



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENERGIA NUCLEAR
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS E
NUCLEARES

FREDERICO VEIGA RIBEIRO GONÇALVES

**UTILIZAÇÃO DE TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X NA
ESTIMATIVA DE DENSIDADE E POROSIDADE DE CALCÁRIOS LAMINADOS
DA FORMAÇÃO CRATO**

Recife

2021

FREDERICO VEIGA RIBEIRO GONÇALVES

**UTILIZAÇÃO DE TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X NA
ESTIMATIVA DE DENSIDADE E POROSIDADE DE CALCÁRIOS LAMINADOS
DA FORMAÇÃO CRATO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Energéticas e Nucleares da Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de Concentração: Aplicações de Radioisótopos na Agricultura e Meio-Ambiente.

Orientador: Prof. Dr. Antonio Celso Dantas Antonino.

Coorientador: Prof. Dr. Igor Fernandes Gomes.

Recife

2021

FREDERICO VEIGA RIBEIRO GONÇALVES

**UTILIZAÇÃO DE TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X NA
ESTIMATIVA DE DENSIDADE E POROSIDADE DE CALCÁRIOS LAMINADOS
DA FORMAÇÃO CRATO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Energéticas e Nucleares da Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciências. Área de Concentração: Aplicações de Radioisótopos na Agricultura e Meio-Ambiente.

Aprovada em: 19/02/2021.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Antonio Celso Dantas Antonino (Orientador)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Richard John Heck (Examinador Externo)
University of Guelph

Profª. Dra. Viviane Khoury Asfora (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. José Antonio Barbosa (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais. Nem a mais utópica das mentes poderia imaginar pais melhores, e obviamente a minha irmã, Victoria, que sempre foi meu exemplo de esforço e dedicação.

Ao meu tio, Luiz Fernando Ribeiro Gonçalves que me hospedou no período que estive em Recife, sempre apoiando minhas ideias e fornecendo o café com o qual esta pesquisa avançou.

Ao professor José Antonio Barbosa e suas indagações que confundiam as fronteiras entre ciência e filosofia, essas sem dúvidas foram a força motriz por trás desta pesquisa.

Ao Professor Igor Fernandes Gomes por acreditar em mim e no potencial deste trabalho. Esta confiança gerou efeitos que sentirei pelo resto de minha vida. E por meio dele, consegui a bolsa do Projeto Estudos dos Acoplamentos Geomecânico e Geoquímico em Reservatórios Carbonáticos - Projeto GeomeCCarb, sem dúvidas uma das conquistas da minha vida que mais me orgulho.

Ao meu orientador Professor Antônio Celso Dantas Antonino, sem o qual não haveria tomografia no DEN e toda equipe do departamento, em especial Cássia, Márcio Paixão e João Baptista. Ao físico, técnico do laboratório de tomografia, parceiro na ciência, no café e a gastrite subsequente, Daniel Amâncio Duarte, excelente amigo, assim como pesquisador.

Aos colegas da UFPE, especialmente Nivia Oliveira e Abraão Vila Nova sempre dispostos a discutir ideias mirabolantes, científicas ou não.

Aos professores do LITPEG Tiago Miranda e Analice Amorim que me ajudou a testar os limites da técnica de tomografia, especialmente no que tange a mecânica das rochas.

Aos amigos, Eduardo de Oliveira dos Santos e Bruno Ferreira de Oliveira Costa por serem bússolas morais e me ensinarem valores inestimáveis que eu não poderia ter aprendido de nenhuma outra maneira. Sem dúvidas os momentos compartilhados com Jonas Yamashita, Gabriel Albuquerque também contribuíram para o andamento deste trabalho.

A Associação Pernambucana de Escalada em Rocha (ASPER), e aos amigos Vitor Godoy e Romero Sarti que me proporcionaram aventuras e companheirismo sem igual.

Além dos Professores da minha graduação André Pacheco de Assis, Márcio Muniz de Farias, Luís Fernando Martins Ribeiro e Leandro Lima Rasmussen que forneceram a base necessária para dar este importante passo na minha vida acadêmica.

RESUMO

Nas últimas décadas têm se buscado formas mais rápidas e econômicas de se obter parâmetros de rochas reservatório para a prospecção e produção de hidrocarbonetos. Um dos métodos que tem se destacado é a Microtomografia de Raios X (μ TC), o qual apresenta alguns desafios, como a interpretação de imagens, caracterização de propriedades abaixo da resolução do tomógrafo e comparação de resultados, uma vez que essa técnica admite uma grande variabilidade de configurações. Devido às dificuldades inerentes à obtenção de amostras de reservatórios reais pode-se utilizar rochas de afloramentos, a exemplo dos Laminitos Calcários da Formação Crato que são considerados análogos à Formação Barra Velha, que compõe parte dos reservatórios do Pré-sal brasileiros. Este trabalho objetivou verificar a viabilidade do uso de μ TC para a caracterização da densidade e porosidade de Laminitos calcários da Formação Crato e os efeitos da laminação milimétrica na distribuição destas propriedades. De forma a facilitar a interpretação e dar repetibilidade ao método, as imagens tomográficas provenientes das rochas analisadas foram comparadas com valores de calibração obtidos para o mineral Calcita, principal constituinte desta litologia. Foi possível constatar a viabilidade da técnica de μ TC na caracterização das rochas estudadas, e foi observada a influência das laminações na distribuição de propriedades em todas as amostras, havendo laminações com maior concentração de porosidade. Os valores de densidade e porosidade de duas das análises foram condizentes com os valores de referência, foi inferido que a falta de acurácia nos valores obtidos para uma das amostras foi devido à presença de heterogeneidades em sua composição, contudo ainda foi possível uma análise qualitativa dos resultados, foi confirmada a necessidade de compreender a mineralogia das rochas e obter valores de calibração correspondentes. Foi verificado que a etapa de calibração permite comparar resultados obtidos em diferentes configurações e tomógrafos, fornecendo confiabilidade e repetibilidade ao método.

Palavras-chave: tomografia computadorizada de raios x; rochas calcárias; densidade; porosidade.

ABSTRACT

In the last decades, faster and more affordable ways of obtaining parameters of reservoir rocks for the prospection and production of hydrocarbons have been sought. One of the methods that has stood out is the X-Ray Microtomography (μ TC), which presents some challenges, such as the interpretation of images, characterization of properties below voxel scale and comparison of results, since this technique admits a wide set of configurations. Due to the difficulties inherent in obtaining samples from real reservoirs, outcrop rocks can be used, such as the Limestone Laminites of the Crato Formation, which are considered analogous to the Barra Velha Formation, which is part of the Brazilian Pre-salt reservoirs. This work aimed to verify the feasibility of using μ TC for the characterization of the density and porosity of limestone Laminites of the Crato Formation and the effects of millimeter lamination on the distribution of these properties. In order to facilitate the interpretation and give repeatability to the method, the tomographic images from the samples were compared with calibration values obtained for the mineral Calcite, the main constituent of this lithology. It was possible to verify the viability of the μ TC technique in the characterization of the studied rocks, and the influence of laminations on the distribution of properties in all samples was observed, with slices with a higher concentration of porosity. The values of density and porosity of two of the samples were consistent with the reference values, it was inferred that the lack of accuracy in the values obtained for one of the samples was due to the presence of heterogeneities in its composition, however it was still possible a qualitative analysis of the results. The need to understand the mineralogy of the rocks and to obtain corresponding calibration values was confirmed. It was verified that the calibration step allows to compare results obtained in different configurations and tomographs, providing reliability and repeatability to the method.

Keywords: x-ray computed tomography; laminated carbonate; density; porosity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Plugues de calcário laminado da Formação Crato, o plug a esquerda (CNOW6) foi cortado com seu eixo longitudinal perpendicular às laminações, já a amostra da direita foi cortada com seu eixo longitudinal paralelos às laminações	12
Figura 2 - Divisão das reservas brasileiras de hidrocarbonetos líquidos	14
Figura 3 - Fácies geológica de interesse.	15
Figura 4 - Espectro de raios X de freamento (<i>Bremsstrahlung</i>) com raios X característicos para voltagem de pico de 60, 90 e 120 kV	19
Figura 5 - Interação dos fótons com a matéria em função da energia do fóton e do número atômico do material	20
Figura 6 - Espectro teórico de energia de fonte de raios X para um tomógrafo de tensão máxima igual a 420 kV	21
Figura 7 - Imagem tomográfica de fatia de plug com 1,5 polegada de diâmetro de uma Tufa Carbonática, esta imagem fora adquirida e reconstruída utilizando os mesmos parâmetros das outras amostras deste trabalho	23
Figura 8 - Imagem tomográfica de fatia de plug com 1,5 polegada de diâmetro de Calcário Laminado da Formação Crato, esta imagem fora adquirida e reconstruída utilizando os mesmos parâmetros das outras amostras deste trabalho	24
Figura 9 - Coeficientes de atenuação linear em função da energia dos raios X para quatro minerais	25
Figura 10 - Curva de calibração da densidade x radiodensidade (unidades arbitrárias). (a) diferentes rochas e minerais com densidade conhecidas; (b) Diferentes rochas calcárias	26
Figura 11 - Laminito liso, Formação Barra Velha, Cretáceo, Bacia de Santos (SE Brasil). (a) amostra lateral, (b) fotomicrografia	27
Figura 12 - Ilustração esquemática de meio poroso	29
Figura 13 - Amostras analisadas neste estudo	30
Figura 14 - Tomógrafo de Raios X, modelo XT H 225 ST da Empresa Nikon Metrology	32
Figura 15 - Fluxograma para o cálculo da porosidade utilizando $\mu\text{TC-RX}$	32
Figura 16 - Valores médios de atenuação de cada fatia para a Calcita.	34
Figura 17 - Distribuição normal da atenuação média dos <i>Slices</i> para a Calcita (CaCO_3)	35
Figura 18 - Amostras de Laminitos Calcários da Formação Crato	37

Figura 19 - Área selecionada para recorte de volumes, foram cortadas as bordas da imagem para contornar possíveis efeitos de Borda (Artefato).	38
Figura 20 - Demonstrativo da relação entre porosidade e densidade	40
Figura 21 - Influência da densidade (global e dos grãos) na porosidade de amostras de rochas calcárias	41
Figura 22 - Curva normal de densidade da amostra de calcita	44
Figura 23 - Distribuição de densidade nas fatias da amostra de calcita	44
Figura 24 - Atenuação média de cada fatia do volume amostral selecionado	45
Figura 25 - Comparativo entre os resultados de densidade obtido entre as amostras analisadas	46
Figura 26 - Distribuição de densidade na amostra TT19	47
Figura 27 - Distribuição de densidade na amostra CNOW6	47
Figura 28 - Distribuição de densidade na amostra CNOW5_V	48
Figura 29 - Amostra TT19 - Porosidade (%)	48
Figura 30 - Amostra CNOW6 – Porosidade (%)	49
Figura 31 - Amostra CNOW5_V – Porosidade (%)	49
Figura 32 - Densidade dos grãos (g/cm^3) para diferentes mineralogias	50
Figura 33 - Gráfico Porosidade (%) x Densidade média (g/cm^3) para amostras de calcários laminados, dolomitas, gipsitas e calcitas	51
Figura 34 - Amostra TT19 – Distribuição de Porosidade e Densidade Média.	53
Figura 35 - Amostra CNOW6 – Distribuição de Porosidade e Densidade Média.	53
Figura 36 - Amostra CNOW5_V – Distribuição de Porosidade e Densidade Média.	54
Figura 37 - Presença de elementos traço (microfósseis) na amostra TT19.	55

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros experimentais utilizados	33
Tabela 2 - Propriedades minerais de interesse	34
Tabela 3 - Resumo valores de Densidade (g/cm ³)	50
Tabela 4 - Resumo valores de Porosidade (%)	50

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
1.1	Objetivo Geral	12
1.1.1	Objetivos Específicos	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1	Desafios na Exploração de Hidrocarbonetos	14
2.2	Microtomografia Computadorizada de Raios X (μCT)	17
2.2.1	Princípios Básicos da Técnica de μ CT de Raios X	18
2.2.2	Valores Medidos em uma Imagem Tomográfica	21
2.2.3	Processamento de Imagens Tomográfica	23
2.3	Caracterização de Rochas Reservatório	26
2.3.1	Índices Físicos	28
3	MATERIAL E MÉTODOS	30
3.1	Amostras	30
3.2	Tomografia Computadorizada	31
3.2.1	Calibração do Mineral de Interesse	33
3.2.2	Reconstrução e Análise dos Volumes	36
3.2.3	Obtenção de Índices Físicos a partir de Imagens Tomográficas	37
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	43
4.1	Calibração do Mineral de Interesse	43
4.2	Obtenção de Índices Físicos a partir de Imagens Tomográficas	45
4.3	Distribuição de Índices Físicos nas Amostras	52
5	CONCLUSÃO	57
	REFERÊNCIAS	59

1 INTRODUÇÃO

Devido às vastas reservas de petróleo em reservatórios calcários no pré-sal brasileiro o estudo destas rochas e seus análogos apresenta enorme importância (SOARES *et al.*, 2015). Para uma produção eficiente e segura é necessário compreender os processos que controlam o comportamento hidráulico e mecânico de reservatórios. Para este fim são dedicados esforços à caracterização de rochas reservatório e seus análogos, especialmente fácies geológicas que representam desafios na avaliação e exploração de recursos energéticos.

Neste cenário foi criado o Projeto Estudos dos Acoplamentos Geomecânico e Geoquímico em Reservatórios Carbonáticos - Projeto GeomeCCarb, em parceria entre a Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP), Petrobrás e LITPEG-UFPE, este projeto e as pesquisas ligadas a ele buscam compreender os desafios das várias fases da vida de um reservatório, desde a prospecção até a produção.

Dentre os vários objetivos tratados por este projeto, destacamos o estudo da densidade e porosidade de calcários laminados da Formação Crato, duas das principais propriedades utilizadas na caracterização de reservatórios. Essa Formação apresenta baixa porosidade (entre 5 e 15%), constituída por poros na escala nano e micrométrica com distribuição difusa (SOARES *et al.*, 2015). As rochas estudadas contam com baixa permeabilidade, 0 a 0,09mD (Miranda *et al.*, 2016) caracterizando um fluxo lento e dificultoso. Estudar a distribuição de densidade e porosidade nessas rochas é um passo inicial para compreender seu comportamento, o que permitirá a construção de modelos mais realísticos para auxiliar na prospecção e produção desses reservatórios.

A caracterização de análogos de rochas reservatório é abordada utilizando a técnica de Microtomografia de Raios X, técnica não destrutiva que permite estudar na escala micrométrica, ou até nanométrica, propriedades de meios porosos. Essa técnica tem sido aplicada na caracterização de rochas reservatório a partir da década de 1980 (WELLINGTON & VINEGAR, 1987; e RAYNAUD *et al.*, 1989). Nas últimas décadas, com o avanço da tecnologia e subsequente redução no tempo de aquisição e processamento de imagens tomográficas, a tomografia tem se tornado uma ferramenta mais comum em diversos estudos de estruturas e materiais. Porém, essa adaptabilidade torna difícil comparar resultados de diferentes configurações e tomógrafos, (KETCHAN *et al.*, 2001).

Levando em consideração a quantidade de amostras, pluges na escala centimétrica (**Figura 1**), que devem ser estudadas para a caracterização suficiente de um reservatório de

hidrocarbonetos (escala quilométrica) é necessário um método que possa estimar, de forma rápida, precisa e confiável, as propriedades da rocha e sua distribuição.

Figura 1 - Plugues de calcário laminado da Formação Crato, o plug a esquerda (CNOW6) foi cortado com seu eixo longitudinal perpendicular às laminações, já a amostra da direita foi cortada com seu eixo longitudinal paralelos às laminações



Fonte: O autor (2021)

A litologia estudada se apresenta como um desafio para outras técnicas de caracterização, uma vez que ensaios de caracterização petrofísica tradicionais, como porosímetros a gás, apresentam um valor médio para a amostra e desta forma não é possível caracterizar discretamente as laminações.

O Laboratório de Tomografia Computadorizada de Raios X (LTC-RX) em parceria com o Departamento de Geologia, ambos da Universidade Federal de Pernambuco, vem desenvolvendo métodos para padronizar e refinar a técnica de microtomografia de Raios X na caracterização de rochas análogas a rochas reservatório. Com isso espera-se trazer mais rapidez e precisão a estudos de reservatórios de hidrocarbonetos.

1.1 Objetivo Geral

O objetivo geral desta dissertação é avaliar a viabilidade da aplicação da técnica de Microtomografia de Raios X para a execução de estimativa rápida e com valores coerentes

com aqueles encontrados por métodos petrofísicos tradicionais para a mesma litologia, da densidade e porosidade das feições de interesse da litologia estudada. No caso deste estudo, atribuir propriedades, densidade e porosidade, às laminações de amostras de calcários laminados da Formação Crato, possibilitando identificar pontos de maior concentração de porosidade.

1.1.1 Objetivos Específicos

- Determinar o parâmetro de referência adequado ao mineral de interesse, Calcita, no caso de Laminitos Calcários da Formação Crato;
- Obter estimativas quantitativas de densidade e porosidade médios de cada amostra e verificar se há coerência com valores de referência; e,
- Verificar a influência da microestrutura, laminações, na distribuição de propriedades (densidade e porosidade) nas amostras.

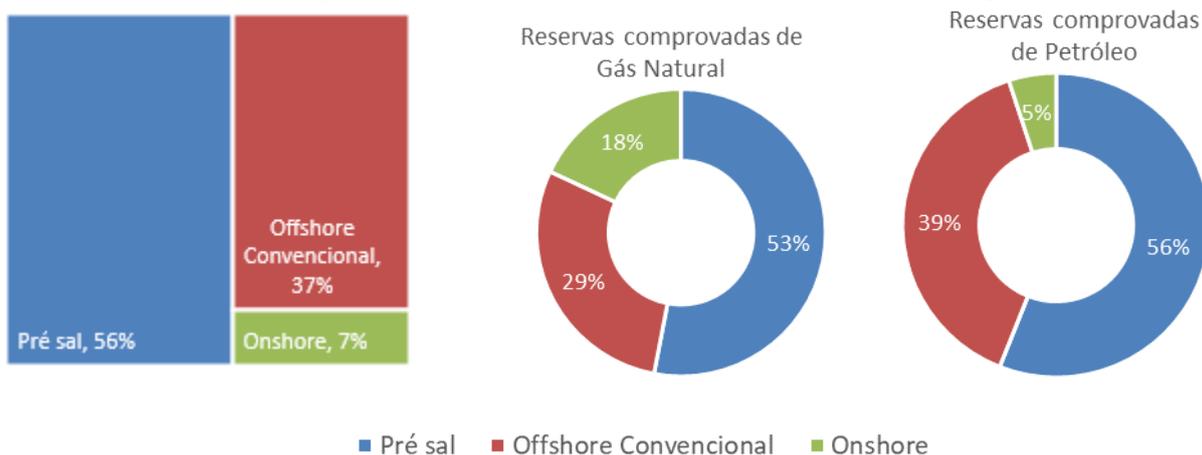
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesta seção são, primeiramente, abordados os desafios que motivaram esta pesquisa no contexto da exploração de hidrocarbonetos, em seguida é apresentada a Microtomografia Computadorizada de Raios X e seus principais conceitos. Por fim, são apresentadas as propriedades analisadas nesta pesquisa para a caracterização de rochas reservatório.

2.1 Desafios na Exploração de Hidrocarbonetos

As reservas brasileiras de óleo e gás totalizam 12,8 bilhões de barris de petróleo e 367 bilhões de m³ de gás natural. O pré-sal representa mais da metade (56%) das reservas nacionais (Figura 2), apresentando a possibilidade de campos gigantes e supergigantes com poços de alta produtividade associada a reservatórios carbonáticos de alta qualidade e camadas produtoras com grande extensão e espessura. Devido à presença de óleo leve e de ótima qualidade as reservas encontradas abaixo das camadas de sal têm alto valor econômico (ABELHA & PETERSOHN, 2018).

Figura 2 - Divisão das reservas brasileiras de hidrocarbonetos líquidos



Fonte: Adaptado de Abelha & Petersohn (2018)

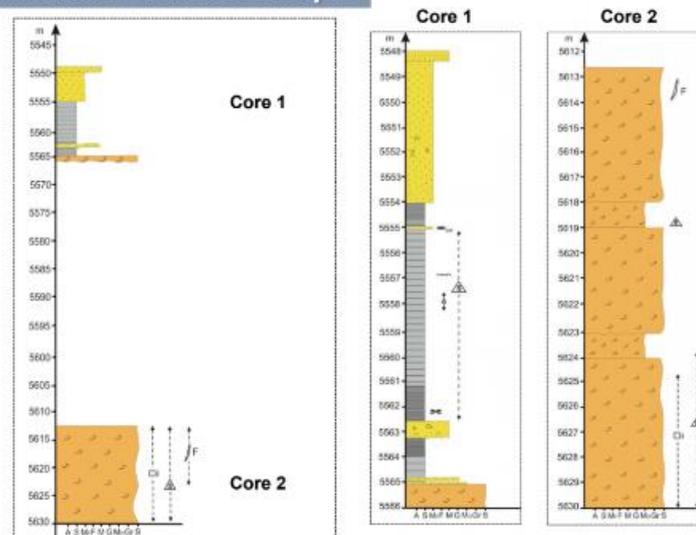
Porém, a exploração dessas valiosas reservas tem seus desafios próprios. Como fácies de baixa porosidade e permeabilidade quase desprezível, como é o caso de laminitos calcários encontrados no Campo de Mero (Figura 3). A porosidade é difusa, apresentando pouca conectividade, e se encontra nas dimensões nano e micrométricas.

Figura 3 - Fácies geológica de interesse.



The Pre-salt Play

Mero Field – Facies Example



Fonte: Adaptado de Abelha & Petersohn (2018)

A prospecção e produção das reservas requer conhecimento do estado inicial do reservatório (antes da intervenção antrópica), condições de contorno e propriedades físicas. Propriedades escalares (pressão, temperatura, porosidade) e tensoriais (propriedades de fluxo, resistência mecânica e deformação) do maciço rochoso devem ser inferidas ou medidas pontualmente utilizando investigações *in situ* ou por meio da análise de testemunhos (VAN DER BAAN *et al.*, 2013).

Os desafios geomecânicos encontrados na indústria petrolífera envolvem identificar as propriedades e condições *in situ* de reservatórios e suas alterações durante e após as operações de produção (DUSSEALT, 2011).

Devido à dificuldade e custo de obter amostras, a geomecânica de reservatórios lida com problemas de escala, representatividade, heterogeneidade e qualidade de amostras. Além disso, o dano à microestrutura da rocha é inerente ao processo de amostragem, onde um dos fatores que contribuem para isso é o alívio de que causa microfissuras entre os minerais da rocha. Este dano é irreversível e afeta as propriedades, mecânicas e de

transporte, do material. Para contornar esse problema são feitas correlações com perfil de poços, amostragem em locais sem hidrocarbonetos e seleção de rochas análogas, similares em tantos fatores quanto possíveis com a rocha de interesse (DUSSEALT, 2011).

Devido à diferença entre as escalas dos sistemas naturais de fraturamento e da amostragem disponível é necessário realizar medições *in situ* para incluir os efeitos das fraturas na deformabilidade e fluxo do reservatório. Portanto determinar mudanças no estado de tensões durante a produção e estabelecer as propriedades do maciço nas diferentes escalas são soluções que interessam a indústria, (DUSSEALT, 2011).

No que tange às propriedades da rocha intacta, compreender a interação entre o fluido, a matriz mineral e o espaço poroso, e como esses controlam as propriedades da rocha é crucial para caracterizar reservas de hidrocarbonetos. Frequentemente, relações entre diferentes propriedades são obtidas a partir da análise estatística de dados experimentais, porém, sem uma conexão direta com a microestrutura da rocha essas relações empíricas são insuficientes em sua precisão (ARNS *et al.*, 2002).

As propriedades de rochas porosas dependem primordialmente da morfologia da matriz mineral. Aspectos relevantes da microestrutura incluem: porosidade, tamanho e forma dos poros, e tipo e frequência de conexão entre os poros. Prever propriedades de interesse com precisão exige uma descrição quantitativa precisa do espaço poroso da rocha e a capacidade de manipular esses dados computacionalmente (ARNS *et al.*, 2002).

Mais da metade das reservas mundiais de hidrocarbonetos são encontradas em reservatórios carbonáticos. Nestas rochas, os processos de sedimentação e diagênese produzem um espaço poroso complexo contando com uma gama de tipos de poros. Sedimentos calcários podem ter uma distribuição bi ou tri-modal das dimensões dos poros, com organismos tendo um importante papel na formação desses reservatórios. Os processos de diagênese, como: dissolução química, reprecipitação, cimentação e fraturamento, adicionam complexidade ao espaço poroso. Por esses motivos tanto as dimensões como as formas dos poros podem variar muito até mesmo dentro de uma mesma amostra. Em formações carbonáticas são encontrados poros desde a escala nanométrica até a métrica (ARNS *et al.*, 2005).

Estes pesquisadores propõem que, a técnica de microtomografia de raios X (μ CT) permite representar de forma quantitativa, em três dimensões, a microestrutura de geomateriais porosos e mensurar de forma direta a complexa morfologia do espaço poroso de rochas sedimentares em resoluções que podem chegar a alguns micrometros. O desenvolvimento desta técnica e evolução de métodos computacionais tornou possível

substituir imagens sintéticas derivadas de modelos estatísticos obtidos a partir de imagens 2D por imagens que representam de forma tridimensional o espaço poroso de rochas.

A tomografia de raios X é uma técnica rápida e não invasiva que fornece resultados quantitativos sobre a mineralogia e espaço porosos de rochas, podendo ser utilizada para estudos petrofísicos, mecânicos e de fluxo. A imagem gerada pelo método é dependente tanto da densidade como do número atômico efetivo (mineralogia) da rocha. Por meio da análise de imagens 3D é possível estimar a densidade e porosidade, padrão de fraturamento, quantificar mineralogias e microestrutura complexas, dependendo da escala utilizada. Além disto a comparação entre imagens de testemunhos e perfilagem de poços permite uma interpretação mais precisa do reservatório (WELLINGTON & VINEGAR, 1987).

2.2 Microtomografia Computadorizada de Raios X (μ CT)

A técnica conta com uma grande variação de configurações possíveis, permitindo a adaptação a diferentes materiais, dimensões e abordagens. Compreender os parâmetros que influenciam na qualidade da imagem permite uma interpretação mais acurada dos resultados.

Um tomógrafo de raios X consiste em um conjunto detector - fonte de raios X e um sistema que permita a rotação da amostra. O princípio fundamental da tomografia computadorizada é a aquisição de imagens bidimensionais, de um objeto em diferentes posições. A amostra é rotacionada em torno de um eixo vertical enquanto o conjunto fonte-detector permanece estacionário. A cada incremento angular é registrada uma projeção 2D, uma radiografia, onde cada *pixel* representa a atenuação sofrida pelo feixe naquele ponto (KETCHAM & CARLSTON, 2001).

O resultado da etapa de aquisição consiste em uma série de projeções radiológicas da amostra em diversas posições. Em seguida é realizada a reconstrução matemática destas projeções permitindo que as imagens das seções transversais reconstruídas do objeto possam ser combinadas para a visualização tridimensional do mesmo (VAZ *et al.*, 2014).

Embora a técnica de μ TC-RX seja muito vantajosa na caracterização das estruturas internas dos materiais e esteja cada vez mais difundida em estudos de caracterização de geomateriais, essa metodologia possui algumas limitações e desvantagens intrínsecas ao método, como artefatos e ruído na imagem, (CNUDDLE & BOONE, 2013).

A seguir serão descritos os principais componentes e características da técnica de microtomografia de raios X.

2.2.1 Princípios Básicos da Técnica de μ CT de Raios X

Elétrons, acelerados por um campo elétrico intenso, ao colidir com um alvo metálico, sofrem uma redução em sua energia cinética, mudam de direção e, alguns deles, emitem a diferença de energia sob a forma de ondas eletromagnéticas, os raios X característicos. Os elétrons sofrem espalhamento e redução da velocidade devido à atração da carga do núcleo e à repulsão dos elétrons dos átomos do material alvo. Por isso, esse tipo de radiação é também denominado de radiação de freamento (*bremstrahlung*) (TAUHATA *et al.*, 2013).

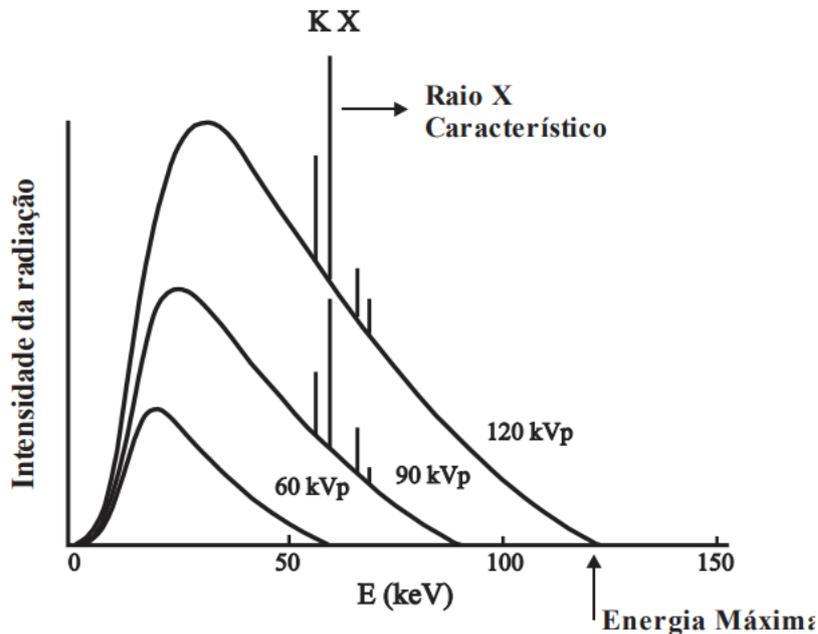
Em um tubo de raios X, o feixe de elétrons é gerado por emissão termoiônica em um filamento aquecido. O campo elétrico é obtido aplicando-se uma alta voltagem entre os terminais do tubo de raios X, onde o alvo metálico, anodo, é polarizado positivamente e o filamento, catodo, negativamente. A emissão de raios X só ocorre, obviamente, quando estiver ligada a alta tensão. Quanto maior a tensão aplicada ao tubo, maior será a energia dos raios X gerados e maior também o seu poder de penetração. Aumentando-se a corrente, aumenta-se a intensidade do feixe (TAUHATA *et al.*, 2013).

O feixe ionizante produzido por tomógrafos de raios x possui uma distribuição contínua de energia (Figura 4). O espectro de energia dos raios X é descrito pela energia máxima do feixe, em keV. No entanto o valor da energia efetiva do feixe é menos metade da energia máxima (KETCHAM & CARLSON, 2001).

A distribuição de energia dos fótons do tomógrafo tem duas partes distintas uma discreta e outra contínua, a primeira corresponde à parcela de raios X característicos, cuja energia depende do material do alvo do tubo de raios X, geralmente tungstênio. A parte contínua é gerada a partir da radiação de freamento ("*Bremstrahlung*"), esta é o resultado da interação entre os campos elétricos da partícula incidente, do núcleo e dos elétrons atômicos. A radiação *Bremstrahlung* ocorre com maior probabilidade na interação de elétrons com átomos de número atômico elevado. Devido ao mecanismo e ao ângulo aleatório de saída da partícula após a interação, a energia convertida em raios X pode variar de zero até um valor máximo, igual à energia cinética da partícula incidente (TAUHATA *et al.*, 2013).

Como a interação entre a radiação e o objeto depende, dentre outros fatores que serão tratados posteriormente, da energia do fóton incidente, é necessário considerar a distribuição de energia no feixe de raios X devido a geração de artefatos em de imagens tomográficas.

Figura 4 - Espectro de raios X de freamento (*Bremsstrahlung*) com raios X característicos para voltagem de pico de 60, 90 e 120 kV



Fonte: Tauhata *et al.* (2013, p 36)

Dependendo da energia do fóton incidente e da composição da amostra, o fóton ao interagir com a matéria, pode ser absorvido ou ser espalhado, mudando a direção de sua trajetória, com ou sem perda de energia.

Os principais mecanismos de dispersão de energia dos fótons na matéria são: Efeito fotoelétrico, Efeito Compton e Produção de Pares (TURNER, 2007). Quando toda a energia de um fóton do feixe de raios X é transferida para um elétron no interior da eletrosfera de um átomo o ejetando, é caracterizado o efeito fotoelétrico. O espalhamento Compton se dá quando o fóton transmite parte de sua energia para um elétron externo o ejetando, e sofrendo uma alteração em seu *momentum*. Para caracterizar a produção de pares o fóton deve ter alta energia ($> 1,022$ MeV), bem além da energia máxima da maioria dos tomógrafos médicos e industriais, portanto este processo pode ser desconsiderado.

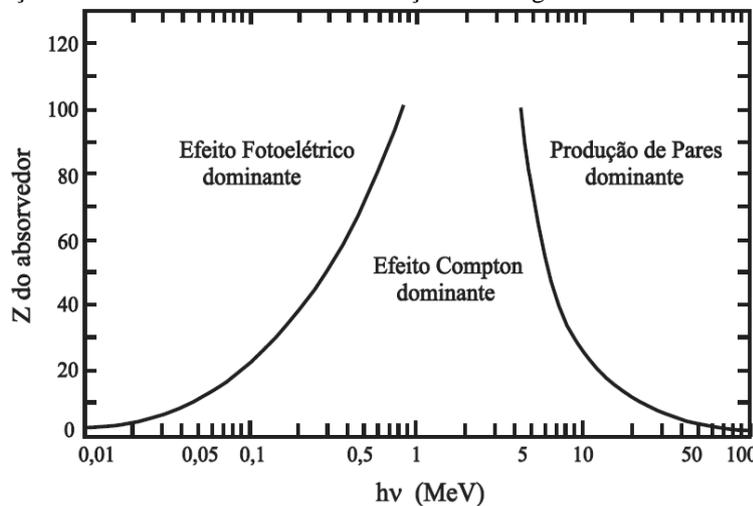
O efeito fotoelétrico é predominante para baixas energias e para elementos químicos de elevado número atômico Z . A probabilidade de ocorrência aumenta com $(Z)^4$ e decresce rapidamente com o aumento da energia, à medida que a energia aumenta, a probabilidade de ocorrência do efeito fotoelétrico diminui rapidamente e o efeito Compton acaba se tornando o efeito predominante para energias intermediárias (TURNER, 2007)

No efeito Compton, o fóton é espalhado por um elétron de baixa energia de ligação, que recebe somente parte de sua energia, continuando sua existência em outra direção dentro do material em outra direção e com menor energia. Como a transferência de energia

depende da direção do elétron emergente e esta é aleatória, de um fóton de energia fixa podem resultar elétrons com energia variável, com valores de zero até um valor máximo (TAUHATA *et al.*, 2013).

Para fótons com energias ainda mais elevadas, mesmo que o Efeito Compton decresça em termos absolutos, continua aumentando em relação ao efeito fotoelétrico. Na Figura 5, é apresentada a variação da participação de cada um desses processos em função do número atômico efetivo das amostras e da energia do fóton incidente (TURNER, 2007).

Figura 5 - Interação dos fótons com a matéria em função da energia do fóton e do número atômico do material



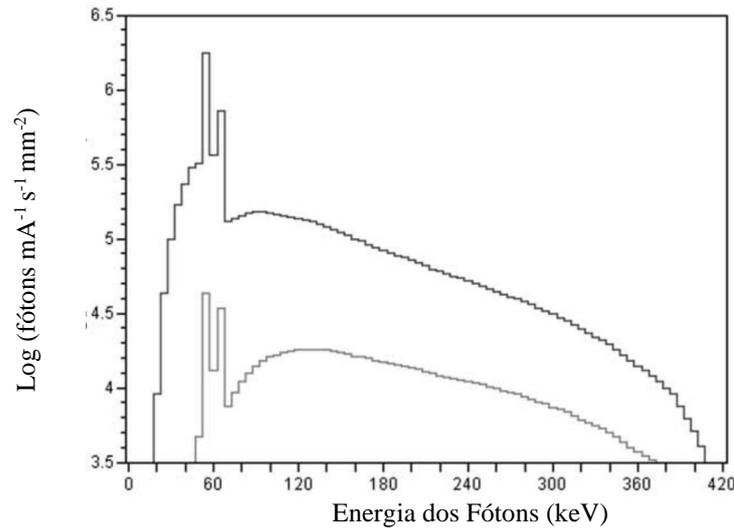
Fonte: Tauhata *et al.* (2013, p 85)

A distribuição de energias no feixe é influenciada por parâmetros de entrada como corrente, tensão e por auto filtragem (filtros inerentes à técnica), sendo eles a filtragem na saída do tubo de raios X e no detector. Além destes, podem ser utilizados filtros físicos de diferentes materiais e espessuras, os quais são posicionados entre a fonte e o objeto, entre o objeto e o detector dentre outras configurações. O uso desses filtros tem como objetivo realizar a remoção seletiva de fótons de baixa energia, aumentando o endurecimento do feixe e reduzindo os artefatos da imagem tomográfica.

Na figura 6, está representado o espectro teórico de energia de um tomógrafo de 420 keV. A curva superior não utiliza filtros além daqueles inerentes à técnica, para a elaboração da curva inferior foi simulado um filtro físico de quartzo com espessura de 5 cm, e os outros parâmetros permanecem constantes. Em ambas as distribuições são observados os picos de raios x característicos do tungstênio (57-59 e 67-69 keV) e a parcela com distribuição contínua gerada pelo efeito de *Bremsstrahlung*, radiação de espalhamento. Os efeitos acarretados pela utilização do filtro físico são: redução da energia máxima do

feixe e na contagem de fótons no detector, enquanto há um aumento na energia média do feixe de 114 keV para 178 keV.

Figura 6 - Espectro teórico de energia de fonte de raios X para um tomógrafo de tensão máxima igual a 420 kV



Fonte: Adaptado de Ketcham & Carlson (2001, p 385)

2.2.2 Valores Medidos em uma Imagem Tomográfica

A grandeza medida por cada *pixel* do detector é o coeficiente de atenuação linear, μ , que é obtido com a Lei de Beer:

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu x} \quad (1)$$

Na qual I_0 é a intensidade dos raios X não atenuados e I é a intensidade após atravessar um objeto de espessura x . Essa equação é válida apenas para um feixe bem colimado, espectro discreto, ou seja, monoenergético e objeto homogêneo. Se um dado objeto tem composição heterogênea a atenuação pode ser descrita pela Equação 2:

$$\frac{I}{I_0} = e^{\sum_i (-\mu_i x_i)} \quad (2)$$

na qual cada incremento i corresponde a um material de espessura x_i e coeficiente de atenuação μ_i (WELLINGTON & VINEGAR, 1987).

Deve, ainda, ser considerado a distribuição contínua de energias no feixe de raios X, uma vez que a atenuação sofrida por um dado fóton depende de sua energia (E), a solução adequada consiste em resolver a equação para todas as energias do feixe (KETCHAN & CARLSON, 2001), Equação 3:

$$I = \int I_0(E) e^{\sum_i (-\mu_i(E)x_i)} dE \quad (3)$$

Contudo devido às incertezas associadas à distribuição de energias no feixe esse cálculo se torna complexo. Geralmente os detectores medem a quantidade de fótons recebidos e não suas energias, dificultando a interpretação de imagens tomográficas.

O coeficiente de atenuação linear depende da densidade do material, ρ , e de seu número atômico efetivo, Z_{ef} , de acordo com a Equação 4 (WELLINGTON & VINEGAR, 1987):

$$\mu = \rho \left(a + b \frac{Z_{ef}^{3,8}}{E^{3,2}} \right) \quad (4)$$

Na qual a é um coeficiente denominado Klein-Nishima que é praticamente independente da energia do feixe e b é uma constante. O primeiro termo da Equação 4 representa o espalhamento Compton, predominante em energias acima de 100 kV. O segundo termo considera o efeito fotoelétrico, que de forma geral nas geociências é o mecanismo de atenuação predominante para fótons com energias de 50 a 100 keV (KETCHAM & CARLSON, 2001).

Quando a amostra consiste em mais de um elemento químico o efeito fotoelétrico é proporcional ao número atômico efetivo do material Z_{ef} , dado pela Equação 5:

$$Z_{ef} = \left(\sum f_i Z_i^{3,8} \right)^{1/3,8} \quad (5)$$

na qual f_i é a fração de elétrons do elemento químico i de número atômico Z_i . A água, por exemplo, possui $Z_{ef} = 7,54$, devido a presença de dois elétrons de hidrogênio ($Z=1$) e 8 elétrons do átomo de oxigênio, demonstrando a influência de elementos de elevado número atômico na rádio densidade dos materiais (WELLINGTON & VINEGAR, 1987).

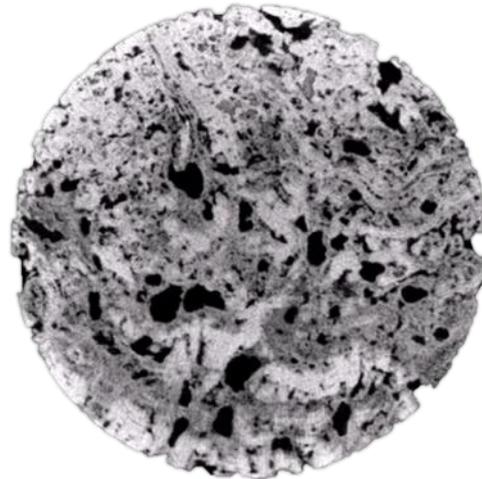
A influência do número atômico dos componentes na imagem pode ser considerada para inferir a composição da amostra e para verificar heterogeneidades na matriz mineral. Isso pode ser alcançado comparando imagens obtidas de imageamentos de minerais de calibração de composição conhecida (WELLINGTON & VINEGAR, 1987 e RAYNAULD, 1989).

2.2.3 Processamento de Imagens Tomográfica

As etapas de Aquisição e Reconstrução tem como resultado um Volume. Esse é composto por *voxels*, onde cada um representa a atenuação daquele ponto e seu valor é dado em unidades tomográficas arbitrárias.

Se a resolução utilizada for suficientemente menor do que a morfologia do espaço poroso da rocha, Figura 7, é possível realizar a binarização da imagem. Processo que divide o volume em sólidos e espaço poroso. Deste ponto a porosidade pode ser facilmente obtida.

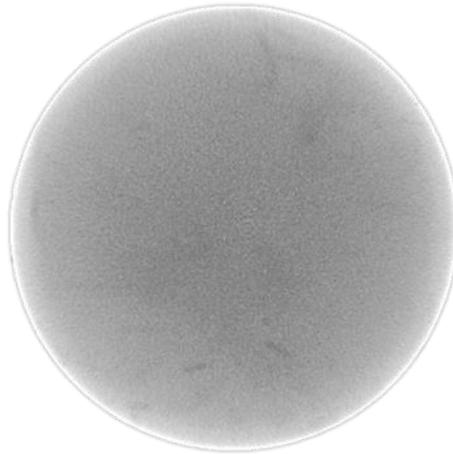
Figura 7 - Imagem tomográfica de fatia de plug com 1,5 polegada de diâmetro de uma Tufa Carbonática, esta imagem fora adquirida e reconstruída utilizando os mesmos parâmetros das outras amostras deste trabalho



Fonte: O autor (2021)

Porém na litologia estudada o espaço poroso tem dimensões nanométricas (Figura 8), não sendo possível discriminar o espaço poroso da matriz mineral com imagens obtidas com um microtomógrafo.

Figura 8 - Imagem tomográfica de fatia de plug com 1,5 polegada de diâmetro de Calcário Laminado da Formação Crato, esta imagem fora adquirida e reconstruída utilizando os mesmos parâmetros das outras amostras deste trabalho



Fonte: O autor (2021)

Processos de binarização apresentam sucesso para a detecção de volume poroso neste tipo de litologia, pelo menos não na resolução disponível na maioria dos tomógrafos industriais. Portanto a caracterização de amostras com espaço poroso de escala nanométrica por meio de imagens tomográficas é um desafio.

Para facilitar a comparação de resultados entre diferentes configurações de aquisição de imagens tomográficas é necessário a utilização de uma unidade padronizada. Wellington e Vinegar (1987) utilizaram unidades Hounsfield (Hu) cujo valor para o ar é igual a -1000 Hu e para água valor é zero. Essas unidades foram criadas para analisar imagens de tomógrafos médicos e calibradas para o corpo humano. Na escala Hu cada unidade corresponde a uma mudança de 0,1% na densidade (WELLINGTON & VINEGAR, 1987).

Para geomaterias a escala Hu é definida da seguinte maneira, a radiodensidade da água destilada sob condições-padrão de temperatura e pressão (CPTP) é definida com o valor de 100 na unidade Hounsfield (HU), enquanto a radiodensidade do ar nas CPTP é definida como zero HU. A escala é comumente utilizada entre 0 e 6500 HU (FONSECA, 2017 *apud* VILANOVA, 2020).

A atenuação de Hounsfield (HU) de um dado material é obtida por:

$$HU = 1000x \frac{\mu - \mu_{ar}}{\mu_{\text{água}} - \mu_{ar}} \quad (6)$$

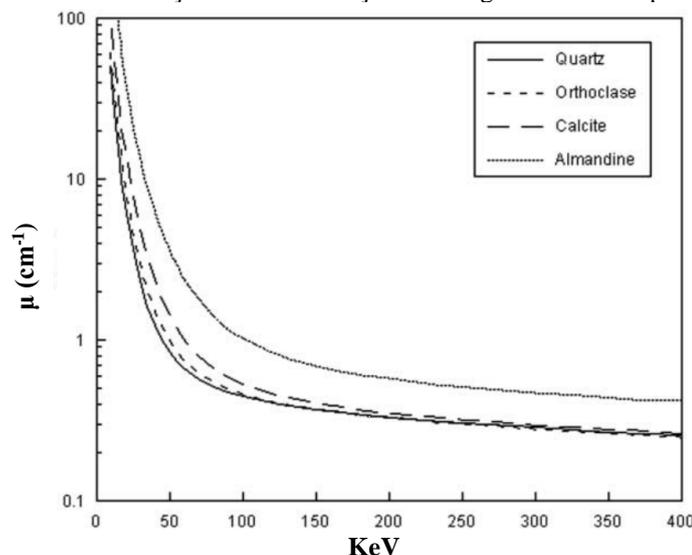
em que μ_{ar} e $\mu_{\acute{a}gua}$ são os coeficientes de atenuação linear do ar atmosférico e da água, respectivamente; e μ é o coeficiente de atenuação linear do material em estudo.

Relacionar os coeficientes de atenuação linear dos minerais mais comumente encontrados em rochas reservatório nas diferentes energias do espectro de raios X auxilia na escolha dos parâmetros adequados para a aquisição de imagens tomográficas de uma dada amostra, (KETCHAN & CARLSTON, 2001).

Os valores de atenuação de cada mineral podem ser calculados combinando valores de atenuação encontrados na literatura, porém deve ser levado em consideração a distribuição contínua das energias que varia quando diferentes configurações de aquisição são utilizadas. Portanto curvas de calibração obtidas a partir do imageamento de minerais de interesse, Figuras 9 e 10, utilizando condições padronizadas de aquisição são uma forma simples e relativamente precisa de realizar a calibração de minerais de interesse (WELLINGTON & VINEGAR, 1987).

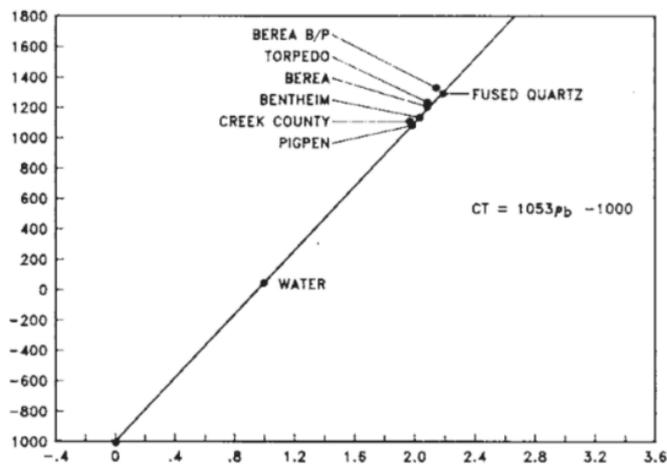
Na Figura 9, estão representadas as curvas de atenuação de quatro minerais: quartzo, ortoclásio, calcita e almandina. Quartzo e ortoclásio têm densidades similares, 2,65 e 2,59 g/cm³ respectivamente, porém seus coeficientes de atenuação são bem diferentes devido a presença de potássio, que possui número atômico relativamente alto. Com o aumento da energia do feixe de raios X seus coeficientes de atenuação convergem devido a densidade similar. Logo a seleção adequada de parâmetros na aquisição de imagens possibilita uma melhor caracterização mineralógica específica.

Figura 9 - Coeficientes de atenuação linear em função da energia dos raios X para quatro minerais



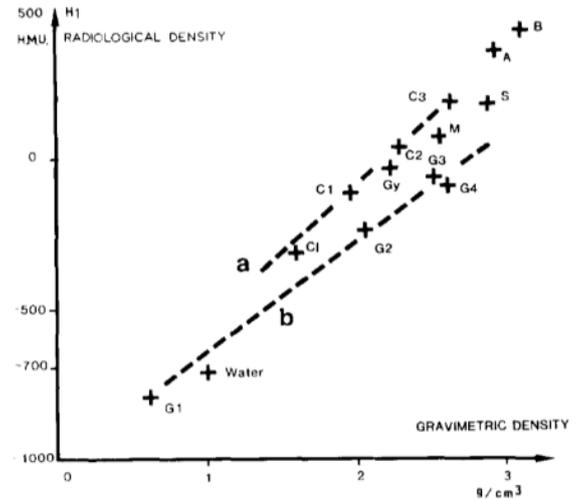
Fonte: Adaptado de Ketcham & Carlson (2001, p. 386)

Figura 10 - Curva de calibração da densidade x radiodensidade (unidades arbitrárias). (a) diferentes rochas e minerais com densidade conhecidas; (b) Diferentes rochas calcárias



Densidade média (g/cm^3)

(a) Fonte: Adaptado de Wellington & Vinegar (1987, p. 887)



Densidade média (g/cm^3)

(b) Fonte: Adaptado de Raynaud *et al.* (1989, p. 151)

2.3 Caracterização de Rochas Reservatório

Neste trabalho foi dado foco na caracterização de um análogo a reservatórios carbonáticos, os laminitos da Formação Crato, que faz parte da sequência pós-rift lacustre, Aptiano, da Bacia do Araripe da Bacia do Araripe, localizada no do nordeste brasileiro. Essas rochas são análogas, por exemplo, a depósitos de laminitos que compõem algumas facies dos reservatórios do intervalo Pré-sal da Bacia de Santos (RAMOS, 2020).

Laminitos Calcários são caracterizados da seguinte maneira: Rocha carbonática de granulação fina (lamosa e/ou peloidal) formada pela recorrência de laminações delgadas. As laminações costumam ser plano-paralelas, com superfície lisa (origem microbiana ou não) Laminito Liso, Figura 11, ou crenulada (origem microbiana) Laminito Crenulado (TERRA *et al.*, 2010).

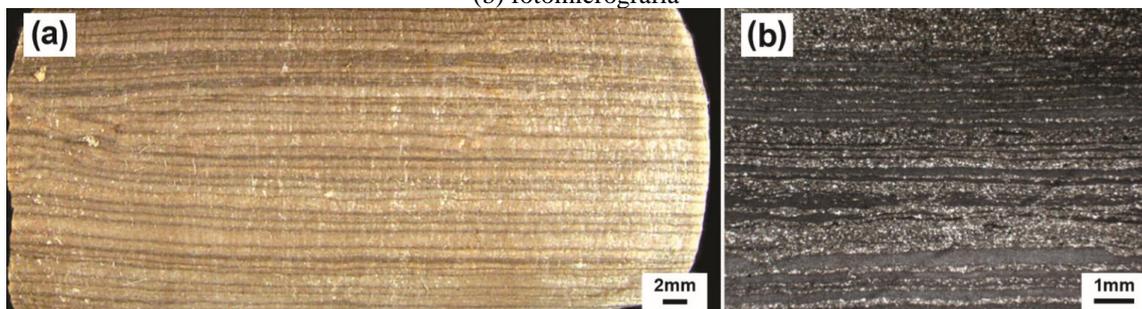
Mckinnon (2017) descreve a estrutura dos laminitos calcários da Formação Crato como acamadados horizontalmente e podendo ter coloração amarela ou cinza.

Os laminitos amarelos contêm fluorita e óxidos de ferro e são recristalizadas em um grau mais alto do que as laminitas cinzas. Laminitos cinzas estão ausentes de fluorita e óxidos de ferro. Os laminitos cinzentos também são caracterizados por um teor de pirita mais alto do que os laminitos amarelos. Embora não seja definitivamente provado por observação petrográfica, as diferenças na cor do laminado provavelmente são causadas por

contrastes na oxidação de minerais portadores de ferro menores nos laminados, em particular a oxidação da pirita em laminitos cinzentos a óxido de ferro em laminitos. As laminações são horizontais, com menos de quatro milímetros de espessura e variam em cor de amarelo claro a marrom ou cinza claro a preto (MCKINNON, 2017)

Os valores de porosidade variam de 4% a 22% com uma porosidade média de 12% para as laminitas microbianas e os valores de permeabilidade variam de 0,0 a 0,09 mD com uma permeabilidade média de 0,004 mD (Miranda et. Al, 2016)

Figura 11 - Laminito liso, Formação Barra Velha, Cretáceo, Bacia de Santos (SE Brasil). (a) amostra lateral, (b) fotomicrografia



Fonte: Adaptado de Terra *et al.*, (2010, p. 25)

Os Laminitos Calcários da Formação Crato foram estudados como um análogo à fácies calcárias de baixa permeabilidade da Formação Barra Velha, pré-sal (SANTOS *et al.*, 2015; MIRANDA *et al.*, 2018, GURJÃO *et al.*, 2013; SOARES *et al.*, 2015). Isso se dá devido a correspondência de idade deposicional, similaridades em litologia e propriedades petrofísicas e geomecânicas (MIRANDA *et al.*, 2018).

A técnica de μ CT possibilita a investigação da microestrutura (escala micrométrica) da rocha intacta, que, quando combinada com a macroestrutura da rocha, possibilita previsões sobre o volume de reserva e estimativas de produção (SANTOS *et al.*, 2015; MIRANDA *et al.*, 2018; GURJÃO *et al.*, 2013; SOARES *et al.*, 2015; ZIHMS *et al.*, 2018).

Na Formação Crato foram realizados estudos para a caracterização da distribuição de descontinuidades e elaboração modelos de DFN (*Discrete Fracture Network*), incluindo fraturas da escala micro até a macro (SANTOS *et al.* 2015., MIRANDA *et al.*, 2018), e estudos de caracterização petrofísica dos laminitos (GURJÃO *et al.*, 2013; SOARES *et al.*, 2015).

A microtomografia de raios X vem sendo utilizada no LTC-RX/UFPE na caracterização de geomateriais como solo (COSTA, 2016; COSTA *et al.*, 2018) e análogos de rochas reservatório (VILANOVA, 2020).

A caracterização das laminações da rocha estudada se apresenta como um desafio, uma vez que a petrofísica tradicional fornece apenas o valor médio para uma amostra, sendo insensível a influência da distribuição de propriedades.

2.3.1 Índices Físicos

As propriedades de uma dada rocha dependem de sua gênese e história geológica. Esses processos naturais geram estruturas complexas e heterogêneas, para facilitar a interpretação de diferentes litologias são utilizados índices físicos, como densidade e porosidade (GOODMAN, 1989).

A densidade de uma dada rocha é dada por sua matriz mineral e espaço poroso. A densidade da rocha ou global (Equação 7) leva ambos os fatores em consideração. Para identificar a massa específica dos minerais constituintes de uma rocha, ou seja, da fase sólida, é utilizada a Equação 8, este valor desconsidera o volume dos poros da rocha e depende apenas da mineralogia da amostra (GOODMAN, 1989).

$$\rho_{Rocha} \left(\frac{g}{cm^3} \right) = \frac{Massa}{Volume_{Total}} \quad (7)$$

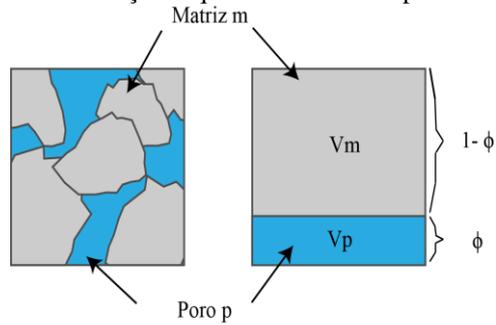
$$\rho_{Sólidos} \left(\frac{g}{cm^3} \right) = \frac{Massa_{Sólidos}}{(Volume_{Total} - Volume_{Poros})} \quad (8)$$

Na Figura 12, é apresentado um esquema simplificado. No contexto da produção de hidrocarbonetos, a porosidade (Equação 9) determina a capacidade de armazenamento da rocha e influencia a maioria das propriedades físicas das rochas como, por exemplo, a velocidade da onda elástica, resistividade elétrica, densidade e permeabilidade (ARNS *et al.*, 2002; ARNS *et al.*, 2005). A permeabilidade do meio depende do tamanho dos poros, sua distribuição e suas conexões com outros poros.

$$Porosidade(\%) = \frac{V_{Vazios}}{V_{Total}} = \frac{V_{Total} - V_{Sólidos}}{V_{Total}} \quad (9)$$

Na qual, V_{vazios} é o volume de vazios (poros e fraturas), V_{Total} é o volume da amostra e $V_{\text{Sólidos}}$ é o volume ocupado pela matriz mineral, frequentemente chamado de volume de grãos; na Figura 12, estão ilustrados os componentes presentes na definição da porosidade.

Figura 12 - Ilustração esquemática de meio poroso



Fonte: VILANOVA (2020, p. 32)

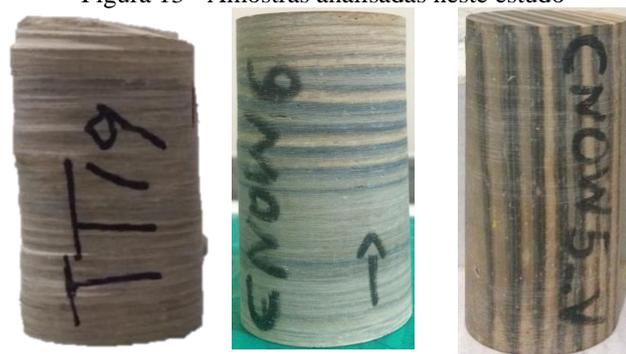
3 MATERIAL E MÉTODOS

Neste capítulo é apresentada a metodologia do presente estudo, que foi dividida em quatro etapas. Primeiramente foi analisada a litologia estudada, Calcários laminados da Formação Crato. A segunda etapa executada foi o escaneamento da amostra de calcita e dos plugues com a Tomografia Computadorizada de Raios X. Em seguida, na terceira etapa, foi analisada a calcita, mineral de calibração, de forma a obter parâmetros para determinação da densidade e porosidade nas amostras estudadas, sendo esta a última etapa.

3.1 Amostras

Neste trabalho foram estudadas três amostras de Laminitos Calcários da Formação Crato, Figura 13, todos fornecidos pelo Laboratório GEOQUANTT do Departamento de Geologia da UFPE, todas as amostras possuem diâmetro de 1,5 polegada (3,81 cm) e alturas entre 5 e 10 cm. As amostras e pluges foram obtidos no âmbito do projeto “pseudopoços”, também financiado pela Petrobras para o estudo de sistemas de fraturas em calcários laminados. A amostra TT19 foi obtida em uma campanha de amostragem que tinha como objetivo investigar heterogeneidades e trechos diferenciados da litologia, posteriormente as amostras CNOW5_V e CNOW6 foram obtidas em uma mesma campanha de amostragem.

Figura 13 - Amostras analisadas neste estudo



Fonte: O autor (2021)

Estas amostras são tão similares entre si quanto materiais naturais permitem, com exceção de seu corte. A amostra CNOW5_V tem seu eixo longitudinal paralelo às laminações, na tentativa de identificar influências da microestrutura nos resultados obtidos.

Um dos desafios impostos pela litologia estudada é a caracterização das diferentes laminações que compõem a rocha, uma vez que estas podem influenciar no comportamento

hidráulico e mecânico do meio. Fraturas, assim como fluidos, seguem o caminho de menor resistência, e determinar a distribuição das propriedades é necessário para a elaboração de modelos realistas uma vez que heterogeneidades estruturais como laminações podem formar caminhos preferenciais.

Devido a fina laminação da rocha estudada a caracterização tem como desafio primário atribuir valores discretos de propriedades petrofísicas para cada camada, na ordem de 0,5 a 2 mm de espessura.

Vale ressaltar a existência da porosidade efetiva, que considera apenas os poros interconectados no cálculo da porosidade. Se essa rocha contiver uma parte de poros não conectados ou isolados, essa parte não contribuirá para nenhum transporte de fluido. Esse tipo de análise não será possível utilizando o método aqui desenvolvido, uma vez que os poros das amostras estudadas se encontram na escala nanométrica, abaixo da resolução do tomógrafo utilizado. Portanto, será possível apenas avaliar a dispersão de propriedades na escala micrométrica.

3.2 Tomografia Computadorizada

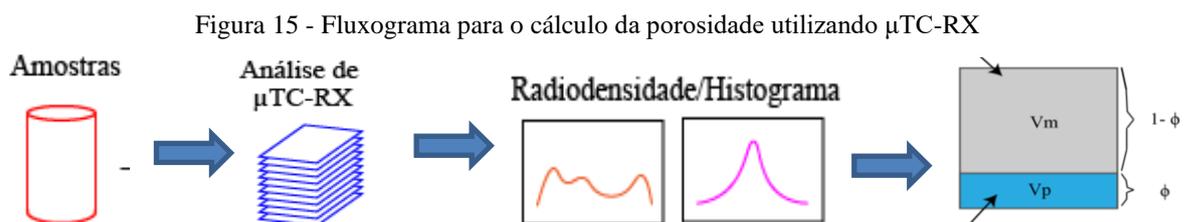
O Laboratório de Tomografia Computadorizada de Raios X (LTC-RX) do Grupo de Pesquisa em Imageamento, Caracterização e Simulação em Meios Porosos (ICSMP) no Departamento de Energia Nuclear da Universidade Federal de Pernambuco (DEN-UFPE) conta com tomógrafo de terceira geração da fabricante NIKON modelo XTH 225 ST (Figura 14), com uma tensão máxima do feixe de 225 keV, corrente máxima de 2000 μ A e possui um detector plano retangular de 1520 *pixels* na vertical por 1900 na horizontal, possibilitando uma imagem com resolução de até 5 μ m em amostras na escala milimétrica e resolução de algumas dezenas de micrometros para um objeto com dimensões centimétricas. Para *plugs* cilíndricos, 3,80 cm (1,5 polegada) de diâmetro e altura variando entre 3 e 10 cm, é feita uma aquisição com resolução de 40 μ m. O equipamento conta ainda com uma gama de filtro físicos (Al, Cu, Sn e Ag) de diferentes espessuras.

Figura 14 - Tomógrafo de Raios X, modelo XT H 225 ST da Empresa Nikon Metrology



Fonte: O autor (2021)

Na Figura 15, é apresentado um esquema simplificado das etapas do método de caracterização de rochas utilizando tomografia computadorizada de raios X aqui desenvolvido.



Fonte: O autor (2021)

VILANOVA (2020) avaliou diferentes parâmetros operacionais para as configurações de imageamento, tempo de exposição aos raios X, tensão do tubo de raios X e diferentes filtros, com o objetivo de otimizar o procedimento e a qualidade das imagens.

Os parâmetros operacionais que permitem a melhor qualidade de imagem tomográfica para rochas calcárias, além de aumentar o contraste entre vazios e sólidos nos plugues de rocha carbonáticas são aqueles descritos na Tabela 1 (VILA NOVA, 2020).

Tabela 1 - Parâmetros experimentais utilizados

Parâmetro	Valor
Corrente (μA)	70
Tensão (kV)	150
Filtro (mm)	0,25 de Alumínio
Tamanho do <i>voxel</i> (μm^3)	40^3
Tempo de Integração (ms)	500

Fonte: VILANOVA (2020)

Para facilitar a comparação entre diferentes procedimentos de aquisição, neste trabalho, adotou-se parâmetros padrões, Tabela 1, para a etapa de aquisição de imagens tomográficas.

A resolução espacial utilizada foi de 40 μm nas três dimensões (40 x 40 x 40 μm^3). Foi utilizado um filtro de alumínio com espessura de 0,25 mm para minimizar artefatos do tipo endurecimento do feixe e melhorar a nitidez da imagem (CNUDDÉ; BOONE, 2015).

Uma vez que as amostras foram escaneadas com tensão maior que 100 kV, na qual predomina o Efeito Compton, o coeficiente de atenuação linear das imagens obtidas é proporcional à densidade do material estudado (WELLINGTON e VINEGAR, 1987; TAUD *et al.*, 2005).

Mesmo com a aplicação do filtro de alumínio, não há modo de afirmar que todos os fótons incidentes têm energia acima de 100 kV, devido ao efeito da radiação de espalhamento. Porém, a própria amostra serve como atenuador, isto é sua camada mais externa atenua mais o feixe do que o interior. Uma vez que apenas os fótons mais energéticos conseguem atravessar o centro da amostra, ocorrendo uma atenuação desproporcional na camada mais externa do material. Isto é chamado de efeito de borda e é um artefato comum em imagens tomográficas (KETCHAN E CARLSON, 2001).

Para minimizar os efeitos deste artefato é necessário descartar extremidades do volume gerado durante o processo de análise, que foi o procedimento adotado para todos os volumes analisados.

3.2.1 Calibração do Mineral de Interesse

Para auxiliar na interpretação de imagens tomográficas sem a utilização do processo de binarização, se faz necessário determinar os valores de atenuação dos minerais que constituem a matriz mineral da rocha estudada, neste trabalho será utilizada a escala Hu.

A Calcita (CaCO_3) foi definido como mineral de calibração, uma vez que esse mineral representa parte significativa da matriz de rochas calcárias de interesse e é o

principal constituinte dos análogos estudados (GURJÃO *et al.*, 2013). A amostra utilizada, cristal translucido com formato prismático com dimensões aproximadas de 2x2x1 cm, foi disponibilizada pelo Laboratório GEOQUANTT do Departamento de Geologia da Universidade Federal de Pernambuco.

A Tabela 2 apresenta algumas das propriedades desses minerais.

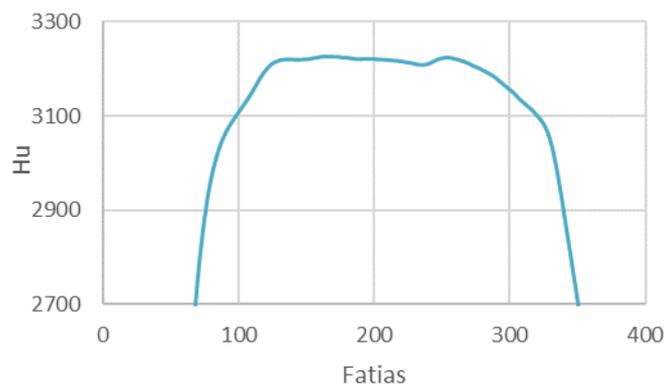
Tabela 2 - Propriedades minerais de interesse

Mineral	Densidade (g/cm ³)
Calcita - CaCO ₃	2,71
Dolomita - CaMg(CO ₃) ₂	2,87
Pirita - FeS ₂	5,00
Óxido de Ferro	5,24

Fonte: Wellington & Vinegar (1987)

Para obter os parâmetros necessários foi selecionado um volume no interior das amostras sendo evitadas as extremidades destas, na tentativa de reduzir a influência do efeito de borda gerado pelo efeito de *bean hardening*. Foi realizada a média dos valores de atenuação encontrados em cada *Slice* da imagem, Figura 16.

Figura 16 - Valores médios de atenuação de cada fatia para a Calcita.

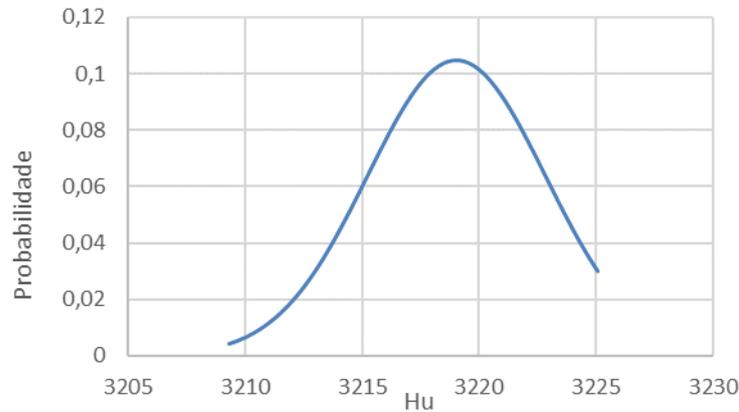


Fonte: O autor (2021)

São desprezados as primeiras e últimas fatias, uma vez que estas se encontram em extremidades irregulares do material prejudicando a precisão do valor médio de atenuação. Mesmo se tratando de amostras com composição considerada homogênea, estas ainda possuem heterogeneidades em sua estrutura, como porosidade, fraturas, heterogeneidades diagenéticas e outras imperfeições na escala micro ou nanométrica. Para reduzir a incerteza

na determinação de um valor de atenuação que represente o mineral foi feita uma distribuição normal, Figura 17, a partir dos valores de atenuação médios dos *Slices*.

Figura 17 - Distribuição normal da atenuação média dos *Slices* para a Calcita (CaCO_3)



Fonte: O autor (2021)

Para evitar contabilizar poros no valor de calibração do mineral torna-se necessário adotar um limiar. Admitiu-se que a matriz mineral das amostras é representada pelos *slices* com maior atenuação.

O limiar foi considerado como um ponto de módulo maior que 95% da distribuição normal, Figura 17. Esse valor será considerado como a atenuação causada por um *voxel* maciço com densidade de $2,71 \text{ g/cm}^3$ e de composição homogênea para condições padrão de aquisição e processamento. Valores abaixo desse limiar são considerados como *voxels* mistos, ou seja, possuem matriz mineral e poros. É ainda considerado que os *voxels* maciços tem densidade igual à densidade do mineral em questão e não foi considerado o efeito de heterogeneidades pontuais.

Assumindo que para materiais de composição homogênea (Z_{eff} constante) submetidos a condições padrão de aquisição (a , b (adimensionais) e E (keV) constantes) a variação no coeficiente de atenuação é inversamente proporcional à densidade de um *voxel*, Equação 10. Logo, para representar o termo constante da Equação 10 foi adotado um valor discreto, denominado coeficiente de calibração (ψ), Equação 11.

$$\left(a + b \frac{Z_{\text{ef}}^{3,8}}{E^{3,2}} \right) = \frac{\mu}{\rho} \quad (10)$$

$$\left(a + b \frac{Z_{\text{ef}}^{3,8}}{E^{3,2}} \right) = \psi \quad (11)$$

O valor de ψ foi obtido pela razão entre a atenuação do mineral de calibração e sua densidade, Equação 12.

$$\psi = \frac{\mu}{\rho} \quad (12)$$

Uma vez determinado este valor para um determinado mineral de calibração, é esperado que a caracterização utilizando a técnica de μ TC-RX para litologias compostas por este mineral seja mais expedita e precisa, contribuindo para a eficiência do método.

3.2.2 Reconstrução e Análise dos Volumes

Seguindo a metodologia de processamento de imagens proposta por Vila Nova (2020), a reconstrução do volume em 3D, a partir das projeções das amostras obtidas por meio da μ TC-RX, foi executada com o *software* CTPro 3D XT 3.03 (Nikon Metrology NV).

No *software* VGStudio MAX 2.2 (Volumegraphics, Heidelberg, Alemanha), as imagens foram convertidas para a unidade de Hounsfield. Nas quais o ar apresenta valor de 0 e a água valor igual a 1000 (cada unidade corresponde a uma mudança de 0,1% na densidade), e foi utilizado o filtro de Gauss para a minimização de ruídos.

Métodos tradicionais de análise de imagens tomográficas contam com uma etapa de binarização que separa a matriz sólida e o espaço poroso. Contudo esses processos geram resultados questionáveis quando uma amostra apresenta porosidade em escalas menores que a do *pixel*, como é o caso na litologia estudada.

Um modo eficiente de conferir acurácia ao processo de caracterização de rochas por meio da microtomografia de Raios X, é comparar os valores de atenuação de minerais de interesse, possibilitando a comparação das radiodensidades da rocha estudada e neste caso a Calcita, que serve como controle.

Conhecendo o coeficiente de atenuação linear dos minerais constituintes de dada rocha foi feita a suposição que a diferença entre a atenuação esperada da matriz mineral e a atenuação observada seja proporcional ao volume de vazios em um dado *pixel*, desta maneira, para rochas de composição homogênea é possível obter a porosidade diretamente do histograma da imagem, uma vez que as frações com maior radiodensidade correspondem à matriz mineral.

Esse método depende da calibração cuidadosa da atenuação de minerais de interesse, levando em consideração o aspecto policromático da fonte de raios X. Outros fatores que limitam a precisão desse método são: artefatos na imagem, mineralogia desconhecida e heterogeneidades e o não conhecimento do espectro de energias dos raios X, uma vez que o coeficiente de atenuação linear varia com a energia do fóton incidente (KETCHAN, 2001).

Uma vez que as rochas estudadas (Figura 18) têm seu espaço poroso constituído por poros de dimensões abaixo de $10\mu\text{m}$, ou até mesmo nanométrica, não é possível capturar detalhes de sua microestrutura na resolução padrão, voxel de dimensão $40\mu\text{m}^3$. Portanto, técnicas padrão de binarização que utilizam um valor de *threshold* para diferenciar a matriz sólida do espaço vazio não são adequadas para caracterizar estas amostras.

Porém a resolução de $40\mu\text{m}^3$ pode ser suficiente para capturar as laminações de forma discreta, uma vez que estas, tem espessura na ordem de 0,5 a 2 mm, Figura 18.

Figura 18 - Amostras de Laminitos Calcários da Formação Crato



Fonte: O autor (2021)

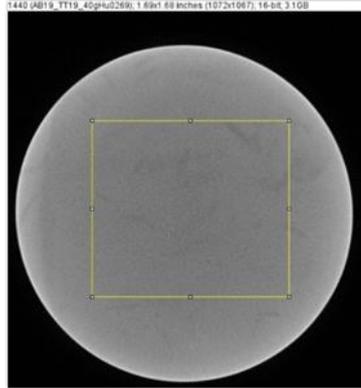
3.2.3 Obtenção de Índices Físicos a partir de Imagens Tomográficas

Uma vez estabelecida a calibração dos minerais de interesse é possível analisar as amostras da Formação Crato. Devido às dimensões das partículas se encontrarem abaixo da resolução de maior parte dos tomógrafos industriais, um dado *voxel* da imagem reconstruída dificilmente é homogêneo, podendo conter frações da matriz mineral e de vazios ou impurezas.

Foi considerado que a matriz mineral das amostras é constituída apenas pelo mineral de calibração, Calcita, e conta com baixo teor de heterogeneidades em sua composição. Logo variações na atenuação em uma mesma amostra dependem apenas da presença de vazios.

Inicialmente foi feita uma estimativa da densidade da amostra. Para isso foi necessário selecionar uma região de interesse, Figura 19. Isto gera a densidade global daquela região.

Figura 19 - Área selecionada para recorte de volumes, foram cortadas as bordas da imagem para contornar possíveis efeitos de Borda (Artefato).



Fonte: O autor (2021)

A densidade pode ser classificada em duas categorias, da rocha ou global (ρ_{Rocha} ou ρ_{Global}) e dos sólidos ($\rho_{Sólidos}$), a primeira considera o espaço poroso e a matriz mineral, a segunda não considera o espaço poroso, Equações 12 e 14, respectivamente.

$$\rho_{Rocha\ ou\ Global} \left(\frac{g}{cm^3} \right) = m / V_{Total} \quad (13)$$

$$\rho_{Sólidos} \left(\frac{g}{cm^3} \right) = m / V_{Sólidos} \quad (14)$$

Na qual, m é a massa de uma amostra, e V_{Total} é seu volume. $V_{Sólidos}$ é o volume ocupado pelos sólidos, ou seja, é V_{Total} descontado o volume do espaço poroso. A densidade global, Equação 13, tem uma correlação inversa com a porosidade. Por se tratar de um valor médio há inevitavelmente perdas de informação, porém esta homogeneização torna o método mais expedito.

Este valor de densidade global é comparado com a densidade do mineral de calibração, considerando a mineralogia uniforme, onde valores de densidade abaixo do mineral de calibração são considerados como regiões com concentração de porosidade.

Utilizando condições padronizadas de aquisição e reconstrução, foi adotado o coeficiente de calibração da Calcita para obter a densidade de um dado *voxel* a partir de seu coeficiente de atenuação (ψ), de acordo com a Equação 12 modificada, Equação 15.

$$\rho \left(\frac{g}{cm^3} \right) = \frac{\mu (Hu)}{\psi} \quad (15)$$

Desta forma é possível aferir a densidade em pontos discretos, ou volumes de interesse, no interior do objeto. Neste trabalho esta propriedade foi utilizada para verificar se há ou não relação entre as laminações e a distribuição de densidade na rocha.

Porosidade é uma razão entre o volume de vazios e o volume total de uma dada amostra (Equação 9). Para sua estimativa foram feitas as seguintes considerações.

A lei de Beer, para materiais heterogêneos Equação 16, consiste na ponderação dos coeficientes de atenuação dos dois, ou mais, materiais contidos entre a fonte e o detector.

$$\frac{I}{I_0} = e^{\sum_i(-\mu_i x_i)} \quad (16)$$

Dado que a densidade do ar é muito baixa quando comparada com a densidade da rocha, o coeficiente de atenuação do ar também se torna comparativamente desprezível de acordo com as Equações 17 a 19, onde a Equação 18 é análoga a Equação 4.

$$\rho_{Rocha} \gg \rho_{ar} \cong 0 \quad (17)$$

$$\mu = \rho \left(a + b \frac{Z_{ef}^{3,8}}{E^{3,2}} \right) \quad (18)$$

$$\mu_{Rocha} \gg \mu_{ar} \cong 0 \quad (19)$$

Logo, para região heterogênea (mineral e poro) a lei de Beer pode ser adaptada conforme observado nas Equações 20 a 22.

$$\frac{I}{I_0} = e^{[(-\mu_{vaz} X_{vaz}) + (-\mu_{sólidos} X_{sólidos})]} \quad (20)$$

$$\mu_{ar} \cong 0 \quad (21)$$

$$X_{sólidos} = X_{total} - X_{vaz} \quad (22)$$

$$\frac{I}{I_0} = e^{[-\mu_{sólidos}(X_{total} - X_{vaz})]} \quad (23)$$

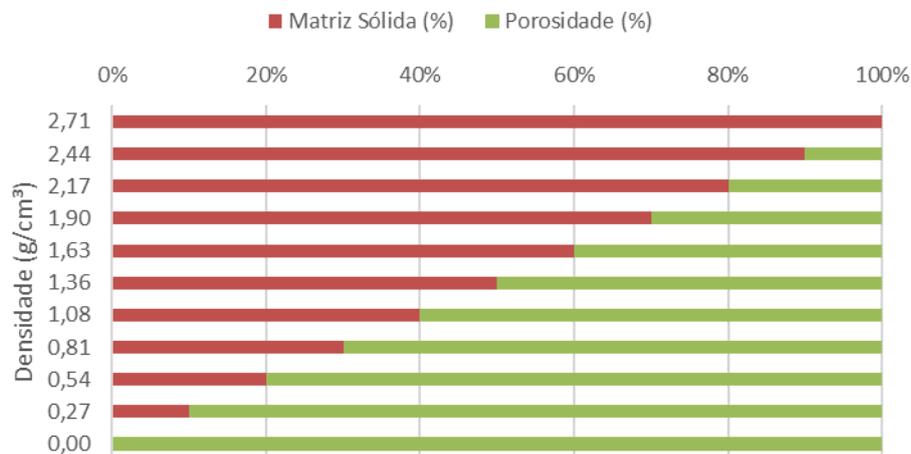
Na qual, X_{Total} corresponde ao volume do voxel ($40^3 \mu\text{m}^3$) ou região, X_{vaz} e X_{Rocha} correspondem à fração do volume do *voxel* que contém vazios e sólidos, respectivamente; e μ_{ar} e μ_{Rocha} são os coeficientes de atenuação destes. Uma vez determinada a atenuação do mineral constituinte da rocha, neste caso a calcita, é possível obter o índice de vazios presente em uma região de composição homogênea. Se, $X_{\text{vaz}} = 0$, voxel/região maciço e $X_{\text{vaz}} = X_{\text{total}}$, voxel/região vazio.

Neste trabalho, a Porosidade foi determinada pela Equação 24, análoga à Equação 9.

$$\text{Porosidade (\%)} = \frac{\mu_{\text{Mineral}} - \mu_{\text{medido}}}{\mu_{\text{Mineral}}} \quad (24)$$

Uma vez que a densidade de uma amostra fora relacionada com seu coeficiente de atenuação e foram desprezadas as impurezas é possível determinar o volume de vazios de um dado *voxel* ou subvolume a partir de sua densidade. Como exemplificado na Figura 20.

Figura 20 - Demonstrativo da relação entre porosidade e densidade
Relação entre Densidade e Porosidade



Fonte: O autor (2021)

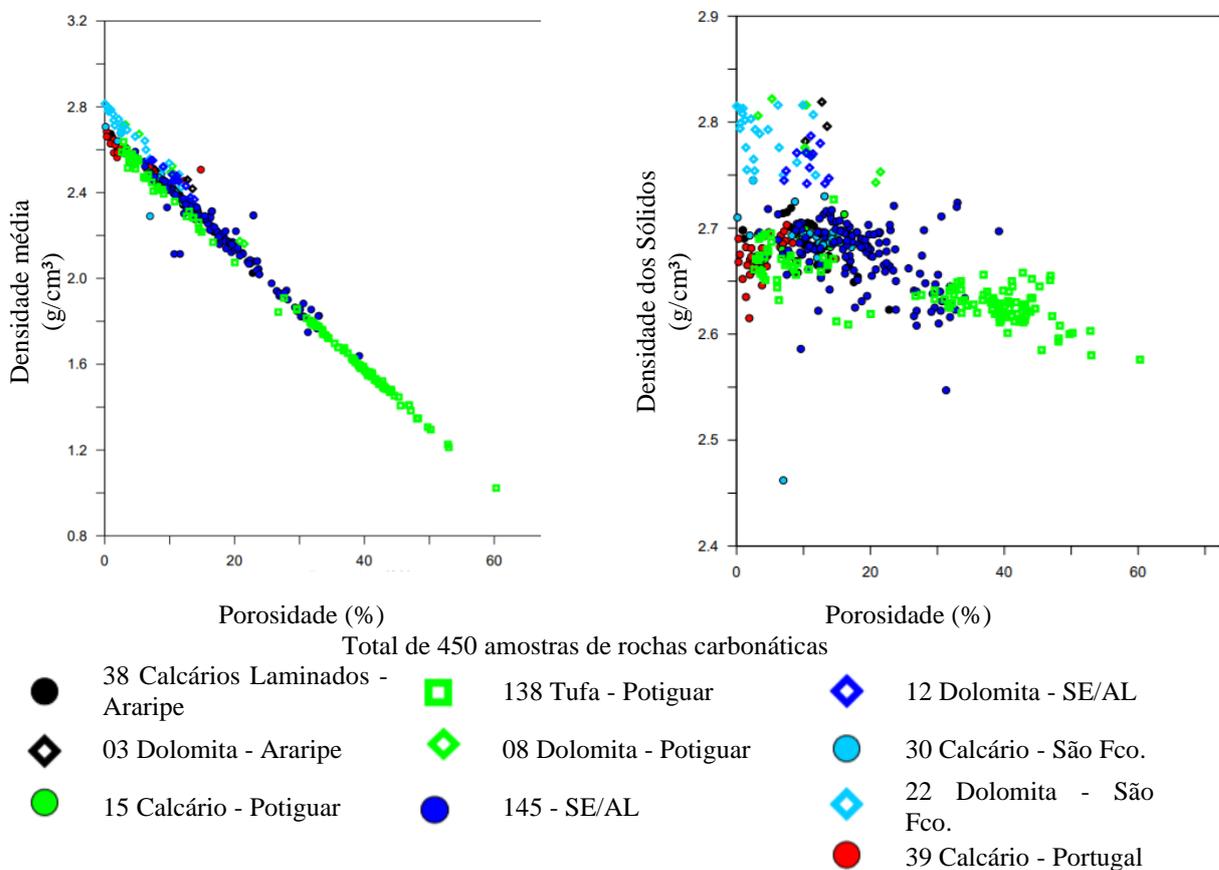
Os resultados obtidos nesta etapa foram comparados com os valores encontrados na literatura para a calcários laminados da Formação Crato e litologias similares para verificar a precisão do método.

Soares *et al.* (2015) utilizaram métodos petrofísicos tradicionais (porosímetros a gás) para realizar medições de densidade, média e dos grãos, e porosidade dos mesmos laminitos estudados neste trabalho. Os autores também estimaram dados de propriedades

elásticas como Módulo de Young, Módulo de cisalhamento e Coeficiente de Poisson com base em análises de propriedades dinâmicas nesses depósitos.

Apesar de conter amostras de laminitos calcários da Formação Crato (entre outras), os métodos petrofísicos utilizados por Soares *et al.* (2015) fornecem apenas resultados médios para uma dada amostra, Figura 21, não considerando a distribuição de propriedades nas amostras. Para avaliar os dados obtidos serão avaliados não somente os valores médios. Valores de pontos específicos de uma dada amostra também serão comparados com os resultados da literatura, possibilitando a identificação e caracterização de heterogeneidades.

Figura 21 - Influência da densidade (global e dos grãos) na porosidade de amostras de rochas calcárias



Fonte: SOARES *et al.* (2015, p. 3)

Os autores concluem a partir dos gráficos da Figura 21, que a densidade dos sólidos ($\rho_{\text{Sólidos}}$) fornece um indicativo dos minerais constituintes da rocha, tendo influência limitada na porosidade. E a densidade média ($\rho_{\text{Média}}$) tem forte correlação com a porosidade.

Com base nessas conclusões a porosidade foi estimada a partir da densidade média, obtida pelo valor de atenuação médio de cada fatia, região representada na Figura 19. Para

estimar a densidade média do plug fora realizada a média dos valores medidos em cada fatia.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção serão apresentados os resultados encontrados durante a pesquisa, primeiramente são discutidos os parâmetros encontrados na etapa de calibração do mineral de interesse, a calcita, logo após, são comparados os resultados obtidos na estimativa de densidade e porosidade das amostras com os valores de referência. Por fim, é discutida a forma em que as propriedades analisadas estão distribuídas internamente nas rochas e sua relação com o as laminações da rocha.

4.1 Calibração do Mineral de Interesse

Esta etapa teve como objetivo determinar o parâmetro de calibração adequado para a rocha analisada, neste caso a Calcita ($2,71\text{g/cm}^3$), uma vez que este é o principal componente das rochas analisadas de acordo com Heimhofer *et al.* (2010), isto torna possível analisar um número maior de amostras de mineralogia similar, sem comprometer a precisão dos resultados.

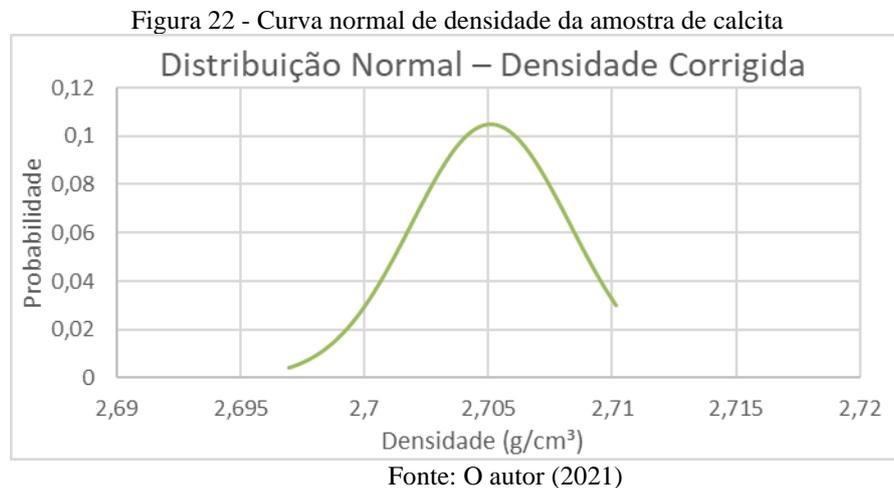
SOARES *et al.* (2015) concluíram após análise de 450 amostras de rochas carbonáticas de afloramentos em Portugal e no Brasil que a densidade dos grãos de uma dada amostra tem ótima correlação com sua mineralogia. Ao analisar amostras de calcários laminados da Formação Crato e amostras de calcita concluíram que ambas têm densidade específica dos grãos em torno de $2,7\text{g/cm}^3$ comprovando o alto teor de calcita desta litologia (GURJÃO *et al.*, 2013).

Seguindo a metodologia descrita no Item 3.2.2, o limiar de atenuação, ponto de módulo maior que 95% da distribuição normal, foi definido como 3.224,84 Hu. Este valor foi considerado como a atenuação causada por um volume maciço de calcita com densidade de $2,71\text{ g/cm}^3$ e composição homogênea para condições padrão de aquisição e processamento.

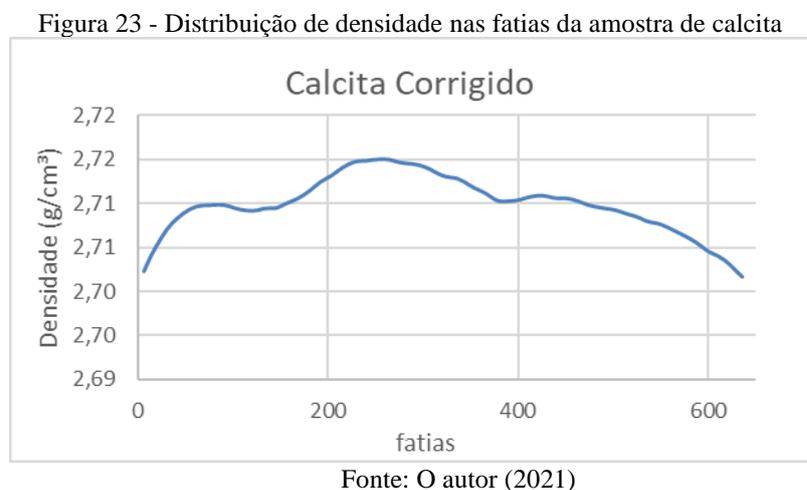
Aplicando estes valores na Equação 12, é obtido o valor de ψ , de acordo com a expressão abaixo:

$$\psi = \frac{\mu}{\rho} = \frac{3224,84}{2,71} = 1.189,98$$

Aplicando este coeficiente de calibração na curva normal da Figura 17 foi obtido o gráfico da Figura 22. Neste é possível observar que os valores médios giram em torno de $2,705 \text{ g/cm}^3$.



Aplicando o coeficiente de calibração nos dados apresentados na Figura 16, foi obtido o Gráfico da Figura 23.



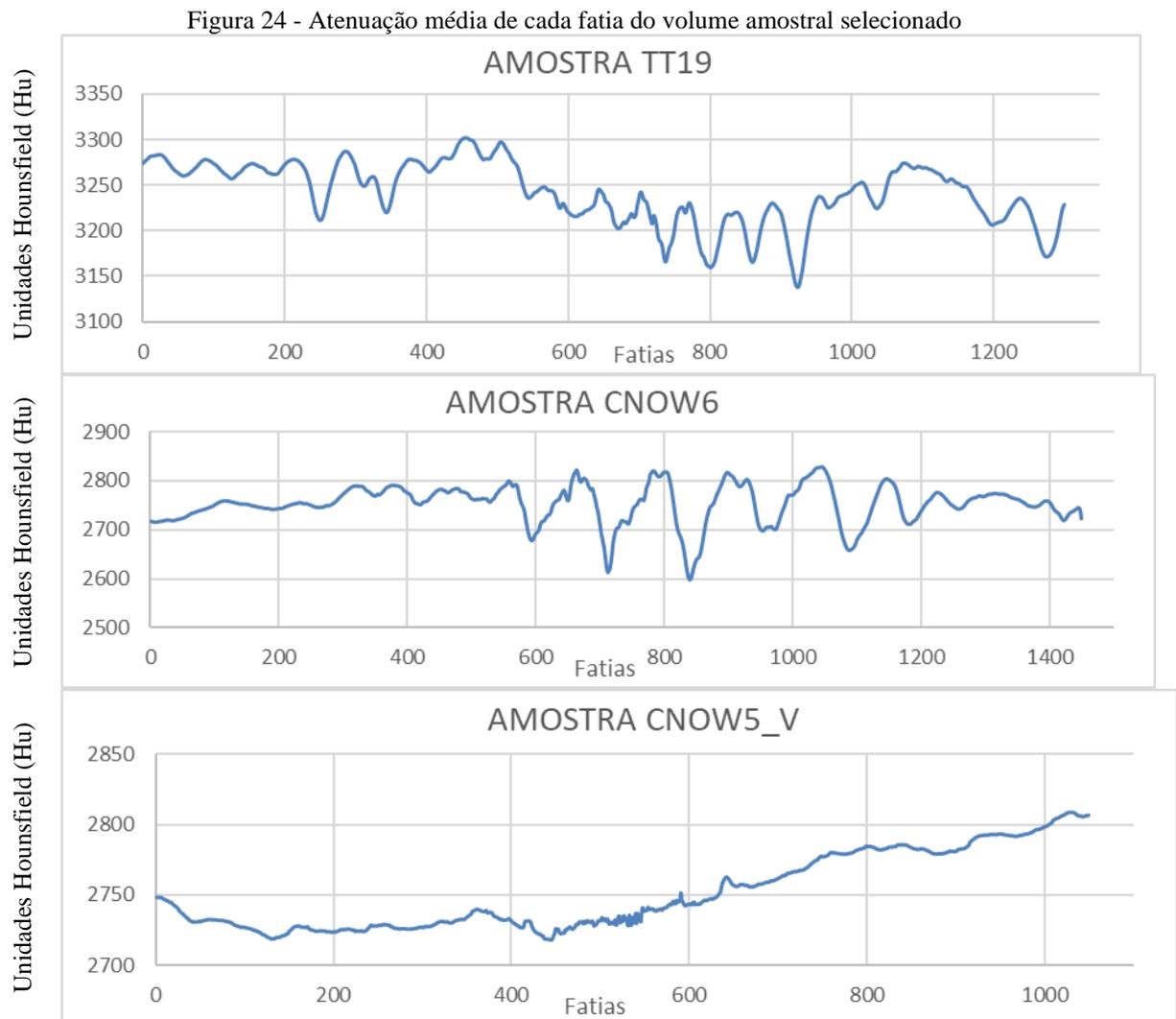
Os valores de densidade encontrados correspondem com os valores encontrados para amostras de calcita, com o valor médio em torno de $2,7 \text{ g/cm}^3$ por Soares *et al.* (2013). Os autores utilizaram plugs obtidos em campo, e neste estudo foi selecionada uma amostra particularmente homogênea fornecendo mais controle à calibração.

Para gerar o gráfico da Figura 23, o coeficiente de calibração foi aplicado no mesmo conjunto de dados que este foi obtido (amostra de calcita), logo, os gráficos presentes neste Item servem, apenas, para verificar se a aplicação do valor de ψ produz resultados

condizentes com a amostra de calcita analisada. Isto foi cumprido uma vez que os resultados de densidade da amostra foram coerentes com os usados como referência (SOARES *et al.*, 2013).

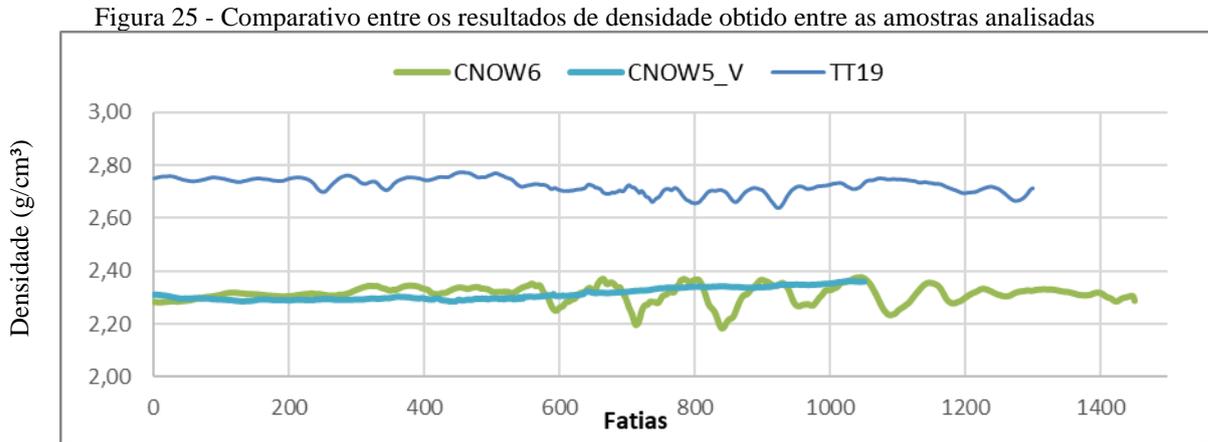
4.2 Obtenção de Índices Físicos a partir de Imagens Tomográficas

Estabelecida a calibração dos minerais de interesse foram analisadas as amostras da Formação Crato, Figura 13. Os volumes foram reconstruídos em Unidades Hounsfield. Foi selecionado um volume no interior das amostras (Figura 18) e o valor médio de atenuação da região selecionada de cada fatia foi plotado nos gráficos da Figura 24, as extremidades foram desprezadas.



Fonte: O autor (2021)

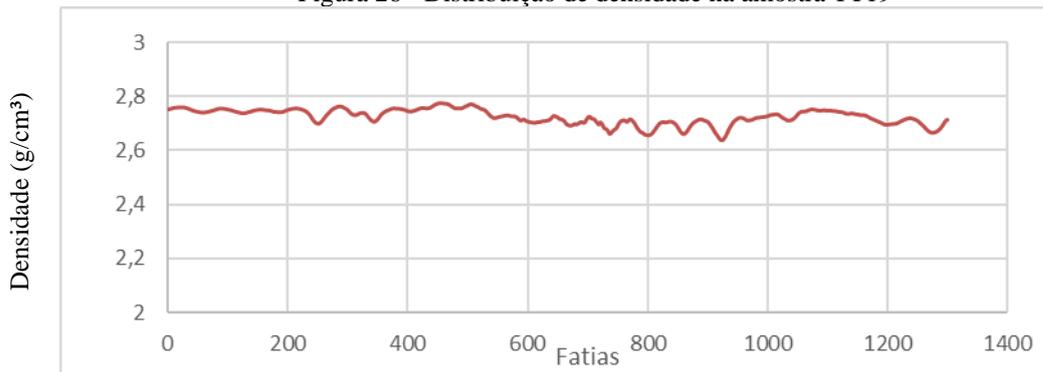
Os gráficos da Figura 24, estão nas mesmas unidades, porém foram representados em escalas diferentes, para uma observação mais detalhada da atenuação nas diferentes fatias dos volumes. Em seguida foi aplicado o coeficiente de calibração (ψ) aos valores dos gráficos da Figura 24, sendo obtido o gráfico da Figura 25.



A amostra TT19 apresentou valores de densidade entre 2,60 e 2,80 g/cm³. As amostras CNOW6 e CNOW5_V apresentaram valores de densidade similares, entre 2,20 e 2,40 g/cm², onde ambas foram obtidas em um mesmo afloramento da Formação Crato. Todas as amostras são laminitos calcários, demonstrando a heterogeneidade de alta frequência e muito pequena escala.

Para a amostra TT19, os valores de densidade variaram entre 2,64 e 2,78 g/cm³, tendo como média 2,72 g/cm³ (Figura 26). A Amostra TT19 apresentou trechos de densidade estimada maior do que a calcita estudada no Item 4.1. Estes poderiam apontar para uma composição influenciada não apenas pela calcita, mas também por dolomita, mineral calcário de densidade maior do que a da calcita. Ou ainda, pirita, como apontado pelo trabalho de Coura *et al.* (2016).

Figura 26 - Distribuição de densidade na amostra TT19



Fonte: O autor (2021)

Outro motivo que poderia influenciar a densidade são heterogeneidades pontuais na composição da matriz mineral, devido ao seu processo de gênese, óxidos de ferro são comumente encontrados nesta litologia. Isto, aliado com o histórico geológico da rocha e processos de compactação e cimentação dos minerais, pode gerar uma rocha extremamente compacta. A amostra TT19 não possui porosidade a olho nu, corroborando para esta teoria.

Os valores de densidade da Amostra CNOW6 variaram entre 2,18 e 2,38 g/cm³ tendo seu valor médio 2,31 g/cm³ (Figura 27).

Figura 27 - Distribuição de densidade na amostra CNOW6



Fonte: O autor (2021)

Ambas as amostras anteriores foram cortadas de forma perpendicular a suas laminações. De forma a verificar que as variações de densidade observadas correspondem com as laminações, foi elaborada a Amostra CNOW5_V (Figura 13), cortada paralelamente a suas laminações

Os valores de densidade estimados, para a Amostra CNOW5_V, variaram entre 2,36 e 2,28 g/cm³, e seu valor médio foi de 2,31 g/cm³ (Figura 28).

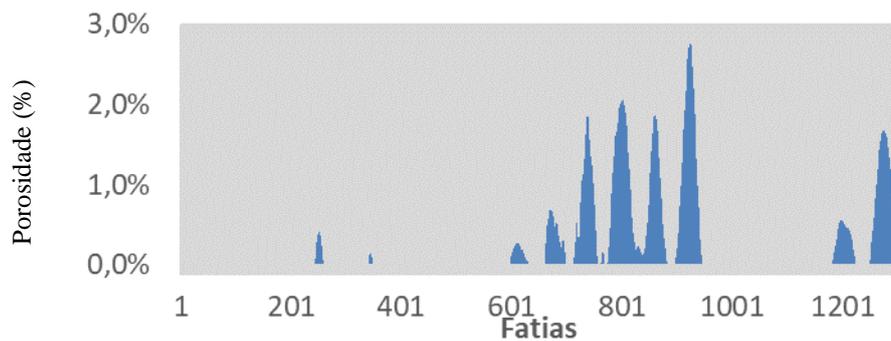


Fonte: O autor (2021)

Para a estimativa da porosidade foi utilizada a Equação 24 que compara a atenuação medida, no caso a atenuação média de uma certa fatia, com a atenuação do mineral de calibração. Locais de radiodensidade maior que o mineral de calibração foram estimados como tendo 0% de porosidade, para o restante foram atribuídos valores entre 0 e 100% de acordo com a Equação 24.

Para a amostra TT19, Figura 29, o valor de médio de porosidade foi definido como 0,23%, como fora discutido anteriormente, a matriz desta amostra é, possivelmente, composta por minerais mais densos que a calcita e, portanto, os valores de porosidade podem estar subestimados. O eixo vertical do gráfico da Figura 29 foi limitado entre 0 e 3% de forma a possibilitar uma melhor visualização dos resultados encontrados para esta amostra.

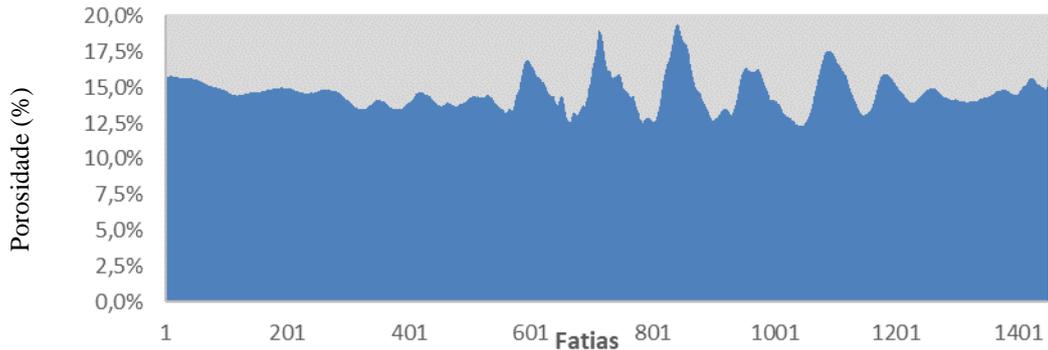
Figura 29 - Amostra TT19 - Porosidade (%)



Fonte: O autor (2021)

Para a amostra CNOW6 o valor de médio de porosidade obtido foi 14,62 %, com fatias variando entre 12,3% e 19,5%, Figura 30.

Figura 30 - Amostra CNOW6 – Porosidade (%)

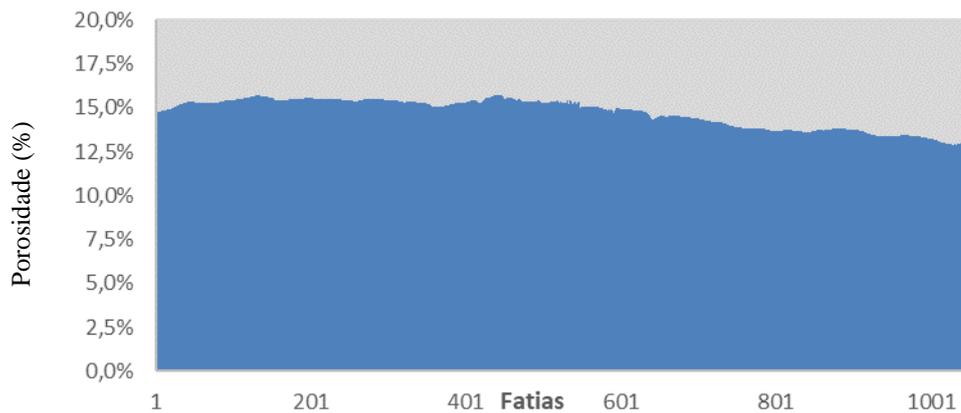


Fonte: O autor (2021)

Para a amostra CNOW5_V o valor porosidade variou entre 12,90 % e 15,72 % e seu valor médio foi definido como 14,69 %, estes valores assim como a amostra anterior confirmam a eficiência do método quando a mineralogia é bem definida. Diferentemente das Amostras TT19 e CNOW6, esta amostra, representada no gráfico da Figura 31, não possui os picos ou vales bem demarcados. Isto é atribuído à geometria do corte deste plug, Figura 13, sendo cortado paralelamente às laminações.

O eixo longitudinal, amostra CNOW5_V, acompanha as mesmas laminações da rocha por toda sua extensão e mesmo assim há uma variação de porosidade de quase de 3 %, demonstrando a heterogeneidade do material.

Figura 31 - Amostra CNOW5_V – Porosidade (%)



Fonte: O autor (2021)

Os valores de densidade e porosidade encontrados estão dispostos de forma resumida nas Tabelas 3 e 4.

Tabela 3 - Resumo valores de Densidade (g/cm³)
Densidade (g/cm³)

Amostras	Média	Mínimo	Máximo
TT19	2,72	2,64	2,78
CNOW6	2,31	2,18	2,38
CNOW5_V	2,31	2,28	2,36

Fonte: O autor (2021)

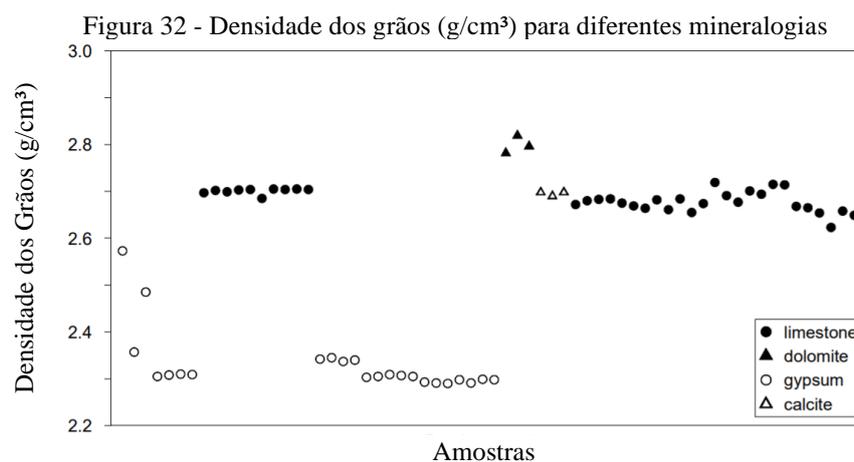
Tabela 4 - Resumo valores de Porosidade (%)
Porosidade (%)

Amostras	Média	Mínimo	Máximo
TT19	0,23	0	2,78
CNOW6	14,62	12,30	19,50
CNOW5_V	14,69	12,90	15,72

Fonte: O autor (2021)

Para corroborar os valores encontrados foram utilizados os resultados de Gurjão *et al.* (2013) e Soares *et al.* (2015), estes mensuraram propriedades petrofísicas (porosidade, densidade média e dos grãos e parâmetros elásticos) em amostras provenientes da Formação Crato, Bacia do Araripe. Os tipos de rocha estudados foram calcários laminados, dolomitas, gipsita e calcita.

A densidade fase sólida, ou seja, dos grãos é um parâmetro útil para a determinação da mineralogia dos carbonatos estudados (Figura 32). As amostras que apresentaram densidade dos grãos em torno de 2,7 g/cm³ foram as calcitas e calcários laminados, legitimando a escolha do mineral de calibração. Dolomitas e gipsitas obtiveram valores em torno de 2,8 e 2,3 g/cm³, respectivamente.

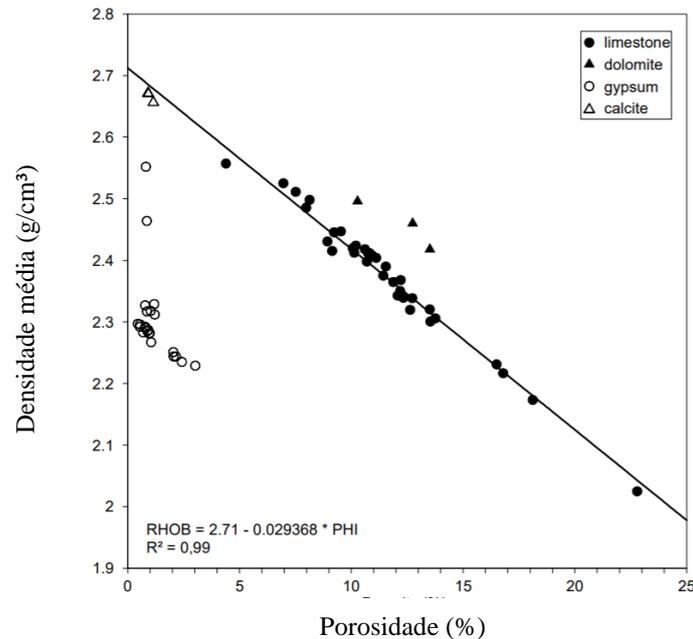


Fonte: GURJÃO *et al.* (2013)

No gráfico da Figura 33, estão plotados os valores de densidade e porosidade das amostras estudadas. É possível observar a confiabilidade da relação entre densidade média

e porosidade. A maioria das amostras de calcário laminado mensuradas apresentaram baixa porosidade, no máximo 14%.

Figura 33 - Gráfico Porosidade (%) x Densidade média (g/cm³) para amostras de calcários laminados, dolomitas, gipsitas e calcitas



Fonte: GURJÃO *et al.* (2013, p. 4)

Para a maioria das amostras de Laminitos Calcários a densidade varia entre 2,3 e 2,5g/cm³, e a porosidade entre 5 e 15%. Os valores encontrados neste trabalho para as amostras CNOW6 e CNOW5_V são condizentes com estes.

Os valores de densidade e porosidade da amostra TT19 não foram compatíveis com os valores encontrados por Gurjão *et al.* (2013), Figura 33, para laminitos calcários da Formação Crato, os autores caracterizaram amostras de calcário laminado com porosidades média abaixo de 5%, esta amostra apresentou valores de porosidade entre zero e 2,68%, Figura 29. Para a caracterização desta amostra seria recomendado a investigação da mineralogia da Amostra TT19 para a determinação do mineral de calibração adequado.

A partir dos resultados obtidos neste Item foi possível concluir que o método foi preciso na caracterização de densidade e porosidade das amostras CNOW6 e CNOW5_V quando comparado a valores de referência. Legitimando a eficiência do método para amostras de mineralogia bem compreendida.

Para a caracterização da amostra TT19, seria recomendado a investigação da mineralogia da mesma, para a determinação do mineral de calibração adequado.

Para inferir a composição desta amostra é indicado a determinação da densidade dos sólidos desta amostra, uma vez que esta tem correlação com a composição da rocha, Figura 32. Este objetivo pode ser alcançado por meio petrofísico tradicional, como uso do porosímetro a gás, ou por meio da Petrofísica digital.

Estudos futuros poderão avaliar a possibilidade de caracterizar a mineralogia de uma dada rocha a partir da determinação da densidade dos sólidos obtida na imagem tomográfica realizando uma amostragem suficientemente grande para capturar o maior número de *voxels* maciços quanto possível para identificar a matriz mineral.

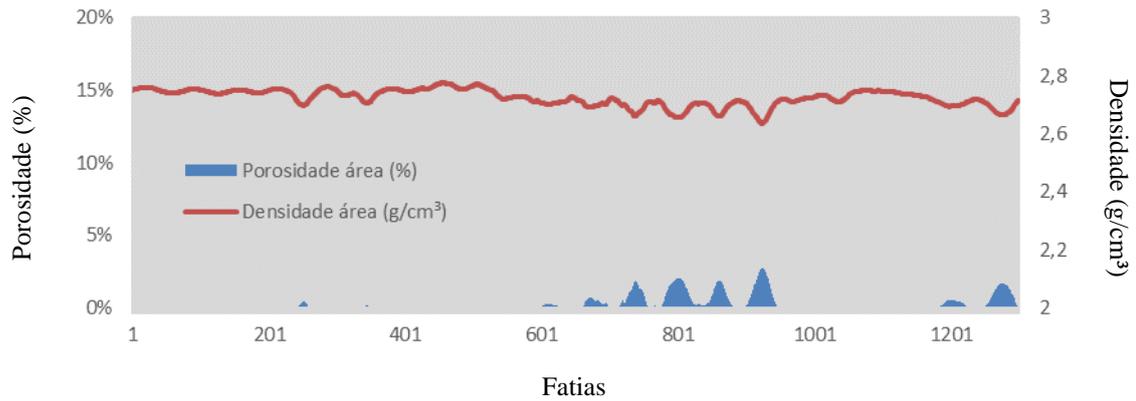
4.3 Distribuição de Índices Físicos nas Amostras

Esta dissertação teve como objetivo geral verificar a viabilidade aplicação da técnica de μ TC na estimativa, rápida e com precisão aceitável, da densidade e porosidade das feições de interesse da litologia estudada, no caso deste estudo os calcários finamente laminados da Formação Crato.

Este objetivo foi alcançado na caracterização precisa da porosidade, das amostras CNOW6 e CNOW5_V, quando comparado a resultados da literatura, Item 4.2. Os resultados da amostra TT19 não corresponderam precisamente com os resultados obtidos por Gurjão *et al.* (2013) e Soares *et al.* (2015), isto pode ter ocorrido por imprecisões no método ou heterogeneidade esperada para materiais de origem natural, podendo haver presença de pirita, dolomita ou óxidos de ferro em sua composição, afetando os resultados obtidos.

Nas amostras TT19 e CNOW6, Figuras 34 e 35 respectivamente, foi possível notar a variação no coeficiente de atenuação nas diferentes fatias dos volumes, estas correspondem às laminações características desta litologia.

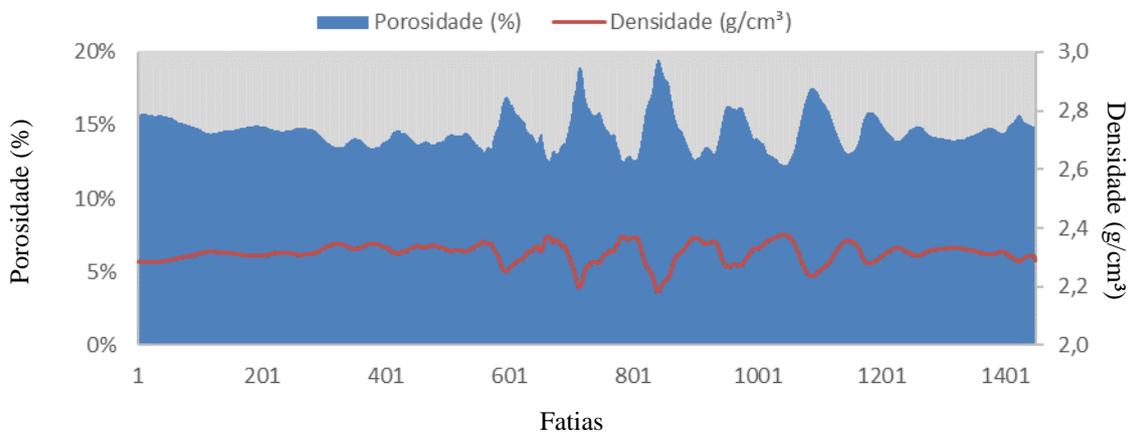
Figura 34 - Amostra TT19 – Distribuição de Porosidade e Densidade Média.



Fonte: O autor (2021)

A Amostra CNOW6 apresentou resultados compatíveis com os valores de referência para porosidade e densidade. Além disso foi possível detectar variação na densidade e porosidade ao longo da amostra, Figura 35, de forma similar a amostra TT19, Figura 34. Sendo possível atribuir valores discretos e coerentes com valores de referência para diferentes laminações a partir dos valores de calibração obtidos a partir da calcita.

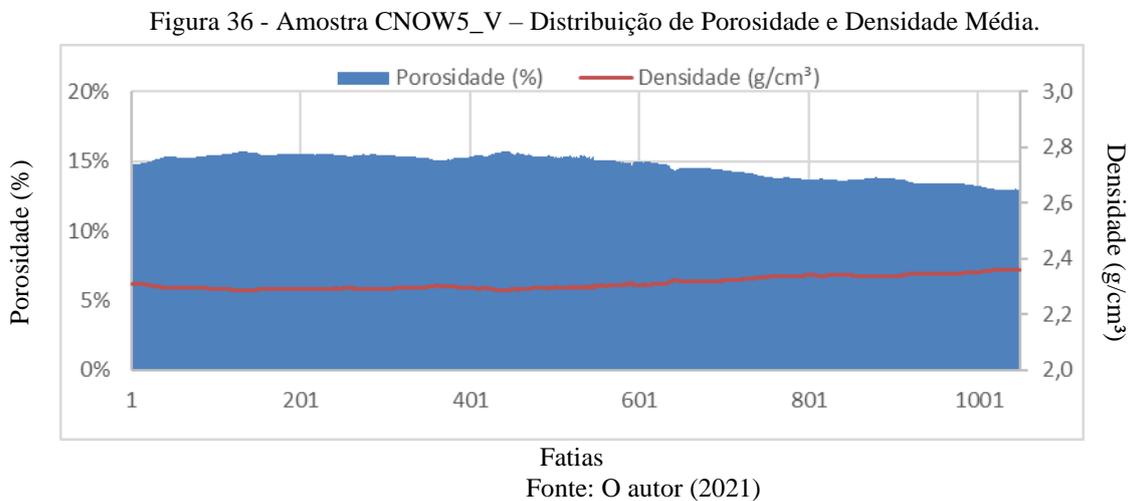
Figura 35 - Amostra CNOW6 – Distribuição de Porosidade e Densidade Média.



Fonte: O autor (2021)

Os resultados obtidos para a amostra CNOW6 são suficientes para concluir que é possível obter grandezas petrofísicas a partir de imagens tomográficas com precisão comparável a métodos petrofísicos tradicionais encontrados em estudos já citados neste trabalho, a precisão destes resultados corrobora a utilidade da etapa de calibração uma vez que várias amostras, de mineralogia similar, podem ser analisadas com precisão. E a correspondência entre variação nas propriedades e as laminações da rocha permitem investigar a influência da heterogeneidade laminar de alta frequência nas propriedades da rocha.

Devido a diferença na sua geometria, não foram notados picos e vales na distribuição das propriedades estudadas da amostra CNOW5_V (Figura 36), como nas amostras anteriores. Este resultado era esperado uma vez que o eixo longitudinal desta amostra não intersecta as laminações da rocha, é paralelo a estas. A uniformidade distribuição de propriedades da amostra CNOW5_V demonstra que as variações nos gráficos das Figuras 34 e 35 não são apenas ruído e capturam a real variação de propriedades nas amostras TT19 e CNOW6. Os resultados obtidos no gráfico da figura 36 demonstram que as propriedades das mesmas lâminas na horizontal variam menos.



Os gráficos das Figuras 34 a 36, permitem concluir que foi possível verificar a eficácia da técnica de μ TC na estimativa, rápida e com precisão similar a técnicas tradicionais, da densidade e porosidade das feições de interesse da litologia estudada, caso a mineralogia das rochas analisadas seja bem compreendida e com poucas heterogeneidades.

Este objetivo foi alcançado na caracterização precisa da porosidade, das amostras CNOW6 e CNOW5_V, quando comparado a resultados da literatura. Contudo, os resultados da amostra TT19 não corresponderam precisamente com os resultados da

literatura, isto pode ter ocorrido por imprecisões no método ou heterogeneidade esperada para materiais de origem natural, podendo haver presença de dolomita ou óxidos de ferro em sua composição. Afetando os resultados obtidos.

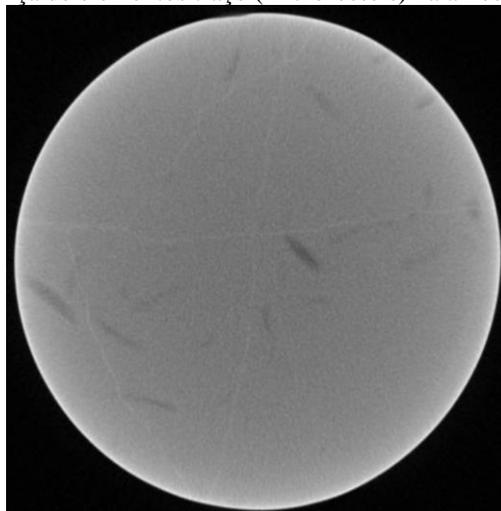
Coura *et al.* (2016) realizaram ensaios petrofísicos nos laminitos calcários da formação Crato e observou três grupos distintos dentre as amostras, sendo diferenciados através de valores de densidade dos grãos e de porosidade. Isto foi atribuído à variação na composição da matriz mineral da rocha. Os autores consideraram que as rochas estudadas poderiam conter em sua composição, além da calcita, dolomita, pirita ou ankerita, carbonato romboédrico com estrutura análoga à estrutura da dolomita, na qual o ferro ferroso substitui parte do magnésio (densidade de 5,0 g/cm³).

Os autores consideram a presença de dolomita como pouco provável por não ter sido identificada na literatura consultada, ou nas análises petrográficas realizadas, a presença massiva de dolomita na composição das fácies analisadas.

A presença de pirita ou ankerita foi considerada como cenários com maior probabilidade, pois a literatura descreve a ocorrência de pirita apenas como elemento traço, identificada em restos de galhos de plantas parcialmente preservados e presença de dolomita rica em ferro (ankerita) foi relatada em áreas específicas da Bacia do Araripe (COURA *et al.*, 2016).

A presença de pirita ou ankerita foi considerada como cenários com maior probabilidade, pois a literatura descreve a ocorrência de pirita apenas como elemento traço, identificada em restos de galhos de plantas parcialmente preservados e presença de dolomita rica em ferro (ankerita) foi relatada em áreas específicas da Bacia do Araripe (COURA *et al.*, 2016).

Figura 37 - Presença de elementos traço (microfósseis) na amostra TT19.



Fonte: O autor (2021)

As diferenças na coloração das diferentes laminações são relacionadas a composições mineralógicas diferenciadas (MCKINNON, 2017). Os laminitos amarelos contêm fluorita e óxidos de ferro e são recristalizadas em um grau mais alto do que as laminitos cinzas. Os que apresentam coloração cinzas estão ausentes de fluorita e óxidos de ferro. Os laminitos cinzentos também são caracterizados por um teor de pirita mais alto do que os laminitos amarelos. Estas alterações na composição são observadas nas variações de atenuação das imagens tomográficas correspondentes às laminações observadas. Uma maior concentração de pirita poderia explicar os valores encontrados para a amostra TT19.

Mesmo com as observações anteriores, foi observado nas amostras TT19 e CNOW6 a variação no coeficiente de atenuação nas diferentes fatias dos volumes, estas correspondem às laminações características desta litologia.

Logo, os gráficos obtidos para a Amostra TT19 podem ser utilizados para analisar a variação do coeficiente de atenuação entre diferentes fatias e laminações sendo possível verificar a influência da microestrutura na distribuição de propriedades.

A caracterização da densidade e porosidade de amostras utilizando a técnica de microtomografia de raios X se mostrou viável. Estudos futuros poderão verificar a viabilidade de obter outros parâmetros de interesse para a criação de modelos computacionais de reservatórios.

Os autores Gurjão *et al.* (2013) e Soares *et al.* (2015) fornecem valores de parâmetros elásticos como módulos de Young e cisalhamento e coeficiente de Poisson, além de correlações entre estes e densidade e porosidade. Estas correlações poderiam ser utilizadas para inferir parâmetros elásticos para diferentes laminações, fornecendo dados para a construção de modelos simulações numéricas de ensaios mecânicos.

Os dados aqui encontrados também poderão fomentar pesquisas na caracterização do fluxo de meios porosos, uma vez que as concentrações de porosidade encontradas nas amostras TT19 e CNOW6 podem indicar a presença de caminhos preferenciais. Porém, para esta litologia e este método, não é possível a caracterização precisa da forma, dimensões, orientações e conectividade dos poros, dificultando uma caracterização quantitativa.

Estas variações na composição mineralógica das laminações geram variações nos valores de atenuação

5 CONCLUSÃO

Esta dissertação teve como objetivo verificar a viabilidade da aplicação da técnica de Microtomografia de Raios X na estimativa, rápida e com precisão comparável a técnicas petrofísicas tradicionais, da densidade e porosidade da litologia estudada. No caso deste estudo calcário finamente laminado. Foram feitos esforços para reduzir o tempo de processamento necessário para a obtenção de propriedades de interesse a partir de imagens tomográficas, sem comprometer a acurácia do método.

A etapa de calibração se mostrou útil para interpretar os resultados, fornecendo um valor de comparação. Porém se beneficiaria de um banco de dados com mais minerais catalogados. A principal vantagem desta etapa é reduzir o tempo de análise determinada da amostra, sendo possível agrupar e analisar em conjunto rochas com mineralogias similares, como observado na caracterização das amostras CNOW6 e CNOW5_V.

Os parâmetros utilizados na aquisição das imagens se mostraram adequados, uma vez que foram identificadas variações significativas na radiodensidade do material em escala micrométrica. As amostras foram escaneadas utilizando uma resolução de $40^3 \mu\text{m}^3$ ($0,04^3 \text{ mm}^3$), possibilitando a análise comparativa entre as lâminas constituintes dos calcários laminados da Formação Crato, como observado nas amostras CNOW6 e TT19.

As distribuições de densidades ao longo das amostras CNOW6 e CNOW5_V se mostraram coerentes com resultados encontrados na literatura para rochas calcárias e calcários laminados da Formação Crato. Foi observada a forte dependência entre o grau de homogeneidade na composição da amostra e a confiabilidade da relação entre porosidade e densidade. Logo esta metodologia é recomendada para rochas de mineralogia bem compreendida.

O estudo aqui desenvolvido foi capaz de identificar e estimar valores de densidade e porosidade de forma discreta, por laminação, para as particularidades da litologia estudada, provando a eficácia do método de aquisição e processamento de imagens tomográficas desenvolvidos no LTC-RX da Universidade Federal de Pernambuco.

Estudos futuros poderão aplicar os métodos aqui desenvolvidos rochas com diferentes propriedades, adaptando os métodos de análise das imagens tomográficas, e mineralogias, expandindo a biblioteca de minerais tomografados nas condições padrão de aquisição e processamento. Essas contribuições podem se tornar fundamentais na elaboração de modelos computacionais acurados tornando, por sua vez, o processo de

prospecção e exploração de reservas de hidrocarbonetos mais eficiente e seguro, frente a melhor compreensão das condições *in-situ*.

REFERÊNCIAS

- ABELHA, MARINA e PETERSOHN, ELIANE. **The State of the Art of the Brazilian Pre-Salt Exploration**. In: [s.l.: s.n.], 2018.
- AHR, W.; M. **Geology of carbonate resevoirs: the identification, description, and characterization of hidrocarbon reservoirs in carbonate rocks**. New Jersey, USA: John Wiley & Sons. P. 277, 2008.
- ARNS, CHRISTOPH H., BAUGET, FABRICELIMAYE, AJAY *et al.* **Pore Scale Characterization of Carbonates Using X-Ray Microtomography**. SPE Journal, v. 10, n. 04, p. 475-484, 2005.
- ARNS, CHRISTOPH H., KNACKSTEDT, MARK A. PINCZEWSKI, W. VAL *et al.* **Computation of linear elastic properties from microtomographic images: Methodology and agreement between theory and experiment**. GEOPHYSICS, v. 67, n. 5, p. 1396-1405, 2002.
- CNUUDE, V. BOONE, M.N. **High-resolution X-ray computed tomography in geosciences: A review of the current technology and applications**. Earth-Science Reviews, v. 123, p. 1-17, 2013.
- COSTA, L. F.; ANTONINO, A. C. D.; HECK, R. J.; COUTINHO, A. P.; PIMENTEL, R. M. M.; SALES, F. J. R.; MACHADO, C. B.; VASCONCELOS, T. C.; DUARTE, D. A. **Microtomografia computadorizada de raios-X na caracterização morfológica dos poros de Neossolo Regolítico Eutrófico**, Journal of Environmental Analysis and Progress, v. 1, n. 1, p. 24-33, 2016.
- COSTA, L. F. **Tomografia computadorizada de raios-x aplicada à caracterização do espaço poroso do solo**, Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2016.
- COSTA, L. F.; ANTONINO, A. C. D.; HECK, R. J.; COUTINHO, A. P.; VASCONCELOS, T. C. MACHADO, C. B. **X-ray computed microtomography in the evaluation of the porous system of soils**, Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, v.22, n.4, p. 249-254, 2018.
- COURA, R. L. C.; SOARES, J. A.; GOMES, I. F. **Composição Mineral de Ritmitos do Araripe por Análise Petrofísica**. VII Simpósio Brasileiro de Geofísica, Ouro Preto, 25 – 27 de outubro de 2016.
- DUSSEAULT, MAURICE B. **Geomechanical challenges in petroleum reservoir exploitation**. KSCE Journal of Civil Engineering, v. 15, n. 4, p. 669-678, 2011.
- FONSECA, A. C. G. **Aplicação das tomografias computadorizadas de Raios-X e Gama na análise de Solo Simulado**, Tese (doutorado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Energéticas e Nucleares, 2017.

GOODMAN, R. E. **Introduction to Rock Mechanics**. 2. ed. New York: John Wiley & Sons, 1989.

GURJÃO, K.G.R., SOARES, J.A. FIGUEIREDO, A.N. *et al.* **Petrophysics of carbonatic and evaporitic rocks from Araripe Basin**. 13th International Congress of the Brazilian Geophysical Society & EXPOGEF, Rio de Janeiro, Brazil, 26–29 August 2013, 2013.

HEIMHOFER, ULRICH, ARIZTEGUI, DANIELENNIGER, MARC *et al.* **Deciphering the depositional environment of the laminated Crato fossil beds (Early Cretaceous, Araripe Basin, North-eastern Brazil)**. *Sedimentology*, v. 57, n. 2, p. 677-694, 2010.

KETCHAM, RICHARD A. CARLSON, WILLIAM D. **Acquisition, optimization and interpretation of X-ray computed tomographic imagery: applications to the geosciences**. *Computers & Geosciences*, v. 27, n. 4, p. 381-400, 2001.

MCKINNON, E. A., **Structural diagenesis of bed-parallel and bed-normal fractures, Cretaceous Crato Formation carbonate rocks, NE Brazil**. Thesis (Master of Science in Geological Sciences) - The University of Texas at Austin December 2017

MIRANDA, T., BARBOSA, A., GOMES, I., SOARES, A., SANTOS, R., MATOS, G., MCKINNON, E., NEUMANN, V., and MARRETT, R., 2016. **Petrophysics and petrography of Aptian tight carbonate reservoir, Araripe Basin, NE Brazil**, in *Proceedings, EAGE Conference and Exhibition, 78th*, Vienna: Austria, p.1-5.

MIRANDA, T.S., SANTOS, R.F. BARBOSA, J.A. *et al.* **Quantifying aperture, spacing and fracture intensity in a carbonate reservoir analogue: Crato Formation, NE Brazil**. *Marine and Petroleum Geology*, v. 97, p. 556-567, 2018.

RAMOS, G. M. S., **Análise de Concreções como Ferramenta para o Estudo de Taxas de Compactação em Calcários Laminados: Aplicação À Evolução Diagenética De Rochas Reservatórios**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. DEN. Programa de Pós-Graduação em Geociências do Centro de Tecnologia e Geociências, 2020.

RAYNAUD, SUZANNE, FABRE, DENISMAZEROLLE, FRÉDÉRIC *et al.* **Analysis of the internal structure of rocks and characterization of mechanical deformation by a non-destructive method: X-ray tomodensitometry**. *Tectonophysics*, v. 159, n. 1-2, p. 149-159, 1989.

SANTOS, RAFAEL F.V.C., MIRANDA, TIAGO S. BARBOSA, JOSÉ A. *et al.* **Characterization of natural fracture systems: Analysis of uncertainty effects in linear scanline results**. *AAPG Bulletin*, v. 99, n. 12, p. 2203-2219, 2015.

SOARES, J. A., GARCIA, A.J.V., BEZERRA, FRANCISCO & FRIEDRICH, ANELISE & CAZARIN, CAROLINE & TABOSA, LOUIS & COURA, RAYSSA. (2015). **Petrophysics and Rock Physics of Carbonates from Brazil and Portugal**. 10.13140/RG.2.1.1609.0326.

TAUD, H.; MARTINEZ-ANGELES, R.; PARROT, J.F., HERNANDEZ-ESCOBEDO, L. **Porosity estimation method by X-ray computed tomography**, Journal of Petroleum Science and Engineering, v.47, p. 209–217, 2005.

TERRA, J.G.S., SPADINI, A.R., FRANÇA, A.B., LEITE, C., ZAMBONATO, E.E., COSTA, L., ARIENTI, L.M., ERTHAL, M.M., BLAETH, M., FRANCO, M.P., MATSUDA, N.S., GOULART, N., AUGUSTO, P., JUNIOR, M., FRANCISCO, R.S., AVILA, D., SOUZA, R.S. DE, TONIETTO, S.N., MARIA, S., 2010. **Classificações Clássicas De Rochas Carbonáticas**. B. Geoci. Petrobras, Rio Janeiro 18, 9– 29.

TAUHATA, L.; SALATI, I. P. A.; DI PRINZIO, R.; DI PRINZIO, A. **Radioproteção e Dosimetria: Fundamentos**. 5ª revisão. Rio de Janeiro, IRD/CDTN, 2003.

TURNER, J. E. **Atoms, Radiation, and Radiation Protection**, ed.3, WILEY-VCH, 2007.

VAN DER BAAN, M., EATON, D., & DUSSEAULT, M. (2013, May 20). **Microseismic Monitoring Developments in Hydraulic Fracture Stimulation**. International Society for Rock Mechanics and Rock Engineering.

VAZ, C. M. P.; CRESTANA, S.; NAIME, J. de M.; CRUVINEL, P. E. **Tomografia computadorizada de raios X ou gama**, Embrapa Instrumentação, 2014.

VILANOVA, A. A. **Quantificação da Porosidade em Rochas Calcárias por meio de Tomografia Computadorizada de Raios X e de Raios Gama**. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. DEN. Programa de Pós-graduação em Tecnologias Energéticas e Nucleares, 2020.

WELLINGTON, S. L., VINEGAR, H. J.: **X-ray computerized tomography**. Journal of Petroleum Technology 39, 885-898 (1987).

ZIHMS, STEPHANIE G., LEWIS, HELENSIQUEIRA DE MIRANDA, TIAGO *et al.* **Fracture Reconstruction and Analysis of Low Permeability Carbonates using x-ray Tomography for Comparison with Outcrop Data**. 2018.