UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS

**CARACTERIZAÇÃO DA POROSIDADE E SUA ORIENTAÇÃO PREFERENCIAL
EM ARENITOS DO GRUPO SERRA GRANDE (BACIA DO PARNAÍBA-CE) COM
APLICAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA**

DANIELA GOULIOS ARONCHI

Orientadora: Profa. Dra. Liliane Janikian Paes de Almeida

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Programa de Pós-graduação em Geoquímica e Geotectônica

SÃO PAULO

2017

DANIELA GOULIOS ARONCHI

**CARACTERIZAÇÃO DA POROSIDADE E SUA ORIENTAÇÃO PREFERENCIAL
EM ARENITOS DO GRUPO SERRA GRANDE (BACIA DO PARNAÍBA-CE) COM
APLICAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA**

Dissertação apresentada ao Instituto de Geociências
da Universidade de São Paulo para obtenção de
título de Mestre em Geologia.

Área de concentração: Geotectônica

Orientadora: Profa. Dra. Liliane Janikian Paes de
Almeida

SÃO PAULO

2017

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Ficha catalográfica preparada pelo Serviço de Biblioteca e Documentação do
Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo

Aronchi, Daniela

Caracterização da porosidade e sua orientação preferencial em arenitos do Grupo Serra Grande (Bacia do Parnaíba-CE) com aplicação de nanopartículas de magnetita / Daniela Aronchi. - São Paulo, 2017.

101 p. : il

Dissertação (Mestrado) : IGc/USP

Orient.: Almeida, Lilliane Janikian Paes de

1. Grupo Serra Grande 2. porosidade 3. nanopartículas de magnetita 4. anisotropia de susceptibilidade magnética 5. heterogeneidade de microescala I. Título

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a amiga e Profa. Liliane Janikian pelo incentivo e oportunidade de trabalhar a seu lado. Sua confiança e entusiasmo foram muito importantes. Agradecimentos especiais aos professores Renato Paes de Almeida e Ricardo Trindade sempre prontos a dividir sua imensa sabedoria.

Não posso deixar de agradecer também ao Heitor Gardenal pelo suporte fundamental na descrição das lâminas e elaboração dos fotomosaicos. À Natalia Hilbert pela grande ajuda e ensinamentos práticos ao longo do processo. A Larissa Tamura e Nazaré Almeida, minhas queridas colegas de sala que nunca deixaram de esclarecer minhas dúvidas de dia a dia e estiveram sempre disponíveis para ajudar no que fosse ou mesmo para uma conversa, sem vocês teria sido tudo muito mais difícil. Cristiano Galeazzi e Julio Ardito merecem um agradecimento mais do que especial pela ajuda no trabalho de campo.

A todos os funcionários do IGc-USP destacando o Isaac, Jordana e Luciana pela sempre pronta disponibilidade em ajudar e auxiliar.

Um agradecimento especial a Sonia Alonso do IAG-USP, só através de seu otimismo e eficiência técnica foi possível realizar o congelamento e corte das amostras. Do IAG agradeço também ao Giovanni e a Daniela, do laboratório de paleomagnetismo, sempre solícitos e disponíveis.

Agradeço imensamente aos pesquisadores do Laboratório de Química Supramolecular e Nanotecnologia (LQSN) do IQ-USP pelo fornecimento das nanopartículas. Não posso deixar de citar em particular a ajuda imprescindível dos Dr Sergio Toma e Delmárcio Gomes sem vocês o trabalho não teria acontecido.

A Fapesp pelo apoio financeiro sob a forma do processo 2013/01825-3 e 2016/03091-5 (Auxílio a Pesquisa) e ao CNPq pelo auxílio através de bolsa.

Por fim, mas não menos importante ao Pedro, Nina, Ana, Dimitrios, Telma, e Mariana, pelo apoio em todos os sentidos e paciência nos momentos de “loucura” e incertezas. Vocês são minha base e motivo de tudo.

RESUMO

Convencionalmente, a caracterização das principais propriedades físicas de rochas reservatórios é realizada a partir de análises petrofísicas utilizando-se amostras extraídas dos testemunhos (ou de afloramentos de análogos de reservatórios) e da análise microscópica das lâminas delgadas. Estas determinações petrográficas e petrofísicas convencionais visam determinar principalmente a porosidade e permeabilidade das rochas reservatório. Entretanto as etapas de obtenção e preparação das amostras consomem um tempo considerável, além de apresentar custos relativamente elevados.

A porosidade como resultado da superposição de diversos processos (deposicionais e diagenéticos) ao longo do tempo sempre apresenta uma geometria complexa. Muitos dos processos que formam a porosidade, tais como seleção de grãos, compactação e microfraturamento, tem um componente direcional intrínseco que gera anisotropia do espaço poroso.

O presente projeto propôs a avaliação e o emprego de uma técnica para determinar a porosidade e sua anisotropia utilizando medidas de susceptibilidade magnética em rochas impregnadas por nanopartículas superparamagnéticas (NPMag). Foram testados solventes e concentrações diferentes para solubilização das NPMags (ferrofluido), bem como métodos de impregnação distintos.

Através dos resultados comparativos entre a porosidade determinada através da aplicação das nanopartículas e a forma clássica de determinação petrofísica (utilizando gás hélio) foi possível observar que as partículas têm capacidade de impregnação inclusive de espaços porosos menores, como microporosidade e gargantas de poros. A determinação da porosidade a partir de impregnações com NPMags solubilizadas em THF mostraram ótima correlação com a forma clássica de determinação de porosidade por gás hélio, com grau de confiabilidade de 95%.

Após a confirmação da eficácia da técnica empregada para completa saturação do espaço poroso, o método foi aplicado como auxiliar na caracterização petrofísica das amostras de dois afloramentos das formações Ipú e Jaicós do Grupo Serra Grande (Bacia do Parnaíba). A caracterização dos afloramentos contou também com a realização de análise petrográfica com confecção e avaliação e de 48 lâminas delgadas.

As porosidades determinadas para Formação Ipú variaram entre 3% e 27% pela análise de imagem a partir de lâmina delgada e entre 18% e 31% pela determinação através da

impregnação de ferrofluido. Através da diferença entre os métodos pôde-se estimar que em algumas fácies a microporosidade pode corresponder a até 75% da porosidade total calculada pelo método de impregnação por ferrofluido. As porosidades determinadas para Formação Jaicós variaram entre 10% e 23% (análise de imagem) e 14% e 23% (impregnação por ferrofluido). A melhor correlação entre as duas técnicas reflete a menor quantidade de microporosidade nestas amostras.

As medições de ASM pós impregnação nas amostras das Formações Ipú e Jaicós indicaram uma anisotropia de porosidade abaixo de 0,5%. As análises realizadas nas amostras da Formação Jaicós apresentaram Kmax (eixo máximo do elipsoide de Anisotropia de Susceptibilidade Magnética) preferencialmente horizontais ($<40^\circ$) e refletem padrões de porosidade compatíveis com a estrutura sedimentar primária, enquanto que os resultados Kmax nas amostras da Formação Ipú apresentaram direções preferencialmente verticais, possivelmente correspondendo à processos diagenéticos com intensidade variada em área e que alteraram o padrão primário da porosidade.

A possível correlação observada neste trabalho, entre o Kmax e a direção dos estratos cruzados, revela que a porosidade é maior na direção ortogonal à paleocorrente média do afloramento, sugerindo que a variação granulométrica entre estratos cruzados de uma mesma série diminui a porosidade média vertical e horizontal na direção de mergulho, resultando em uma orientação principal paralela à direção dos estratos cruzados.

Desta forma, considera-se que o método de impregnação de arenitos com ferrofluido aqui proposto apresenta grande potencial para a determinação não apenas da porosidade das amostras, mas também das anisotropias direcionais de porosidade, mesmo que muito pequenas, por meio de análises de ASM. Esses estudos têm grande potencial na análise rápida (em uma única amostra) de anisotropias que potencialmente controlam os padrões de fluxo em reservatórios.

ABSTRACT

Conventionally, the characterization of the main physical properties of reservoir rocks is carried out from petrophysical analyzes using samples extracted from rock cores (or from outcrops of analogues reservoirs) and from the microscopic analysis of the thin sections. These conventional petrographic and petrophysical determinations aim to determine mainly the porosity and permeability of the reservoir rocks. However, the steps of obtaining and preparing the samples are time consuming and relatively expensive.

The porosity as a result of the superposition of several processes (depositional and diagenetic) over time always presents a complex geometry. Many of the processes that form the porosity, such as grain selection, compaction and microfractures, have an intrinsic directional component that generates anisotropy of the porous space.

The present project proposed the evaluation and the use of a technique to determine the porosity and its anisotropy using measures of magnetic susceptibility in rocks impregnated by superparamagnetic nanoparticles (NPMag). Different solvents and concentrations were tested for solubilization of NPMags (ferrofluid) as well as different impregnation methods.

Through the comparative results between the porosity determined as a result of the application of the nanoparticles and the classical form of petrophysical determination (using helium gas), it was possible to observe that the particles have impregnation capacity including smaller pore spaces such as microporosity and pore throats. The determination of porosity from impregnations with NPMags solubilized in THF showed an excellent correlation with the classical form of determination of porosity by helium gas, with a degree of reliability of 95%. After confirming the effectiveness of the technique used for complete pore space saturation, the method was applied as an aid in the petrophysical characterization of samples from two outcrops of the Ipú and Jaicós Formations, Serra Grande Group (Parnaíba Basin).

The characterization of the outcrops also counted on the accomplishment of petrographic analysis with evaluation of 48 thin sections.

The porosities determined for Ipú Formation ranged from 3% to 27% by image analysis from thin section and from 18% to 31% by determination through impregnation of ferrofluid. By means of the difference between the methods, it was possible to estimate that in some facies the microporosity can correspond to up to 75% of the total porosity calculated by the ferrofluid impregnation method. The porosities determined for Jaicós Formation ranged from 10% to 23%

(image analysis) and 14% and 23% (impregnation by ferrofluid). The better correlation between the two techniques in this Formation reflects the smaller amount of microporosity.

Measurements of ASM after samples impregnation in the Ipú and Jaicós Formations have indicated an anisotropy of porosity smaller than 0.5%. The evaluation carried out in the samples of the Jaicós Formation showed Kmax (maximum axis of the Magnetic Susceptibility Anisotropy ellipsoid), preferably horizontal ($<40^\circ$). This reflect porosity patterns compatible with the primary sedimentary structure. However the samples of the Ipú Formation showed preferably vertical directions of Kmax which correspond to diagenetic processes with varied intensity in area and that altered the primary porosity pattern.

The possible correlation between the Kmax and the direction of the cross-bedding, observed in this study, reveals that the porosity is greater in the orthogonal direction to the average paleocurrent of the outcrop. This put forward that the granulometric variation between cross-bedding of the same series decreases the vertical and horizontal average porosity in the dip direction, resulting in a main orientation parallel to the direction of the cross-bedding.

Therefore, is feasible to consider that the proposed method of impregnation of sandstones with NPMag , by means of ASM analysis, presents great potential for the determination not only of the porosity of the samples, but also of its directional anisotropies. These studies have great potential in the rapid analysis (in a single sample) of anisotropies that potentially control the flow patterns in reservoirs.

ÍNDICE

RESUMO	5
ABSTRACT	7
ÍNDICE	9
1. INTRODUÇÃO	14
2. OBJETIVOS.....	15
3. SÍNTESE DA BIBLIOGRAFIA FUNDAMENTAL	16
3.1. Geologia Regional.....	16
3.1.1. Bacia do Parnaíba.....	16
3.1.2. Grupo Serra Grande	17
3.2. Parâmetros Petrofísicos	21
3.3. Anisotropia de Susceptibilidade Magnética.....	24
3.4. Utilização de nanopartículas magnéticas em Estudos do Meio Poroso	28
4. MATERIAIS E MÉTODOS	32
4.1. Trabalho de Campo	32
4.1.1. Análise de fácies.....	32
4.1.2. Coleta de amostras	33
4.3. Trabalhos de Laboratório	33
4.3.1. Preparo de amostras	33
4.3.2. Impregnação com resina epóxi e laminação de amostras para petrografia	34
4.3.3. Nanopartículas Superparamagnéticas de Óxido de Ferro (NPMag)	35
4.3.4. Impregnação das amostras com NPMag	38
4.3.5. Análises de Susceptibilidade e Anisotropia Magnética	39
4.3.6. Determinação da Porosidade das Amostras	40
4.3.7 Análises petrográficas	41
4.3.8. Amostras e resultados cedidos para comparação de métodos petrofísicos e magnéticos.....	43
5. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	45
5.1. Verificação da homogeneidade e definição de concentrações ideais mínimas de NPMag	45
5.2. Definição do solvente ideal para impregnação e comparação com resultados de petrofísica a gás.....	47
5.2.1 .Impregnação das Amostras com Ferrofluido de NPMag + Vaselina Líquida	49
5.2.2. Impregnação das Amostras com Ferrofluido de NPMag + Tetrahidrofurano (THF)	53

5.3. Caracterização Faciológica, Textural e de Heterogeneidades de Microescala (porosidade e anisotropia de porosidade) dos Arenitos Fluviais do Grupo Serra Grande ...	64
5.3.1. Formação Ipú – Afloramento SG-VIII.....	65
5.3.2. Formação Jaicós – Afloramento SG-III	81
6. DISCUSSÃO FINAL E CONCLUSÃO	93

Figura 1 – Mapa Geológico da província Parnaíba (Chamani, 2015).....	18
Figura 2 - Compartimentação tectônica da Província Parnaíba e seus limites estruturais segundo Góes 1995 (extraído de Chamani, 1995)	19
Figura 3– Carta estratigráfica da Bacia do Parnaíba. Fonte: (extraído de VAZ, 2007)).....	20
Figura 4 - Efeito da seleção de grãos na porosidade, a direita sedimentos com melhor seleção de grãos e maior porosidade (Extraído de Selley, 2000).....	22
Figura 5 - Empacotamento cúbico e romboédrico, notar que diferentes tipos de empacotamento terão diferentes valores de porosidade (Extraído de Selley, 1998).....	23
Figura 6. - Gráfico apresenta porosidade X permeabilidade em relação a tamanho de grão e seleção granulométrica (Extraído de Selley, 1998).....	23
Figura 7 - Variação da susceptibilidade magnética (k) de acordo com as diferentes direções de medição.	25
Figura 8 - Representação esquemática do elipsoide de susceptibilidade magnética com os três principais tensores k1 (K maximum), k2(Kintermediate) e k3 (Kminimum) (Extraído de Wasser & Gomez, 2011)	26
Figura 9 - Diagrama de lineação magnética (L) versus foliação magnética (F) mostrando a forma do elipsoide, oblata ($T > 0$), prolata ($T < 0$) ou neutra ($T = 0$) (Adaptado de Lanza & Melani, 2006).	27
Figura 10 - - Visualização esquemática da trama porosa de uma rocha antes e após a saturação com ferrofluído (Adaptado de Jones et al, 2006).	30
Figura 11 – A) Esquema de marcação dos eixos das amostras, X3 em vermelho corresponde ao azimute da amostra, ou seja, a orientação obtida em campo em relação ao norte magnético (Modificado de AGICO, 2016); B) Fotografia com exemplo de marcação realizada em amostra	34
Figura 12. - Equipamento para impregnação Citovac.....	35
Figura 13- Micrografias das nanopartículas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (A) e(B) e microscopia eletrônica de transmissão (C). Histograma de distribuição de tamanhos das nanopartículas obtidas a partir das imagens de TEM (D). (Extraído de Zuin et al., 2017).....	37
Figura 14 - Equipamento Epovac utilizado para impregnação das amostras com nanopartículas.....	39
Figura 15 - Equipamento Kappabridge MFK1-FA, utilizado para medir propriedades magnéticas das amostras (extraído de AGICO, 2014)	40
Figura 16 - . Exemplo de utilização do Image Analysis (software Leica LAS). Na imagem superior observa-se o espaço poroso (p) impregnado com resina azul e o arcabouço (np). Através dos ajustes dos componentes HSI (imagem inferior onde os poros estão em vermelho) obtém-se a diferenciação e quantificação do espaço poros.....	42
Figura 17- Tendência de aumento da intensidade de susceptibilidade magnética (SM) em relação a concentração de nanopartículas magnéticas	46

Figura 18 – Gráfico de porosidade medida a partir da impregnação com 1%NPMag + vaselina (ϕ_{Fe}) versus a porosidade a gás hélio (ϕ_{He}).....	50
Figura 19 - A) Comparação entre valores de ϕ_{He} versus χ_{poro} ; B) Comparação entre valores de ϕ_{Fe} versus χ_{poro}	53
Figura 20- Comparação entre valores de Porosidade calculadas pela injeção de gás hélio (ϕ_{He}) X Porosidade calculada pela impregnação de ferrofluido (ϕ_{Fe}) das Amostras do Grupo 1, impregnadas por embebição com fluido em concentração de 1% de NPMag	55
Figura 21 - Comparação entre valores de Porosidade calculadas pela injeção de gás hélio (ϕ_{He}) X Porosidade calculada pela impregnação de ferrofluido (ϕ_{Fe}) das Amostras do Grupo 1, impregnadas por gotejamento com fluido em concentração de 1% de NPMag.....	56
Figura 22 - Comparação entre valores de Porosidade calculadas pela injeção de gás hélio (ϕ_{He}) X Porosidade calculada pela impregnação de ferrofluido (ϕ_{Fe}) das Amostras do Grupo 1, impregnadas por gotejamento com fluido em concentração de 10% de NPMag.....	56
Figura 23- Grupo 1 plugs impregnados por embebição com fluido em concentração de 1% de magnetita A) Comparação entre valores de ϕ_{Fe} versus χ_{poro} ; B) Comparação entre valores de ϕ_{He} versus χ_{poro}	61
Figura 24 - Grupo 2 plugs impregnados por gotejamento com fluido em concentração de 1% de magnetita A) Comparação entre valores de ϕ_{Fe} versus χ_{poro} . B) Comparação entre valores de ϕ_{He} versus χ_{poro}	62
Figura 25 - Grupo 3 plugs impregnados por gotejamento com fluido em concentração de 10% de magnetita A) Comparação entre valores de ϕ_{Fe} versus χ_{poro} ; B) Comparação entre valores de ϕ_{He} versus χ_{poro}	63
Figura 26 - Fotomosaico do afloramento SG-VIII com delimitação das fácies e superfícies identificadas. Localização das amostras estão representadas através de seus números.....	67
Figura 27 - ,A,B, Caulinita vermicular e em booklets (K) substituindo grão de feldspato, e com cutícula oxidada indicando ferruginização. C,D plano de porosidade secundária por dissolução seguindo orientação predominante dos grãos. E, F sobrecrecimento de quartzo.	69
Figura 28 - A,B, Contato suturado entre grãos. C,D porosidade intragranular resultado da dissolução interna parcial de feldspato textura honeycomb. No canto direito inferior é possível observar mica compactada. E, F porção contínua de argila autigênica, note textura honeycomb. No canto direito inferior é possível observar mica compactada. E, F porção contínua de argila autigênica, note textura booklet e cutículas de oxidação (A,C,E, fotomicrografias com polarizador cruzado. B,D,F, fotomicrografias com polarizador descruzado).....	70
Figura 29 –Fotomicrografias de lâminas delgadas do afloramento SG-VIII, notar que a microporosidade é o tipo de porosidade predominante.....	72
Figura 30 - Anisotropia corrigida de grãos magnéticos P' plotada versus o formato do elipsoide T, valores refletem a trama de grãos magnéticos naturais das amostras da Fm. Ipú	76
Figura 31 - Projeção estereográfica de hemisfério inferior de Kmax (K1), Kint (K2) e Kmin(K3), dos arenitos da Fm Ipú- fácies A	77
Figura 32 - Projeção estereográfica de hemisfério inferior de Kmax (K1), Kint (K2) e Kmin(K3), dos arenitos da Fm Ipú- fácies C	78
Figura 33 - Plotagem estereográfica equiária e de hemisfério inferior, de Kmáximo e Kmínimo para dados de ASM pré-impregnação e pós-impregnação, Formação Ipú	80
Figura 34- Fotomosaico do afloramento SG-III com delimitação das fácies e superfícies identificadas. Localização das amostras estão representadas através de seus números(Parte I)	82
Figura 35 - Fotomosaico do afloramento SG-III com delimitação das fácies e superfícies	

identificadas. Localização das amostras estão representadas através de seus números (Parte II)	83
Figura 36 – A: arenito com pobre seleção de grãos, observa-se contatos pontuais e grãos flutuantes. B, arenito com boa seleção de grãos e contato entre grãos planar e suturado. C,D: porosidade intergranular resultado da dissolução total grãos líticos e de feldspato, porosidade móldica, note a presença de cutícula de óxidos nas bordas de grãos. E: compactação química de grãos de quartzo. F: argila infiltrada (A,C,D,E,F fotomicrografias com polarizador descruzado. B, fotomicrografias com polarizador cruzado)	85
Figura 37- Fotomicrografias de lâminas delgadas do afloramento SG-III, A, B, C notar grande quantidade de microporosidade devido a presença abundante de argilas é o tipo de porosidade predominante. D, E, F pouca quantidade de argila e conseqüentemente não observa-se microporosidade	87
Figura 38 - Projeção estereográfica de hemisfério inferior de Kmax (K1), Kint (K2) e Kmin(K3), dos arenitos da Fm Jaicós	90
Figura 39 - Plotagem estereográfica equiária e de hemisfério inferior, de Kmáximo e Kmínimo para dados de ASM pré-impregnação e pós-impregnação, Formação Jaicós	92
Figura 40 - Distribuição das amostras em afloramento Formação Ipú, em que há uma melhor densidade de amostras, foi possível observar áreas bem definidas em que predominam Kmax verticais (KVmax em amarelo) e outras em que predominam Kmax verticais (KHmax em azul)	96
Figura 41 - A) Paleocorrentes b)Kmax da porosidade das amostras de baixo angulo. Note a orientação ortogonal entre o rumo de mergulho das cruzadas e o Kmax. Pode-se considerar um padrão ortogonal dado o intervalo de confiança das medidas (Afloramento SG VII)	97
Figura 42 A) Paleocorrentes b)Kmax da porosidade das amostras de baixo angulo. Note a orientação ortogonal entre o rumo de mergulho das cruzadas e o Kmax (Afloramento SG-III_ Formação Jaicós)	98

Tabela 1 - Resultados obtidos de Anisotropia de Susceptibilidade Magnética (ASM) em corpos de prova resinados com diferentes concentrações de NPMag.....	46
Tabela 2 - Compilação das informações sobre as amostras, (1) Hilbert , 2016, (2) Figueiredo, 2017 e (3) dados de Ardito (em preparação).....	48
Tabela 3 – Principais características físico químicas dos solventes utilizados para suspensão das NPMags.....	49
Tabela 4 - Resultados de trama Magnética dos Grãos - Pré - Impregnação com NPMag + Vaselina em plugs coletados por Hilbert (2016), Figueiredo, (2017) e Ardito (dados ainda não publicados).....	50
Tabela 5 - Resultados de trama Magnética dos Poros - Pós - Impregnação com NPMag + Vaselina em plugs coletados por Hilbert (2016), Figueiredo, (2017) e Ardito (dados ainda não publicados).....	52
Tabela 6 - Comparação entre ϕ_{Fe} e ϕ_{He} dos plugs analisados separados por grupos	58
Tabela 7- Resultados de trama Magnética dos Grãos - Pré Impregnação em plugs coletados por Hilbert (2016), Figueiredo, (2017) e Ardito (dados ainda não publicados).....	59
Tabela 8 -Resultados de trama Magnética dos Poros - Pós Impregnação em plugs coletados por Hilbert (2016), Figueiredo, (2017) e Ardito (dados ainda não publicados).....	60
Tabela 9 - Medidas de Paleocorrentes (medida dip-direction), nota-se que não foram tiradas medidas dos pontos com estruturas convolutas.....	66
Tabela 10 - Comparação entre ϕ_{imag} e ϕ_{Fe} e porcentagem de microporosidade nas amostras do SG-VIII.....	71
Tabela 11- Dados de Medição dos plugs, do afloramento SGVIII - Fm. Ipú, para cálculo de porosidade. Densidade do 1%NPMag+THF é 0,8933g.cm-3	73
Tabela 12 - Resultados de trama Magnética dos Grãos - Pré Impregnação no Afloramento SG-VIII - Formação Ipú.....	75
Tabela 13 - Valores de Anisotropia, Lineação e Foliação Magnéticas do Afloramento SG-VIII corrigidos.....	76
Tabela 14 - Resultados de trama Magnética da Porosidade – Pós Impregnação com 1%NPMag+THF no Afloramento SG-VIII - Formação Ipú.....	79
Tabela 15- Comparação entre ϕ_{imag} e ϕ_{Fe} e porcentagem de microporosidade nas amostras do SG-III	86
Tabela 16 - Dados de Medição dos plugs, do afloramento SG III - Fm. Ipú, para cálculo de porosidade. Densidade do 1%NPMag+THF é 0,8933g.cm-3	88
Tabela 17 - Resultados de trama Magnética dos Grãos - Pré Impregnação no Afloramento SG-III - Formação Jaicós	89
Tabela 18 - Valores de Anisotropia, Lineação e Foliação Magnéticas do Afloramento SG-III corrigidos.....	89
Tabela 19 - Resultados de trama Magnética da Porosidade – Pós Impregnação com 1%NPMag+THF no Afloramento SG-III - Formação Jaicós	91

1. INTRODUÇÃO

Os reservatórios petrolíferos ou hídricos são constituídos por corpos rochosos que apresentam vazios, poros e fissuras interligados que armazenam e permitem o fluxo de hidrocarbonetos ou água. As suas características físicas de porosidade e permeabilidade são o resultado de processos geológicos pelo qual passaram os sedimentos sendo eles deposicionais como seleção e alinhamento de grãos; diagenéticos como compactação, cimentação, dissolução e recristalização; petrogenéticos como faturamento termal; e deformacionais como microfraturamento por tensões diferenciadas.

A porosidade originada pela superposição destes processos apresenta normalmente uma geometria (ou trama) complexa. No geral muitos destes mecanismos como seleção de grãos, compactação e microfraturamento possuem um componente direcional inerente que ocasiona uma anisotropia do espaço poroso. A anisotropia do espaço poroso e sua geometria é o fator mais importante no controle de armazenamento, fluxo e transporte de fluídos e desta forma a definição clássica de porosidade como uma medida de volume escalar não é a mais adequada para caracterizar e quantificar a geometria dos espaços porosos. Neste contexto, o estudo e reconhecimento de anisotropias na rede de poros em arenitos e a interferência da orientação preferencial dos poros na fase de recuperação principalmente de hidrocarbonetos tem grande impacto, tanto no planejamento de produção, como no volume recuperável.

O presente trabalho propõe o desenvolvimento de uma técnica que permitisse determinar a porosidade e anisotropia (orientação preferencial dos poros) utilizando medidas de susceptibilidade em rochas impregnadas por ferrofluido (fluidos com nanopartículas de magnetita). Os resultados obtidos com esta técnica foram comparados com técnicas geológicas e geofísicas no estudo e reconhecimento da heterogeneidade de microescala em meios porosos (*plugs*). As pesquisas envolveram também o emprego de estudos petrográficos na caracterização composicional e mineralógica destas fácies e a interferência na percolação do ferrofluido.

A técnica desenvolvida foi empregada, nos depósitos siliciclásticos fluviais silurianos do Grupo Serra Grande (Bacia do Parnaíba), considerando a grande aplicabilidade do estudo, uma vez que estas unidades compõem reservatórios de gás, explorados atualmente nesta bacia

2. OBJETIVOS

O presente projeto teve como objetivo:

- (1) Caracterizar a anisotropia de porosidade e compará-la às heterogeneidades em meso e macroescala, com a aplicação de análises petrográficas para estudos de cimentação, argilosidade e porosidade e sua relação com as fácies sedimentares e suas respectivas estruturas sedimentares.
- (2) Análise e verificação da heterogeneidade mineralógicas e de distribuição de poros em escala microscópica, com a realização de análises petrográficas (microscopia óptica nas amostras impregnadas com resina) para a verificação da interferência da composição mineralógica e dos tipos de poros preferenciais na percolação do fluido.
- (3) Injeção de fluido com nanopartículas de magnetita e comparação da direção de percolação com as fácies sedimentares representativas dos afloramentos estudados, levando-se em consideração as estruturas sedimentares observadas e suas características de micro e meso escala.

3. SÍNTESE DA BIBLIOGRAFIA FUNDAMENTAL

3.1. Geologia Regional

3.1.1. *Bacia do Parnaíba*

A Bacia do Parnaíba (Figuras 1 e 2) está inserida na Plataforma Sulamericana e ocupa uma área de 675.000 km², no nordeste brasileiro, abrangendo parte dos estados do Piauí, Maranhão, Tocantins, Pará, Ceará e Bahia. Por apresentar idades e evolução tectono-sedimentar complexa e extensa área de ocorrência, foi classificada como Província por alguns autores e subdividida em sub-bacias com idades e características tectônicas próprias; Almeida *et al* (1977) definiram a Bacia Sedimentar do Paranaíba e as rochas do embasamento pré-cambriano que afloram imediatamente a norte da mesma como Província Parnaíba. Góes (1995) redefiniu a área sedimentar considerada como pertencente a Província Parnaíba como Província Sedimentar do Meio Norte e desmembrou-a em quatro bacias: Bacia do Parnaíba, Anfíclice das Alpercatas, Bacia do Grajaú e Bacia do Espigão Mestre. Silva *et al.* (2003) mantiveram as unidades geotectônicas propostas por Góes (1995), porém retomaram a denominação Província Parnaíba, e utilizam a denominação Bacia das Alpercatas ao invés de Anfíclice das Alpercatas.

O contexto tectônico da Bacia do Paranaíba foi classificado por Brito Neves (1983) como intracratônico típico e por Figueredo & Gabaglia (1986) como fratura interior passando à sinéclise interior continental, sendo esta denominação mais empregada pela indústria de petróleo. Apesar do aumento exploratório nos últimos 15 anos, dentre as bacias paleozóicas do Brasil, a Bacia do Parnaíba era considerada a menos conhecida devido principalmente às perspectivas pouco promissoras para óleo e gás preliminarmente estabelecidas pela Petrobrás e pelo distanciamento dos principais centros de pesquisa do Brasil (Lima Filho, 1999).

Segundo Góes (1995) a Bacia do Parnaíba constituía parte de uma extensa área de sedimentação afro-brasileira paleozóica, posteriormente fragmentada e parcialmente erodida, e os argumentos que corroboram para esta hipótese segundo a autora são:

1. padrão assimétrico com pronunciado espessamento da sequência paleozóica inferior em direção ao lado leste da bacia (Mesner & Wooldridge, 1964);
2. ocorrência de sedimentação paleozóica correlata em outras bacias brasileiras, entre essas,

Sergipe-Alagoas, Recôncavo, Tucano-Jatobá e Araripe (Mesner & Wooldridge, 1964; Mabessone, 1994; Caputo & Lima, 1984; Cunha; 1986; Della Favera, 1990);

3. possibilidade de depósitos do Devoniano ao Carbonífero Inferior da região costeira de Gana serem prolongamentos diretos da Bacia do Parnaíba em função da similaridade das características litoestratigráficas e paleontológicas destes depósitos (Bar & Riegel, 1974 *apud* Cunha 1986).

O embasamento da Bacia do Parnaíba é constituído de rochas metamórficas, ígneas e sedimentares, cujas idades abrangem um longo intervalo do Arqueano ao Ordoviciano, com predominância de rochas neoproterozóicas e eopaleozoicas, que correspondem ao tempo de consolidação da Plataforma SulAmericana (Vaz *et al.*, 2007); segundo estes autores, as unidades que compõem o embasamento são o Grupo Jaibaras e a Formação Riachão (sobrepota), constituídos por rochas sedimentares continentais que preenchem estruturas grabeniformes. O preenchimento sedimentar posterior é predominantemente siliciclásticos de idade Siluriano ao Triássico, designados como grupos Serra Grande, Canindé, Balsas e Mearim.

A Figura 3 apresenta a estratigrafia proposta por Vaz *et al* (2007), sugerindo uma relação de cinco supersequências deposicionais que seguem do período Siluriano até o Cretáceo

3.1.2. Grupo Serra Grande

O Grupo Serra Grande, unidade basal da Bacia do Parnaíba, foi definido por Small (1914) como uma "série", sendo posteriormente caracterizado como "formação" por Campbell *et al.* (1949) e como "grupo" por Carozzi *et al.* (1975). É subdividido da base para o topo nas formações Ipu, Tianguá e Jaicós (Caputo & Lima, 1984 e Góes & Feijó 1994). Apesar de essas subdivisões em formações serem bem caracterizadas em subsuperfície, não são distinguidas em mapeamentos de geologia de superfície (Pedreira *et al.* 2003).

A sedimentação inicia-se com conglomerados e arenitos aluviais da Formação Ipu (Campbell, 1949), onde a presença de diamictitos intercalados nessas sequências indica influência glacial na deposição (Caputo & Lima, 1984). A passagem para arenitos e folhelhos marinhos da Formação Tianguá é gradacional e marca um evento transgressivo na bacia. O conteúdo fóssilífero indica idade eosiluriana para esta unidade (Caputo & Lima, 1984). O contato de topo da Formação Tianguá é concordante com arenitos e conglomerados fluviais da Formação Jaicós que representam um empilhamento regressivo encerrando a sedimentação do Grupo Serra Grande.

Figura 1 – Mapa Geológico da província Parnaíba (Chamani, 2015)

Trabalhos de detalhe sobre a sedimentologia das unidades fluviais do Grupo Serra Grande são escassos na literatura especializada. Santos *et al.* (2004) realizaram estudos sobre as Formações Ipú e Jaicós com enfoque para análogos de reservatórios. Foram detalhados dois afloramentos na borda sudeste da Bacia do Parnaíba, próximos às cidades de São Raimundo Nonato e Campo Grande do Piauí, ambas no Estado do Piauí. Em relação à primeira localidade foram identificadas as seguintes fácies: arenito grosso com clastos de 1 a 3 cm e estratificação cruzada acanalada; conglomerado sustentado por clastos; quartzarenito com estratificação cruzada de médio porte; e arenito fino a silte laminado; segundo os autores, as paleocorrentes indicam uma direção para NW a NNW. Essa associação de fácies é interpretada pelos autores como um sistema fluvial entrelaçado raso dominado por cascalho.

No outro afloramento estudado pelos autores foram discriminadas as seguintes fácies: arenito médio a fino, bem selecionado e estratificação cruzada planar; conglomerado seixoso de quartzo e quartzito, com seixos subarredondados de 2 a 5 cm com matriz arenosa; arenito médio a grosso com estratificação cruzada acanalada; arenito muito fino a silte laminados. As paleocorrentes variam entre NE e NW. Essa associação é interpretada como sistema fluvial entrelaçado distal em lençol (*sheet sandstone*). Apesar de certo detalhamento em relação às fácies, Santos *et al.* (2004) não elaboram uma classificação dos elementos arquiteturais nos afloramentos estudados, como propõe a metodologia sistematizada por Miall (1996).

3.2. Parâmetros Petrofísicos

Dentre os parâmetros petrofísicos, alvos deste estudo, está em primeiro lugar a porosidade e secundariamente a permeabilidade. A porosidade ($\emptyset$) é definida pelo volume de vazios, ou seja, volume em que não há sólido, pelo volume total da rocha e pode ser classificada em absoluta e efetiva e em primária e secundária (Tiab & Donaldson 2004). A diferença entre porosidade absoluta e efetiva se dá pela conexão dos poros. Na porosidade absoluta a interconectividade entre os poros não é levada em consideração, enquanto a porosidade efetiva é definida pela relação entre o volume de vazios interconectados e o volume total da rocha. Quanto maior a porosidade de uma rocha menor a densidade aparente da mesma visto que a densidade aparente é controlada pela composição mineralógica e também pela quantidade espaços vazios (poros).

A porosidade pode ser classificada como primária, gerada durante a deposição dos sedimentos e secundária, originada por processos pós-deposicionais (dissolução, fraturamento e contração entre outros). Pittman (1979) definiu quatro tipos de porosidade: i) a intergranular que ocorre entre os grãos, ii) a de dissolução de grão, iii) a microporosidade que apresenta garganta de poros menor que $0,5\ \mu\text{m}$ e ocorre principalmente em argilas e iv) a de fraturas. Diversos fatores podem contribuir com o aumento ou diminuição da porosidade primária. Dentre os fatores diagenéticos que diminuem a porosidade de uma rocha estão a compactação e a cimentação. Por outro lado, há fatores como dissolução e fraturas que aumentam a porosidade da rocha.

A textura da rocha, que compreende fatores como tamanho de grão, seleção de grãos e empacotamento dos grãos, é importante fator para determinar o grau de porosidade de uma rocha e está relacionada ao ambiente deposicional dos sedimentos. De acordo com Selley (1998) o tamanho de grão não afeta a porosidade; no entanto, a seleção dos grãos é determinante para a porosidade pois quanto mais selecionado maior será seu valor (Figura 4). O empacotamento pode ser representado do mais frouxo, o cúbico (porosidade de 48%) ao mais apertado romboédrico (porosidade de 26%) (Fraser, 1935 *apud* Selley, 1998).

A porosidade de reservatórios foi classificada por Levorsen (1967) em: insignificante (<5%), pobre (entre 5 e 10%), média (entre 10 e 15%), boa (entre 15 e 20%) e muito boa (entre 20 e 25%).

Figura 4 - Efeito da seleção de grãos na porosidade, a direita sedimentos com melhor seleção de grãos e maior porosidade (Extraído de Selley, 2000).

Figura 5 - Empacotamento cúbico e romboédrico, notar que diferentes tipos de empacotamento terão diferentes valores de porosidade (Extraído de Selley, 1998).

A permeabilidade (K) constitui a capacidade da rocha em conduzir fluidos sob certos gradientes de pressão. A unidade de medida de permeabilidade é denominada Darcy (D), em referência ao engenheiro francês Henry d'Arcy que em 1856 definiu um método para medição de permeabilidade em meios porosos. Visto que grande parte das rochas reservatórios possuem permeabilidades consideravelmente menores que 1D a unidade usualmente utilizada é milidarcy (mD).

Figura 6. - Gráfico apresenta porosidade X permeabilidade em relação a tamanho de grão e seleção granulométrica (Extraído de Selley, 1998).

De acordo com Pettijohn, a permeabilidade de rochas consolidadas é principalmente influenciada por: i) porcentagem de argilas infiltradas ou expandidas, ii) capacidade da rocha em reter água intersticial *in situ* como água irreduzível iii) Diâmetros de gargantas, iv) molhabilidade, v) tipo de porosidade e vi) tortuosidade e complexidade das gargantas de poro. Como a permeabilidade depende da conectividade dos poros, os parâmetros limitantes da porosidade também afetam a permeabilidade da rocha (Tiab & Donaldson, 2004). O único fator que influi diferentemente em relação à porosidade é o tamanho de grão, pois quanto menor o tamanho de grão menor é a permeabilidade, visto que os poros e gargantas de poro terão seu tamanho reduzido (Krumbein & Monk, 1942 apud Selley, 1998). A Figura 6 apresenta a relação entre porosidade e permeabilidade com tamanho de grão e seleção.

Levorsen (1967) classificou os reservatórios sedimentares siliciclásticos de acordo com sua permeabilidade sendo: i) pobre (< 10mD), ii) bom (entre 10 e 100 mD) e muito bom (>100mD).

3.3. Anisotropia de Susceptibilidade Magnética

A susceptibilidade magnética (SM) pode ser definida como a capacidade de um material em adquirir magnetização na presença de um campo magnético. Um determinado material ao sofrer influência de um campo magnético indutor artificial (H) adquire uma magnetização induzida (M) que pode ser descrita através da equação:

$$M=kH,$$

Onde M e H apresentam unidades medidas em A/m e consequentemente a susceptibilidade magnética k é um parâmetro adimensional.

Em matérias isotrópicas M e H apresentam uma relação de linearidade. Entretanto a maioria dos minerais formadores de rochas apresentam características anisotrópicas o que significa que suas propriedades físicas variam de acordo com a direção do campo indutor (H) (Figura 7).

Figura 7 - Variação da susceptibilidade magnética (k) de acordo com as diferentes direções de medição.

Desta forma para expressar matematicamente a variação da susceptibilidade magnética k de acordo com a orientação do campo magnético induzido utiliza-se a seguinte equação:

$$M_i = k_{ij}H_j \quad (i, j = 1, 2, 3)$$

Onde M_i é a magnetização na direção i e H_j é o campo indutor na direção j . O tensor de susceptibilidade k_{ij} é representado por uma matriz simétrica de segunda ordem:

$$\lambda \begin{bmatrix} k_{11} & k_{12} & k_{13} \\ k_{21} & k_{22} & k_{23} \\ k_{31} & k_{32} & k_{33} \end{bmatrix}, \quad \text{onde} \quad \begin{cases} k_{11} = k_1 \\ k_{22} = k_2 \\ k_{33} = k_3 \end{cases}$$

O tensor de susceptibilidade pode ser expresso geometricamente como um elipsoide triaxial ($k_1 > k_2 > k_3$) em que os três eixos ortogonais correspondem aos eixos principais do tensor k_{11} , k_{22} e k_{33} e definem a magnitude das direções principais de susceptibilidade magnética (Figura 8).

Graham (1954) foi o primeiro a explorar a aplicação de ASM para definir elementos estruturais e de petrotrama, observando que a ASM resultava do alinhamento preferencial de partículas ferromagnéticas. Ele definiu que a ASM poderia ser representada pelos três eixos de um elipsoide onde o eixo mais longo seria paralelo à orientação preferencial dos maiores eixos dos grãos ferromagnéticos

Figura 8 - Representação esquemática do elipsoide de susceptibilidade magnética com os três principais tensores k_1 (K_{maximum}), k_2 ($K_{\text{intermediate}}$) e k_3 (K_{minimum}) (Extraído de Wasser & Gomez, 2011)

A forma do elipsoide de ASM é descrito por dois importantes parâmetros: foliação magnética (F) que corresponde ao plano perpendicular ao mínimo de susceptibilidade magnética, e lineação magnética (L), correspondente à direção de máxima susceptibilidade. A magnitude desses dois parâmetros é determinada por:

$$L = k_1/k_2$$

$$F = k_2/k_3$$

Outro parâmetro de magnitude utilizado é o grau de anisotropia (P) dado pela relação:

$$P = k_1/k_3$$

Já a simetria do elipsoide é definido pelo parâmetro de forma (T) onde:

$$T = \left[\frac{2(\ln k_2 - \ln k_3)}{\ln k_1 - \ln k_3} \right] - 1$$

Cuja forma pode variar desde oblato, quando $k_1 = k_2 \gg k_3$, prolato quando $k_1 \gg k_2 = k_3$ até triaxial ou neutro $k_1 > k_2 \gg k_3$. A variação de T entre 0 e 1 define elipsoides neutros a oblatos, e de 0 a -1 neutros a prolatos (Tarling & Hrouda, 1993) (Figura 9).

Figura 9 - Diagrama de lineação magnética (L) versus foliação magnética (F) mostrando a forma do elipsoide, oblata ($T > 0$), prolata ($T < 0$) ou neutra ($T = 0$) (Adaptado de Lanza & Melani, 2006).

A magnetização dos minerais constituintes das rochas em resposta a um campo magnético aplicado pode apresentar três comportamentos distintos: diamagnetismo, paramagnetismo e ferromagnetismo.

O diamagnetismo é o comportamento esperado em grande parte dos minerais naturais (neutros) e indica uma magnetização induzida linear, ou seja, proporcional ao campo aplicado. Sua origem é relacionada ao movimento de órbita dos elétrons sob ação de um campo magnético indutor. A susceptibilidade diamagnética é de intensidade muito baixa na ordem de 10^{-6} SI e muitas vezes negativa. Alguns minerais como quartzo, feldspato e calcita são exemplos de minerais com características diamagnéticas.

O paramagnetismo é observado em minerais que apresentam momentos magnéticos inerentes relacionados aos momentos de *spin* e momentos orbitais descompensados que estão relacionados a camadas atômicas incompletas. A susceptibilidade paramagnética é positiva e

independe do campo magnético indutor, sendo seus valores na ordem de 10^{-5} a 10^{-4} . Alguns exemplos de minerais paramagnéticos são ortopiroxênio e anfibólio.

O ferromagnetismo é caracterizado pelo comportamento dos minerais ricos em íons de Fe que interagem fortemente entre si gerando uma magnetização natural espontânea mesmo na ausência de um campo indutor. Os momentos magnéticos (*spins*) nos minerais ferromagnéticos são paralelos e alinhados uniformemente em uma mesma direção. Exemplos de minerais ferromagnéticos são magnetita, hematita, titanomagnetita entre outros.

A ASM de uma rocha depende de duas propriedades, a primeira a anisotropia individual dos grãos e a segunda o grau de alinhamento destes grãos anisotrópicos (Borradaile & Jackson, 2010). As aplicações principais de ASM em geociências incluem: a determinação da história deposicional, incluindo direção de paleocorrentes em sedimentos; a orientação da direção do fluxo de magma em rochas ígneas e a determinação do histórico de eventos de deformação em rochas ígneas e metamórficas. Em rochas sedimentares as principais utilizações de ASM envolvem a caracterização da orientação preferencial de grãos em sedimentos e rochas sedimentares contendo quantidades naturais de minerais ferromagnéticos (óxidos e sulfetos de ferro), determinação de estruturas sedimentares e direção de paleocorrentes em arenitos e siltitos ricos em minerais ferrosos onde observa-se que normalmente os fatores hidrodinâmicos atuantes durante a deposição dos grãos ferromagnéticos controlam a orientação dos grãos. Contribuem também para a susceptibilidade as argilas que contém ferro em sua composição. A matriz das rochas siliciclásticas é, em geral, diamagnética e, portanto, não contribui para a susceptibilidade total.

3.4. Utilização de nanopartículas magnéticas em Estudos do Meio Poroso

Convencionalmente, a caracterização das principais propriedades petrofísicas de rochas reservatórios de óleo e gás é realizada a partir de experimentos em laboratório utilizando-se amostras (*plugs*) extraídos dos testemunhos (ou de afloramentos de análogos de reservatórios) e da análise microscópica das lâminas delgadas, também conhecida como análise petrográfica. Estas determinações petrográficas e petrofísicas convencionais visam determinar principalmente a porosidade e permeabilidade das rochas reservatório. Entretanto as etapas de

obtenção e preparação das amostras consomem um tempo considerável, além de apresentar custos relativamente elevados.

A porosidade como resultado da superposição de diversos processos (deposicionais, diagenéticos e petrogenéticos) ao longo do tempo sempre apresenta uma geometria complexa. Muitos dos processos que formam a porosidade, tais como seleção de grãos, compactação e microfraturamento, tem um componente direcional intrínseco que ocasiona anisotropia do espaço poroso. Sob essas circunstâncias a definição clássica de porosidade como uma porcentagem de volume, apenas escalar, não é adequada para caracterizar a geometria do espaço poroso (Jones *et al*, 2006).

Visando a otimização de custos e obtenção de uma metodologia efetiva para caracterização da geometria dos espaços porosos Pfeleiderer e Halls em 1990 desenvolveram uma técnica experimental para medir a Anisotropia de Susceptibilidade Magnética (ASM) de espaços porosos saturados com ferrofluido magnético que vem sendo aplicada desde então em diversas pesquisas (Pfleiderer 1990; Pfeleiderer & Halls 1993; Pfeleiderer & Kissel 1994; Durrast & Siegesmund 1999; Hrouda *et al*. 2000; Benson *et al*. 2003; Benson 2004; Nabawy *et al*. 2009).

Devido à baixa presença de minerais ferromagnéticos a susceptibilidade magnética em rochas sedimentares é normalmente muito baixa (entre 10^{-6} e 10^{-4}) sendo que na direção perpendicular ao acamamento a susceptibilidade é geralmente mínima e o eixo máximo está normalmente sobre o plano de acamamento em paralelo ao alongamento dos grãos (Pfleiderer & Halls 1993)

Ao impregnar amostra de rochas siliciclásticas com nanofluido magnético sua susceptibilidade magnética aumenta em várias ordens de grandeza, dependendo da sua porosidade, uma vez que a susceptibilidade intrínseca do nanofluido magnético é várias ordens de grandeza superior à susceptibilidade das rochas siliciclásticas. Sendo assim, a susceptibilidade total após a impregnação será diretamente proporcional ao volume de nanofluidos hospedados na rocha, permitindo assim obter estimativas de porosidade.

Para realização do experimento é inicialmente necessária a determinação da ASM na amostra seca, ou seja, pré impregnação com ferrofluido. Após esta primeira medição o espaço poroso das amostras é saturado com fluido de alta susceptibilidade magnética provocando assim uma alta susceptibilidade artificial (Figura 10). A ASM medida após a impregnação refletirá a sobreposição da ASM da amostra seca com a do ferrofluido presente no espaço poroso saturado.

Figura 10 - - Visualização esquemática da trama porosa de uma rocha antes e após a saturação com ferrofluido (Adaptado de Jones et al, 2006).

Para obtenção do valor de ASM apenas do espaço poroso é necessário subtrair o valor de ASM mensurado na amostra pré-impregnação. Na prática, nas rochas muito porosas as medidas pós impregnação são normalmente três ordens de magnitudes maiores que as medições iniciais na amostra seca, desta forma os valores iniciais podem ser desprezados (Benson *et al.* 2003).

A maior vantagem da técnica de ASM é que a mesma fornece uma caracterização verdadeiramente tridimensional da anisotropia do espaço poroso com apenas uma amostra obtida em qualquer orientação relativa às principais direções de anisotropia. As medições ASM constituem um tensor de segunda ordem sendo possível a construção de um elipsoide de anisotropia magnética no qual as orientações dos eixos máximo, intermediário e mínimo representam a principal direção da anisotropia.

Além da porosidade total, pode-se também determinar o tensor de anisotropia magnética, a partir da medida de susceptibilidade em várias direções. A anisotropia é definida pelos três eixos principais do tensor de susceptibilidades, onde $k_1 \geq k_2 \geq k_3$. Esta medida permite obter a anisotropia de distribuição dos poros na rocha. Este tipo de medida é de grande importância na análise de fluxo de fluidos na escala do afloramento, ou mesmo do reservatório. Os resultados das medições de AMS artificialmente induzida pela injeção de ferro fluídos pode ser interpretada como a trama (ou geometria) de poros (Pfleiderer & Halls 1993).

A susceptibilidade magnética (K) é expressa como o raio entre a magnetização induzida (M) e o campo magnético artificial imposto (H) em uma amostra de rocha. Ela é dependente das direções de medição visto que é uma propriedade física anisotrópica. K é matematicamente expresso por um tensor de segunda ordem, e geometricamente como um elipsoide triaxial com (Ameen & Hailwood 2008).

A grande vantagem deste método é que ele possui potencial de fornecer medições tridimensionais de anisotropia do espaço poroso em uma única amostra retirada em qualquer orientação relativa a direção principal de anisotropia, diminuindo desta forma custos e tempo envolvido nas análises. Além de sempre propiciar a definição dos tensores máximos de anisotropia.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Em decorrência da abordagem integradora do presente trabalho, faz-se necessário a utilização de diversas técnicas distintas e complementares para que se alcancem os objetivos propostos. A pesquisa envolveu estudos de macroescala, com o detalhamento dos elementos arquiteturais de onde foram coletadas as amostras. A caracterização das heterogeneidades de mesoescala foram realizadas nas principais fácies representativas de cada elemento arquitetural, com a caracterização das fácies sedimentares, que envolveu (i) a observação das estruturas sedimentares e diagenéticas, (ii) a coleta de amostras orientadas das diferentes fácies sedimentares a serem utilizadas nas análises petrográficas e petrofísicas.

As análises das heterogeneidades de microescala envolveram a aplicação de análises petrográficas com microscópio petrográfico e microscópio eletrônico de varredura, análise da susceptibilidade e anisotropia magnética das rochas impregnadas com nanofluído magnético.

A seguir são detalhadas as metodologias específicas utilizadas para atingir os objetivos propostos.

4.1. Trabalho de Campo

Em fevereiro de 2016 foi realizada uma etapa de campo, para o detalhamento das heterogeneidades de macro e meso escala, correspondentes respectivamente aos elementos arquiteturais e às principais fácies sedimentares representativas destes elementos nos dois afloramentos escolhidos para os estudos

Os trabalhos em campo envolveram também a coleta de amostras (para análises petrográficas e petrofísicas) representativas de cada uma das fácies.

4.1.1. Análise de fácies

O procedimento de análise e caracterização de fácies, descrito e fundamentado por diversos autores (*e.g.* Reading, 1986; 1996; Walker, 1992; Miall, 2000), baseia-se no reconhecimento e caracterização de corpos de rochas sedimentares com atributos específicos, como composição mineralógica, granulação e seleção granulométrica, estruturas sedimentares,

geometria das camadas, conteúdo fossilífero, componentes diagenéticos, entre outros.

4.1.2. Coleta de amostras

As amostras foram coletadas em campo utilizando-se perfuratriz, sem o uso de martelo. A seleção do ponto de amostragem foi determinada pelas fácies e superfícies mais representativas de cada afloramento. Evitou-se também porções alteradas ou fraturadas do afloramento. Antes da coleta das amostras as mesmas foram devidamente orientadas de acordo com o plano de acamamento e o norte magnético.

Em seguida, as amostras foram encaminhadas para preparação nos laboratórios dos institutos de Geociências (IGc) e de Astronomia, Geofísica e Ciências Atmosféricas (IAG) da Universidade de São Paulo.

4.3. Trabalhos de Laboratório

4.3.1. Preparo de amostras

As amostras de campo foram reorientadas em caixa de areia para marcação. Foram determinadas duas marcações a primeira H representando a direção paralela aos estratos cruzados e a segunda V representando a direção vertical aos estratos cruzados e laminares.

As amostras foram colocadas em estufa com temperatura entre 45 e 60°C para retirada de qualquer umidade presente nos poros, visto que as amostras seriam submetidas a congelamento e a água eventualmente presente nos poros poderia sofrer expansão alterando a porosidade original da amostra. Após permanecerem de 24 a 48 horas em estufa as amostras foram submersas em nitrogênio líquido. O congelamento das amostras foi necessário visto que as mesmas eram muito friáveis e poderiam sofrer fratura ou desagregação durante o corte. O congelamento das amostras permitiu também que a serra perfuratriz (de bancada) fosse utilizada a seco, sem a necessidade da percolação de água para resfriamento do equipamento que poderia causar desagregação da amostra ou mesmo a expansão de argilas presentes que alteraria a porosidade da amostra. Foram perfuradas amostras cilíndricas (*plugs*) com aproximadamente 25 mm de diâmetro por 20 a 22 mm de comprimento. Os procedimentos de obtenção dos *plugs* foram desenvolvidos e executados no laboratório de preparação de amostras do IAG. Os *plugs*

foram marcados com a mesma direção obtida em campo em relação ao norte magnético e em mais duas direções ortogonais de maneira a facilitar o posicionamento dos mesmos nas medições de susceptibilidade magnética (Figura 11).

Figura 11 – A) Esquema de marcação dos eixos das amostras, X3 em vermelho corresponde ao azimuth da amostra, ou seja, a orientação obtida em campo em relação ao norte magnético (Modificado de AGICO, 2016); B) Fotografia com exemplo de marcação realizada em amostra

Foram também perfurados *plugs* para análises petrográficas cujos processos de impregnação e laminação são descritos a seguir no item 4.3.2.

4.3.2. Impregnação com resina epóxi e laminação de amostras para petrografia

Neste item são descritos os procedimentos de impregnação das amostras com resina colorida e confecção de lâminas delgadas para a caracterização das heterogeneidades de microescala, através de análises do tipo de cimento e feições diagenéticas presentes, bem como os tipos de porosidade.

Os *plugs* obtidos através da perfuração das amostras de campo foram impregnados com resina e corante, no laboratório de sedimentologia, do Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo (IGc-USP).

Antes do início da impregnação, os *plugs* permaneceram na estufa por pelo menos 24 horas em Temperaturas entre 40 e 60° C para retirada da umidade dos poros.

O equipamento usado para impregnação foi o *Citovac* (Figura 12) da marca dinamarquesa

Struers que possui controle digital da pressão de vácuo e que permite a impregnação simultânea de até 9 *plugs*, cada um em seu próprio recipiente. A mistura utilizada para impregnação consiste em resina epóxi, endurecedor, álcool etílico e corante azul (azul de metileno), proporções em massa 55: 5,5: 7,7: 1,5, respectivamente. As amostras permaneceram vinte minutos no vácuo antes do início do gotejamento. A técnica utilizada no processo é o gotejamento, o *Citovac* permite que se inicie o gotejamento sem a necessidade da quebra do vácuo.

Após sua completa impregnação, a amostra é seca ao ar livre por cerca de 3 horas e em estufa por mais no mínimo 24 horas. Após o endurecimento da resina as amostras foram encaminhadas para no laboratório de laminação do IGc-USP. As seções delgadas foram preparadas com espessura padrão de 30 μ m em duas direções uma transversal ao eixo maior do *plug* (V representando a direção perpendicular ao acamamento) e outra longitudinal (H representando a direção paralela ao acamamento).

Figura 12. - Equipamento para impregnação Citovac

4.3.3. Nanopartículas Superparamagnéticas de Óxido de Ferro (NPMag)

Os processos de preparação das nanopartículas foram desenvolvidos pelos pesquisadores do Laboratório de Química Supramolecular e Nanotecnologia (LQSN) do Instituto de Química

da USP em convênios de pesquisa com a Universidade de São Paulo e a Petrobras, números 0050.0059959.10.9 e 0050.0077548.12.9, patenteados sob números BR102014015139-7 de vinte de junho de 2014, BR102015004125-0 de vinte e seis de fevereiro de 2015 e PCT14/737,045 de onze de junho de 2015.

As amostras fornecidas para este estudo foram cedidas para fins de pesquisa, bem como os resultados das caracterizações físico-químicas e morfológicas do nanomaterial. Parte deste material foi desenvolvido no estágio de pós-doutoramento do pesquisador Dr. Sergio Toma sob título “Desenvolvimento de Métodos de Preparação em Larga Escala de Nanopartículas de Óxido de Ferro Superparamagnéticas”, n° do processo USP 2011-731, realizado no LQSN.

As informações técnicas sobre as nanopartículas utilizadas neste estudo foram extraídas de Zuin et al (2014) e Zuin et al (2017). As nanopartículas magnéticas (NPMag), foram sintetizadas via reação de termodecomposição, processo esse que confere ao nanomaterial alta cristalinidade e homogeneidade dos tamanhos e especialmente, altos valores de magnetização. Cada partícula é recoberta por material orgânico isolante que evita a coagulação da mesma quando em solução. Análises por termogravimetria (TGA) indicaram que 26,5% da massa corresponde a capa orgânica e 73,5% ao núcleo de óxido de ferro. Segundo estes autores, as análises elementais foram consistentes com a presença de 26,2% de cobertura orgânica baseado no esperado para $C_{18}H_{36}O_2$ (Zuin et al., 2017). Desta forma as nanopartículas podem ser rapidamente redispersas em solventes orgânicos como também em óleos sintéticos e minerais. Adicionalmente as NPMag produzidas possuem uma ótima distribuição de tamanho sendo o tamanho das partículas em torno de 10 a 15 nm (Figura 13).

Quando em suspensão em um solvente as partículas formam um coloide estável superparamagnético que se comporta de forma homogênea e isotrópica sob a ação de um campo magnético. As NPMag, foram utilizadas como “sondas” no meio poroso por possuírem valores de susceptibilidade magnética muito maiores em relação ao da composição mineralógica da matriz rochosa e desta forma podem refletir diretamente a forma do espaço poroso saturado.

Figura 13- Micrografias das nanopartículas obtidas por microscopia eletrônica de varredura (A) e (B) e microscopia eletrônica de transmissão (C). Histograma de distribuição de tamanhos das nanopartículas obtidas a partir das imagens de TEM (D). (Extraído de Zuin et al., 2017)

Considerando que as partículas NPMag utilizadas nesta pesquisa não foram anteriormente testadas em meios porosos, o desafio inicial para a observação de seu comportamento dentro dos poros foi a obtenção de fluido com concentração ideal de nanopartículas sem que esta influenciasse em sua homogeneidade. Fez-se também necessária a definição do solvente mais adequado para impregnação das partículas nos poros. Para este propósito foram realizadas duas etapas distintas de testes sendo elas:

- I) testes para definir a concentração ideal de nanopartículas: As nanopartículas, preparadas pelo grupo de pesquisas do IQ-USP, foram sintetizadas com diferentes proporções em massa de nanopartículas de Magnetita (NPMag). A análise dos dados obtidos foi utilizada para determinar qual concentração será empregada impregnação das amostras reais (Matriz rochosa). Isto foi feito por meio de medidas da anisotropia magnética desses corpos de prova e analisando

o grau de anisotropia ($P = k_1/k_3$). Amostras com distribuição homogênea de nanopartículas devem produzir resultados anisotrópicos (ou seja, $P = 1$).

- II) testes para definir a composição do solvente (utilizando solventes orgânicos distintos) a partir da comparação das medidas de susceptibilidade magnética de amostras impregnadas para as quais se conhece a porosidade, de modo a comparar os resultados obtidos com as duas técnicas: A completa impregnação da amostra é indicada quando a porosidade da amostra é equivalente ao volume de nanofluidos, em seu interior. Como a susceptibilidade do nanofluido é conhecida, foi possível estabelecer uma relação direta entre a susceptibilidade da amostra e a porosidade. A composição ideal para garantir a completa impregnação é a que mais se aproxime dos dados de porosidade a gás. Para esta etapa foram utilizados dados e amostras rochosas obtidos em trabalhos anteriores realizados no IGc apresentadas em detalhe no item 4.3.8.

4.3.4. Impregnação das amostras com NPMag

A impregnação dos plugs para medição de ASM e determinação de porosidade foi realizada a partir de duas técnicas de saturação para efeito comparativo. Nos dois métodos as amostras foram previamente colocadas em estufa entre 40 e 60°C por no mínimo 24 horas para remoção de qualquer umidade eventualmente presente nos poros. O primeiro método testado foi o de embebição em que as amostras foram colocadas inicialmente sob vácuo por 20 minutos e depois cobertas totalmente pelo ferrofluido e novamente levadas ao vácuo por mais 40 minutos. Durante este processo foi possível observar o borbulhamento inicial indicando a saída do ar presente nos poros. Para a realização desta impregnação foi utilizado um dessecador de vidro acoplado a uma bomba de vácuo com pressão de -200 KPa.

A segunda técnica de saturação das amostras foi por gotejamento seguindo os mesmos procedimentos utilizados para impregnação com resina epóxi (descritos no item 4.3.2.). Ao invés de resina foi utilizado ferrofluido (NPMag + solvente) e o equipamento utilizado para impregnação foi a câmara de vácuo modelo Epovac da Struers (Figura 14).

Após o término da impregnação, nas duas técnicas utilizadas, as amostras foram imediatamente recobertas com parafina para evitar a saída do fluido impregnado.

Figura 14 - Equipamento Epovac utilizado para impregnação das amostras com nanopartículas

4.3.5. Análises de Susceptibilidade e Anisotropia Magnética

As medições susceptibilidade e de anisotropia magnética foram realizadas no laboratório de paleomagnetismo do IAG com a utilização do equipamento Kappabridge MFK1-FA (Figura 15) que permite a medição de susceptibilidades magnéticas com sensibilidade de 10^{-8} SI. A sensibilidade do equipamento possibilita a medição das amostras que possuem susceptibilidades magnéticas naturalmente muito baixas. A aquisição das medidas de cada amostra se baseia na leitura de três eixos x, y e z ortogonais entre si e na leitura do valor de anisotropia total.

Durante a rotação de cada eixo são feitas 64 medidas de diferentes susceptibilidades magnéticas totalizando 192 medições por amostra. Através destas medições são obtidos os resultados de anisotropia e susceptibilidade magnética que são expressos em termos de declinação e inclinação dos eixos do elipsoide de ASM. O software ANISOFT 4.2 que utiliza estatística de Jelinek (1977) realiza as correções para posição original da amostra em relação ao norte geográfico.

Figura 15 - Equipamento Kappabridge MFK1-FA, utilizado para medir propriedades magnéticas das amostras (extraído de AGICO, 2014)

4.3.6. Determinação da Porosidade das Amostras

A porosidade ($\emptyset$) das amostras (plugs) foi determinada a partir da impregnação das amostras com ferrofluido. Para o cálculo do volume total (V_t) de cada amostra, as dimensões raio (r) e altura (h) das mesmas foram medidas com a utilização de um paquímetro de precisão 0,05mm. O volume foi calculado a partir da fórmula de volume de um cilindro determinado por:

$$V_t = \pi * r^2 * h$$

A massa da amostra seca (M_s) foi medida com balança eletrônica de precisão de 0,01 mg. Após a impregnação das amostras com ferrofluido a massa das mesmas foi medida novamente (M_f) para determinação da massa de fluido adicionada. A partir destas medições foi possível a determinação da porosidade, aqui denominada porosidade de ferrofluido ($\emptyset_{Fe}$), a partir da seguinte equação:

$$\phi Fe = \frac{100 * Mf - Ms}{Vt * \rho f}$$

Onde ρf é a densidade do ferro fluido utilizado na impregnação. Vale ressaltar que a densidade variou entre os fluidos utilizados visto que as NPMag foram solubilizadas em diferentes tipos de solventes, como vaselina e tetrahidrofurano (THF).

4.3.7 Análises petrográficas

A análise petrográfica das amostras foi realizada, após impregnação com resina colorida, em microscópio de luz polarizada, objetivando a classificação litológica e a observação de texturas, da porosidade, além da caracterização da maturidade mineral e textural e de feições diagenéticas. A maturidade das rochas sedimentares foi avaliada com base em diagramas de Folk (1968) e a granulometria com auxílio de escalas granulométricas. Em algumas das lâminas foi também realizada análise quantitativa de porosidade em lâmina para comparação com os valores de porosidade obtida através da saturação com ferrofluido.

As análises petrográficas foram realizadas em cada uma das fácies sedimentares em que foram coletadas as amostras, de forma a obter-se um quadro representativo da distribuição de porosidades, cimentação e argilosidade, dentro do contexto de elementos arquiteturais/fácies sedimentares.

As análises petrográficas foram realizadas em microscópios petrográficos com analisadores de imagens existentes no laboratório de sedimentologia do Instituto de Geociências da USP (IGc-USP).

Para a quantificação da porosidade em lâminas delgadas, utilizou-se o método de análise de imagens digitais estabelecido por Gesicki *et al.* (2009). Foram obtidas no mínimo 20 imagens digitais por lâmina, garantindo representatividade estatística da amostra. Para a obtenção das imagens digitais, utilizou-se aumento de 100x (objetiva de 10x) para os arenitos de granulação fina e objetiva de 5x (aumento de 50x) para os arenitos de granulação média a grossa. Para a aquisição e análise das imagens utilizou-se ferramenta Image Analysis do software Leica LAS. Segundo Gesicki *et al.* (2009), o processo de análise consiste na segmentação dos contrastes

dos componentes óticos de uma imagem digital, esses componentes são matiz, intensidade e saturação, denominados HSI. Portanto, discrimina-se a matiz (H) dos poros e posteriormente efetua-se correção, caso necessário, para que haja total coincidência da imagem com os poros da amostra (Figura 16). Por fim, obtém-se os valores percentuais de poros para cada imagem, ou seja, porosidade absoluta da seção.

Figura 16 - . Exemplo de utilização do Image Analysis (software Leica LAS). Na imagem superior observa-se o espaço poroso (p) impregnado com resina azul e o arcabouço (np). Através dos ajustes dos componentes HSI (imagem inferior onde os poros estão em vermelho) obtém-se a diferenciação e quantificação do espaço poros

Em uma amostra foi também efetuada análise petrográfica em microscópio eletrônico de varredura (MEV). A análise em microscópio eletrônico de varredura foi realizada no laboratório do IGc-USP.⁷

4.3.8. Amostras e resultados cedidos para comparação de métodos petrofísicos e magnéticos

Inicialmente o plano de projeto deste estudo considerava a realização de análises de permoporosidade a gás nas amostras dos afloramentos do Grupo Serra Grande para comparação com os resultados dos estudos de ASM. Entretanto no decorrer do período de realização deste projeto as empresas que iriam realizar as análises de permoporosidade pararam de oferecer o serviço no Brasil. Desta forma, foram utilizadas amostras e resultados obtidos em trabalhos recentes de outros pesquisadores, Hilbert (2016) e Figueiredo (2017), que desenvolveram suas pesquisas no Programa de Pós-graduação em Geoquímica e Geotectônica do IGc-USP.

As amostras utilizadas são rochas siliciclásticas de depósitos fluviais e eólicos pertencentes às formações Marizal e São Sebastião ambas inseridas na Bacia do Tucano no estado da Bahia. Foram também utilizadas amostras do Grupo Serra Grande (Bacia do Parnaíba) coletadas em pesquisas anteriores pela professora Liliane Janikian Paes de Almeida em 2014 cujos resultados ainda não foram publicados. Todas as amostras cedidas pelos pesquisadores possuem resultados reconhecidos de permoporosidade. Por não terem sido inicialmente coletadas para análise de ASM as amostras utilizadas (plugs de 1 polegada de diâmetro) não tiveram orientação espacial (azimute e mergulho) em relação ao norte magnético definida, sabe-se que apenas eram perpendiculares (quando V) ou paralelas (quando H1 ou H2) ao plano de acamamento no afloramento.

Apesar do diâmetro adequado, os *plugs* possuíam comprimento maior do que o permitido (22 mm) para as análises no Kappabridge desta forma foi necessário o corte dos mesmos. Por serem extremamente friáveis foi necessário o congelamento dos *plugs* com nitrogênio líquido antes dos mesmos serem serrados. O congelamento e corte das amostras foi realizado no laboratório de preparação de amostras do IAG-USP, com a utilização de serra diamantada sem

o uso de água. O corte dos plugs permitiu que alguns deles resultassem em mais de uma amostra tendo a indicação “a”, “b” ou “c” após a denominação do número do afloramento e orientação (V, H1 ou H2).

Após serrados os *plugs* passaram pelos mesmos procedimentos descritos em detalhe nos itens anteriores e resumidos sequencialmente a seguir:

- a) Medição pré-impregnação de ASM no Kappabridge.
- b) Medição da dimensão das amostras com paquímetro.
- c) Secagem das amostras em estufa (entre 24 e 48 horas).
- d) Pesagem dos plugs em balança de precisão.
- e) Impregnação dos *plugs* sob vácuo com ferrofluido (NPMag + vaselina) e (NPMAg + THF)
- f) Cobertura dos *plugs* com parafina
- g) Pesagem dos *plugs* impregnados
- h) Medição pós-impregnação de ASM,

5. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5.1. Verificação da homogeneidade e definição de concentrações ideais mínimas de NPMag

Para avaliar a homogeneidade das nanopartículas magnéticas (NPMag) quando em suspensão em um fluido, ou seja, observar se as mesmas apresentam segregação, coagulação ou precipitação, foram moldados corpos de provas (*plugs*) em resina com diferentes concentrações de NPMag.

Inicialmente as NPMag foram dispersas em dietileno glicol (DEG) formando uma suspensão padrão com concentração de 1% de NPMag (suspensão stock). Diferentes massas da suspensão stock foram transferidas para 90g de resina do tipo *epoxiglass* + endurecedor. Para homogeneização da mistura manteve-se a agitação por 15 min a 500 rpm e após a homogeneização a resina ainda líquida foi colocada em um recipiente (porta-amostras) para endurecimento. O porta amostras possui capacidade para 10 ml e é próprio para a realização de medições de susceptibilidade e anisotropia magnética no *Kappabridge* MFK1-FA. Desta forma, foram confeccionados quatro *plugs* com concentrações distintas de NPMag sendo 0,01%, 0,1%, 0,5% e 1% além de um plug de controle (branco) sem adição de NPMag apenas com DEG.

Os *plugs* com diferentes concentrações NPMag tiveram sua ASM analisada no equipamento *Kappabridge* MFK1-FA (Tabela 1)

Nota-se que o *plug* de controle, sem adição de NPMag, apresentou o resultado de susceptibilidade magnética (SM) de intensidade mais baixa, na ordem de 10^{-6} SI e negativa, indicando que a amostra possui apenas material diamagnético (resina acrílica) em sua composição. Valores muito baixos SM resultantes de materiais diamagnéticos levam normalmente a inconsistências na razão de ASM, isto é claramente demonstrado pela maior anisotropia observada ser a do *plug* sem adição de NPMag.

Tabela 1 -. Resultados obtidos de Anisotropia de Susceptibilidade Magnética (ASM) em corpos de prova resinados com diferentes concentrações de NPMag

Concentração de NPMag	χ	P	Anisotropia
0% *	$-7,05 \times 10^{-6}$	1.592	59,20%
0,01%	$4,613 \times 10^{-5}$	1.006	0,6%
0,10%	$4,986 \times 10^{-4}$	1.010	1,0%
0,50%	$2,454 \times 10^{-3}$	1.002	0,2%
1,00%	$4,202 \times 10^{-3}$	1.002	0,2%

Nota: χ = susceptibilidade magnética $\times 10^{-6}$ SI, P = grau de anisotropia,

* - Branco de prova

A partir da adição da concentração mínima de 0,01% de NPMag já é possível observar o aumento linear na intensidade de SM em relação a concentração de NPMag (Figura 17), sendo que a partir de 0,5% de concentração a intensidade da SM tem um aumento maior que 3 ordens de grandeza.

Figura 17- Tendência de aumento da intensidade de susceptibilidade magnética (SM) em relação a concentração de nanopartículas magnéticas

Os resultados mostram que todas as amostras contendo MagNP fixadas na matriz da resina, devido aos seus baixos valores de P, são isotrópicas (refletiram anisotropias menores

que 2%) indicando que não ocorreu segregação ou precipitação das nanopartículas durante o processo de cura da resina.

5.2. Definição do solvente ideal para impregnação e comparação com resultados de petrofísica a gás.

Esta etapa de estudos utilizou dados apresentados e amostras utilizadas por Hilbert (2016) e Figueiredo (2017), além de dados ainda publicados de Ardito (em preparação) para comparação do método de avaliação de porosidade por AMS. As amostras utilizadas são provenientes de rochas siliciclásticas de depósitos fluviais pertencentes às formações Marizal e São Sebastião ambas inseridas na Bacia do Tucano no estado da Bahia e amostras do Grupo Serra Grande (Bacia do Parnaíba). A Tabela 2 apresenta um resumo das fácies sedimentares das amostras utilizadas neste trabalho. Após o corte alguns dos *plugs* resultaram em mais de uma amostra, tendo dessa forma a indicação “a”, “b” ou “c” após a denominação do número da amostra.

Para impregnação dos *plugs* com NPMag foram utilizados dois solventes orgânicos distintos como suspensão: vaselina líquida e tetrahidrofurano (THF). As características físico químicas dos solventes utilizados podem ser observadas na Tabela 3. No total 34 *plugs* com parâmetros petrofísicos conhecidos (permeabilidade e porosidade a gás, além da densidade) foram analisadas.

Na primeira etapa 13 amostras foram impregnadas com ferrofluido composto por NPMag + vaselina. As 21 amostras restantes foram divididas aleatoriamente em 3 grupos, Grupo 1 com 6 amostras, Grupo 2 com 7 amostras e Grupo 3 com 8 amostras. Esses 3 grupos foram impregnados com NPMag+THF, em concentração e técnicas de impregnação distintas: o grupo 1 foi impregnado por técnica de embebição a vácuo com a concentração de 1%, grupo 2 e 3 por técnica de gotejamento a vácuo com concentração de 1% e 10% respectivamente.

Todos os *plugs* destinados para esta etapa de trabalho tiveram suas dimensões mensuradas com paquímetro para cálculo de volume conforme descrito no item 4.3.6.

Tabela 2 - Compilação das informações sobre as amostras, (1) Hilbert , 2016, (2) Figueiredo, 2017 e (3) dados de Ardito (em preparação)

Bacia	Formação	Afloramento	Sistema Depositional	Plugs Analisados	Fácies Sedimentares
Bacia do Tucano	Formação Marizal	TUC-63 ⁽¹⁾	Arenitos de sistemas fluviais interpretados como sucessão de cinturão de canal axial	A1-H1 A2-H2 A2-V A3-V A5-V A7-Va A7-Vb A9-H1b A10-H1 A10-H2 A10-H2b	Arenitos médios a grossos com estratificação cruzada tabular e acanalada
		SI-34 ⁽¹⁾	Arenitos de dunas eólicas incipientes	CI- Va CI- Vb CI- Vc CI-H1a CI-H1c	Arenitos finos com estratificação cruzada tangencial na base e estratificação cruzada sigmoidal
	Formação São Sebastião	TUC-5 ⁽²⁾	Arenitos flúvio-eólicos relacionados a depósitos de barras fluviais	A3-V A8-Va A8-Vb A9-H2 A9-Va A9-Vb	Arenitos finos a médios com estratificação cruzada composta
	Formação São Sebastião	TUC-41 ⁽²⁾	Arenitos finos a médio que compõem topo de barra fluvial e canais abandonados	A1-V A6-H1 A6-H2 A7-H2 A8-H1 A11-H1 A11-Va A11-Vb	Arenitos finos a médios com laminação cruzada (ripples) e laminação plano paralela
Bacia do Parnaíba / Grupo Serra Grande	Formação Ipú	PSG -09 ⁽³⁾	Arenito fino a médio fluviais	A13-H1a A13-H1b A13-H1c	Arenito fino a médio, com estratificação cruzada
	Formação Jaicós	PSG-23 ⁽³⁾	Arenito fino a médio fluviais	A-Vb	Arenito fino a médio, com estratificação cruzada

Tabela 3 – Principais características físico químicas dos solventes utilizados para suspensão das NPMags

Solvente	Características Físico Químicas			
	Fórmula química	Densidade (g.cm ⁻³)	Solubilidade em água	Viscosidade a 20°C (cP)
Tetrahidrofurano (THF)	C ₄ H ₈ O	0,89	Miscível	0,48
Vaselina Líquida	Mistura de hidrocarbonetos saturados entre C ₁₆ e C ₅₀	0,90	Imiscível	110 a 230

5.2.1 .Impregnação das Amostras com Ferrofluido de NPMag + Vaselina Líquida

As 13 amostras designadas para impregnação com NPMag em suspensão de vaselina líquida (1%NPMagV) foram impregnadas por embebição à vácuo conforme descrito no item 4.3.4. A concentração de NPMag utilizada para todas as amostras foi de 1% e a densidade final do fluído foi de 0,91 g.cm⁻³. Os resultados de porosidade calculada pela impregnação com ferrofluído (øFe), de acordo com a técnica descrita no item 4.3.6., foram comparados com os resultados de porosidade calculada por injeção à gás (øHe) apresentados nos trabalhos de Hilbert (2016) e Figueiredo (2017) (Tabela 4).

A øHe das amostras analisadas variou entre 24,0% a 31,8% com média de 27,5%. Os valores de øFe calculada pela impregnação das amostras variaram entre 18,3% e 28,1% com média de 22,0%. Os resultados de porosidade a gás, foram plotadas versus os resultados de porosidade a ferrofluído (Figura 18) indicando uma relação de proporcionalidade baixa (com R²=0,50) entre os dois resultados de porosidade. A øFe apresentou valores entre 3 e 35% (média de 20%) menores do que os valores de øHe.

A Tabela 4, apresenta os resultados das medições de Anisotropia e Susceptibilidade Magnética (ASM) nas amostras antes da impregnação com ferrofluido. Nota-se em todas as amostras valores muito baixos de susceptibilidade magnética (χ) variando de 5,6 x10⁻⁶ a 67,8 x 10⁻⁶, com média de 29,0x10⁻⁶, compatíveis com a mineralogia das amostras, compostas predominantemente por grãos de quartzo e feldspato com características diamagnéticas.

Figura 18 – Gráfico de porosidade medida a partir da impregnação com 1%NPMag + vaselina (ϕFe) versus a porosidade a gás hélio (ϕHe)

Tabela 4 - Resultados de trama Magnética dos Grãos - Pré - Impregnação com NPMag + Vaselina em plugs coletados por Hilbert (2016), Figueiredo, (2017) e Ardito (dados ainda não publicados)

AMOSTRA (PLUG)	$\chi \cdot 10^{-6}$	P_{mag}	L_{mag}	F_{mag}	T	Q	D_{max}	I_{max}	D_{int}	I_{int}	D_{min}	I_{min}
TUC-5-A3-V	5,64	1,083	1,056	1,026	-0,364	1,055	210	5	301	11	94	78
TUC-5-A8-V-A	9,51	1,051	1,010	1,040	0,598	0,228	293	2	23	24	199	66
TUC-5-A8-V-B	9,95	1,052	1,030	1,022	-0,158	0,827	231	7	137	30	332	59
TUC-5-A9-V-A	27,65	1,036	1,016	1,019	0,080	0,604	341	3	74	52	249	38
TUC-5-A9-V-B	21,22	1,051	1,010	1,040	0,590	0,234	307	28	207	18	89	56
TUC-41-A1-V	67,78	1,029	1,004	1,024	0,700	0,164	4	1	95	19	270	71
TUC-41-A3-V	11,09	1,056	1,023	1,033	0,174	0,531	69	3	160	14	329	75
TUC-41-A6-H1	21,04	1,015	1,010	1,005	-0,290	0,955	206	60	54	27	318	12
TUC-41-A6-H2	37,00	1,013	1,007	1,007	-0,016	0,684	142	58	262	17	0	26
TUC-41-A7-V-A	17,22	1,034	1,017	1,016	-0,019	0,692	41	28	304	13	193	59
TUC-41-A11-H1	36,92	1,028	1,002	1,025	0,825	0,092	56	76	184	9	276	11
TUC-63-A1-H1	42,20	1,029	1,010	1,019	0,317	0,311	244	5	349	71	152	18
TUC-63-A2-H2	32,61	1,032	1,007	1,025	0,537	0,265	123	10	224	47	25	41
TUC-63-A2-V	50,07	1,033	1,003	1,030	0,818	0,097	111	15	206	17	341	67
TUC-63-A3-V	57,94	1,023	1,012	1,011	-0,047	0,714	225	16	318	13	86	70
TUC-63-A5-V	53,97	1,024	1,007	1,017	0,432	0,334	177	24	84	6	340	65
TUC-63-A7-V	37,15	1,024	1,006	1,017	0,457	0,317	239	11	147	14	7	72
TUC-63-A7-V-B	40,11	1,044	1,016	1,027	0,251	0,468	291	1	200	37	22	53
TUC-63-A10-V	15,68	1,046	1,013	1,032	0,430	0,339	217	7	122	37	316	52
TUC-63-A10-H1	18,72	1,037	1,022	1,014	-0,199	0,865	64	10	170	56	327	32

Nota: χ = susceptibilidade magnética x 10^{-6} SI, P = grau de anisotropia, L = lineação magnética, F = Foliação Magnética, T formato do elipsoide, Q = parâmetro de forma, D e I , declinação e inclinação ($_{max}$ do K máximo, $_{int}$ do K intermediário, $_{min}$ do K mínimo)

Susceptibilidades muito baixas, diamagnéticas, como as observadas nas amostras antes da impregnação resultam em valores de ASM inconsistentes, tal fato pode ser observado pelos maiores valores de anisotropia (P) normalmente relacionado aos menores valores de susceptibilidade magnética (χ).

Para melhor diferenciação entre os resultados de pré e pós impregnação com ferrofluido os dados de susceptibilidade magnética (χ) após a impregnação são aqui denominados χ_{poro} , visto que refletem características do espaço poroso.

Os resultados das análises ASM nas amostras após a impregnação com ferrofluido a base de vaselina (Tabela 5) indicaram aumento nos valores de susceptibilidade magnética. Os valores de χ_{poro} variaram entre $0,7 \times 10^{-3}$ a $1,3 \times 10^{-3}$ com média de $1,0 \times 10^{-3}$, observa-se, entretanto, que o aumento de susceptibilidade foi menor do que o esperado (3 ordens de grandeza) para a concentração de 1% de NPMag. Os resultados de χ_{poro} foram comparados aos valores de $\emptyset He$ e $\emptyset Fe$ (Figura 19). Nota-se uma relação ruim entre $\emptyset Fe$ e χ_{poro} ($R^2=0,47$) porém ainda assim mais compatível do que a entre $\emptyset He$ e χ_{poro} ($R^2=0,16$).

A diferença observada entre as relações entre $\emptyset He$ e $\emptyset Fe$ está relacionada provavelmente à alta viscosidade da vaselina, entre 110 a 230 cP (centipoise), maior que a viscosidade do gás hélio (0,02 cP). A viscosidade de um fluido influi diretamente na resistência que ele enfrenta ao escoamento nos espaços porosos, principalmente em espaços menores como gargantas de poros e microporos. Desta forma a suspensão das NPMag em vaselina não se mostrou adequada para utilização na análise da trama porosa dos *plugs*, visto que o fluido não conseguiu penetrar no espaço poroso com a mesma efetividade que o gás hélio, fluido tradicionalmente utilizado na determinação das características petrofísica em meios porosos.

Tabela 5 - Resultados de trama Magnética dos Poros - Pós - Impregnação com NPMag + Vaselina em plugs coletados por Hilbert (2016), Figueiredo, (2017) e Ardito (dados ainda não publicados)

AMOSTRA (PLUG)	χ poro. 10^{-3}	P_{mag}	L_{mag}	F_{mag}	T	Q	D_{max}	I_{max}	D_{int}	I_{int}	D_{min}	I_{min}
TUC-5-A3-V	1,014	1,003	1,001	1,002	0,290	0,432	225	16	123	36	336	50
TUC-5-A8-V-A	0,809	1,003	1,001	1,002	0,548	0,255	302	14	40	27	187	58
TUC-5-A8-V-B	0,899	1,003	1,001	1,002	0,278	0,441	33	13	129	26	279	61
TUC-5-A9-V-A	0,940	1,004	1,001	1,004	0,760	0,128	155	4	61	38	250	51
TUC-5-A9-V-B	0,948	1,006	1,001	1,005	0,712	0,156	181	5	274	36	84	54
TUC-41-A1-V	0,880	1,006	1,001	1,005	0,675	0,178	3	4	94	23	263	67
TUC-41-A3-V	1,195	1,004	1,001	1,003	0,504	0,284	278	3	187	9	26	81
TUC-41-A6-H1	0,674	1,001	1,001	1,001	-0,036	0,699	197	51	52	33	310	18
TUC-41-A6-H2	0,835	1,001	1,000	1,001	0,720	0,151	333	5	151	85	243	0
TUC-41-A7-V-A	0,826	1,005	1,002	1,003	0,010	0,578	48	11	317	0	227	79
TUC-41-A11-H1	1,320	1,007	1,002	1,005	0,418	0,341	0	4	221	85	91	3
TUC-63-A1-H1	0,759	1,004	1,000	1,004	0,833	0,088	260	52	59	36	157	11
TUC-63-A2-H2	0,837	1,008	1,002	1,007	0,545	0,258	115	11	219	50	16	37
TUC-63-A2-V	1,226	1,007	1,002	1,005	0,459	0,314	77	0	167	29	346	61
TUC-63-A3-V	0,917	1,005	1,001	1,003	0,440	0,326	238	18	147	1	55	72
TUC-63-A5-V	1,225	1,007	1,002	1,005	0,447	0,322	177	28	82	9	336	61
TUC-63-A7-V	1,094	1,005	1,001	1,004	0,568	0,243	239	12	148	8	25	75
TUC-63-A7-V-B	1,129	1,006	1,001	1,005	0,681	0,174	360	1	269	4	108	86
TUC-63-A10-V	0,795	1,005	1,001	1,004	0,566	0,244	98	9	191	21	346	67
TUC-63-A10-H1	1,119	1,005	1,002	1,003	0,293	0,431	93	44	212	27	322	34

Nota: χ poro = susceptibilidade magnética $\times 10^{-3}$ SI, P = grau de anisotropia, L = lineação magética, F = Foliação Magnética, T formato do elipsoide, Q =parametro de forma, D e I , declinação e inclinação ($_{max}$ do K máximo, $_{int}$ do K intermediário, $_{min}$ do K mínimo)

Figura 19 - A) Comparação entre valores de ϕ_{He} versus χ_{poro} ; B) Comparação entre valores de ϕ_{Fe} versus χ_{poro}

5.2.2. Impregnação das Amostras com Ferrofluido de NPMag + Tetrahidrofurano (THF)

Visando mitigar a dificuldade de penetração do ferrofluido no espaço poroso, que foi observada com a suspensão a base de vaselina, foi selecionado um solvente com baixa viscosidade para preparação de novas suspensões de ferrofluido. Foi utilizado o composto tetrahidrofurano (THF) visando obter uma boa correlação entre as medidas de ASM e a técnica

clássica de caracterização petrofísica com gás hélio.

Foram testadas duas concentrações de NPMag, 1% (1%NPMagTHF) e 10% (10%NPMagTHF), e duas técnicas distintas de impregnação (embebição e gotejamento, ambos sob vácuo seguindo procedimentos apresentado no item 4.3.4). Os *plugs* utilizados são amostras de rochas siliciclásticas da Bacia do Tucano e do Grupo Serra Grande da Bacia do Parnaíba (Tabela 2 e 4), que já possuíam resultados petrofísicos conhecidos (permeabilidade, porosidade e densidade), obtidos a partir de técnica de injeção de gás He.

Foram utilizadas 21 amostras divididas aleatoriamente em 3 grupos. Grupo 1 com 6 amostras, Grupo 2 com 7 amostras e Grupo 3 com 8 amostras cuja a impregnação foi realizada da seguinte forma:

- Grupo 1 - Fluido de nanopartículas de magnetita a concentração de **1%** diluído em THF, impregnação através de **embebição sob vácuo** (1%NPMagTHF_e);
- Grupo 2 - Fluido de nanopartículas de magnetita a concentração de **1%** diluído em THF, impregnação através de **gotejamento sob vácuo** (1%NPMagTHF_g);
- Grupo 3 - Fluido de nanopartículas de magnetita a concentração de **10%** diluído em poTHF, impregnação através de **gotejamento sob vácuo** (10%NPMagTHF);

Os resultados obtidos foram comparados com os resultados de petrofísica pré-existent. Considerando os 3 grupos de amostras a ϕ_{He} variou entre 7,2% a 31,65% com média de 24,01%, e os valores ϕ_{Fe} calculada pela injeção de ferrofluido nas amostras variaram entre 6,2% e 32,8% com média de 22,3%.

Os resultados para cada Grupo de ϕ_{He} , foram plotados versus ϕ_{Fe} (Figuras 20, 21 e 22), indicando uma ótima correlação entre ambos os dados, acima de 91%, para todos os grupos. As relações entre as ϕ_{He} e ϕ_{Fe} quando as NPMags são impregnadas em concentração de 1% podem ser expressas em equações lineares conforme demonstrado a seguir:

Impregnação por embebição a vácuo

$$\phi_{Fe} = 1,24\phi_{He} - 14,24 \quad (R^2=0,99)$$

Impregnação por gotejamento a vácuo

$$\phi_{Fe} = 0,95\phi_{He} - 0,27 \quad (R^2=0,95)$$

Já para a impregnação com NPMags em concentração de 10% a equação linear que expressa a relação entre ϕ_{He} e ϕ_{Fe} pode ser expressa conforme demonstrado a seguir:

Impregnação por gotejamento a vácuo

$$\phi_{Fe} = 0,99\phi_{He} - 0,48 \quad (R^2=0,92)$$

Figura 20- Comparação entre valores de Porosidade calculadas pela injeção de gás hélio (ϕ_{He}) X Porosidade calculada pela impregnação de ferrofluido (ϕ_{Fe}) das Amostras do Grupo 1, impregnadas por embebição com fluido em concentração de 1% de NPMag

A comparação individual entre os valores ϕ_{He} e ϕ_{Fe} para cada *plug* apresentou variação entre os grupos (Tabela 6). Os *plugs* do grupo 1 apresentaram as maiores diferenças entre as porosidades medidas pelos dois métodos sendo ϕ_{Fe} em média 30% menor do que ϕ_{He} . As amostras do grupo 2 apresentaram resultados muito similares entre a ϕ_{He} e ϕ_{Fe} com valores em média 10% menores para ϕ_{Fe} . O grupo 3, levando-se em consideração a média entre ϕ_{He}/ϕ_{Fe} observada nos *plugs*, não apresentou variação entre as porosidades calculadas pelos dois métodos.

Figura 21 - Comparação entre valores de Porosidade calculadas pela injeção de gás hélio (ϕHe) X Porosidade calculada pela impregnação de ferrofluido (ϕFe) das Amostras do Grupo 1, impregnadas por gotejamento com fluido em concentração de 1% de NPMag

Figura 22 - Comparação entre valores de Porosidade calculadas pela injeção de gás hélio (ϕHe) X Porosidade calculada pela impregnação de ferrofluido (ϕFe) das Amostras do Grupo 1, impregnadas por gotejamento com fluido em concentração de 10% de NPMag

As análises indicaram que a impregnação à vácuo de NPMag quando realizada através de sua suspensão em THF, independente da técnica de impregnação (embebição ou gotejamento) possui capacidade semelhante ao gás hélio em escoar pelo espaço poroso, sendo muito maior do que a capacidade da suspensão a base de vaselina. Isso deve-se ao fato da viscosidade do THF ser muito mais baixa (0,48 cP) que a viscosidade da vaselina (110 a 230 cP) e mais próxima à viscosidade do hélio (0,02 cP).

A Tabela 7, apresenta os resultados das medições ASM nas amostras antes da impregnação com ferro fluido. As amostras apresentaram valores de susceptibilidade magnética (χ) variando de $3,4 \times 10^{-6}$ a $630,2 \times 10^{-6}$. Observou-se que as amostras denominadas SI-34C (entre 221×10^{-6} e 630×10^{-6}), pertencentes a um mesmo afloramento, apresentaram os maiores valores de χ refletindo uma maior presença de minerais ferrosos tal qual o indicado pela descrição mineralógica para essas amostras realizada Hilbert (2016). Excluindo as amostras do SI-34C a média de χ foi de $21,46 \times 10^{-6}$ compatível com a mineralogia observada por Hilbert (2016) e Figueiredo (2017) nas amostras destas fácies com predominância de grão de quartzo e feldspato.

Os resultados das análises de ASM nas amostras após a impregnação com ferrofluido (Tabela 8) indicaram valores relativamente elevados de susceptibilidade magnética χ_{poro} que variaram entre $0,67 \times 10^{-3}$ a $2,87 \times 10^{-3}$ para as amostras impregnadas com fluido a 1% nanopartículas de magnetita e de $3,36 \times 10^{-3}$ a $27,87 \times 10^{-3}$ para as amostras impregnadas com fluido a 10% de nanopartículas de magnetita.

Tabela 6 - Comparação entre $\varnothing Fe$ e $\varnothing He$ dos plugs analisados separados por grupos

Amostras		$\varnothing Fe$ (%)	$\varnothing He$ (%)	$\varnothing He/\varnothing Fe$
Grupo 1 1%NPMagTHF _e	TUC-05-A15-H1-a	14,4	23,0	0,6
	TUC-05-A15-H2	15,1	23,5	0,6
	TUC-41-A7-H2	19,3	27,8	0,7
	SI-34-CI-Va	24,8	31,4	0,8
	SI-34-CI-Vc	24,6	31,4	0,8
	SI-34-CI-H1a	24,2	30,9	0,8
	Média	20,4	28,0	0,7
Grupo 2 1%NPMagTHF _g	TUC-05-A09-H2	23,0	23,4	1,0
	TUC-41-A8-H1	23,6	21,4	1,1
	TUC-63-A09-H1-b	30,6	30,9	1,0
	TUC-63-A10-H2	26,2	31,7	0,8
	PSG-09-A13-H1-a	6,2	7,2	0,9
	PSG-09-A13-H1-B	6,2	7,2	0,9
	PSG-23-A-Vb	11,4	13,9	0,8
	Média	18,2	19,4	0,9
Grupo 3 10%NPMagTHF _g	TUC-41-A11-V-a	28,0	28,3	1,0
	TUC-41-A11-V-b	32,1	28,3	1,1
	TUC-41-A8-H1a	23,2	21,4	1,1
	TUC-41-A8-H1b	21,5	21,4	1,0
	TUC-63-A10-H2-b	27,0	31,7	0,9
	PSG-09-A13-H1-c	6,5	7,2	0,9
	SI-34-CI-Vb	32,8	31,4	1,0
	SI-34-CI-H1c	30,7	30,9	1,0
	Média	25,2	25,1	1,0

Tabela 7- Resultados de trama Magnética dos Grãos - Pré Impregnação em plugs coletados por Hilbert (2016), Figueiredo, (2017) e Ardito (dados ainda não publicados)

AMOSTRA (PLUG)	$\chi \cdot 10^{-6}$	P_{mag}	L_{mag}	F_{mag}	T	Q	D_{max}	I_{max}	D_{int}	I_{int}	D_{min}	I_{min}
<i>GRUPO 1</i>												
TUC-05-A15-H1-a	12,87	1,020	1,003	1,017	0,74	0,14	353	31	222	48	100	25
TUC-05-A15-H2	32,6	1,003	1,003	1,003	0,093	0,587	194	8	302	66	100	23
TUC-41-A7-H2	8,311	1,036	1,003	1,033	0,821	0,095	2	11	100	37	258	51
SI-34-CI-Va	470	1,061	1,016	1,044	0,468	0,315	289	24	25	12	138	63
SI-34-CI-Vc	630,2	1,065	1,016	1,048	0,495	0,297	60	24	154	10	265	63
SI-34-CI-H1a	487	1,056	1,01	1,045	0,617	0,217	285	28	131	60	21	11
<i>GRUPO 2</i>												
TUC-05-A09-H2	25,26	1,03	1,011	1,019	0,292	0,435	156	18	42	52	257	33
TUC-41-A8-H1	26,33	1,026	1,005	1,021	0,627	0,208	194	46	2	43	97	6
TUC-63-A09-H1-b	59,41	1,021	1,003	1,018	0,674	0,179	176	6	291	75	85	14
TUC-63-A10-H2	23,99	1,014	1,002	1,012	0,745	0,137	64	3	158	51	332	39
PSG-09-A13-H1-a	3,366	1,268	1,158	1,095	-0,237	0,430	353	3	262	12	98	77
PSG-09-A13-H1-B	12,04	3,002	1,254	2,394	0,588	0,358	66	1	182	87	336	3
PSG-23-A-Vb	1,177	1,455	1,144	1,271	0,281	0,505	225	6	320	39	128	51
<i>GRUPO 3</i>												
TUC-41-A11-V-a	31,03	1,028	1,015	1,012	-0,112	0,777	315	24	208	33	74	47
TUC-41-A11-V-b	27,65	1,020	1,001	1,019	0,927	0,038	103	22	194	3	292	67
TUC-41-A8-H1a	21,16	1,027	1,021	1,006	-0,537	1,254	154	15	4	72	247	8
TUC-41-A8-H1b	19,51	1,034	1,027	1,007	-0,58	1,313	277	83	145	5	54	5
TUC-63-A10-H2-b	17,16	1,029	1,008	1,021	0,462	0,315	54	16	174	60	317	25
SI-34-CI-Vb	221,0	1,053	1,016	1,037	0,395	0,364	189	23	286	15	46	62
SI-34-CI-H1c	331,7	1,047	1,011	1,035	0,515	0,282	308	29	105	59	212	10

Nota: χ = susceptibilidade magnética $\times 10^{-6}$ SI, P = grau de anisotropia, L = lineação magética, F = Foliação Magnética, T formato do elipsoide, Q =parametro de forma, D e I , declinação e inclinação ($_{max}$ do K máximo, $_{int}$ do K intermediário, $_{min}$ do K mínimo)

Com relação ao grau de anisotropia P os valores observados nas amostras após impregnação com ferrofluido (entre 1,002 e 1,023) apresentaram, conforme esperado, grau de anisotropia mais baixo do que o observado nas amostras antes da impregnação (1,003 a 3,002).

Os resultados de χ_{poro} foram corrigidos através da subtração simples dos valores de χ obtidos nas medições do *plugs* secos (antes da impregnação) e comparados aos valores de porosidade a ferrofluido e de porosidade a gás para cada um dos grupos de amostras (Fig.23, 24 e 25). Nota-se que a relação entre ϕ_{Fe} e χ_{poro} é similar à relação entre ϕ_{He} e χ_{pore} nos grupos 1 e 2, enquanto no Grupo 3 a relação entre ϕ_{Fe} e χ_{poro} é melhor do que a de ϕ_{He} e χ_{poro} .

Entre os grupos observou-se uma melhor correlação entre os impregnados com fluido com concentração de 1% de magnetita (Grupo 1 e 2, $R=0,86$ e $0,80$) do que o Grupo 3 ($R=0,72$) impregnado com fluido com concentração de 10%. Entre os Grupos 1 e 2 foi possível observar uma correlação um pouco melhor para o Grupo 1 ($R=0,85$) impregnado por embebição do que para o Grupo 2 ($R=0,79$). Ressalta-se, entretanto, que o Grupo 2, ao contrário ao Grupo 1,

possui algumas amostras com porosidade muito baixa e consequentemente com possibilidade de maior desvio entre as correlações.

Tabela 8 - Resultados de trama Magnética dos Poros - Pós Impregnação em plugs coletados por Hilbert (2016), Figueiredo, (2017) e Ardito (dados ainda não publicados)

AMOSTRA (PLUG)	$\chi_{\text{poro}} \cdot 10^{-3}$	P_{mag}	L_{mag}	F_{mag}	T	Q	D_{max}	I_{max}	D_{int}	I_{int}	D_{min}	I_{min}
<i>GRUPO 1</i>												
TUC-05-A15-H1-a	1,211	1,003	1,001	1,002	0,157	0,534	220	22	348	56	120	24
TUC-05-A15-H2	1,334	1,002	1,001	1,001	0,115	0,569	261	27	24	45	151	33
TUC-41-A7-H2	1,537	1,003	1,000	1,002	0,767	0,124	318	45	131	45	224	4
SI-34-CI-Va	2,755	1,016	1,004	1,012	0,533	0,266	287	26	23	12	135	61
SI-34-CI-Vc	2,484	1,023	1,005	1,017	0,531	0,268	56	25	151	11	264	63
SI-34-CI-H1a	2,812	1,016	1,003	1,013	0,574	0,24	282	25	130	62	17	11
<i>GRUPO 2</i>												
TUC-05-A09-H2	2,249	1,002	1,001	1,001	0,139	0,549	5	1	96	39	274	51
TUC-41-A8-H1	1,980	1,002	1,001	1,002	0,362	0,38	182	55	359	35	90	1
TUC-63-A09-H1-b	2,870	1,005	1,002	1,003	0,327	0,405	1	1	269	74	91	16
TUC-63-A10-H2	2,027	1,002	1,002	1,001	-0,51	1,213	50	7	143	18	300	71
PSG-09-A13-H1-a	1,537	1,014	1,003	1,011	0,573	0,239	237	8	327	3	79	81
PSG-09-A13-H1-B	0,677	1,004	1,001	1,003	0,692	0,167	184	14	42	73	276	10
PSG-23-A-Vb	1,045	1,010	1,005	1,005	-0,01	0,678	154	0	64	12	245	78
<i>GRUPO 3</i>												
TUC-41-A11-V-a	26,29	1,013	1,002	1,012	0,761	0,128	291	12	201	2	101	78
TUC-41-A11-V-b	25,8	1,013	1,003	1,010	0,558	0,25	168	6	77	2	327	84
TUC-41-A8-H1a	27,87	1,008	1,005	1,003	-0,202	0,861	332	9	84	68	238	20
TUC-41-A8-H1b	23	1,011	1,009	1,002	-0,611	1,351	255	2	347	52	163	38
TUC-63-A10-H2-b	20,94	1,006	1,002	1,004	0,312	0,417	229	12	131	30	338	57
PSG-09-A13-H1-c	3,362	1,008	1,002	1,006	0,414	0,344	32	7	302	0	211	83
SI-34-CI-Vb	24,85	1,015	1,001	1,013	0,794	0,109	177	11	269	12	46	74
SI-34-CI-H1c	23,58	1,015	1,012	1,003	-0,562	1,285	299	8	36	38	199	51

Nota: χ_{poro} = susceptibilidade magnética $\times 10^{-3}$ SI, P = grau de anisotropia, L = lineação magética, F = Foliação Magnética, T formato do elipsoide, Q = parâmetro de forma, D e I , declinação e inclinação ($_{\text{max}}$ do K máximo, $_{\text{int}}$ do K intermediário, $_{\text{min}}$ do K mínimo)

Figura 23- Grupo 1 plugs impregnados por embebição com fluido em concentração de 1% de magnetita A) Comparação entre valores de $\varnothing Fe$ versus χ_{poro} ; B) Comparação entre valores de $\varnothing He$ versus χ_{poro} .

Figura 24 - Grupo 2 plugs impregnados por gotejamento com fluido em concentração de 1% de magnetita A) Comparação entre valores de ϕ_{Fe} versus χ_{poro} . B) Comparação entre valores de ϕ_{He} versus χ_{poro} .

Figura 25 - Grupo 3 plugs impregnados por gotejamento com fluido em concentração de 10% de magnetita A) Comparação entre valores de ϕ_{Fe} versus χ_{poro} ; B) Comparação entre valores de ϕ_{He} versus χ_{poro}

Conclusão dos ensaios

As ótimas correlações observadas entre os valores de porosidade calculados pela injeção do ferrofluido NPMag+THF e os resultados das análises petrofísicas tradicionais indicaram que a metodologia aplicada através da dispersão das nanopartículas em THF e impregnação a vácuo desenvolvida neste estudo é totalmente aplicável para a avaliação da porosidade de amostras silisiclásticas, visto que as nanopartículas conseguiram permear microporos e gargantas de

poros de maneira semelhante ao o gás Hélio. Entre as diferentes concentrações e formas de impregnação utilizadas observa-se que a mais eficiente, levando em conta custo de aplicação e resultados, é a concentração de 1% de NPMag e que o método de impregnação à vácuo (gotejamento ou embebição) não altera de forma significativa os resultados.

A comparação entre os valores de porosidade e as medições de Anisotropia de Susceptibilidade Magnética após a impregnação das amostras com nanopartículas magnéticas apresentaram ótimas correlações para as amostras impregnadas com fluidos a concentração de 1%.

5.3. Caracterização Faciológica, Textural e de Heterogeneidades de Microescala (porosidade e anisotropia de porosidade) dos Arenitos Fluviais do Grupo Serra Grande

Os trabalhos de campo compreenderam o estudo de dois afloramentos, pertencentes às formações Ipú e Jaícos, respectivamente aflorantes nos municípios de Tianguá e São Benedito (CE). Nestas localidades, que compõem a borda nordeste da Bacia do Parnaíba, afloram as sucessões fluviais, marinhas e glaciais do Grupo Serra Grande.

Nos dois afloramentos estudados, foram realizadas descrições das fácies e associações de fácies sedimentares presentes nestes afloramentos, além de identificados os elementos arquiteturais de barras e topos de barras (em semelhança aos trabalhos de Freitas 2014), e as principais fácies sedimentares representativas destes elementos arquiteturais.

Os trabalhos de campo envolveram também a coleta de amostras (*plugs* com cerca de 8 cm de diâmetro) que foram posteriormente utilizadas para aquisição de *plugs* com diâmetro de 1 polegada, em que se empregou as seguintes análises geofísicas: (i) análise de porosidade com injeção de ferrofluido (ii) análise de porosidade por imagem (em lâminas delgadas), e (iii) análise de ASM (descritos no item 4.2.). Por fim, estes dados foram comparados com os dados de fácies e elementos arquiteturais.

5.3.1. Formação Ipú – Afloramento SG-VIII

Fácies e Elementos Arquiteturais

O afloramento pertencente a Formação Ipú, denominado SG-VIII, localiza-se ao longo da BR-222, no Município de Tianguá, próximo à divisa dos estados do Piauí (Município de São João da Fronteira) e Ceará (Município de Tianguá). Esse afloramento é representativo da porção intermediária a superior da Formação Ipú, na borda nordeste da bacia cujas fácies mais características correspondem à arenitos de granulação fina a grossa, com estratificações cruzadas acanaladas e cruzadas tabulares, localmente com seixos de diâmetros inferiores a 3 cm concentrados na base das séries de estratos cruzados.

Nesta localidade a Formação Ipú apresenta predomínio de séries de estratos cruzados acanalados (variando entre 10 a 46 cm de espessura) de arenitos finos a médios, bem selecionados, que se encontram sobrepostos a superfícies erosivas representativas de processos de erosão por avulsão de canais; o elemento arquitetural (EA) em que ocorrem estas fácies (representadas pela letra A na Figura 26) foi interpretado como barras.

Lateralmente observa-se variação do EA de barras para fácies com estruturas convolutas (representado pela letra C na Figura 26), possivelmente originadas pela alta taxa de sedimentação que pode gerar liquefação dos estratos. Destaca-se que os estratos cruzados das barras apresentam cruzadas acanaladas ou sigmoides, passam para o topo para lentes de espessuras centimétricas de arenitos finos com *climbing ripples* e marcas onduladas, ou arenitos de granulação fina à média fina com estratificação cruzada tabular de baixo ângulo. Estas associações de fácies sedimentares são aqui descritas como elemento arquitetural (EA) de barra.

Os elementos arquiteturais de barras passam (em direção ao topo) para estratos (de espessuras métricas) que apresentam lentes de arenito fino com *climbing ripples* e raras estruturas de regime de fluxo transicional ou superior, representando possivelmente uma geração por correntes em águas rasas, aqui interpretados como elementos arquiteturais de topos de barras, gerados em águas rasas (B na Figura 26).

Foram retiradas 26 amostras de 2 fácies distintas identificadas no EA de barras, correspondendo às fácies A e C (Figura 26). Devido a sua posição no afloramento não foi possível a coleta de amostras no EA de topo de barra.

A fácies A é aqui representada pelas amostras numeradas de 1 a 18 e 26, correspondendo a arenitos de granulação média fina à média (por vezes grossa), de séries tabulares de

estratificação cruzada tabular a acanalada, além de sigmoidal, com espessuras decimétricas. Associado à fácies **A**, nos topos dos estratos cruzados, ocorrem lentes de espessuras centimétricas de arenitos de granulação fina à média fina com estratificação cruzada tabular de baixo ângulo. A fácies C (também relacionadas aqui aos depósitos de barra) representados pelas amostras 19 a 25 correspondem a arenitos de granulação média a fina à média com estrutura convoluta.

A Facies **B** corresponde a arenitos com granulação média a média grossa em séries de estratos cruzados acanalados.

A (Tabela 9) apresenta as medidas das paleocorrentes (obtidas em estratificações cruzadas) que foram medidas em campo no afloramento SG-VIII da Formação Ipú. Observa-se que a direção média das cruzadas é N-S (358° com intervalo de confiança de 32°).

Tabela 9 - Medidas de Paleocorrentes (medida dip-direction), nota-se que não foram tiradas medidas dos pontos com estruturas convolutas

PONTO DE AMOSTRAGEM	DIREÇÃO	MERGULHO
1	60	30
3	65	14
4	352	15
5	7	32
6	33	19
7	21	33
8	104	20
9	359	11
10	310	20
15	349	16
16	264	28
17	287	12
18	305	22
26	350	22

SG-VIII

N290

N110

Legenda

- A - Depósitos de barra
- B - Depósitos de topo de barra
- C - Depósitos de barras convolutas

- Superfícies erosivas
- Superfícies de topos de barra

Figura 26 - Fotomosaico do afloramento SG-VIII com delimitação das fácies e superfícies identificadas. Localização das amostras estão representadas através de seus números

Descrição Petrográfica

A análise petrográfica de 42 lâminas delgadas do afloramento SG-VIII da Formação Ipú indicou arenitos de granulação variando entre fina à média, moderadamente a bem selecionados e grãos subangulosos a subarredondados (Figura 27). Esses arenitos foram classificados, de acordo com Folk (1974) como arenitos subfeldspáticos. Não foram observados fragmentos líticos. Dentre os constituintes detríticos do arcabouço os mais abundantes são minerais de quartzo (até 75%) que aparecem predominantemente de forma monocristalina e feldspatos detríticos (de 25% a 30%) que em sua grande parte estão parcialmente dissolvidos e muitas vezes totalmente substituídos por argila autigênica (Figura 27), possivelmente caulinita (pseudo ou epimatriz). A caulinita ocorre como agregados vermiculares ou livrinhos (booklets) substituindo os grãos feldspáticos ou preenchendo poros intergranulares. São observadas cutículas e agregados de óxidos de ferro indicando que ocorreu processo de ferruginização principalmente sobre as argilas (Figura 27).

Do ponto de vista textural, os arenitos da Formação Ipú no afloramento SGVIII são considerados submaduros, em função do conteúdo de matriz deposicional, da seleção granulométrica e do arredondamento. Mineralogicamente, são também classificados como submaduros, visto a proporção de constituintes mais resistentes (quartzo) e os menos resistentes (feldspatos e fragmentos líticos). O contato entre os grãos é predominantemente planar, porém são também observados contatos côncavo-convexos e por vezes, suturados (Figura 27) indicando zonas com compactação muito intensa. Outro indicativo da ocorrência de compactação intensa é a presença de cimentação de quartzo (sobrecrescimento de quartzo) (Figura 27).

O empacotamento dessas rochas varia entre normal e fechado. Observa-se em parte das lâminas porosidade predominantemente secundária em função a dissolução parcial ou total de grãos. A grande quantidade de dissolução nestas lâminas resulta subordinadamente na apresentação de contatos de "grãos flutuantes". Foi possível observar em alguns locais que o plano preferencial da porosidade secundária resultante da dissolução tem a mesma direção da orientação preferencial dos grão N-S (Figura 27). Também foi visualizada uma importante contribuição de porosidade intragranular resultado da dissolução interna parcial de feldspatos (*honeycomb*) (Figura 28).

Figura 27 - ,A,B, Caulinita vermicular e em booklets (K) substituindo grão de feldspato, e com cutícula oxidada indicando ferruginização. C,D plano de porosidade secundaria por dissolução seguindo orientação predominante dos grãos. E, F sobrecrecimento de quartzo.

Figura 28 - A,B, Contato suturado entre grãos. C,D porosidade intragranular resultado da dissolução interna parcial de feldspato textura honeycomb. No canto direito inferior é possível observar mica compactada. E, F porção contínua de argila autigênica, note textura honeycomb. No canto direito inferior é possível observar mica compactada. E, F porção contínua de argila autigênica, note textura booklet e cócriculas de oxidação (A,C,E, fotomicrografias com polarizador cruzado. B,D,F, fotomicrografias com polarizador descruzado)

Análise de Porosidade

Seguindo os procedimentos descritos no item 4.3.7 foram obtidos dados de porosidade por análise de imagem a partir de lâmina delgada, denominada aqui $\emptyset_{\text{imag}}$ (Tabela 10) para 10 amostras do afloramento SG-VIII da Formação Ipú, sendo 6 representando porosidades horizontais (direção paralela ao acamamento) e 4 verticais (direção perpendicular ao acamamento). As porosidades horizontais calculadas por análise de imagem variaram entre 8,4% e 26,8 % e as verticais entre 3,0% e 23,4%. Visto que a porosidade é calculada a partir da média observada em mais de 20 imagens também é calculado o desvio padrão para as $\emptyset_{\text{imag}}$.

Tabela 10 - Comparação entre $\emptyset_{\text{imag}}$ e $\emptyset_{\text{Fe}}$ e porcentagem de microporosidade nas amostras do SG-VIII

Amostras SG-VIII	$\emptyset_{\text{imag}}$ (%)	Desvio Padrão (%)	$\emptyset_{\text{Fe}}$ (%)	microporosidade (%)	microporosidade em relação a porosidade total
2 - H	8,4	5,1	24,1	entre 16 e 21	75%
2 - V	3,0	1,4			
3 - H	16,5	6,7	29,9	entre 12 e 20	51%
3 - V	10,8	7,1			
11 - H	26,8	7,4	24,4	entre 0 e 4	0
11 - V	23,4	11,9			
18 - H	19,5	7,2	26,7	entre 6 e 9	22%
19 - H	10,9	5,6	24,2	entre 12 e 14	56%
19 - V	9,3	4,0			
26 - H	12,1	4,6	27,9	entre 15 e 16%	54%

A $\emptyset_{\text{Fe}}$ (item 4.3.6) também foi calculada para todos os pontos de amostragem no SG-VIII a partir da impregnação com ferrofluido (Tabela 11). Foram observadas $\emptyset_{\text{Fe}}$ entre 18,2% e 31,1% com média de 24,7%.

A Tabela 7 apresenta também a comparação entre $\emptyset_{\text{imag}}$ e a $\emptyset_{\text{Fe}}$. Mesmo levando-se em conta o desvio padrão é notável em muitas amostras (amostras 2, 3, 29 e 26) uma grande

diferença entre os dois métodos de análise da porosidade. Observando em detalhe as fotomicrografias das lâminas dessas amostras é possível observar que o método de cálculo da porosidade por análise de imagem não considera na contagem da porosidade a microporosidade secundária, resultante de principalmente da dissolução parcial de grãos ou argila. Vale observar que nas amostras 2, 3, 19 e 26 o tipo de porosidade predominante é a microporosidade (Figura 29).

Por sua vez nota-se que o ferrofluido 1%NPMag+THF possui a capacidade de penetrar inclusive nas menores porosidades e apresenta desta forma um resultado no cálculo de ϕ_{Fe} que inclui microporosidades. Desta forma, a partir da diferença entre os dois métodos é possível estimar a porcentagem de porosidade que corresponde a microporosidade. Nota-se grande presença de microporosidade nas rochas do afloramento SG-VIII correspondendo em média a 43% da porosidade total.

Figura 29 –Fotomicrografias de lâminas delgadas do afloramento SG-VIII, notar que a microporosidade é o tipo de porosidade predominante

Tabela 11- Dados de Medição dos plugs, do afloramento SGVIII - Fm. Ipu, para cálculo de porosidade.

Densidade do 1%NPMag+THF é 0,8933g.cm-3

Amostras SGVIII	Massa Pré Impregnação (g)	Massa pós Impregnação (g)	Massa de fluido adicionada (g)	Volume adicionado de fluido (mL)	Volume total do plug (cm ³)	ØFe (%)
1A	14,81	16,22	1,41	1,58	7,89	20,0
2A	17,40	19,53	2,13	2,39	9,92	24,1
3A	14,82	17,27	2,45	2,74	9,16	29,9
4A	16,97	18,38	1,41	1,58	8,68	18,2
5C	15,14	16,56	1,42	1,59	8,19	19,4
6B	15,04	16,98	1,94	2,17	8,81	24,6
7C	16,59	18,55	1,96	2,20	9,42	23,3
8C	14,27	16,22	1,94	2,18	8,27	26,3
9A	13,61	15,14	1,53	1,71	7,51	22,8
10B	15,21	16,90	1,69	1,89	8,38	22,6
11B	14,88	16,78	1,90	2,12	8,69	24,4
12A	16,47	18,52	2,05	2,30	9,32	24,7
13A	14,80	16,42	1,62	1,81	8,18	22,2
14A	17,19	19,05	1,86	2,08	9,40	22,1
15C	18,15	20,05	1,90	2,13	9,86	21,6
16A	15,87	17,49	1,62	1,82	8,89	20,4
17C	13,03	14,60	1,57	1,76	7,45	23,6
18B	13,53	15,46	1,92	2,15	8,06	26,7
19C	18,30	20,57	2,27	2,54	10,50	24,2
20C	14,16	16,14	1,98	2,22	8,55	25,9
21B	17,70	20,66	2,96	3,31	10,93	30,3
22C	16,06	18,51	2,45	2,74	9,47	28,9
23B	17,20	20,18	2,97	3,33	10,69	31,1
24B	16,95	19,46	2,50	2,80	10,23	27,4
25C	12,43	14,54	2,11	2,36	7,83	30,1
26C	15,06	17,24	2,18	2,44	8,75	27,9

Anisotropia de Susceptibilidade Magnética Pré - Impregnação

Os arenitos da Formação Ipú apresentaram resultados de trama dos grãos magnéticos similar em todas as fácies observadas no afloramento SG-VIII (Tabela 12). Todos os valores de susceptibilidade magnética (χ) das amostras deste afloramento mostraram-se baixos e homogêneos na ordem de 10^{-6} . A combinação de susceptibilidades diamagnéticas muito baixas, dos grãos de quartzo predominantes na matriz, com susceptibilidades paramagnéticas, devido à presença eventual de minerais magnéticos ou infiltração de oxidações, pode levar a inconsistências nas razões de anisotropia magnética P , desta forma foram utilizadas as correções propostas por Rochette (1987) e Rochete *et al.* (1992) para susceptibilidade magnética em rochas com predominância de grãos de quartzo, conforme apresentado a seguir.

$$L' = (L \times \chi_2 + 1,4) / (\chi_2 + 1,4);$$

$$F' = (\chi_2 + 1,4) / (\chi_2 / F + 1,4);$$

$$\text{Onde } \chi_2 = (3 \times \chi_m) / (L + 1 + 1/F) \text{ e}$$

$$P' = L' \times F'$$

Onde χ_m é o valor médio da susceptibilidade em cada subdivisão de fácies e L' , F' e P' são respectivamente os valores corrigidos de lineação, foliação e anisotropia dos minerais magnéticos naturais da rocha. A Tabela 13 apresenta os valores das medições originais juntamente com os valores corrigidos. Vale notar que os valores corrigidos não são muito diferentes dos valores originalmente medidos, isto deve-se principalmente ao fato dos resultados das medições terem sido homogêneas por todo afloramento. Essas correções foram propostas principalmente para susceptibilidade magnética em rochas cujo componente mineralógico principal é o quartzo tal como o observado nos arenitos da Formação Ipú. As correções proporcionam dados mais homogêneos principalmente do grau de anisotropia (P).

As χ variaram entre $9,33$ a $38,39 \times 10^{-6}$ SI com grau de anisotropia corrigido P' variando entre $1,002$ e $1,059$ ($0,2$ a $5,9\%$), L' entre $1,001$ e $1,049$ e F' entre $1,001$ e $1,040$ (Figura 30). Os valores de T variaram entre $-0,663$ e $0,742$ sendo que em apenas 5 das 26 amostras apresentaram valores negativos. Os graus de anisotropia P' para todas as amostras foram menores que $1,07$.

Apesar das amostras terem apresentado graus de ASM menores do que 7% , os valores de

T positivos e Q menores que 0,7 indicam tramas planares, (elipsoides de ASM dos minerais magnéticos prolatos), que refletem a foliação deposicional atribuída às correntes deposicionais

Tabela 12 - Resultados de trama Magnética dos Grãos - Pré Impregnação no Afloramento SG-VIII - Formação Ipú

Facies	Amostra	χ	P_{mag}	L_{mag}	F_{mag}	T	Q	D_{max}	I_{max}	D_{int}	I_{int}	D_{min}	I_{min}
A	1A	14,17	1,063	1,052	1,010	-0,663	1,436	182	68	276	2	6	22
	2A	25,87	1,062	1,018	1,043	0,401	0,361	244	72	57	18	148	2
	3A	13,66	1,019	1,009	1,010	0,043	0,633	252	75	85	15	354	3
	4A	30,68	1,034	1,004	1,029	0,742	0,140	31	40	192	49	293	9
	5C	13,50	1,011	1,003	1,007	0,411	0,347	98	5	338	81	189	8
	6B	23,54	1,013	1,004	1,009	0,340	0,397	282	88	108	2	18	0
	7C	28,02	1,059	1,038	1,021	-0,291	0,968	8	84	271	1	181	6
	8C	10,61	1,016	1,003	1,013	0,576	0,239	301	40	140	49	39	10
	9A	12,30	1,030	1,008	1,022	0,453	0,321	93	8	185	13	332	75
	10B	37,27	1,004	1,001	1,002	0,274	0,445	264	55	100	34	5	8
	11B	9,33	1,009	1,002	1,006	0,450	0,320	262	14	113	74	354	8
	12A	14,08	1,018	1,007	1,011	0,201	0,503	275	19	183	7	72	70
	13A	38,39	1,006	1,003	1,003	-0,001	0,669	197	6	305	72	105	17
	14A	50,70	1,072	1,042	1,029	-0,179	0,853	129	86	38	0	308	4
	15C	26,05	1,010	1,003	1,007	0,478	0,301	68	22	284	63	164	15
	16A	27,39	1,002	1,001	1,001	0,015	0,654	259	69	115	18	21	12
	17C	19,31	1,004	1,001	1,004	0,679	0,175	135	20	252	51	32	31
	18B	24,67	1,037	1,021	1,016	-0,158	0,824	317	48	121	41	218	8
	26C	18,62	1,007	1,001	1,006	0,692	0,168	104	73	244	13	336	11
C	19C	24,04	1,007	1,003	1,004	0,197	0,504	71	70	261	20	170	3
	20C	29,48	1,007	1,002	1,004	0,284	0,437	111	8	242	78	20	9
	21B	34,86	1,004	1,001	1,003	0,328	0,404	125	16	265	70	31	12
	22C	27,26	1,008	1,003	1,006	0,352	0,388	138	8	26	69	231	19
	23B	28,03	1,006	1,001	1,005	0,603	0,221	8	83	122	3	212	7
	24B	17,90	1,016	1,005	1,011	0,347	0,393	141	12	26	63	236	23
	25C	22,15	1,016	1,005	1,011	0,410	0,349	141	5	247	72	50	18

Nota: χ = susceptibilidade magnética x 10^{-6} SI, P = grau de anisotropia, L = lineação magética, F = Foliação Magnética, T formato do elipsoide, Q = parâmetro de forma, D e I , declinação e inclinação ($_{max}$ do K máximo, $_{int}$ do K intermediário, $_{min}$ do K mínimo)

Figura 30 - Anisotropia corrigida de grãos magnéticos P' plotada versus o formato do elipsoide T , valores refletem a trama de grãos magnéticos naturais das amostras da Fm. Ipú

Tabela 13 - Valores de Anisotropia, Lineação e Foliação Magnéticas do Afloramento SG-VIII corrigidos

Facies	Amostra	χ_2	P	P'	L	L'	F	F'
A	1A	23,71	1,063	1,059	1,052	1,049	1,010	1,009
	2A	24,10	1,062	1,058	1,018	1,017	1,043	1,041
	3A	23,93	1,019	1,018	1,009	1,009	1,010	1,009
	4A	24,11	1,034	1,031	1,004	1,004	1,029	1,027
	5C	23,95	1,011	1,009	1,003	1,003	1,007	1,007
	6B	23,96	1,013	1,012	1,004	1,004	1,009	1,008
	7C	23,78	1,059	1,056	1,038	1,036	1,021	1,020
	8C	24,00	1,016	1,015	1,003	1,003	1,013	1,012
	9A	24,03	1,030	1,028	1,008	1,008	1,022	1,021
	10B	23,93	1,004	1,003	1,001	1,001	1,002	1,002
	11B	23,96	1,009	1,008	1,002	1,002	1,006	1,006
	12A	23,95	1,018	1,017	1,007	1,007	1,011	1,010
	13A	23,92	1,006	1,006	1,003	1,003	1,003	1,003
	14A	23,81	1,072	1,068	1,042	1,040	1,029	1,027
	15C	23,95	1,010	1,009	1,003	1,003	1,007	1,007
	16A	23,92	1,002	1,002	1,001	1,001	1,001	1,001
	17C	23,94	1,004	1,005	1,001	1,001	1,004	1,004
	18B	23,88	1,037	1,035	1,021	1,020	1,016	1,015
	26C	23,96	1,007	1,007	1,001	1,001	1,006	1,006
C	19C	23,93	1,007	1,007	1,003	1,003	1,004	1,004
	20C	23,93	1,007	1,006	1,002	1,002	1,004	1,004
	21B	23,93	1,004	1,004	1,001	1,001	1,003	1,003
	22C	23,94	1,008	1,009	1,003	1,003	1,006	1,006
	23B	23,95	1,006	1,006	1,001	1,001	1,005	1,005
	24B	23,97	1,016	1,015	1,005	1,005	1,011	1,010
	25C	23,97	1,016	1,015	1,005	1,005	1,011	1,010

Figura 32 - Projeção estereográfica de hemisfério inferior de K_{max} (K1), K_{int} (K2) e K_{min} (K3), dos arenitos da Fm Ipú- fácies C

Trama da porosidade (dados pós Impregnação com 1%NPMag + THF)

Conforme demonstrado no item 5.2.2, a determinação da porosidade através da impregnação com 1%NPMag + THF (ϕ_{Fe}) pode ser muito bem correlacionada com a forma clássica de determinação de porosidade por gás hélio (ϕ_{He}), refletindo a porosidade a gás com grau de confiabilidade de 95%. Os valores de porosidade observados para o afloramento SG-VIII da formação Ipú variaram entre 18% e 31% (Tabela 11).

A Tabela 14 apresenta os dados de ASM medidos após a impregnação dos plugs com ferrofluido. Os valores de χ_{poro} variaram entre 2,12 a $5,78 \times 10^{-3}$ SI com média de $3,57 \times 10^{-3}$. Notou-se um aumento em duas ou três ordens de grandeza entre os valores de χ medidos antes da impregnação e os de χ_{poro} . Devido aos altos valores de susceptibilidade magnética não são necessárias as correções propostas por Rochette (1987) e Rochete *et al.* (1992).

Foram observados graus de anisotropia de porosidade (P) muito baixos (1,000 até 1,005) indicando anisotropias menores do que 0,5%. Valores de L mostraram valores máximos de 1,001, enquanto os valores de F mostraram-se entre 1,001 e 1,006. Os dados de P , L e F pós

impregnação são relativamente mais baixos que do que os observados nas medições pré impregnação (da trama de grãos) entretanto apresentam maior confiabilidade devido aos valores maiores de susceptibilidade magnética (χ_{poro}).

Os valores de T variaram entre 0,018 e 0,886 sempre positivos (elipsoides neutros a prolatos) e Q apresentou valores sempre abaixo de 0,65. Apesar da baixa anisotropia os demais valores de F , L , T e Q indicam para a porosidade predominância de trama planar, mostrando influência da orientação deposicional na porosidade preferencial.

Tabela 14 - Resultados de trama Magnética da Porosidade – Pós Impregnação com 1%NPMag+THF no Afloramento SG-VIII - Formação Ipú

Fácies	Amostra	χ_{poro}	P_{mag}	L_{mag}	F_{mag}	T	Q	D_{max}	I_{max}	D_{int}	I_{int}	D_{min}	I_{min}
A	1A	2,119	1,003	1,000	1,002	0,688	0,170	270	23	97	67	1	3
	2A	3,245	1,004	1,002	1,003	0,274	0,445	308	83	173	5	83	5
	3A	3,529	1,003	1,000	1,003	0,874	0,065	284	79	123	11	32	4
	4A	2,258	1,001	1,000	1,001	0,464	0,310	86	5	287	84	176	2
	5C	2,326	1,000	1,000	1,006	0,846	0,08	296	29	91	59	200	11
	6B	2,971	1,003	1,001	1,003	0,666	0,183	300	49	118	41	209	1
	7C	2,982	1,003	1,001	1,003	0,687	0,17	133	70	322	20	231	3
	8C	3,150	1,002	1,001	1,001	0,078	0,600	138	0	231	81	48	9
	9A	2,738	1,003	1,001	1,002	0,502	0,285	266	8	139	76	358	11
	10B	2,829	1,003	1,001	1,003	0,665	0,183	261	12	125	73	353	12
	11B	3,170	1,005	1,000	1,004	0,830	0,089	128	71	269	15	2	12
	12A	3,280	1,002	1,001	1,001	0,241	0,468	122	21	254	61	24	20
	13A	2,689	1,001	1,000	1,000	0,748	0,135	284	80	83	9	174	3
	14A	3,536	1,004	1,001	1,003	0,362	0,38	55	80	271	8	180	6
	15C	3,595	1,003	1,000	1,003	0,728	0,146	92	84	275	6	185	0
	16A	3,689	1,005	1,001	1,004	0,787	0,113	115	20	287	69	24	2
	17C	3,239	1,004	1,001	1,003	0,445	0,323	132	13	276	74	39	9
	18B	4,170	1,003	1,000	1,003	0,808	0,101	114	4	286	86	24	1
	26C	4,060	1,002	1,001	1,001	0,341	0,395	250	13	93	76	342	5
C	19C	4,429	1,002	1,001	1,001	0,018	0,651	322	79	90	7	181	9
	20C	4,080	1,003	1,001	1,002	0,229	0,478	111	2	206	69	21	21
	21B	5,440	1,003	1,000	1,002	0,677	0,176	53	88	300	1	210	1
	22C	4,510	1,003	1,001	1,002	0,372	0,373	142	10	16	73	235	13
	23B	5,784	1,004	1,000	1,004	0,859	0,073	150	79	302	9	33	5
	24B	4,782	1,005	1,001	1,004	0,719	0,151	127	29	344	55	227	18
	25C	4,207	1,003	1,000	1,003	0,866	0,07	151	25	314	64	58	7

Nota: χ_{poro} = susceptibilidade magnética x 10^{-3} SI referente ao espaço poroso impregnado com ferro fluído, P = grau de anisotropia, L = lineação magnética, F = Foliação Magnética, T formato do elipsoide, Q = parâmetro de forma, D e I , declinação e inclinação ($_{\text{max}}$ do K máximo, $_{\text{int}}$ do K intermediário, $_{\text{min}}$ do K mínimo)

As orientações dos eixos máximos e mínimos (K_1 e K_3) de susceptibilidade observados após a impregnação com 1%NPMag+THF foram plotadas em projeções estereográficas equiárea e de hemisfério inferior (Figura 33) e podem ser comparados com os dados de orientação obtidos antes da impregnação.

Pré - Impregnação - SGVIII - Facies A

Pós - Impregnação - SGVIII - Facies A

Pré - Impregnação - SGVIII - Fácies C

Pós - Impregnação - SGVIII - Fácies C

Figura 33 - Plotagem estereográfica equiária e de hemisfério inferior, de $K_{\text{máximo}}$ e $K_{\text{mínimo}}$ para dados de ASM pré-impregnação e pós-impregnação, Formação Ipú

5.3.2. Formação Jaicós – Afloramento SG-III

Fácies e Elementos Arquiteturais

O afloramento SG-III, pertencente a Formação Jaicós e localiza-se no município de São Benedito, na estrada denominada como Ladeira da Lapa. A unidade sobrepõe-se à Formação Tianguá, porém o contato entre as unidades não aflora na localidade.

Neste afloramento a Formação Jaicós inicia com um pacote de padrão granocrescente (cerca de 3 metros de espessura) composto por vários truncamentos de séries decimétricas de arenito médio (com intercalações de níveis de arenitos grossos) com estratificação cruzada acanalada, que transiciona, para o topo, para séries de estratos cruzados de arenito grosso, com níveis de grânulos segregados nos *foresets* denominados como fácies A. Para estas fácies interpreta-se um elemento arquitetural de barras compostas, seguindo Bridge (2003).

Após estes 3 primeiros metros, as séries de cruzadas acanaladas tornam-se maiores (entre 10 cm e 1 metro de espessura, chegando a 2,5 metros de espessura no topo da seção levantada (Figuras 34 e 35), denominadas como fácies B, geralmente sobrepondo superfícies que erodem e truncam espessas camadas de argilitos ou siltitos laminados e esbranquiçados (de espessuras entre 5 e 30 cm) e assim tornando-as lateralmente segmentadas (fácies C).

As fácies B apresentam-se com granulometria que variam de arenito micáceo grosso a muito grosso (também com níveis de grânulos segregados nos *foresets*), em estratos cruzados que passam lateralmente de acanalado a tabular ou plano paralelo. Aparentemente, estas séries de cruzadas de base erosiva compõem dunas subaquáticas e são interpretadas aqui como elementos arquitetuais de barras unitárias (segundo Bridge, 2003). No topo da seção da Ladeira da Lapa os sets de cruzadas voltam a apresentar granulometria de arenito médio, intercalando-se com camadas decimétricas de arenito fino siltoso, voltando às fácies sedimentares (fácies A) descritas para o EA de barra composta.

Foram retiradas 16 amostras distintas identificadas no afloramento SG-III, correspondendo à fácies A constituída por arenito médio (com intercalações de níveis de arenitos grossos). Foram coletadas amostras nas barras A1, A2, A3, A4, A5, A6a e A6b (Figura 34 e 35).

E

SG-IIIa

W

Legenda

A - Depósitos de barra

B - Depósitos de topo de barra

- Superfícies erosivas de maior hierarquia
- Superfícies erosivas de menor hierarquia
- Superfícies de topos de barra

A	Superfícies erosivas
11	Amostras

Figura 34- Fotomosaico do afloramento SG-III com delimitação das fácies e superfícies identificadas. Localização das amostras estão representadas através de seus números(Parte I)

- Legenda
A - Depósitos de barra	— Superfícies erosivas de maior hierarquia
	— Superfícies erosivas de menor hierarquia
B - Depósitos de topo de barra	— Superfícies de topos de barra

Figura 35 - Fotomosaico do afloramento SG-III com delimitação das fácies e superfícies identificadas. Localização das amostras estão representadas através de seus números (Parte II)

Descrição Petrográfica

A análise petrográfica dos arenitos do afloramento SG-III da Formação Jaicós foi realizada a partir da análise de 9 lâminas delgadas e indicou granulação variando entre areia fina à média. São moderadamente a mal selecionados e apresentam grãos arredondados a subarredondados. Esses arenitos foram classificados, de acordo com Folk (1974) como quartzarenito sendo seu arcabouço composto quase que totalmente por quartzo monocristalino (mais de 90%). Os raros fragmentos líticos (<5%) encontram-se totalmente dissolvidos e substituídos por argila autigênica não sendo possível identificar sua origem (gerados a partir de minerais metamórfico, sedimentar ou plutônico). São raros, porém presentes, minerais acessórios como muscovita e opacos.

Observou-se em algumas lâminas matriz composta por silte e argila (caulinita e/ou esmectita), esta última, sendo principalmente infiltrada. Observou-se a presença de cimento, este sendo normalmente de óxido/hidróxido de ferro, que ocorre preenchendo os espaços intersticiais. Também ocorre cimento de sílica (quartzo microcristalino e crescimento secundário de quartzo).

Foram observados principalmente nas lâminas com granulação mais grossa contatos pontuais entre grãos e grãos flutuantes (Figura 36). Porém, foram também observados contatos planares e côncavo-convexos entre os grãos, muitas vezes suturados indicando ocorrência de intensa compactação também refletida na compactação química de grãos de quartzo (Figura 36). A porosidade observada em maior parte das lâminas é intergranular principalmente secundária, originada pela dissolução de matriz argilosa e de grãos de minerais mais instáveis como feldspato (Figura 36).

O empacotamento desses arenitos é normal. Texturalmente podem ser classificadas como imaturos, com mais de 5% de matriz deposicional e, mineralogicamente, podem ser considerados supermaduros, com base na relação entre os constituintes mais resistentes (quartzo) e os menos resistentes (feldspatos e fragmentos líticos).

Figura 36 – A: arenito com pobre seleção de grãos, observa-se contatos pontuais e grãos flutuantes. B, arenito com boa seleção de grãos e contato entre grãos planar e suturado. C,D: porosidade intergranular resultado da dissolução total grãos líticos e de feldspato, porosidade móldica, note a presença de cutícula de óxidos nas bordas de grãos. E: compactação química de grãos de quartzo. F: argila infiltrada (A,C,D,E,F fotomicrografias com polarizador descruzado. B, fotomicrografias com polarizador cruzado)

Análise de Porosidade

Seguindo os procedimentos descritos no item 4.3.7 foram obtidos dados de porosidade por análise de imagem a partir de lâmina delgada, denominada aqui $\emptyset_{\text{imag}}$ (Tabela 15) para 6 amostras do afloramento SG-III da Formação Jaicós, todas representando porosidades horizontais (direção paralela ao acamamento). As porosidades calculadas por análise de imagem variaram entre 9,8% e 23,0 %. Visto que a porosidade é calculada a partir da média observada em mais de 20 imagens também é apresentado o desvio padrão para as $\emptyset_{\text{imag}}$.

Tabela 15- Comparação entre $\emptyset_{\text{imag}}$ e $\emptyset_{\text{Fe}}$ e porcentagem de microporosidade nas amostras do SG-III

Amostras SGVIII	$\emptyset_{\text{imag}}$ (%)	Desvio Padrão (%)	$\emptyset_{\text{Fe}}$ (%)	microporosidade (%)	microporosidade em relação a porosidade total
2	22,98	10,23	15,2	-	-
9	15,21	5,35	19,8	entre 4 e 5 %	25%
12	18,83	8,92	15,6	-	-
13	18,70	9,40	13,0	-	-
15	9,84	10,49	23,0	entre 12 e 14%	60%
16	22,95	8,19	17,3	-	-

A $\emptyset_{\text{Fe}}$ (item 4.3.6) também foi calculada para todos os pontos de amostragem no SG-III a partir da impregnação com ferrofluido (Tabela 16). Foram observadas $\emptyset_{\text{Fe}}$ entre 14,2% e 23,0% com média de 17,2%.

A comparação entre $\emptyset_{\text{imag}}$ e a $\emptyset_{\text{Fe}}$ para as amostras do SG III indicou valores compatíveis entre as duas formas de análise da porosidade com exceção de duas amostras (9 e 15). As fotomicrografias das lâminas dessas duas amostras mostram que as mesmas, ao contrário das outras amostras analisadas, contêm uma maior quantidade de argilas e consequentemente microporosidade (Figura x). Ressalta-se novamente que a análise da porosidade por lâmina não considera microporosidade, ao contrário da técnica de determinação de porosidade por impregnação por ferrofluido com 1% NPMag+THF.

Já as amostras 2, 12, 13 e 16 (Figura 37, imagens D, E e F) possuem pouca argila em sua matriz e consequentemente inexpressiva microporosidade apresentaram valores de $\emptyset_{\text{Fe}}$ pouco inferiores aos valores de $\emptyset_{\text{imag}}$. Ressalta-se, entretanto, que a $\emptyset_{\text{imag}}$ foi determinada apenas para

as lâminas representativas da porosidade horizontal, normalmente maior do que a porosidade vertical (vide resultados de $\varnothing_{\text{imag}}$ do SG VIII).

Figura 37- Fotomicrografias de lâminas delgadas do afloramento SG-III, A, B, C notar grande quantidade de microporosidade devido a presença abundante de argilas é o tipo de porosidade predominante. D, E, F pouca quantidade de argila e consequentemente não observa-se microporosidade

Tabela 16 - Dados de Medição dos plugs, do afloramento SG III - Fm. Ipú, para cálculo de porosidade.

Densidade do 1%NPMag+THF é 0,8933g.cm-3

Amostras SGIII	Massa Pré Impregnação (g)	Massa Pós Impregnação (g)	Massa de fluido adicionada (g)	Volume adicionado de fluido (mL)	Volume total do plug (cm ³)	ØFe (%)
1A	11,99	12,76	0,77	0,87	5,90	14,7
2B	16,95	18,10	1,15	1,29	8,48	15,2
3B	13,57	14,55	0,98	1,10	7,07	15,5
4A	15,06	16,31	1,26	1,41	7,58	18,6
6A	9,40	10,23	0,83	0,93	5,04	18,5
7B	15,32	16,58	1,25	1,40	7,83	17,9
8A	16,24	17,43	1,19	1,33	8,05	16,6
9B	17,16	18,85	1,68	1,88	9,53	19,8
10A	14,42	15,39	0,96	1,08	7,60	14,2
11	13,02	14,03	1,01	1,13	7,60	14,9
12A	15,79	16,91	1,12	1,25	8,03	15,6
13A	16,72	17,70	0,98	1,10	8,48	13,0
14B	17,54	19,46	1,92	2,15	9,54	22,6
15B	14,99	16,64	1,65	1,85	8,03	23,0
16A	16,46	17,83	1,37	1,53	8,81	17,3
16A-R*	17,58	19,05	1,47	1,64	9,52	17,3

Anisotropia de Susceptibilidade Magnética Pré – Impregnação

A Tabela 17 apresenta os resultados de trama dos grãos magnéticos para os arenitos da Formação Jaicós. Todas as amostras apresentaram valores baixos de susceptibilidade magnética (χ) na ordem de 10^{-6} , algumas amostras mostraram inclusive valores negativos indicando serem compostas quase que exclusivamente por minerais diamagnéticos. Visto que os arenitos da Formação Jaicós têm como componente mineralógico principal o quartzo, foram utilizada correção propostas por Rochette (1987) e Rochete *et al.* (1992) para os dados de ASM (vide item 5.3.1). A Tabela 18 apresenta os valores das medições originais juntamente com os valores corrigidos.

Tabela 17 - Resultados de trama Magnética dos Grãos - Pré Impregnação no Afloramento SG-III - Formação Jaicós

Amostra	χ	P_{mag}	L_{mag}	F_{mag}	T	Q	D_{max}	I_{max}	D_{int}	I_{int}	D_{min}	I_{min}
1A	11,830	1,589	1,055	1,506	0,769	0,151	189	0	99	11	281	79
2B	4,280	1,171	1,144	1,024	-0,7	1,509	214	86	41	3	311	0
3B	3,690	1,017	1,006	1,011	0,288	0,436	111	36	293	54	202	1
4A	8,743	1,111	1,087	1,023	-0,574	1,322	157	75	356	14	264	5
6A	4,367	1,185	1,133	1,045	-0,477	1,212	168	67	346	23	76	1
7B	1,155	1,428	1,123	1,271	0,347	0,448	218	5	119	63	310	26
8A	9,769	1,029	1,021	1,008	-0,418	1,105	141	55	34	11	296	33
9B	1,740	1,162	1,042	1,116	0,458	0,334	187	85	79	2	349	5
10A	-3,454	1,049	1,011	1,037	0,528	1,225	135	59	352	25	254	18
11	74,520	1,038	1,019	1,018	-0,037	0,708	25	33	154	44	275	28
12A	0,653	1,820	1,220	1,492	0,336	0,500	6	76	248	7	157	12
13A	-2,230	1,193	1,064	1,122	0,298	0,917	200	20	342	65	105	14
14B	19,150	1,103	1,089	1,013	-0,733	1,546	125	87	286	3	16	1
15B	15,710	1,056	1,038	1,017	-0,369	1,054	324	87	97	2	187	3
16A	-3,667	1,028	1,012	1,015	0,119	0,77	346	74	223	9	131	13
16A-R	3,338	1,270	1,265	1,004	-0,967	1,942	3	84	165	6	255	2

Nota: χ = susceptibilidade magnética x 10^{-6} SI, P = grau de anisotropia, L = lineação magética, F = Foliação Magnética, T =formato do elipsoide, Q =parametro de forma, D e I , declinação e inclinação ($_{max}$ do K máximo, $_{int}$ do K intermediário, $_{min}$ do K mínimo)

Tabela 18 - Valores de Anisotropia, Lineação e Foliação Magnéticas do Afloramento SG-III corrigidos

Amostra	χ	χ_2	P	P'	L	L'	F	F'
1	11,830	10,32	1,589	1,489	1,055	1,048	1,506	1,420
2	4,280	8,99	1,171	1,148	1,144	1,125	1,024	1,021
3	3,690	9,36	1,017	1,015	1,006	1,005	1,011	1,010
4	8,743	9,15	1,111	1,097	1,087	1,075	1,023	1,020
6	4,367	9,08	1,185	1,158	1,133	1,115	1,045	1,039
7	1,155	9,64	1,428	1,361	1,123	1,107	1,271	1,229
8	9,769	9,31	1,029	1,025	1,021	1,018	1,008	1,007
9	1,740	9,55	1,162	1,140	1,042	1,037	1,116	1,100
10	-3,454	9,43	1,049	1,042	1,011	1,010	1,037	1,032
11	74,520	9,35	1,038	1,032	1,019	1,017	1,018	1,016
12	0,653	9,70	1,820	1,675	1,220	1,192	1,492	1,405
13	-2,230	9,49	1,193	1,166	1,064	1,056	1,122	1,105
14	19,150	9,12	1,103	1,089	1,089	1,077	1,013	1,011
15	15,710	9,28	1,056	1,048	1,038	1,033	1,017	1,015
16	-3,667	9,36	1,028	1,024	1,012	1,010	1,015	1,013
16R	3,338	8,60	1,270	1,232	1,265	1,228	1,004	1,003

As χ variaram entre $-2,23$ a $74,2 \times 10^{-6}$ SI com grau de anisotropia corrigido P' variando entre 1,024 e 1,675 (0 a 67%), L' entre 1,005 e 1,228 e F' entre 1,003 e 1,405. Os valores de T variaram entre -0,967 e 0,769 sendo que em metade das amostras apresentou valores negativos. Os altos valores de anisotropia P' , aliados a valores negativos de T e valores elevados de Q indicam elipsoide de ASM oblatos, com predomínio de lineações sobre a foliação.

Correlações entre Direções de Susceptibilidade Magnética (K1, K2, K3) Pré-Impregnação e Paleocorrentes

As direções de susceptibilidade magnética máxima, intermediária e mínima (relacionadas a trama primária de grãos) foram plotadas em projeção estereográfica equiárea de hemisfério inferior (Figura 38). Observou-se um agrupamento dos eixos de susceptibilidade máxima (K1) com direção predominante N-S. Visto que, em parte das amostras, a lineação (L) predomina sobre a foliação (F) e que os K1 apresentam mergulho vertical, a direção predominante da trama de minerais magnéticos da rocha parece estar perpendicular à orientação preferencial das paleocorrentes. Tal fato indica que a orientação preferencial de K1 pode estar relacionada a elongação de poucos minerais magnéticos presentes nestes arenitos. Desta forma observa-se que o Kmax da ASM pré impregnação não é um bom indicativo para direção de paleocorrentes no afloramento SG III.

Figura 38 - Projeção estereográfica de hemisfério inferior de Kmax (K1), Kint (K2) e Kmin(K3), dos arenitos da Fm Jaicós

Trama da porosidade (dados pós Impregnação com 1%NPMag + THF)

Os valores de porosidade observados para o afloramento SG-III da formação Jaicós variaram entre 13% e 23% (Tabela 13). Conforme demonstrado no item 5.2.2, a determinação da porosidade através da impregnação com 1%NPMag + THF ($\emptyset$ Fe) pode ser muito bem correlacionada com a forma clássica de determinação de porosidade por gás hélio ($\emptyset$ He), com grau de confiabilidade de 95%. Desta forma, mesmo não tendo sido realizadas análises de porosidade a gás para as amostras da Formação Jaicós, pode-se estimar a porosidade de suas fácies aqui analisadas.

A Tabela 19 apresenta os dados de ASM medidos após a impregnação dos plugs com ferrofluido. Os valores de χ_{poro} variaram entre 1,77 a $3,03 \times 10^{-3}$ SI. Notou-se um aumento em duas ou três ordens de grandeza entre os valores de χ medidos antes da impregnação e os de χ_{poro} (Tabela 17).

Tabela 19 - Resultados de trama Magnética da Porosidade – Pós Impregnação com 1%NPMag+THF no Afloramento SG-III - Formação Jaicós

Amostras	χ_{poro}	P_{mag}	L_{mag}	F_{mag}	T	Q	D_{max}	I_{max}	D_{int}	I_{int}	D_{min}	I_{min}
1A	1,769	1,004	1,003	1,001	-0,499	1,200	45	7	297	68	138	21
2B	2,602	1,004	1,000	1,004	0,909	0,047	345	85	197	4	107	2
3B	2,089	1,005	1,001	1,004	0,742	0,138	342	33	232	27	112	44
4A	2,237	1,004	1,001	1,003	0,662	0,185	81	18	258	72	351	1
6A	1,813	1,006	1,001	1,005	0,635	0,201	102	59	302	29	207	9
7B	2,264	1,006	1,001	1,005	0,609	0,218	331	34	192	48	76	21
8A	2,454	1,004	1,001	1,003	0,637	0,200	204	49	84	24	339	31
9B	2,928	1,005	1,000	1,005	0,845	0,081	23	63	219	26	126	6
10A	2,042	1,005	1,001	1,005	0,811	0,100	100	16	40	70	6	12
11	2,438	1,004	1,001	1,003	0,570	0,242	79	39	238	49	341	10
12A	2,254	1,004	1,001	1,003	0,694	0,166	47	50	253	38	153	13
13A	2,256	1,003	1,000	1,003	0,875	0,065	204	19	19	71	295	2
14B	3,034	1,009	1,002	1,007	0,637	0,200	194	66	351	23	85	8
15B	2,663	1,004	1,000	1,004	0,865	0,070	188	16	14	74	279	2
16A	2,865	1,003	1,000	1,002	0,738	0,140	233	20	6	61	135	19
16A-R	3,044	1,004	1,000	1,003	0,800	0,106	336	75	235	3	144	14

Nota: χ_{poro} = susceptibilidade magnética $\times 10^{-3}$ SI referente ao espaço poroso impregnado com ferro fluido, P = grau de anisotropia, L = lineação magética, F = Foliação Magnética, T formato do elipsoide, Q = parâmetro de forma, D e I , declinação e inclinação ($_{\text{max}}$ do K máximo, $_{\text{int}}$ do K intermediário, $_{\text{min}}$ do K mínimo)

Foram observados graus de anisotropia de porosidade (P) muito baixos (1,003 até 1,009) indicando anisotropias menores do que 0,9%. Valores de L mostraram valores máximos de

1,003, enquanto os valores de F mostraram-se entre 1,001 e 1,007. Os dados de P , L e F pós impregnação são muito mais baixos que do que os observados nas medições pré impregnação (da trama de grãos) e apresentam maior confiabilidade devido aos valores maiores de susceptibilidade magnética (χ_{poro}).

Os valores de T variaram entre -0,018 e 0,909 negativo em apenas uma amostra indicando majoritariamente elipsoides prolatos. Q com exceção de uma amostra apresentou valores sempre abaixo de 0,65. Assim como observado nas amostras da Formação Ipú, as amostras da Formação Jaicós, apesar da baixa anisotropia apresentaram predominância de trama planar, mostrando influência da orientação deposicional na porosidade preferencial.

As orientações dos eixos máximos e mínimos ($K1$ e $K3$) de ASM observados nos arenitos da Formação Jaicós após a impregnação com 1%NPMag+THF foram plotadas em projeções estereográficas equiárea e de hemisfério inferior (Figura 39) e podem ser comparados com os dados de orientação obtidos antes da impregnação.

Figura 39 - Plotagem estereográfica equiária e de hemisfério inferior, de $K_{\text{máximo}}$ e $K_{\text{mínimo}}$ para dados de ASM pré-impregnação e pós-impregnação, Formação Jaicós

6. DISCUSSÃO FINAL E CONCLUSÃO

As análises realizadas nesta pesquisa indicam que o método proposto para estudo da porosidade de arenitos com a utilização das nanopartículas superparamagnéticas desenvolvidas pelos pesquisadores do Laboratório de Química Supramolecular e Nanotecnologia (LQSN) do Instituto de Química da USP apresenta bons resultados.

As partículas, que possuem ótima distribuição de tamanho (em torno de 10 a 15 nm), se mostraram homogêneas em com alta susceptibilidade ferromagnética.

Através dos resultados comparativos entre a porosidade determinada através da aplicação das nanopartículas e a forma clássica de determinação petrofísica (utilizando gás hélio) foi possível observar que as partículas têm capacidade de impregnação inclusive de espaços porosos menores, como microporosidade e gargantas de poros.

Vale ressaltar, entretanto, que os estudos mostraram que a impregnação adequada e completa do espaço poroso com as nanopartículas é dependente do tipo de solvente utilizado para obtenção do ferrofluido. As nanopartículas solubilizadas em tetrahidrofurano (THF) mostraram um ótimo desempenho na impregnação de amostras de arenitos. Entretanto quando as partículas são solubilizadas em solvente ou óleo mineral com maior viscosidade (como no caso da vaselina) os resultados não são satisfatórios.

A determinação da porosidade a partir de impregnações com NPMags solubilizadas em THF mostraram ótima correlação com a forma clássica de determinação de porosidade por gás hélio, com grau de confiabilidade de 95%.

Durante a realização deste trabalho foi possível o desenvolvimento de técnica própria para obtenção de plugs de rochas muito friáveis através do congelamento de amostras com nitrogênio líquido e corte com perfuratriz sem a utilização de água.

Foram também testados métodos distintos de impregnação dos plugs de arenitos com ferrofluido, por embebição e por impregnação, ambas sob vácuo, que apresentaram desempenho similar. Para a realização dos testes foram utilizadas amostras com propriedades petrofísicas conhecidas.

Após a confirmação da eficácia da técnica empregada para completa saturação do espaço poroso, o método foi aplicado como auxiliar na caracterização petrofísica das amostras de dois afloramentos das Formações Ipú e Jaicós do Grupo Serra Grande (Bacia do Parnaíba).

Vale ressaltar que a ASM do espaço poroso saturado com ferrofluido representa uma média estatística da orientação de um grande número de poros (Pfelderer e Halls, 1993)

O afloramento estudado da Formação Ipú (Grupo Serra Grande) apresenta predomínio de séries de estratos cruzados acanalados de arenitos finos a médios, bem selecionados, que se encontram sobrepostos a superfícies erosivas representativas de processos de erosão por avulsão de canais; o elemento arquitetural em que ocorrem foi interpretado como barras fluviais. As barras variam lateralmente para fácies com estruturas convolutas, possivelmente originadas pela alta taxa de sedimentação que gerou liquefação dos estratos. Os elementos arquiteturais de barras passam, em direção ao topo, para estratos que apresentam lentes de arenito fino com *climbing ripples* e raras estruturas de regime de fluxo transicional ou superior, representando possivelmente uma geração por correntes em águas rasas, aqui interpretados como elementos arquiteturais de topos de barras.

A análise petrográfica das amostras da Formação Ipú indicou arenitos subfeldspáticos (Folk 1974) de granulação variando entre fina à média, moderadamente a bem selecionados e grãos subangulosos a subarredondados. Dentre os constituintes detríticos do arcabouço os mais abundantes são minerais de quartzo que aparecem predominantemente de forma monocristalina e feldspatos detríticos que em sua grande parte estão parcialmente dissolvidos e muitas vezes totalmente substituídos por argila autigênica. A porosidade secundária diagenética, originada pela dissolução parcial ou total de grãos, é o tipo predominante de porosidade observada nos arenitos da Formação Ipú. Foi observada também quantidade expressiva de microporosidade.

O afloramento estudado da Formação Jaicós inicia-se com padrão granocrescente composto por vários truncamentos de séries de arenito médio com estratificação cruzada acanalada, que transiciona, para o topo, para séries de estratos cruzados de arenito grosso, com níveis de grânulos segregados nos *foresets*, interpretado como um elemento arquitetural de barras compostas, seguindo Bridge (2003). As séries de cruzadas acanaladas tornam-se maiores, geralmente sobrepondo superfícies que erodem e truncam espessas camadas de argilitos ou siltitos laminados e esbranquiçados e assim tornando-as lateralmente segmentadas. Estas séries de cruzadas de base erosiva são interpretadas aqui como elementos arquiteturais de barras unitárias (*sensu* Bridge, 2003).

A análise petrográfica dos arenitos da Formação Jaicós indicou que se tratam de quartzarenito (Folk 1974) moderadamente a mal selecionados e apresentam grãos arredondados a subarredondados. Os raros fragmentos líticos (<5%) encontram-se totalmente

dissolvidos e substituídos por argila autigênica. São raros, porém, presentes, minerais acessórios como muscovita e opacos. Ocorre em algumas amostras matriz composta por silte e argila, esta última, sendo principalmente infiltrada. Observou-se a presença de cimento, este sendo normalmente de óxido/hidróxido de ferro, que ocorre preenchendo os espaços intersticiais, e também cimento de sílica. A porosidade observada na maior parte das lâminas é intergranular, principalmente secundária, originada pela dissolução de matriz argilosa e de grãos de minerais mais instáveis, como feldspato. A microporosidade na Formação Jaicós não é tão expressiva quanto a observada na Formação Ipú.

As porosidades determinadas para Formação Ipú variaram entre 3% e 27% pela análise de imagem a partir de lâmina delgada ($\varnothing_{\text{imag}}$) e entre 18% e 31% pela determinação através da impregnação de ferroflúido ($\varnothing_{\text{Fe}}$). A diferença observada entre as duas técnicas pode ser relacionada a expressiva presença de microporosidade que não é contabilizada pelo método de petrografia, mas sim pela técnica de impregnação. Através da diferença entre os métodos pode-se estimar que em algumas fácies a microporosidade pode corresponder a até 75% da porosidade total calculada pelo método $\varnothing_{\text{Fe}}$.

Já as porosidades determinadas para Formação Jaicós variaram entre $\varnothing_{\text{imag}}$ 10% e 23% e $\varnothing_{\text{Fe}}$ 14% e 23%. A melhor correlação entre as duas técnicas reflete a menor quantidade de microporosidade nestas amostras.

As medições de ASM pós impregnação nas amostras das Formações Ipú e Jaicós indicaram uma anisotropia de porosidade abaixo de 0,5%. Em algumas amostras o Kmax tende a vertical (Tabela 14 e 19). Não foi possível a correlação da orientação do Kmax com as fácies (granulação ou estruturas) (Figura 33 e 39). Uma análise da distribuição das amostras em afloramento revela que também não há correlação com os elementos arquiteturais. Entretanto, no afloramento SGVII da Formação Ipú, em que há uma melhor densidade de amostras, foi possível observar áreas bem definidas em que predominam Kmax verticais e outras em que predominam os horizontais (Figura 40). Como essas áreas não correspondem a limites litológicos ou elementos arquiteturais, infere-se que as amostras com Kmax preferencialmente verticais refletem processos diagenéticos com intensidade variada em área e que alteraram o padrão primário da porosidade.

N290

SG-VIII

N110

Figura 40 - Distribuição das amostras em afloramento Formação Ipú, em que há uma melhor densidade de amostras, foi possível observar áreas bem definidas em que predominam K_{max} verticais (K_{Vmax} em amarelo) e outras em que predominam K_{max} verticais (K_{Hmax} em azul)

As amostras com Kmax preferencialmente horizontais $<40^\circ$ provavelmente refletem padrões de porosidade compatíveis com a estrutura sedimentar primária. De fato, há correlação entre o Kmax e a direção dos estratos cruzados (Figura 41 e 42) revelando que a porosidade é maior na direção ortogonal à paleocorrente média do afloramento, sugerindo que a variação granulométrica entre estratos cruzados de uma mesma série diminui a porosidade média vertical e horizontal na direção de mergulho, resultando em uma orientação principal paralela à direção dos estratos cruzados.

Figura 41 - A) Paleocorrentes b) Kmax da porosidade das amostras de baixo angulo. Note a orientação ortogonal entre o rumo de mergulho das cruzadas e o Kmax. Pode-se considerar um padrão ortogonal dado o intervalo de confiança das medidas (Afloramento SG VII)

Figura 42 A) Paleocorrentes b) Kmax da porosidade das amostras de baixo angulo. Note a orientação ortogonal entre o rumo de mergulho das cruzadas e o Kmax (Afloramento SG-III_ Formação Jaicós)

Desta forma conclui-se que a impregnação de arenitos com fluidos de nanopartículas pelo método aqui proposto apresenta grande potencial para a determinação não apenas da porosidade das amostras, mas também das anisotropias direcionais de porosidade, mesmo que muito pequenas, por meio de análises de ASM. Esses estudos têm grande potencial na análise rápida (em uma única amostra) de anisotropias que potencialmente controlam os padrões de fluxo em reservatórios, complementando dados mais custosos de anisotropia direcional de permeabilidade por análises convencionais de subamostras em orientação ortogonal.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGICO., 2017. User's Guide, Modular system for measuring magnetic susceptibility, anisotropy of magnetic susceptibility, and temperature variation of magnetic susceptibility. Advanced Geoscience Instruments Company, Disponível em <https://www.agico.com>, Acesso em: 31/06/2017.
- Bridge, J., 2003. Rivers and Floodplains - Forms, Processes and Sedimentary Record, Blackwell Science Ltd, Oxford, UK; 504 pp.
- Campbell D.F., Almeida L.A., Silva S.O. (1949). Relatório preliminar sobre a geologia da bacia do Maranhão. Boletim 1, Conselho Nacional do Petróleo, Rio de Janeiro, 160p. Caputo M.V., Lima E.C., 1984. Estratigrafia, idade e correlação do Grupo Serra Grande. Rio de Janeiro – SBG. Anais XXXIII. Congresso Brasileiro de Geologia, 2, p.740-753.
- Chamani, M. A. C., 2015. Tectônica Sinsedimentar no Siluro-Devoniano da Bacia do Parnaíba, Brasil: o papel de grandes estruturas do embasamento na origem e evolução de bacias intracratônicas – São Paulo, Tese de Doutorado IGC/USP, p.7
- Fielding, C. R., 2006. Upper flow regime sheets, lenses and scour fills: Extending the range of architectural elements for fluvial sediment bodies. *Sedimentary Geology*, 190(14): 227–240.
- Folk R.L., 1968. Petrology of Sedimentary Rocks. The University of Texas, Austin, Hemphill's, 170 p.
- Freitas, B. T., 2014. A Formação Marizal (Aptiano) na Bacia do Tucano (BA): contribuições à análise da arquitetura de depósitos fluviais e implicações paleobiogeográficas. Tese de Doutorado - IGC-USP.
- Figueiredo, H. G., 2017. Caracterização dos depósitos fluviais da Formação São Sebastião (Bacia do Tucano - BA) como análogo de reservatório. Dissertação de Mestrado - IGC-USP..
- Graham, J. W., 1954. Magnetic susceptibility anisotropy, an unexploited petrofabric element. *Geological Society of America Bulletin*, 75: 1257-1258.
- Grohmann, C. H.; Campanha, G.A.C., 2010. OpenStereo: Open Source, Cross-Platform Software for Structural Geology Analysis. In: AGU 2010 Fall Meeting, San Francisco, CA. Abstracts.,
- Hilbert, N. N., & Almeida, L. J. P. de., 2016. Heterogeneidades em multiescala da Formação Marizal (Aptiano, Bacia do Tucano, BA) como análogo de reservatórios fluviais em bacias distensionais. Dissertação de Mestrado - IGC-USP..
- Hurst A., Goggin D., 1995. Probe permeametry; an overview and bibliography: *AAPG Bulletin*, v. 79, p. 463–473 .
- Jelinen, V., 1978. The Statistical Theory of Measuring Anisotropy os Magnetic Susceptibility of Rocks and its application. *Geofyzika Brno*.

- Jones S, Benson P, Meredith P., 2006. Pore fabric anisotropy: testing the equivalent pore concept using magnetic measurements on synthetic voids of known geometry. *Geophys. J. Int.* 166, 485–492
- Lanza, R., & Melani A., 2006. *The Earth's Magnetism: An Introduction for Geologists*. Berlin, Springer-Verlag, 278 p.
- Levorsen, A.I., 1967. *Geology of Petroleum*, W.H. Freeman Company, San Francisco, USA.
- Miall A.D. (1996). *The Geology of Fluvial Deposits: Sedimentary Facies, Basin Analysis and Petroleum Geology*. Springer. Berlin.
- Miall, A.D. (2000). *Principles of sedimentary basin analysis*. 3rd ed., New York, Springer-Verlag, 616 p.
- Reading, H.G., 1986. Facies. In: H.G. Reading (ed.) 1986. *Sedimentary Environments and Facies* 2nd edition. 4-19.
- Pettijohn, F.J., 1984. *Sedimentary Rocks*, 3rd ed., CBS Publishers & Distributors, New Delhi.
- Pfleiderer, S. & Halls, H.C., 1990. Magnetic susceptibility anisotropy of rocks saturated with ferrofluid, a new method to study pore fabric, *Phys. Earth planet. Inter.*, 65, 158–164.
- Pfleiderer, S. & Halls, H.C., 1993. Magnetic pore fabric analysis, verification through image autocorrelation, *J. geophys. Res.*, 98, 4311–4316.
- Pfleiderer, S. & Halls, H.C., 1994. Magnetic pore fabric analysis, a rapid method for estimating permeability anisotropy, *Geophys. J. Int.*, 116, 39–45.
- Reading H.G., 1996. *Sedimentary Environments: Processes, Facies and Stratigraphy*. 688p.
- Pedreira da Silva A.J., Cunha Lopes R., Vasconcelos M., Bahia R.B.C., 2003. Bacias Sedimentares Paleozóicas e Meso-Cenozóicas interiores. In: Bizzi L.A.,
- Selley, R.C., 1998. *Elements of Petroleum Geology*. Academic Press, 2nd edition, 470p.
- Schobbenhaus C., Vidotti R.M., Gonçalves J.H. (eds.) *Geologia, tectônica e recursos minerais do Brasil: Brasília, CPRM – Serviço Geológico do Brasil*, p. 55-85.
- Rochette, P., 1997. Magnetic susceptibility of the rock matrix related to magnetic fabric studies, *Journal of Structural Geology*, *Journal of Structural Geology*, Vol. 9 (8), 1015-1020.
- Rochette, P., Jackson, M., Aubourg, C., 1992. Rock magnetism and the interpretation of anisotropy of magnetic susceptibility, *Reviews of Geophysics*, 30, 209-226.
- Santos, V. H., Lima Filho, M. F., Neumann, Lopes, V. H. (2004) Estudo Faciológico em Afloramentos e Analogia de Depósitos Fluviais na Bacia do Parnaíba, NE do Brasil. *Estudos Geológicos, Recife-PE*, v. 14, p. 62-76.
- Tarling, D. H. & Hrouda, F., 1993. *The magnetic anisotropy of rocks*. London, Chapman & Hall.
- Tiab D., Donaldson E. C., 2004. *Petrophysics*. Elsevier 2nd Ed. 889p.
- Viana C.F., Junior E.G.G., Simões I.A., Moura J.A., Fonseca J.D.R., Alves R.J. (1971). 'Revisão estratigráfica da bacia recôncavo/tucano', *Boletim técnico - Petrobrás* 14 (3/4), 157-192.

- Walker, R.G., 1992. Facies, facies models and modern stratigraphic concepts. In: R.G. Walker & N.P. James (eds): Facies Models and Response to Sea-level Change 1-14. Geological Association of Canada Geotext 1.
- Wassmer, P. & Gomez, C; 2011 Development of the AMS method for unconsolidated sediments. Application to tsunami deposits. Géomorphologie : Relief, Processus, Environnement – Revue Du Groupe Français de Géomorphologie Vol. 17 no. 3, 279-290
- Zuin, A., Novak, M. A., Toma, S. H., Araki, K., & Toma, H. E., 2014. Anisotropic magnetic carbon materials based on graphite and magnetite nanoparticles. Carbon, 77, 600-606.
- Zuin, A., Cousseau, T., Sinatora, A., Toma, S. H., Araki, K., & Toma, H. E., 2017. Lipophilic magnetite nanoparticles coated with stearic acid: a potential agent for friction and wear reduction. Tribology International, 112, 10-19