralogical Society of America, 1989.

BRINDLEY, G. W. The effect of particle size and microabsorption on diffracted power line intensities. **Philosophical Magazine**, v. n36, p. 347–369, 1945.

CHILINGER, G. V.; GUREVICH, A. E. Geofluids: Origin, migration and evolution of fluids in sedimentary basins. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 15, n. 2–4, p. 395–396, ago. 1996.

CHOQUETTE, P. W.; PRAY, L. C. **Geologic nomenclature and classification of porosity in sedimentary carbonates**American Association of Petroleum Geologists Bulletin, 1970.

CNUDDÉ, V.; BOONE, M. N. High-resolution X-ray computed tomography in

geosciences: A review of the current technology and applications. **Earth-Science Reviews**, v. 123, n. 0, p. 1–17, 2013.

COLES, M. . et al. Pore level imaging of fluid transport using synchrotron X-ray microtomography. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 19, n. 1–2, p. 55–63, 1998.

DEGENS, E. T. **Geochemistry of sediments: a brief survey**. [s.l.] Prentice-Hall, 1965.

DOHNALIK, M.; JARZYNA, J. Determination of reservoir properties through the use of computed X-ray microtomography – eolian sandstone examples. **Geology, Geophysics and Environment; Vol 41, No 3 (2015)**, 21 jan. 2016.

DOLLASE, W. A. Correction of intensities of preferred orientation in powder diffractometry: application of the march model. **Journal of Applied Crystallography**, v. 19, n. pt 4, p. 267–272, 1986.

DULIU, O. G. **Computer axial tomography in geosciences: An overview** **Earth Science Reviews**, 1999.

Engrade Wikis. Disponível em: <<https://wikis.engage.com/hscbiology/communication>>. Acesso em: 6 nov. 2015.

FAVVAS, E. P. et al. Characterization of carbonate rocks by combination of scattering, porosimetry and permeability techniques. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 120, n. 1–2, p. 109–114, 2009.

FERNANDES, J. S.; APPOLONI, C. R.; FERNANDES, C. P. Determination of the Representative Elementary Volume for the study of sandstones and siltstones by X-Ray microtomography. **Materials Research**, v. 15, n. 4, p. 662–670, 19 ago. 2012.

FOLK, R. L. **Petrology of sedimentary rocks**. [s.l: s.n.].

FRASER, H. J. Experimental Study of the Porosity and Permeability of Clastic Sediments. **The Journal of Geology**, v. 43, n. 8, p. 910–1010, 1935.

GOMES, C. B. et al. **A fluorescência de raios X na geologia**. São Paulo: Edgard Blucher, , 1984. (Nota técnica).

GROTZINGER, J. P.; JORDAN, T. H. **Understanding Earth**. 6th. ed. New York: W.H. Freeman, 2010.

HARDY, R. G.; TUCKER, M. E. X-ray powder diffraction of sediments. In: **Techniques in sedimentology**. Oxford [England]; Boston: Blackwell Scientific Publications, 1988. p. 191–228.

IKEDA, S.; NAKANO, T.; NAKASHIMA, Y. Three-dimensional study on the interconnection and shape of crystals in a graphic granite by X-ray CT and image analysis. **Mineralogical Magazine** , v. 64, n. 5, p. 945–959, 1 out. 2000.

JARZYNA, J. A. et al. X-ray computed microtomography---a useful tool for

petrophysical properties determination. **Computational Geosciences**, v. 20, n. 5, p. 1155–1167, 2016.

JIN, J. H. et al. Correlative multiple porosimetries for reservoir sandstones with adoption of a new reference-sample-guided computed-tomographic method. **Scientific Reports**, v. 6, p. 30250, 22 jul. 2016.

JOSH, M. et al. Laboratory characterisation of shale properties. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 88, p. 107–124, 2012.

KUENEN, P. H. Properties of Turbidity Currents of High Density. **Turbidity Currents and the Transportation of Coarse Sediments to Deep Water, a Symposium**, v. 2, n. 2, p. 14–33, 1951.

LANDIS, E. N.; KEANE, D. T. **X-ray microtomography Materials Characterization**, 2010.

LEVORSEN, A. I. **Geology of petroleum**. [s.l.] W. H. Freeman, 1967.

LIN, C.; MILLER, J. D. Cone beam X-ray microtomography - a new facility for three-dimensional analysis of multiphase materials. **Minerals & Metallurgical Processing**, v. 19, n. 2, p. 65–71, 2002.

LUCIA, F. J. Rock-fabric/petrophysical classification of carbonate pore space for reservoir characterization. **AAPG Bulletin**, v. 79, n. 9, p. 1275–1300, 1 set. 1995.

LUZ, A. B. DA; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. Tratamento de minérios. 2010.

MCKAY, T. J. **Tomography, scanning electron microscopy techniques and image analysis of coal for natural gas recovery**. [s.l.] Research School of Physics and Engineering, The Australian National University, 2015.

MEES, F. et al. Applications of X-ray computed tomography in the geosciences. **Geological Society, London, Special Publications**, v. 215, n. 1, p. 1–6, 2003.

MILLER, J. D.; LIN, C. L. Three-dimensional analysis of particulates in mineral processing systems by cone beam X-ray microtomography. **Minerals & Metallurgical Processing**, v. 21, n. 3, p. 113–124, 2004.

MOORE, C. H. **Carbonate Reservoirs Porosity Evolution and Diagenesis in a Sequence Stratigraphic Framework**. [s.l.: s.n.]. v. 19

MOORE, D. M.; REYNOLDS, R. C. **X-ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals**. [s.l.] Oxford University Press, 1997.

MURRAY, R. C. Origin of Porosity in Carbonate Rocks. **Journal of Sedimentary Research (SEPM)**, v. 30, n. 1, p. 59–84, 1960.

OLIVEIRA, M. F. S. et al. X-ray microtomography application in pore space reservoir rock. **Applied Radiation and Isotopes**, v. 70, n. 7, p. 1376–1378, 2012.

OUHADI, V. R.; YONG, R. N. Impact of clay microstructure and mass absorption coefficient on the quantitative mineral identification by XRD analysis. **Applied Clay Science**, v. 23, n. 1–4, p. 141–148, 2003.

RATTI, G. **Análises químicas na engenharia mineral**. [s.l.] Universidade de São Paulo, 1994.

REMEYSEN, K.; SWENNEN, R. Application of microfocus computed tomography in carbonate reservoir characterization: Possibilities and limitations. **Marine and Petroleum Geology**, v. 25, n. 6, p. 486–499, 2008.

ROBINSON, R. B. Classification of reservoir rocks by surface texture. **AAPG Bulletin**, v. 50, n. 3 Part 1, p. 547–559, 1 mar. 1966.

ROSA, A. J.; CARVALHO, R. DE S.; XAVIER, J. A. D. **Engenharia de reservatórios de petróleo**. Rio de Janeiro: Interciência, 2006.

SAKELLARIOU, A. et al. **X-ray tomography for mesoscale physics applications**. Physica A: Statistical Mechanics and its Applications. **Anais...**2004

SANT'AGOSTINO, L. M. **Caracterização tecnológica de um depósito mineral - um estudo de caso: o nióbio de Catalão I, Goiás**. [s.l.] Escola Politécnica da Universidade de São Paulo., 1996.

SANTOS, L. O. . et al. Using three-dimensional reconstructed microstructures for predicting intrinsic permeability of reservoir rocks based on a Boolean lattice gas method. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 35, n. 1, p. 109–124, 2002.

SELLEY, R. C. **Elements of petroleum geology** San Diego Academic Press, , 1998.

SHROCK, R. R. **Sequence in layered rocks: a study of features and structures useful for determining top and bottom order of succession in bedded and tabular rock bodies**. [s.l.] McGraw-Hill Book Co., 1948.

SUGUIO, K. **Rochas Sedimentares: propriedades, gênese, importância econômica**. 4. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1994.

SVITELMAN, V.; DINARIEV, O. Geostatistical approach to the anisotropy analysis of 3D rock microtomographic models. **Computers & Geosciences**, v. 57, n. 0, p. 116–123, 2013.

TSAKIROGLOU, C. D.; PAYATAKES, A. C. Characterization of the pore structure of reservoir rocks with the aid of serial sectioning analysis, mercury porosimetry and network simulation. **Advances in Water Resources**, v. 23, n. 7, p. 773–789, 2000.

TULLBORG, E.-L.; LARSON, S. Å. Porosity in crystalline rocks – A matter of scale. **Engineering Geology**, v. 84, n. 1, p. 75–83, 2006.

VAN GEET, M. et al. Paragenesis of Cretaceous to Eocene carbonate

reservoirs in the Ionian fold and thrust belt (Albania): Relation between tectonism and fluid flow. **Sedimentology**, v. 49, n. 4, p. 697–718, 2002.

VERGÉS, E. et al. 3D pore analysis of sedimentary rocks. **Sedimentary Geology**, v. 234, n. 1–4, p. 109–115, 2011.

WEBB, P. A. Volume and Density Determinations for Particle Technologists. **Society**, n. February, p. 1–16, 2001.

WEBB, P. A.; ORR, C. **Analytical Methods in Fine Particle Technology**. [s.l.: s.n.].

WILLIAMS, H.; TURNER, F. J.; GILBERT, C. M. **Petrografia: uma introdução ao estudo das rochas em seções delgadas**. São Paulo: Polígono, 1970.

APÊNDICE 1 – Fotos das amostras

Amostras estudadas

Amostra IGS

Amostra BS

Amostra GBS

Amostra DPL

Amostra IL

Amostra SD

APÊNDICE 2 – Difratoformas de raios X

Difratoforma correspondente à amostra *BS - Bentheimer Sandstone*

Difratoforma correspondente à amostra *IGS – Idaho Grey Sandstone*

Difratograma correspondente à amostra GBS – Grey Berea Sandstone

Difratograma correspondente à amostra *DPL – Desert Pink Limestone*

Difratograma correspondente à amostra *IL – Indiana Limestone*