



UNIVERSIDADE
ESTADUAL DE LONDRINA

RODRIGO NAGATA

**COMPOSIÇÃO MULTIESCALAR DA REDE POROSA DE
ROCHAS CARBONÁTICAS**

Londrina
2015

RODRIGO NAGATA

**COMPOSIÇÃO MULTIESCALAR DA REDE POROSA DE
ROCHAS CARBONÁTICAS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação em Física da Universidade Estadual de Londrina, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni.

Londrina
2015

Nagata, Rodrigo.
COMPOSIÇÃO MULTIESCALAR DA REDE POROSA DE ROCHAS CARBONÁTICAS /
Rodrigo Nagata. - Londrina, 2015.
111 f. : il.
Orientador: Carlos Roberto Appoloni.

Tese (Doutorado em Física) - Universidade Estadual de Londrina, Centro de Ciências Exatas, Programa de Pós-Graduação em Física, 2015.

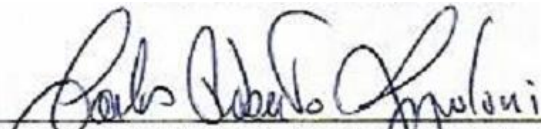
Inclui bibliografia.

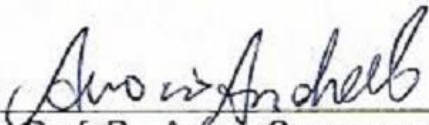
1. Microtomografia de raios X - Teses. 2. Modelo Multiescala - Teses. 3. Rochas Carbonáticas - Teses. 4. Escala de Poros - Teses. I. Appoloni, Carlos Roberto. II. Universidade Estadual de Londrina. Centro de Ciências Exatas. Programa de Pós-Graduação em Física. III. Título.

RODRIGO NAGATA

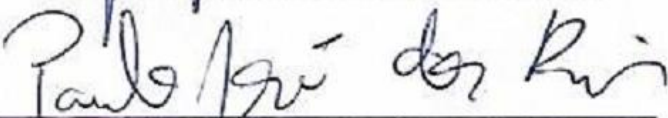
**COMPOSIÇÃO MULTIESCALAR DA REDE POROSA DE ROCHAS
CARBONÁTICAS**

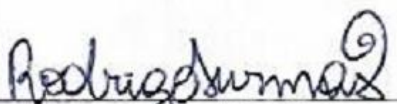
BANCA EXAMINADORA


Orientador: Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni
Universidade Estadual de Londrina - UEL


Prof. Dr. Avacir Casanova Andrello
Universidade Estadual de Londrina – UEL


Prof. Dr. José Martins de Oliveira Junior
Universidade de Sorocaba - UNISO


Prof. Dr. Paulo José dos Reis
Universidade Estadual de Londrina – UEL


Dr. Rodrigo Surmas
Centro de Pesquisas da Petrobrás - CENPES

Londrina, 24 de Abril de 2015

Aos meus pais, Carlos e Amélia

AGRADECIMENTOS

À Deus, por todas as graças que tem concedido em minha vida.

Aos meus pais, Carlos e Amélia, por todo o suporte e carinho.

Ao Professor Doutor Carlos Roberto Appoloni, pela orientação deste trabalho e por todos os ensinamentos e conselhos que me permitiram evoluir como pesquisador.

Ao Professor Doutor Paulo José dos Reis, pela grande contribuição na realização deste trabalho e participação nas bancas de qualificação e defesa, além da amizade.

Ao Professor Doutor Celso Peres Fernandes, pela participação na banca de qualificação e pelas contribuições na realização deste trabalho.

Aos pesquisadores Doutores Anderson Camargo Moreira, Lara Frangiotti Mantovani e Leonardo Carmezini Marques, pelas contribuições neste trabalho e por toda amizade.

Ao Doutor Engenheiro Rodrigo Surmas, pela participação na banca de defesa e contribuições para realização deste trabalho, em especial por fornecer as amostras que foram analisadas.

Ao Professor Doutor Avacir Casanova Andrello e ao Professor Doutor José Martins de Oliveira Júnior pela participação na banca de defesa.

Ao Professor Doutor Rudy Swennen, que me recebeu em Leuven durante o período de estágio no exterior.

Aos amigos Antônio Carlos Patrocínio Júnior, Flavio Franchello, Gustavo Machado Monteiro, Isaías Venâncio da Luz Filho, Renato Akio Ikeoka e Tiago Dutra Galvão, por todo o companheirismo e suporte ao longo desta jornada.

A todos os membros do Laboratório de Física Nuclear aplicada e do Departamento de Física da Universidade Estadual de Londrina, pelo suporte e ótima convivência.

Aos amigos Clodoaldo Tavares Santana de Oliveira, Erika Tiemi Sato e Izabel do Nascimento, pela amizade e apoio.

Ao Centro de Pesquisas da Petrobrás, que contribui com a realização deste trabalho.

À CAPES pela bolsa de estudos que permitiu a realização deste trabalho.

"All of physics is either impossible or trivial. It is impossible until you understand it and then it becomes trivial."

(Ernest Rutherford)

NAGATA, Rodrigo. **Composição multiescalar da rede porosa de rochas carbonáticas**. 2015. 111 f. Tese (Doutorado em Física) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2015.

RESUMO

Este trabalho propõe um novo modelo para compor as escalas da rede porosa de rochas carbonáticas. Quatro amostras (Desert Pink, Dolomite, Indiana e Winterset) foram medidas pela microtomografia de raios X com diferentes resoluções espaciais (90 μm , 13 μm , 5 μm , $\sim 1 \mu\text{m}$, 65 nm). Os resultados das medidas foram utilizados para calcular a porosidade total e a distribuição de tamanhos de poros das amostras. O modelo usa esses resultados para determinar o número de objetos (e seus tamanhos) medidos em cada escala e os projeta para o maior volume utilizado, permitindo que seja feita uma comparação direta dos resultados. Os resultados de porosidade calculados pelo modelo multiescala foram comparados com resultados obtidos pela técnica de porosimetria por injeção de mercúrio, mostrando boa concordância para duas das quatro amostras. Também foi apresentada uma nova abordagem, baseada no modelo multiescala proposto, para determinar se subvolumes das imagens microtomográficas eram representativos para o volume total. Os subvolumes considerados representativos foram utilizados no modelo multiescala gerando bons resultados.

Palavras-chave: Rede porosa. Multiescala. Rochas carbonáticas. Microtomografia de raios X.

NAGATA, Rodrigo. **Multiscale composing of carbonate rocks' porous network.** 2015. 111 p. Thesis (Doctoral degree in Physics) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2015.

ABSTRACT

This work proposes a new model to compose the different scales of carbonate rocks' pore network. Four samples (Desert Pink, Dolomite, Indiana and Winterset) were measured by X-ray microtomography using different spatial resolutions (90 μm , 13 μm , 5 μm , $\sim 1 \mu\text{m}$, 65 nm). The results were used to calculate the samples total porosity and pore size distribution. The model used these results to calculate the number of objects (and their size) measured in each scale and project them to the larger volume used, allowing a direct comparison among them. The calculated porosity results were compared to results obtained by mercury injection capillary pressure, showing good agreement to two of the four samples. A new approach, based in the proposed multiscale model, to determine if subvolumes of microtomographic images are representative to the whole volume was also presented. The subvolumes found representative were used in the multiscale model bringing good results.

Keywords: Porous network. Multiscale. Carbonate rocks. X-rays microtomography.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Ângulos de contato para um fluido molhante (a) e não molhante (b).....	25
Figura 2 - Emissão de Raios X.....	27
Figura 3 – Mapeamento dos coeficientes de atenuação linear.	29
Figura 4 – Realização de medidas com um tomógrafo de primeira geração	31
Figura 5 – Tomógrafo de segunda geração	32
Figura 6 – Tomógrafo de terceira geração	33
Figura 7 – Tomógrafo de quarta geração	33
Figura 8 – Arranjo microtomográfico	34
Figura 9 – Projeções formadas por raios paralelos e tomadas em ângulos diferentes. Extraída de (KAK & SLANEY, 1999).	36
Figura 10 - Elementos estruturantes das métricas d_4, d_8 e $d_3 - 4$	39
Figura 11 - Imagem original (A) que sofre um processo de erosão resultando em (B). A Imagem (B) sofre um processo de dilatação resultando em (C).	40
Figura 12 - Meio poroso com poros de diferentes diâmetros	42
Figura 13 - Amostras de Dolomita (a), Desert Pink (b), Indiana (c) e Winterset (d) ..	43
Figura 14 – Microtomógrafo V tome x L300	45
Figura 15 – Microtomógrafo SkyScan 1172	46
Figura 16 – Microtomógrafo Versa XRM-500.....	47
Figura 17 – Microtomógrafo Ultra XRM-L200.....	48
Figura 18 - Imagem colorida (esquerda) e em tons de cinza (direita).	49
Figura 19 - Seleção de uma região de interesse (esquerda) e imagem recortada (direita)	50
Figura 20 - Histograma de níveis de cinza.	50
Figura 21 - Porosímetro AutoPore 9500.....	53
Figura 22 - Curvas de saturação para as medidas de injeção de mercúrio. (A) Desert Pink. (B) Dolomita. (C) Indiana (D) WinterSet.	54
Figura 23 - Distribuição de tamanhos de poro obtida por intrusão de mercúrio para a amostra Desert Pink.....	55
Figura 24 - Distribuição de tamanhos de poro obtida por intrusão de mercúrio para a amostra Dolomita.	56
Figura 25 - Distribuição de tamanhos de poro obtida por intrusão de mercúrio para a amostra Indiana.....	56

Figura 26 - Distribuição de tamanhos de poro obtida por intrusão de mercúrio para a amostra Winterset.	57
Figura 27 - Imagens 3D da amostra Desert Pink para as resoluções de 90 μm (a), 13 μm (b), 5 μm (c), 1,7 μm (d) e 65 nm (e)	58
Figura 28 - Imagens 3D da amostra Dolomite para as resoluções de 90 μm (a), 13 μm (b), 5 μm (c), 2,4 μm (d) e 65 nm (e)	58
Figura 29 - Imagens 3D da amostra Indiana para as resoluções de 90 μm (a), 13 μm (b), 5 μm (c), 740 nm (d) e 120 nm (e)	59
Figura 30 - Imagens 3D da amostra Winterset para as resoluções de 90 μm (a), 13 μm (b), 5 μm (c), 1,36 μm (d) e 65 nm (e)	59
Figura 31 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 90 μm (acima) e 13 μm (abaixo) para a amostra Desert Pink.	60
Figura 32 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 5 μm (acima) e 1,7 μm (abaixo) da amostra Desert Pink.	60
Figura 33 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para a medida com resolução de 65 nm da amostra Desert Pink.	61
Figura 34 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 90 μm (acima) e 13 μm (abaixo) da amostra Dolomita. .	61
Figura 35 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 5 μm (acima) e 2 μm (abaixo) para a amostra Dolomita.	62
Figura 36 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para a medida com resolução de 65 nm.	62
Figura 37 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 90 μm (acima) e 13 μm (abaixo) para a amostra Indiana.	63
Figura 38 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 5 μm (acima) e 740 nm (abaixo) para a amostra Indiana.	63
Figura 39 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para a medida com resolução de 120nm para a amostra Indiana.....	64

Figura 40 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 90 μm (acima) e 13 μm (abaixo) para a amostra Winterset.	64
Figura 41 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 5 μm (acima) e 1,36 μm (abaixo) para a amostra Winterset.	65
Figura 42 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para a medida com resolução de 65 nm para a amostra Winterset.	65
Figura 43 - Perfis de porosidade para a amostra Desert Pink.....	66
Figura 44 - Perfis de porosidade para a amostra Dolomita.....	67
Figura 45 - Perfis de porosidade para a amostra Indiana.....	68
Figura 46 - Perfis de porosidade para a amostra Winterset.....	69
Figura 47 - Distribuições de tamanhos de poros Para a amostra Deset Pink.....	72
Figura 48 - Distribuições de tamanhos de poros Para a amostra Dolomita.....	72
Figura 49 - Distribuições de tamanhos de poros para a amostra Indiana.....	73
Figura 50 - Distribuições de tamanhos de poros Para a amostra Winterset.....	73
Figura 51 - Distribuição de tamanhos de poros obtida através do modelo multiescala para a amostra Desert Pink.....	74
Figura 52 - Distribuição de tamanhos de poros obtida através do modelo multiescala para a amostra Dolomita.....	75
Figura 53 - Distribuição de tamanhos de poros obtida através do modelo multiescala para a amostra Indiana.....	76
Figura 54 - Distribuição de tamanhos de poros obtida através do modelo multiescala para a amostra Winterset.....	76
Figura 55 - Distribuição de tamanhos de poros obtida para a amostra Desert Pink, sem superposição.....	77
Figura 56 - Distribuição de tamanhos de poros obtida para a amostra Dolomita, sem superposição.....	78
Figura 57 – Distribuição de tamanhos de poros obtida para a amostra Dolomita sem a medida de 65 nm e sem superposição.....	78
Figura 58 - Distribuição de tamanhos de poros obtida para a amostra Indiana, sem superposição.....	79
Figura 59 - Distribuição de tamanhos de poros obtida para a amostra Winterset, sem superposição.....	80

Figura 60 - Representação 3D de uma amostra (a) dividida em 8 subvolumes (b) para análise de volumes representativos para escala.....	82
Figura 61 - Imagem 2D da base de uma amostra de dolomita microtomografada com 90 μm de resolução. Ela foi dividida em quatro quadrantes: Superior esquerdo (a), superior direito (b), inferior esquerdo (c) e inferior direito (d).	82
Figura 62 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes e para a amostra original, medida com 90 μm de resolução.....	83
Figura 63 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes e para a amostra original, medida com 13 μm de resolução.....	84
Figura 64 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes do topo superior esquerdo e direito e para a amostra original, medida com 13 μm de resolução.	85
Figura 65 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes e para a amostra original, medida com 5 μm de resolução.....	86
Figura 66 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes da base inferior esquerda, do topo inferior direito e para a amostra original, medida com 5 μm de resolução.....	86
Figura 67 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes e para a amostra original, medida com 2 μm de resolução.....	87
Figura 68 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes topo superior direito, topo inferior esquerdo e para a amostra original, medida com 2 μm de resolução.	88
Figura 69 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes e para a amostra original, medida com 65 nm de resolução.....	89
Figura 70 - Distribuição de tamanhos de poro para a amostra Dolomita obtida pelo modelo multiescala com uso de volumes representativos para as escalas.	90
Figura 71 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes da base superior esquerda, base inferior esquerda, topo inferior esquerdo e para o volume original da amostra Desert Pink, medida com 1,7 μm de resolução.....	91
Figura 72 - Distribuição de tamanhos de poro para a amostra Desert Pink obtida pelo modelo multiescala com uso de um volume representativo para as escalas.	92

Figura 73 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes da base inferior esquerda, base inferior direita e para o volume original da amostra Indiana, medida com 13 μm de resolução.....	93
Figura 74 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes da base superior esquerda, topo inferior direita e para o volume original da amostra Indiana, medida com 5 μm de resolução.....	93
Figura 75 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para o subvolume do topo superior esquerdo e para o volume original da amostra Indiana, medida com 740 nm de resolução.	94
Figura 76 - Distribuição de tamanhos de poro para a amostra Indiana obtida pelo modelo multiescala com uso de volumes representativos para as escalas de 740 nm e 5 μm	95
Figura 77 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para o subvolume da base superior direita, para a base inferior esquerda e para o volume original da amostra Winterset, medida com 13 μm de resolução.....	95
Figura 78 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para o subvolume da base superior esquerda, para a base inferior direita e para o volume original da amostra Winterset, medida com 5 μm de resolução.....	96
Figura 79 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para o subvolume da base inferior esquerda, para o topo inferior direito e para o volume original da amostra Winterset, medida com 1,36 μm de resolução.....	96
Figura 80 - Distribuição de tamanhos de poro para a amostra Winterset obtida pelo modelo multiescala com uso de volumes representativos para as escalas de 1,36 μm , 5 μm e 13 μm	97

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros de aquisição.....	44
Tabela 2 – Resultados de porosidade total para a amostra Desert Pink.....	70
Tabela 3 - Resultados de porosidade total para a amostra Dolomita.....	70
Tabela 4 - Resultados de porosidade para a amostra Indiana.....	71
Tabela 5 - Resultados de porosidade para a amostra Winterset.....	71
Tabela 6 - Comparação da porosidade calculada pelo modelo multiescala com o valor obtido por injeção de mercúrio	81
Tabela 7 – Comparação dos valores de porosidade obtidos com o modelo multiescala e com os volumes representativos.	98

SUMÁRIO

1.	Introdução	16
2.	Revisão da literatura.....	18
3.	Fundamentação teórica.....	22
3.1.	Rochas Reservatório Carbonáticas	22
3.2.	Propriedades de meios porosos	23
3.2.1.	Porosidade	23
3.2.2.	Permeabilidade.....	24
3.2.3.	Molhabilidade	25
3.3.	Radiação eletromagnética – Raios X	26
3.4.	Interação da radiação com a matéria	27
3.5.	Tomografia Computadorizada	28
3.5.1.	Sistemas Tomográficos	30
3.5.2.	Microtomografia de Raios X	34
3.5.3.	Algoritmos de reconstrução e formação de imagens.....	35
3.5.4.	Segmentação de Imagens.....	37
3.5.5.	Caracterização a partir de Imagens.....	38
3.6.	Porosimetria por injeção de mercúrio	40
4.	Materiais e métodos	43
4.1.	Amostras	43
4.2.	Medidas tomográficas	43
4.3.	Microtomógrafos.....	45
4.3.1.	V tome x L300	45
4.3.2.	Microtomógrafo SkyScan 1172	45
4.3.3.	Versa XRM-500	46
4.3.4.	Ultra XRM-L200.....	47
4.4.	Software Imago	48
4.5.	Software CTVox	51
4.6.	Modelo Multiescala.....	51
4.7.	Medidas de Porosimetria por Injeção de Mercúrio	53
5.	Resultados e discussão.....	54
5.1.	Resultados da porosimetria de mercúrio	54

5.2.	Resultados de Microtomografia de Raios X	57
5.2.1.	Perfis de porosidade e porosidade total	66
5.2.2.	Distribuição de tamanho de poros	71
5.3.	Composição multiescala.....	73
5.4.	Volumes Representativos para Escala.....	81
6.	Conclusões.....	98
	Referências bibliográficas	101
	Anexos – processos relevantes para a interação da radiação com a matéria.	105

1. INTRODUÇÃO

Mais de 50 % das reservas mundiais de hidrocarbonetos estão em rochas carbonáticas (Roehl & Choquette, 1985) (Ahmed, 2010). Existem vários tipos de rochas carbonatos, mas todas são compostas majoritariamente por carbonato de cálcio (CaCO_3). Embora as características gerais de rochas carbonato sejam bastante conhecidas, suas principais propriedades petrofísicas, assim como as de qualquer rocha sedimentar, dependem de onde estão localizadas e dos processos que envolveram sua formação (Sun, 1995).

Para que a extração do petróleo seja realizada de forma mais eficiente, é necessário conhecer a estrutura interna da rocha reservatório. Entre as principais propriedades petrofísicas das rochas reservatório estão a porosidade, o tamanho dos poros e a permeabilidade (Lucia, 2007). Essas propriedades, assim como fatores que as influenciam, têm sido tema de trabalhos recentes (Luquot & Gouze, 2009) (Maliva, et al., 2009) (da Silva, et al., 2009) (Tsakiroglou, et al., 2009). Devido à grande heterogeneidade das rochas carbonáticas o estudo dessas propriedades em diferentes escalas de tamanho (de metros à micrometros) se faz necessária para uma melhor compreensão da rede porosa pela qual o petróleo deverá ser extraído. Por essa razão, esse trabalho utilizou a microtomografia de raios X para estudar os parâmetros microestruturais de rochas reservatório carbonáticas.

A técnica de microtomografia de raios-X, que gera imagens da estrutura interna das amostras, passou a ser utilizada recentemente para a análise de rochas reservatório (Van Geet, et al., 2000) (Moreira, 2006) (Appoloni, et al., 2007) (Remeyens & Swennen, 2008), com bons resultados. As medidas de microtomografia de raios X envolvem a escolha de uma série de parâmetros (como tensão no tubo de raios X, corrente no tubo de raios X, resolução da imagem, ângulo total de rotação da amostra, passo angular de rotação, tempo de exposição, dentre outros). A qualidade das imagens microtomográficas, e por consequência a obtenção de resultados, depende da escolha adequada desses parâmetros, que pode variar dependendo do tipo de amostra. Considerando o interesse da indústria petrolífera em obter resultados rápidos, esses parâmetros devem ainda ser escolhidos para que o tempo de medida seja o menor possível (sem comprometer a qualidade das imagens).

Dentre os parâmetros de aquisição a serem avaliados, um dos mais importantes é a resolução espacial da imagem. Esse parâmetro informa qual é o menor tamanho que um objeto pode ter para ser observado na imagem tomográfica. Isso significa que se a resolução utilizada é de 30 μm , por exemplo, uma estrutura menor que 30 μm não será identificada na imagem microtomográfica. Devido às limitações da técnica de microtomografia, a resolução espacial a ser utilizada varia de acordo com o tamanho da amostra. Quanto menor o tamanho da amostra, melhor a resolução espacial que pode ser atingida. Entretanto, amostras menores também são menos representativas.

Devido à grande heterogeneidade das rochas carbonáticas é importante fazer um estudo dos resultados obtidos em diferentes escalas de resolução espacial e de tamanho do volume medido na amostra. A variação da resolução espacial já mostrou ser relevante em trabalhos que utilizaram outras técnicas de imagem (Pomerantz & Song, 2008).

As análises das imagens microtomográficas exigem o uso de computadores de alta performance. Na grande maioria dos casos não é possível realizar a reconstrução tridimensional de todo o volume medido. Para contornar esse problema é normal que se reconstrua apenas uma fração do volume. Entretanto, ao se reconstruir apenas uma fração do volume é preciso garantir que essa fração represente todo o volume (Gitman, et al., 2007). Pode-se obter essa garantia através do volume elementar representativo, um método que tem sido utilizado para determinar o menor volume digital que representa uma amostra (Fernandes, et al., 2012).

Assim, esse trabalho tem como objetivo estudar as diferentes escalas de poros das amostras e criar um modelo para interpolar resultados obtidos para amostras de diferentes tamanhos medidas com diferentes resoluções espaciais, além de estudar frações de volume representativas para cada escala medida.

2. REVISÃO DA LITERATURA

A seguir serão discutidos alguns artigos relacionados com tomografia de rochas e/ou análise multiescala de meios porosos. Embora existam muitos artigos relacionados com estudos multiescala, a maioria deles está mais relacionada a métodos matemáticos complexos do que com métodos experimentais, que é o enfoque deste trabalho. Por outro lado, também existe uma grande quantidade de artigos que tem uma abordagem mais experimental, mas que estão em fontes fechadas ou não são de fácil acesso à comunidade científica em geral, de forma que estes não serão considerados nesta breve revisão.

Zhang et al (2000) estudaram o fluxo em meios porosos utilizando simulações de *lattice Boltzmann* e obtiveram resultados para porosidade, permeabilidade e área de superfície específica. Os meios porosos estudados foram esferas de vidro esmagadas, medidas com imageamento fotoluminescente volumétrico e resolução de 17,5 X 8,75 X 8,75 μm , e um arenito Brent Triassic, medido com microtomografia computadorizada e resolução de 2,7 μm . A dependência de escala para os três parâmetros mencionados foi analisada, bem como a existência de volumes elementares representativos. Foi introduzido o conceito de volumes elementares representativos estatísticos, que são os menores volumes em que parâmetros estatísticos das variáveis de interesse não variam significativamente.

Arns et al (2005) mediram amostras de rochas carbonáticas com microtomografia de raios X em diferentes resoluções espaciais. As medidas foram realizadas com um microtomógrafo construído pelo próprio grupo que atinge 2-5 microns de resolução e opera com tensões de 30-120 kV. Inicialmente um *plug* de 40 mm de diâmetro foi medido com resolução de 40 μm , o que permitiu o estudo da porosidade de cavidade ($\phi_{vug} = 3,5\%$). Em seguida um mesmo *plug* de 5 mm foi medido com resoluções de 20 μm , 10 μm e 5 μm para avaliar a evolução da porosidade em função da resolução, com os resultados mostrando um aumento relativo considerável. A análise qualitativa das imagens também permitiu estudar a conectividade entre os poros. Uma subamostra de 2 mm de diâmetro ainda foi medida com uma resolução de 2,5 μm . O resultado de porosidade obtido para essa amostra foi menor que o valor obtido por uma técnica convencional de laboratório, indicando que há poros com tamanhos menores que 1 μm . Outras propriedades,

como a permeabilidade, fator de formação e tamanhos de poros também foram estudados e comparados com resultados de outras técnicas, mostrando boa concordância.

Wu et al (2006) apresentaram um novo modelo para a reconstrução estocástica do espaço poroso de uma amostra. Nesse trabalho eles utilizaram cadeias de Markov de terceira ordem para gerar modelos da arquitetura de poros (PAM) do meio poroso. Para tal foram utilizadas imagens 2D de seções finas de rochas com resoluções variando de 0,6 a 12 μm . Os valores de permeabilidade obtidos pela aplicação do método de Lattice-Boltzmann nos PAMs tiveram boa concordância com valores de laboratório para algumas das amostras. Simulações para medir a distribuição de tamanhos de poros dos PAMs também tiveram boa concordância com as curvas obtidas por injeção de mercúrio.

Bakke et al (2007) geraram geomodelos da escala de poros de rochas carbonáticas utilizando seções finas como dados de entrada e adaptando uma técnica de processamento originalmente desenvolvida para arenitos. Os resultados foram comparados com resultados obtidos a partir de imagens microtomográficas de diferentes resoluções espaciais. As medidas microtomográficas foram realizadas na linha ID19 Instalação Europeia de Radiação Síncrotron (ESRF). Três resoluções espaciais foram obtidas: 8,06 μm (com um campo de visão de $16,0 \times 8,79 \text{ mm}^2$), a partir de feixes com energia de 40 keV; 1,4 μm (com um campo de visão de $2,80 \times 1,69 \text{ mm}^2$), a partir de feixes com energia de 26 keV; e 0,7 μm (com um campo de visão de $1,4 \times 1,4 \text{ mm}^2$) a partir de feixes com energia de 19 keV; Resultados de parâmetros como a porosidade e a permeabilidade mostraram boa concordância com os resultados obtidos por técnicas convencionais de laboratório. O volume elementar representativo e simulações de resposta a sinais de ressonância magnética nuclear também foram estudados gerando resultados satisfatórios.

Sok et al (2009) propuseram a caracterização da escala de poros de rochas carbonáticas pela integração de imagens obtidas por microtomografia de raios X, microscopia de varredura por elétrons retroespalhados (BSEM) e microscopia eletrônica de varredura com feixes iônicos focados (FIBSEM). As medidas microtomográficas foram feitas com um microtomógrafo “caseiro” em amostras de 38 mm, gerando imagens com resolução de 20 μm e amostras 3-5 mm, gerando imagens com resolução 1,5 e 2,5 μm . As amostras foram posteriormente cortadas em seções finas para as medidas de BSEM e FIBSEM, que geraram imagens de até

100 nm de resolução. A preparação dessas seções finas foi bastante cuidadosa, para que posteriormente fosse possível fazer a correspondência da imagem obtida por tomografia com a imagem obtida por microscopia na mesma região. A partir dessa correspondência os dados das imagens obtidas por BSEM e FIBSEM que resolviam porosidades submicrométricas foram estocasticamente propagados para o volume 3D obtido pela microtomografia. Os resultados mostraram boa concordância com resultados de porosimetria por injeção de mercúrio.

Jiang et al (2011) propuseram um novo modelo para gerar redes multiescala a partir de imagens 3D obtidas com resoluções diferentes e de posições diferentes de uma amostra. Para isso as principais informações de cada uma das redes originais, como número e tamanho de poros e as gargantas que ligam esses poros são extraídas. Posteriormente as informações da rede obtida com resolução mais pobre são levadas para um novo volume. Então as informações da rede com melhor resolução preenchem os espaços vazios a partir de cálculos estocásticos. Foram mostrados resultados de permeabilidade e porosidade obtidos para uma rede porosa multiescala originada de imagens 3D com resoluções diferentes (1,33 e 0,13 μm) obtidas de uma mesma amostra bem como resultados para uma rede porosa obtida por imagens 3D de amostras diferentes (medidas com resoluções de 5,34 e 5,72 μm) mas do mesmo tipo (arenito).

Mantovani (2013) propôs um modelo de composição multiescalar utilizando resultados de porosidade e distribuição de tamanhos de poros obtidos a partir de imagens tomográficas e de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com diferentes resoluções espaciais. Foram analisadas oito amostras de dois tipos de rochas carbonáticas medidas com duas ou três escalas diferentes cada. As resoluções espaciais variaram de 0,06 μm a 20 μm . Foram utilizados os microtomógrafos SakyScan 1173 e 1172 (Brooker) e Versa XRM500 e Ultra RXML200 (Xradia). Para obter as imagens MEV foram utilizados os equipamentos JSM-6460LV (Jeol) e XL30 (Phillips). O modelo consiste em fazer uma primeira medida de resolução espacial “pobre” na amostra inicial e em seguida retirar uma subamostra de uma região em que a porosidade não foi resolvida. Essa subamostra é então medida em uma nova escala, de resolução espacial melhor. O processo pode ser repetido para uma região de porosidade não resolvida da subamostra. Os resultados obtidos de cada escala são integrados a partir de equações apresentadas. O trabalho também apresentou resultados multiescala baseados em

redes de poros e gargantas. Os resultados obtidos para porosidade e permeabilidade mostraram boa concordância com resultados experimentais e reforçam a importância de se utilizar uma abordagem multiescala para a análise de rochas carbonáticas.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1. ROCHAS RESERVATÓRIO CARBONÁTICAS

As rochas carbonáticas são um dos tipos mais abundantes de rochas sedimentares que existem. Elas são comumente divididas, a partir de sua base mineralógica, em calcários (*limestones*) e dolomitas. Os calcários são formados principalmente pelo mineral calcita (CaCO_3), enquanto as dolomitas são formadas principalmente pelo mineral de dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$). Acredita-se que mais de 90% dos sedimentos que formaram os carbonatos são de origem biológica e foram depositados em condições marinhas.

Em geral, as rochas carbonáticas são compostas de grãos aloquímicos (grãos de origem química ou bioquímica que foram transportados até a bacia de sedimentação), uma matriz de barro, que consiste de grãos finos de minerais de carbonatos, e um cimento cristalino de calcita (ou dolomita) precipitado durante a diagêneses.

Os grãos que aparecem nas rochas carbonáticas são chamados de partículas aloquímicas ou aloquímicos. Eles são grãos que foram precipitados por organismos e se formaram em algum outro lugar e foram transportados até serem depositados nos sedimentos dos carbonatos. A distância de transporte não costuma ser longa, devido às características dos aloquímicos. Os principais tipos de grãos encontrados em rochas carbonáticas são os seguintes: Esqueletos ou partes de esqueletos de organismos. O tamanho varia dependendo dos organismos e do que aconteceu com eles durante o transporte; *Ooids*, que são partículas esféricas que têm uma estrutura interna radial ou concêntrica. A parte central da partícula consiste de um grão de quartzo ou alguma partícula carbonática cercada por camadas finas e concêntricas de calcita precipitada; *Peloids*, que são agregados esféricos de calcita microcristalina que têm o tamanho de areia ou silte e se assemelham à excreta de organismos bentônicos escavadores; *Limeclasts*, que são fragmentos de calcários que já haviam se formado ou sedimentos de carbonatos parcialmente litificados (Moore & Wade, 2001).

A matriz dos carbonatos é construída principalmente de micrita. A micrita, ou barro carbonático, resulta da precipitação de finos grãos de calcita derivados da abrasão de grão de calcita pré-existentes e causa a litificação do sedimento.

A maioria dos carbonatos são depósitos de águas rasas. Isso ocorre porque a maioria dos organismos que produzem carbonatos são fotossintéticos ou necessitam de outros organismos que sejam fotossintéticos. Uma vez que organismos fotossintéticos necessitam da luz do sol e essa luz não consegue penetrar em grandes profundidades no oceano, esses organismos sobrevivem apenas em regiões rasas. Além disso, a deposição de carbonatos em geral só ocorre em ambientes em que há uma falta de entrada siliciclástica na água. A entrada siliciclástica aumenta a turbidez da água e evita que a luz penetre, e minerais de silicato tem uma dureza muito maior do que minerais de carbonato, e tenderia a provocar abrasão mecânica dos carbonatos. A maioria das deposições de carbonato também requer águas relativamente quentes que também melhoram a abundância de organismos que secretam carbonato e diminuem a solubilidade do carbonato de cálcio na água do mar. No entanto, rochas carbonáticas também podem se formar nas bacias oceânicas profundas e em ambientes mais frios se houverem condições adequadas.

As rochas carbonáticas estão entre os principais reservatórios de petróleo do mundo, armazenando cerca de 60 % das reservas mundiais. Diferentemente dos siliciclastos, os sistemas porosos de rochas carbonáticas são bastante complexos, devido aos processos que envolveram sua formação antes e depois da deposição dos sedimentos.

Essa complexidade das rochas carbonáticas faz com que seja difícil estudar o sistema poroso dessas rochas.

3.2. PROPRIEDADES DE MEIOS POROSOS

3.2.1. Porosidade

A porosidade (ou volume poroso) de uma rocha reservatório determina a capacidade de armazenamento dessa rocha. Ela é medida em % e pode ser calculada por:

$$\phi = \frac{V_P}{V_T} \quad (1)$$

Onde V_p é o volume poroso e V_T é o volume total da amostra.

Muitas vezes, os processos de formação da rocha fazem com que alguns poros sejam isolados e acabem desconectados da rede porosa. Isso permite classificar a porosidade em dois tipos: porosidade absoluta e porosidade efetiva. A porosidade absoluta é a razão entre o volume poroso total (V_{PT}), que inclui poros isolados e rede porosa conectada, e volume total da amostra (V_T):

$$\phi_{abs} = \frac{V_{PT}}{V_T} \quad (2)$$

Já a porosidade efetiva é dada pela razão entre o volume poroso conectado (V_{PC}) e o volume total da amostra, indicando o percentual da rocha que permite não apenas o armazenamento, mas também o escoamento de fluidos:

$$\phi_{efe} = \frac{V_{PC}}{V_T} \quad (3)$$

Uma das formas mais usadas para classificação de poros é a de Choquette & Pray (1970), que classifica os poros que foram gerados na formação da rocha (poros primários) e os que foram gerados posteriormente (poros secundários) devido a fraturas ou dissolução de materiais orgânicos.

3.2.2. Permeabilidade

A permeabilidade é uma propriedade de meios porosos que avalia a capacidade de um meio poroso de escoar um fluido. Ela é muito importante para uma rocha reservatório, uma vez vai determinar a facilidade com que o fluido armazenado pode ser extraído.

A permeabilidade pode ser calculada pela lei de Darcy, que considera o fluxo horizontal (q) de um fluido incompressível de viscosidade μ estabelecido através de uma amostra de comprimento L e uma seção de corte de área A :

$$q = \frac{KA\Delta P}{\mu L} \quad (4)$$

onde K é a permeabilidade da amostra e ΔP é a diferença de pressão entre a extremidades da amostra. Isolando-se a permeabilidade:

$$K = \frac{q \cdot \mu \cdot L}{A \cdot \Delta P} \quad (5)$$

A unidade de medida da permeabilidade é o Darcy, sendo 1 Darcy equivalente a $9,8 \cdot 10^{-13} m^2$.

3.2.3. Molhabilidade

O fluxo de fluidos em reservatórios é regido por interações complexas entre o fluido e a rocha reservatório. Essas interações se tornam ainda mais complexas quando há dois ou mais fluidos diferentes presentes no reservatório. Uma das interações entre dois ou mais fluidos e a rocha é a molhabilidade. A molhabilidade é definida como a capacidade de um fluido de se espalhar ou aderir a uma superfície sólida quando há a presença de outro fluido imiscível. Essa capacidade do fluido de se espalhar pela superfície do sólido pode ser expressa em função do ângulo de contato entre a superfície do fluido e a superfície do sólido. Se o ângulo de contato for menor que 90° , o fluido é considerado molhante. Se o ângulo de contato for maior que 90° , o fluido é considerado não-molhante. Figura 1 mostra um exemplo de fluido molhante (a) e de um fluido não molhante (b) em relação à uma superfície.

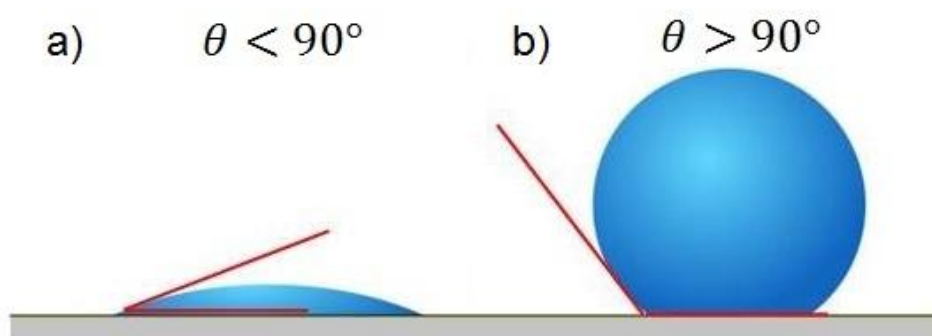


Figura 1 - Ângulos de contato para um fluido molhante (a) e não molhante (b)

3.3. RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA – RAIOS X

Radiações eletromagnéticas, ou ondas eletromagnéticas, são a combinação de um campo elétrico e um campo magnético que se propagam transportando energia.

As radiações eletromagnéticas também podem se comportar como partículas, sendo que cada partícula tem massa nula e é um “pacote” de energia, também chamado fóton.

O espectro da radiação eletromagnética é bastante amplo e pode receber diferentes nomes dependendo da energia ou da origem das radiações (microondas, luz visível, ultravioleta, raios X, raios gama...).

Os raios X foram descobertos em 1895 por Wilhelm Konrad Röntgen. Ele observou que a incidência de raios catódicos (feixe de elétrons) em um alvo sólido produzia uma radiação muito mais penetrante que a luz visível.

Eles podem ser produzidos de duas formas: pela desaceleração dos elétrons que compõe o feixe ao se aproximarem do alvo (Bremsstrahlung) ou pela desexcitação dos átomos que compõe o alvo.

Um átomo é excitado quando um elétron de uma das camadas mais internas (K ou L) é arrancado do mesmo, deixando uma vacância. A desexcitação ocorre quando um elétron de uma camada mais externa preenche essa vacância e emite um raio X de energia igual à diferença de energia de ligação entre as duas camadas.

Esses raios X podem ser nomeados de acordo com a camada onde está a vacância e com a camada de onde saiu o elétron que preenche a vacância.

Quando a vacância está na camada K, por exemplo, e é preenchida por um elétron proveniente da camada L, o raio X emitido é chamado K_{α} . Se o elétron sai da camada M, o raio X é chamado K_{β} . A Figura 2 mostra um átomo com uma vacância na camada K e as duas emissões de raios X possíveis.

Se a vacância está na camada L e o elétron sai da camada M, o raio X é chamado L_{α} . Se o elétron sai da camada N, o raio X é chamado L_{β} .

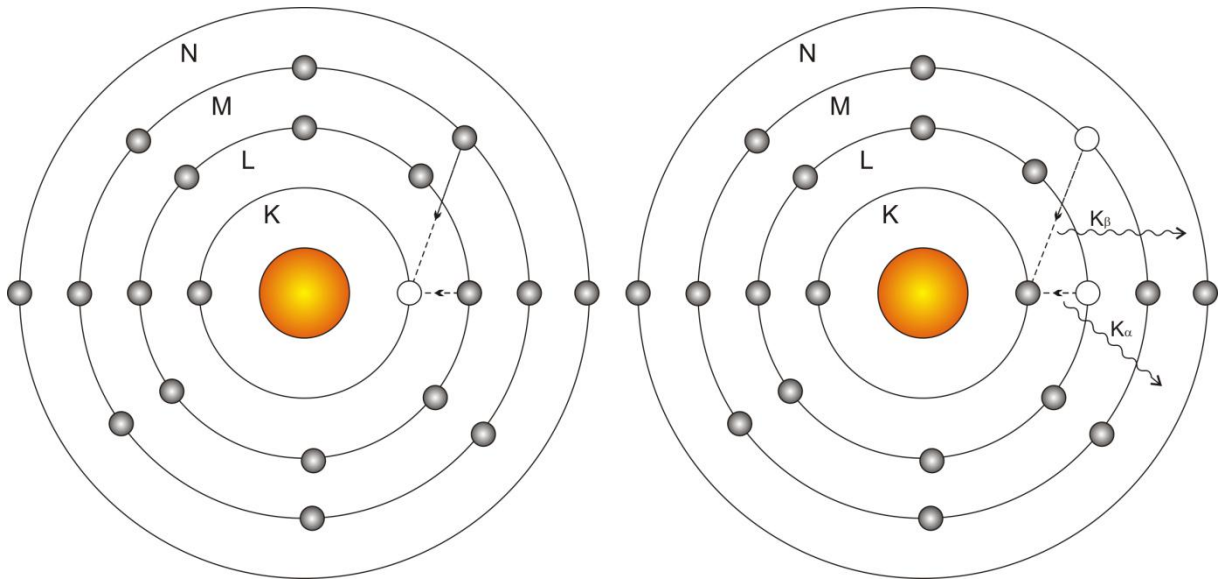


Figura 2 - Emissão de Raios X

3.4. INTERAÇÃO DA RADIAÇÃO COM A MATÉRIA

Quando um feixe de raios gama ou raios X atravessa uma amostra, existe a probabilidade, para cada fóton que compõe o feixe, de interagir com a matéria e ser retirado do feixe. A probabilidade de que isso aconteça é proporcional à distância que esse feixe percorre dentro da amostra. Dessa forma, pode-se escrever a equação (Davisson, 1979):

$$dB = -\mu Bx, \quad (6)$$

onde dB é o número de fótons retirados do feixe, μ é o coeficiente de atenuação linear, B é o número de fótons e x é a distância percorrida pelo feixe.

Se o feixe for monoenergético e μ for constante, a equação (6) pode ser integrada resultando em:

$$B = B_0 e^{-\mu x}, \quad (7)$$

onde B_0 é o número de fótons incidentes.

A equação (7) pode ser escrita de forma mais representativa, exprimindo a intensidade do feixe de radiação, ao se dividir o número de fótons medidos pelo tempo de medida:

$$I = I_0 e^{-\mu x}, \quad (8)$$

onde I é a intensidade do feixe atenuado e I_0 é a intensidade do feixe incidente.

A partir da equação (8) pode-se calcular o valor do coeficiente de atenuação linear da amostra:

$$\mu = \frac{1}{x} \ln \left(\frac{I_0}{I} \right), \quad (9)$$

Nota-se pela equação (7) que a interação da radiação com a matéria depende do coeficiente de atenuação linear. Existem duas formas dos fótons serem retirados do feixe: serem absorvidos por partículas que compõe o material, dando energia cinética a elas, ou tendo suas trajetórias alteradas, ao sofrerem espalhamento, também por partículas do material. Assim, o coeficiente de atenuação pode ser expresso por (Kaplan, 1972.):

$$\mu = \mu_a + \mu_e, \quad (10)$$

onde μ_a é o coeficiente de atenuação devido à absorção de fótons e μ_e é o coeficiente de atenuação devido ao espalhamento de fótons.

Os dois principais processos de absorção de fótons são o efeito fotoelétrico e a formação de pares, enquanto os principais efeitos de espalhamento de fótons são o espalhamento Rayleigh, o espalhamento Thomson e o espalhamento Compton. Maiores informações sobre esses efeitos podem ser vistos nos anexos.

3.5. TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA

A tomografia computadorizada é uma técnica que foi desenvolvida durante a década de 60 para fins médicos. Ela fornece imagens (seções de corte) do interior

da amostra a partir da medida da atenuação de um feixe de radiação sob diferentes ângulos.

O primeiro tomógrafo computadorizado foi desenvolvido pelo engenheiro britânico Godfrey Hounsfield. Para tal, ele utilizou algoritmos desenvolvidos pelo físico sul-africano Allan McLoad Cormack. Os dois receberam por suas contribuições o prêmio Nobel de medicina em 1979.

Um tomógrafo é composto basicamente por uma fonte de radiação (em geral um tubo de raios-X), um sistema de detecção, um sistema de rotação e um sistema de translação (que deve ser perpendicular à direção do feixe), além dos equipamentos eletrônicos de controle. O sistema fonte-detector deve rotacionar simultaneamente ao redor do paciente.

A imagem tomográfica é formada a partir do mapeamento dos coeficientes de atenuação linear da amostra, ou seja, da medida do valor e da posição do coeficiente de atenuação em cada região da amostra.

Um exemplo de como esse mapeamento funciona pode ser dado a partir da Figura 3.

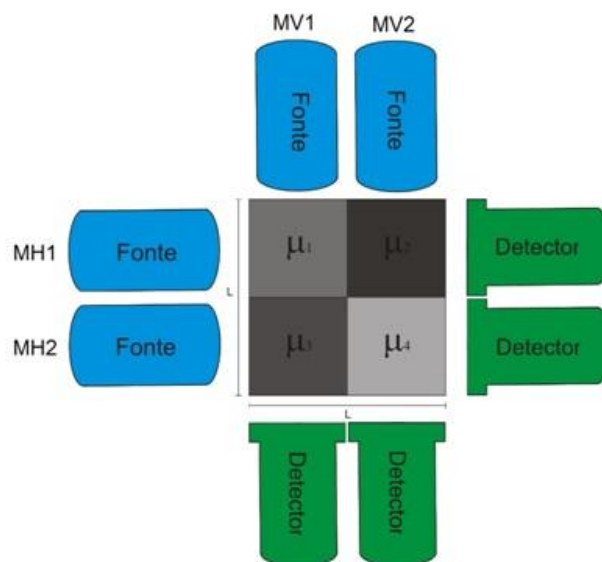


Figura 3 – Mapeamento dos coeficientes de atenuação linear.

Na Figura 3 são feitas quatro medidas de atenuação do feixe de radiação, sendo duas na posição vertical (MV1 e MV2) e duas na posição horizontal (MH1 e MH2). Essas medidas podem ser escritas, segundo a equação (8) como:

$$I_{MV_1} = I_0 e^{-(\mu_1 + \mu_3)L} \quad (11)$$

$$I_{MV_2} = I_0 e^{-(\mu_2 + \mu_4)L} \quad (12)$$

$$I_{MH_1} = I_0 e^{-(\mu_1 + \mu_2)L} \quad (13)$$

$$I_{MH_2} = I_0 e^{-(\mu_3 + \mu_4)L} \quad (14)$$

Isolando os valores dos coeficientes de atenuação linear obtêm-se as equações:

$$\mu_1 + \mu_3 = \frac{1}{L} \ln \left(\frac{I_0}{I_{MV_1}} \right) \quad (15)$$

$$\mu_2 + \mu_4 = \frac{1}{L} \ln \left(\frac{I_0}{I_{MV_2}} \right) \quad (16)$$

$$\mu_1 + \mu_2 = \frac{1}{L} \ln \left(\frac{I_0}{I_{MH_1}} \right) \quad (17)$$

$$\mu_3 + \mu_4 = \frac{1}{L} \ln \left(\frac{I_0}{I_{MH_2}} \right) \quad (18)$$

Para valores de L e I_0 conhecidos, resultam quatro equações (15 a 18) com quatro incógnitas ($\mu_1, \mu_2, \mu_3, \mu_4$). Assim é possível determinar os valores dos coeficientes de atenuação linear e suas posições dentro da amostra. Com esses dados uma matriz de coeficientes de atenuação linear pode ser montada.

Ao se relacionar um tom de cinza para cada valor de coeficiente de atenuação linear, uma matriz de coeficientes de atenuação lineares é transformada numa imagem em tons de cinza. O exemplo apresentado é de uma imagem com 4 pixels.

3.5.1. Sistemas Tomográficos

Como mencionado anteriormente, os tomógrafos foram criados com finalidades médicas. Considerando que o paciente fica exposto a uma fonte de

radiação durante as medidas, a evolução dos sistemas tomográficos ocorreu com o objetivo de melhorar a resolução e qualidade das imagens e ao mesmo tempo minimizar a dose de radiação a que o paciente era submetido.

Os primeiros sistemas tomográficos, chamados tomógrafos de primeira geração, possuíam um arranjo que permitia que as medidas fossem realizadas de forma similar à mostrada na Figura 3. Um detector media a atenuação que o corpo do paciente causava na radiação colimada de uma fonte de raios-X. O conjunto fonte-detector era então transladado horizontalmente para que fosse feita outra medida. Essa operação se repetia até que toda a linha horizontal do corpo fosse medida. O sistema fonte-detector era então rotacionado em um grau (1°) e as medidas com o sistema fonte-detector transladando horizontalmente recomeçavam. Quando o sistema completava 180° ou 360° de rotação o sistema se movimentava verticalmente para que outra “fatia” fosse medida. A Figura 4 mostra como eram feitas as medidas.

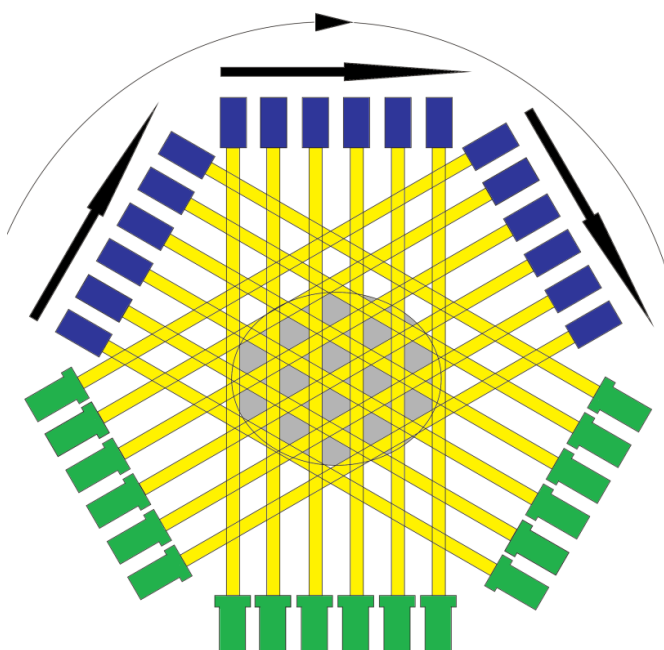


Figura 4 – Realização de medidas com um tomógrafo de primeira geração

Nos tomógrafos de segunda geração (Figura 5) o feixe não era mais colimado e tinha forma de leque, com uma abertura de 3° a 10° , resultando no uso

de um número maior de detectores. O processo de translação continuava o mesmo, mas o ângulo de rotação era equivalente ao ângulo de abertura do feixe.

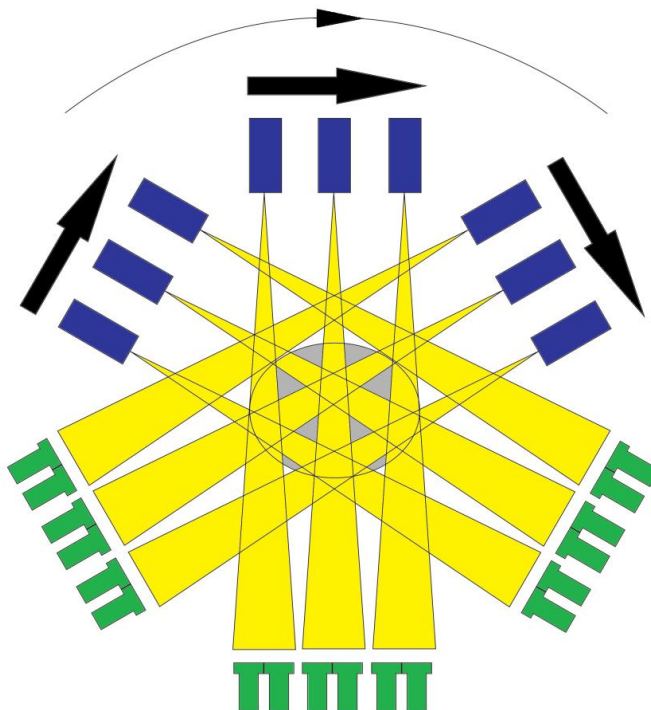


Figura 5 – Tomógrafo de segunda geração

A abertura do feixe nos tomógrafos de terceira geração (Figura 6) é grande o suficiente para cobrir todo o corpo do paciente, o que faz com que o número de detectores aumente ainda mais. Desta forma não é mais necessário transladar o sistema fonte-detector, apenas rotacioná-lo.

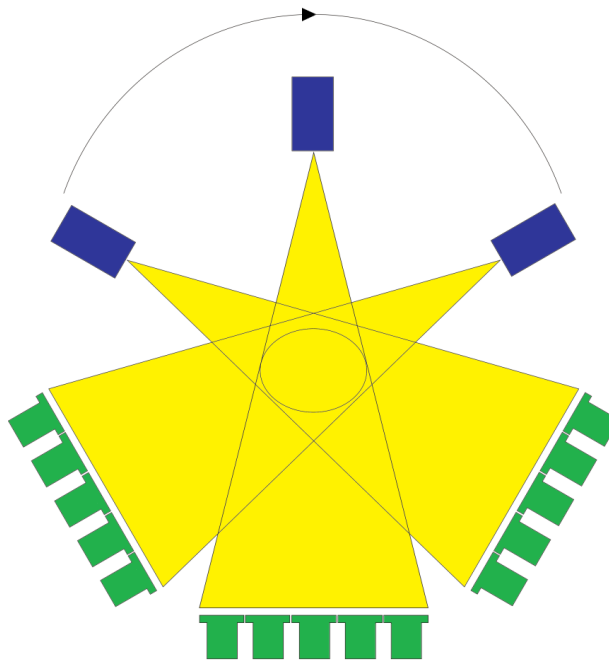


Figura 6 – Tomógrafo de terceira geração

Nos tomógrafos de quarta geração (Figura 7) há detectores nos 360° ao redor do paciente. Assim, apenas a fonte, cuja abertura do feixe continua cobrindo todo o corpo do paciente, é rotacionada.

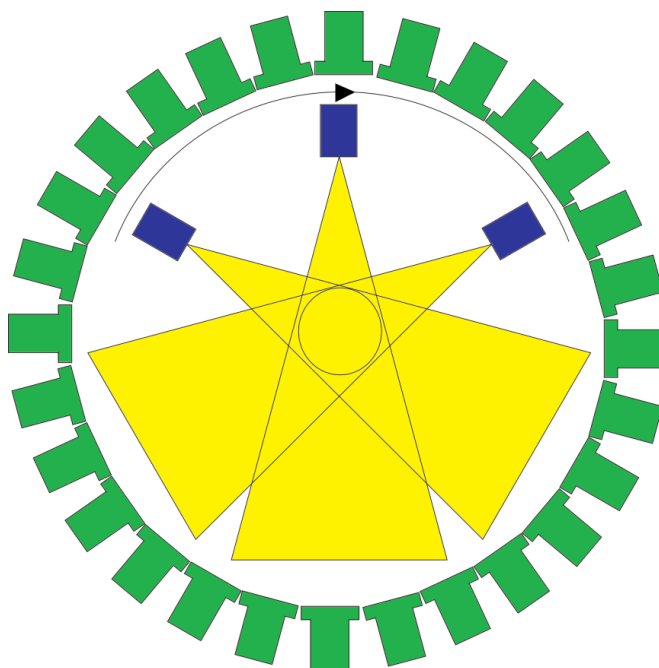


Figura 7 – Tomógrafo de quarta geração

3.5.2. Microtomografia de Raios X

Devido à sua grande capacidade a tomografia computadorizada passou a ser utilizada também para análise de materiais. Inicialmente eram utilizados tomógrafos médicos, mas logo foram construídos tomógrafos específicos.

A primeira grande diferença entre um tomógrafo médico e um tomógrafo industrial está no sistema de rotação. Nos tomógrafos médicos o sistema fonte-detector rotaciona ao redor do paciente, mas nos tomógrafos industriais o sistema fonte-detector é mantido fixo e a amostra é rotacionada de 0° a 180° ou de 0° a 360° .

Outra diferença é que a maioria dos tomógrafos industriais utiliza um feixe cônico (ao invés de usar um feixe em forma de leque) combinado com uma câmara CCD. Isso permite que as medidas sejam realizadas sem transladar a amostra e com um intervalo de tempo menor.

Além disso, não há o problema de limitação do tempo de medida por causa da dose de radiação que o paciente receberia.

O desenvolvimento tecnológico permitiu que fossem geradas imagens com escalas cada vez menores e a tomografia computadorizada evoluiu para a microtomografia computadorizada, capaz de gerar imagens com resolução da ordem de micrometros. Atualmente, já existem tomógrafos computadorizados capazes de gerar imagens com resolução nanométrica. A Figura 8 mostra o esquema básico do funcionamento de um microtomógrafo com feixe cônico.

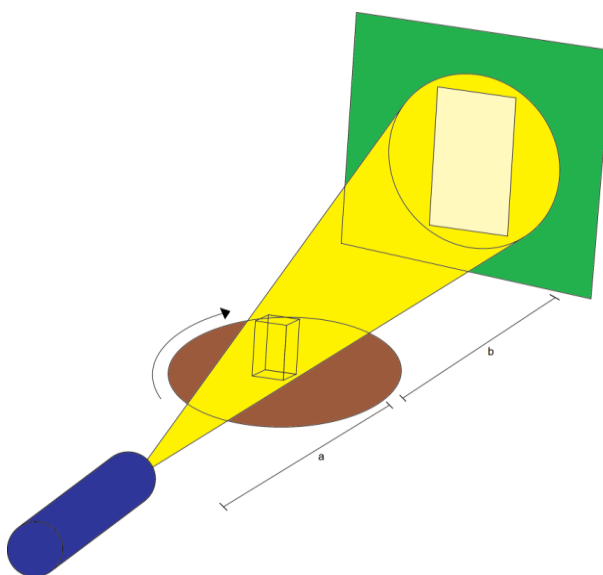


Figura 8 – Arranjo microtomográfico

Os tomógrafos industriais e os microtomógrafos oferecem ainda a opção de escolher qual será a resolução da imagem.

A resolução da imagem informa qual é o menor tamanho que um objeto pode ter para ser observado na imagem tomográfica. Isso significa que se a resolução utilizada é de 30 μm , por exemplo, uma estrutura menor que 30 μm não será identificada na imagem microtomográfica.

A resolução depende do detector e da distância fonte-amostra e amostra-detector. Ela pode ser calculada pela equação:

$$R = \frac{X}{M} \quad (19)$$

onde R é a resolução, X é o tamanho do pixel do detector e M é o fator de magnificação. Este último é obtido pela equação:

$$M = \frac{a+b}{a} \quad (20)$$

onde a é a distância fonte-amostra e b é a distância amostra-detector, como pode ser visto na Figura 8.

3.5.3. Algoritmos de reconstrução e formação de imagens

Na seção 3.5 foi dado um exemplo bastante simples de como uma imagem tomográfica pode ser reconstruída, mas que não é muito efetivo quanto ao tempo de reconstrução (principalmente para imagens de alta resolução).

Existem muitos algoritmos para reconstrução de imagem, mas o mais conhecido e utilizado é o algoritmo de retroprojeção filtrada. A retroprojeção ocorre da seguinte forma: o valor medido da atenuação de um feixe de radiação (ou uma projeção) é associado a todos os elementos ao longo do feixe. A sobreposição de retroprojeções feitas em diferentes ângulos θ fará com que se crie um contraste entre elementos de coeficientes de atenuação diferentes. Por isso, quanto maior for o número de projeções mais nítida será a imagem.

Entretanto, quando se faz uma retroprojeção valores de coeficientes de atenuação são associados a espaços vazios. Isso faz com que a imagem formada fique “borrada”. Para eliminar os borrões é necessário aplicar um filtro (executar a filtragem). O filtro é uma operação matemática efetuada em uma imagem que atenua ou enfatiza diferentes frequências, destacando diferentes características da imagem. O processo de filtragem poderá associar valores negativos à projeção. Esses valores serão cancelados com a sobreposição de retroprojeções com valores positivos, diminuindo os “borrões” da imagem.

No processo de retroprojeção se considera que a atenuação do feixe é uniforme durante toda a sua trajetória, de forma que a atenuação calculada é proporcional à atenuação medida.

Considerando o feixe como uma linha que atravessa a amostra, o objeto é modelado a partir de uma distribuição da atenuação dos raios-X ao longo desta linha, a integral sobre ela representa a atenuação total sofrida pelo feixe que atravessa o objeto.

A projeção pode ser descrita matematicamente pela combinação de um arranjo de integrais de linha de uma série de raios paralelos denotada por $P_{\theta}(t)$ para um θ constante, como pode ser observado na Figura 9.

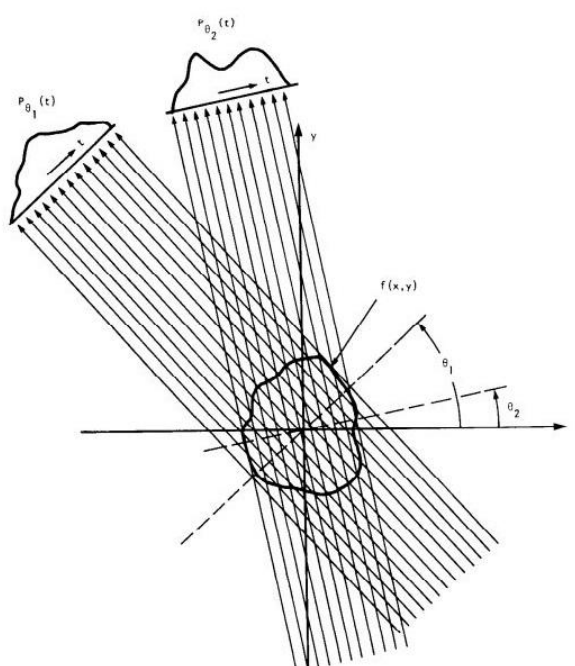


Figura 9 – Projeções formadas por raios paralelos e tomadas em ângulos diferentes.
Extraída de (KAK & SLANEY, 1999).

A projeção pode ser escrita como:

$$P_{\theta}(t) = \int f(x, y) ds, \quad (21)$$

onde $f(x, y)$ representa uma integral de linha dos parâmetros (θ, t) . A função utilizada pelo algoritmo, adotada para rotações de 0° a 180° é:

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} Q_{\theta}(x \cos \theta + y \sin \theta) d\theta, \quad (22)$$

Onde

$$Q_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} S_{\theta}(w) |w| e^{j2\pi w t} dw, \quad (23)$$

Para rotações de 0° a 360° o limite superior da equação 17 deve ser alterado para 2θ .

Para sistemas tomográficos que trabalham com feixes cônicos a função $f(x, y)$, mostrada na equação 17 para feixes paralelos, deve ser adaptada. Essa adaptação foi feita pela primeira vez e pode ser vista no artigo de Feldkamp (Feldkamp, et al., 1984).

3.5.4. Segmentação de Imagens

Em geral, as imagens geradas por microtomógrafos são imagens digitais em tons cinza. A análise quantitativa dessas imagens normalmente requer que elas sejam segmentadas. O processo de segmentação consiste em dividir a imagem em diferentes regiões, sendo que cada uma dessas regiões vai corresponder a um objeto ou estrutura diferentes. Como cada um desses objetos ou estruturas tem características próprias, eles são representados pelo mesmo conjunto de tons de cinza na imagem. Isso leva a um dos processos mais comuns de segmentação, que é a limiarização. Na limiarização, um determinado valor ou um intervalo de tons cinza pode ser escolhido para separar as imagens nas diferentes fases. Embora existam diferentes métodos numéricos para realizar a limiarização de imagens

(Gonzales-Barron & Butler, 2006), muitas vezes esse processo é realizado manualmente devido ao fato das imagens representarem matrizes de densidades muito próximas, o que faz com que os tons de cinza que representam regiões diferentes tenham valores muito próximos. Outro fator que influencia na limiarização automática é a qualidade das imagens, uma vez que os algoritmos não são capazes de identificar ruídos e artefatos. Foi mostrado na literatura (Moreira, et al., 2012) que a ação cuidadosa do operador (seja na escolha manual ou no ajuste fino de um limiar indicado por um método matemático) é muito importante para a segmentação de uma imagem.

Um caso especial da limiarização de imagens é a binarização, em que a imagem é separada em apenas duas regiões, uma representada por pixels brancos e outra por pixels pretos, se tornando uma imagem binária. A binarização é muito comum na análise de meios porosos, que uma das regiões representa os poros e a outra toda a matriz sólida.

3.5.5. Caracterização a partir de Imagens

Um meio poroso pode ser representado por imagens binárias, que têm apenas as cores branco e preto. Esse meio pode ser caracterizado pela função de fase de poro $Z(x)$ (Fernandes, et al., 1996):

$$Z(x) = \begin{cases} 1 & \text{quando } x \text{ pertence ao espaço poroso} \\ 0 & \text{quando } x \text{ não pertence ao espaço poroso} \end{cases} \quad (24)$$

onde x é a posição do pixel em relação a um referencial arbitrário.

A porosidade (ϕ) representa a probabilidade de que um pixel arbitrário pertença à fase porosa e será dada pela média estatística da função de fase de poros (Fernandes, et al., 1996):

$$\phi = \langle Z(x) \rangle \quad (24)$$

Para que objetos presentes em uma imagem binária possam ser descritos pela morfologia matemática é necessário compará-los a outros objetos, de métrica conhecida, chamados elementos estruturantes. Esses elementos possuem métricas,

diferentes da métrica euclidiana, que descrevem a conexão entre um pixel aleatório e sua vizinhança. As métricas mais utilizadas são as métricas d_4 , d_8 e d_{3-4} cujos elementos estruturantes podem ser vistos na Figura 10.



Figura 10 - Elementos estruturantes das métricas d_4 , d_8 e d_{3-4} .

A distribuição de tamanhos de poros pode ser obtida após se aplicarem, em uma imagem binária, as operações de erosão e dilatação. A operação de erosão consiste em considerar cada pixel de uma determinada fase da imagem o pixel central de um elemento estruturante. Os pixels cuja vizinhança contém todo o elemento estruturante são mantidos e os que não contem são descartados, gerando-se uma nova imagem. A operação de dilatação também consiste em considerar todos os pixels de uma determinada fase da imagem o pixel central de um elemento estruturante (Coster & Chermant, 1989). Entretanto, ela cria na imagem o que estiver faltando do elemento estruturante, gerando outra nova imagem. Esses dois processos aplicados a uma imagem podem ser vistos na Figura 11. A aplicação de uma erosão seguida de uma dilatação é conhecida como operação de abertura.

Em imagens binárias 2D a distribuição de tamanhos de poros é calculada a partir de uma sequência de operações de abertura realizadas com elemento estruturante de tamanho crescente, até que todos os poros da imagem sejam removidos (Coster & Chermant, 1989). Assim, a distribuição de tamanhos de poros cumulativa será dada por:

$$F(r) = \frac{\phi - \phi(r)}{\phi} \quad (25)$$

onde ϕ é a porosidade da imagem binária original e $\phi(r)$ é a porosidade da imagem após a abertura com uma esfera de raio r .

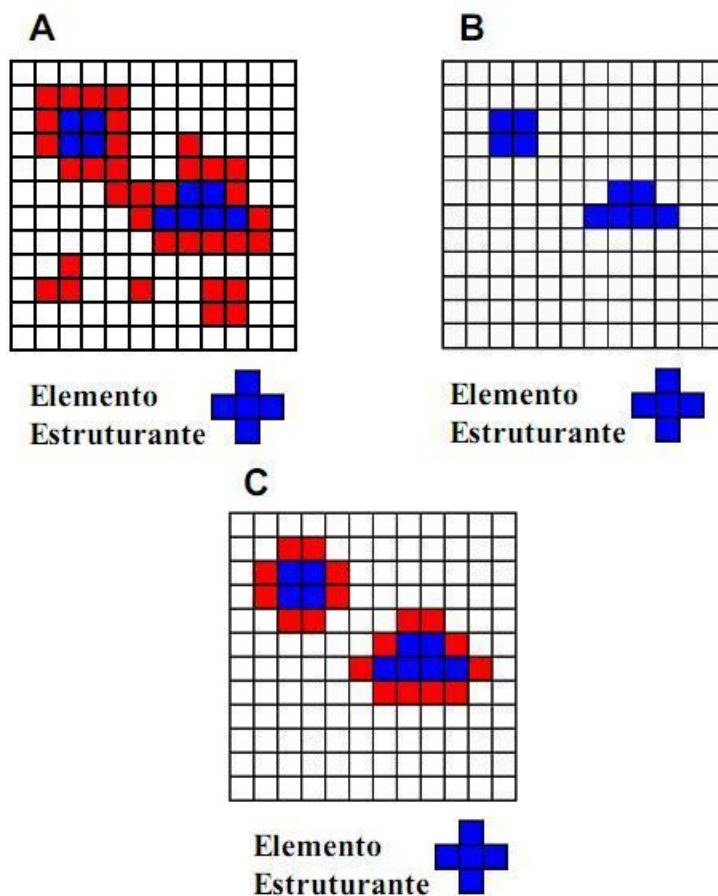


Figura 11 - Imagem original (A) que sofre um processo de erosão resultando em (B). A Imagem (B) sofre um processo de dilatação resultando em (C).

3.6. POROSIMETRIA POR INJEÇÃO DE MERCÚRIO

A porosimetria por injeção de mercúrio é uma técnica muito útil para a caracterização de materiais porosos. Nela o mercúrio é injetado em uma amostra com o uso de alta pressão. Uma vez que o mercúrio é um fluido não molhante para a maioria dos materiais, o uso da alta pressão é necessário para forçar o mercúrio a preencher os poros. Assim, quanto menores os poros, maior a pressão necessária. A medida do volume total de mercúrio injetado permite a determinação da porosidade total da amostra.

Como o mercúrio deve ser um fluido não molhante em relação ao meio poroso, haverá uma força de resistência à entrada do mercúrio no sólido (Webb, 2001). Para um poro de abertura circular, essa força será dada por:

$$F_r = -\pi D \gamma \cos \theta \quad (26)$$

onde D é o diâmetro do poro e θ é o ângulo de contato entre fluido e o meio poroso. Para que o mercúrio infiltre na amostra, deve ser aplicada uma força externa sobre o mesmo. Da definição de pressão, essa força pode ser escrita em função da área da abertura do poro:

$$F_{ext} = PA = P \cdot \pi r^2 = \frac{P\pi D^2}{4} \quad (27)$$

Igualando as equações (22) e (23), tem-se a condição de equilíbrio antes que a força externa vença a força de resistência.

$$\frac{P\pi D^2}{4} = -\pi D \gamma \cos \theta \quad (28)$$

Isolando D nessa equação, obtém-se o menor diâmetro de poro que será preenchido por uma dada pressão P .

$$D = \frac{-4\gamma \cos \theta}{P} \quad (29)$$

A partir da equação (29) a porosimetria por injeção de mercúrio também permite determinar a distribuição de tamanhos de poros ao se medir o volume de mercúrio injetado a cada passo de pressão. É importante ressaltar que essa distribuição informa a fração de volume poroso conectado por um dado diâmetro de poro, não a fração de volume poroso dos poros que têm esse raio. Isso se dá porque se poros grandes são conectados apenas por raios pequenos, eles serão medidos como poros de raios pequenos. Um exemplo disso é mostrado na figura a seguir.

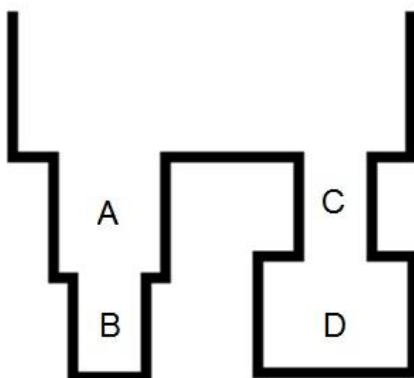


Figura 12 - Meio poroso com poros de diferentes diâmetros

Para preencher o poro A, é necessário aplicar uma pressão P_1 . Para preencher os poros B e C, que têm o diâmetro igual e menor que o diâmetro de A, é necessário aplicar uma pressão $P_2 > P_1$. Entretanto, ao se aplicar a pressão P_2 , o poro D também será preenchido, dando a falsa informação que todo o volume do poro D é o volume de um poro que tem o mesmo diâmetro que os poros B e C.

Também é importante salientar que devido ao fato de serem necessárias pressões muito altas para penetrar os menores poros, existe a possibilidade do uso desta técnica danificar a amostra, rompendo paredes de poros finas e gerando um valor de porosidade maior que o real.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. AMOSTRAS

Neste trabalho 4 amostras de carbonato foram utilizadas: *Desert Pink Limestone*, *Silurian Dolomite*, *Indiana Limestone* e *Winterset Limestone*.

Essas amostras foram adquiridas pelo Centro de Pesquisas da Petrobrás (CENPES) da empresa americana *Kocurek Industries*, e cedidas para a realização deste trabalho pelo engenheiro Rodrigo Surmas. Elas foram escolhidas por serem materiais porosos que têm sido estudados em pesquisas relacionadas a rochas reservatório do pré-sal.

As amostras tinha inicialmente formato cilíndrico, com 10 cm de diâmetro e aproximadamente 20 cm de altura. Elas foram tomografadas e, posteriormente, subamostras foram retiradas delas para novas tomografias, com melhor resolução espacial.

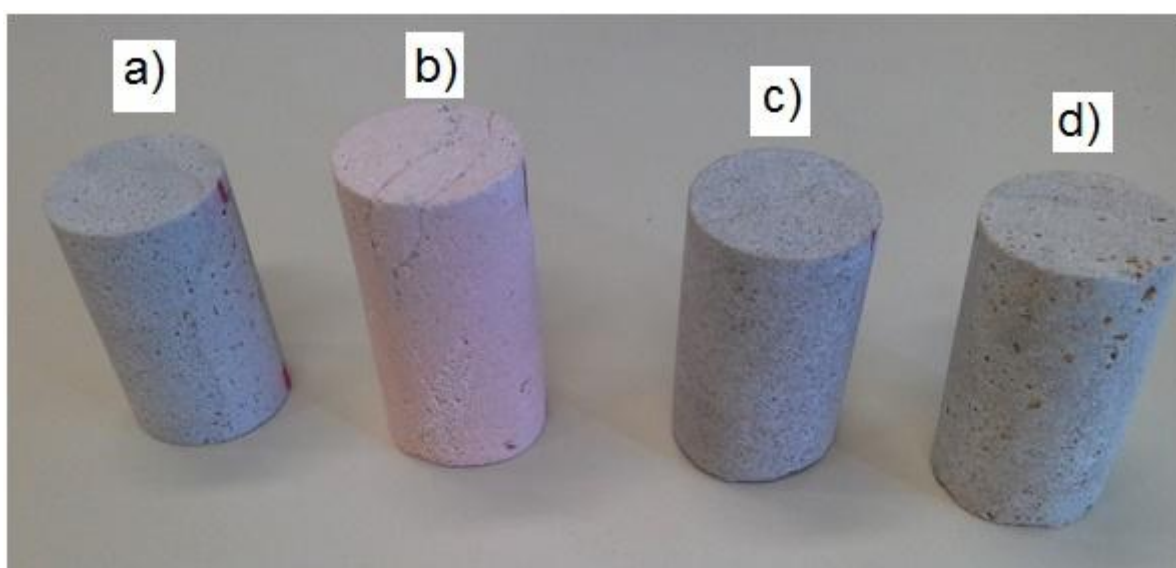


Figura 13 - Amostras de Dolomita (a), Desert Pink (b), Indiana (c) e Winterset (d)

4.2. MEDIDAS TOMOGRÁFICAS

Uma vez que o principal objetivo deste trabalho é estudar a escala de poros das amostras, estas foram tomografadas com diferentes resoluções espaciais. Para isso foram usados diferentes tomógrafos (especificados nas próximas seções).

Como dito na seção 3.5.2, o tamanho da amostra influencia no valor da resolução espacial que pode ser obtida. Por isso foram usados tomógrafos que comportam amostras de tamanhos diferentes e, por consequência, atingem resoluções espaciais diferentes. A Tabela 1 mostra os tomógrafos utilizados e os parâmetros de aquisição.

Tabela 1 - Parâmetros de aquisição

Amostra	Tomógrafo	Resolução (μm)	Tensão (kV)/Corrente (μA)
Desert Pink	V tome x L300	90	280/320
Dolomita	V tome x L300	90	280/320
Indiana	V tome x L300	90	280/320
Winterset	V tome x L300	90	280/320
Desert Pink	SkyScan 1172	13	85/118
Dolomita	SkyScan 1172	13	85/118
Indiana	SkyScan 1172	13	85/118
Winterset	SkyScan 1172	13	85/118
Desert Pink	SkyScan 1172	5,5	80/124
Dolomita	SkyScan 1172	5,5	80/124
Indiana	SkyScan 1172	5,5	80/124
Winterset	SkyScan 1172	5,5	80/124
Desert Pink	Versa XRM-500	1,7	35/71
Dolomita	Versa XRM-500	2,4	35/71
Indiana	Versa XRM-500	0,74	35/71
Winterset	Versa XRM-500	1,3	40/75
Desert Pink	Ultra XRM-L200	0,065	40/75
Dolomita	Ultra XRM-L200	0,065	40/75
Indiana	Ultra XRM-L200	0,127	40/75
Winterset	Ultra XRM-L200	0,065	40/75

4.3. MICROTOMÓGRAFOS

4.3.1. V|tome|x L300

O microtomógrafo V|tome|x L300, fabricado pela empresa General Electric (GE), está instalado no Centro de Pesquisas da Petrobrás (CENPES), no Rio de Janeiro.

Ele é equipado com uma fonte de raios X que atinge até 300 kV de tensão e 500 W de potência máxima. O detector é do tipo *Flat Panel*, com 2000x2000 pixels.

Esse microtomógrafo foi usado para medir amostras de 10 cm de diâmetro e aproximadamente 20 cm de altura, atingindo resoluções de 90 μm . Uma foto do tomógrafo é mostrada na Figura 14.



Figura 14 – Microtomógrafo V|tome|x L300

4.3.2. Microtomógrafo SkyScan 1172

O microtomógrafo SkyScan 1172, fabricado pela empresa Bruker microCT (antiga SkyScan), está instalado no Laboratório de Análises por Raios-X (LARX), da Universidade Estadual de Londrina.

Esse microtomógrafo tem uma fonte de raios-X microfoco, com alvo feito de tungstênio, e opera a tensões que variam de 20 KV a 100 KV, com potência máxima de 10 W. O detector do microtomógrafo é uma câmera CCD digital, com 4000x2624

pixels. O campo de visão permite que sejam medidas amostras com até 2,5 cm de diâmetro. A melhor resolução espacial que pode ser atingida fica em torno de $1 \mu m$.

O SkyScan 1172 foi usado para medir amostras de 2 cm diâmetro, com resolução espacial de $13,1 \mu m$ e amostras de 1 cm, com resoluções espaciais de $5,5 \mu m$. A Figura 15 mostra uma foto do microtomógrafo.



Figura 15 – Microtomógrafo SkyScan 1172

4.3.3. Versa XRM-500

O microtomógrafo Versa XRM-500, fabricado pela empresa Zeiss/Xradia, está instalado no Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas (LMPT) da Universidade Federal de Santa Catarina.

Ele possui uma fonte de raios X que trabalha na faixa de 30 kV a 160 kV, com potência máxima de 10 W. O equipamento comporta amostras com até 15 Kg e 10 cm de diâmetro.

O Versa XRM-500 usa um sistema de lentes que permite atingir resoluções espaciais menores que $1 \mu m$. Nesse trabalho ele foi utilizado para obter imagens com resoluções espaciais de aproximadamente de $1 \mu m$. Uma foto do microtomógrafo é mostrada na Figura 16.



Figura 16 – Microtomógrafo Versa XRM-500

4.3.4. Ultra XRM-L200

O microtomógrafo Ultra XRM-L200, fabricado pela empresa Zeiss/Xradia, também está instalado no Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas (LMPT) da Universidade Federal de Santa Catarina.

O equipamento possui uma fonte de raios X que trabalha com tensões variando de 20 kV a 40 kV, com potência máxima de 1,2 W. Ele necessita que amostra tenha espessura da ordem de milímetros para atingir resoluções em torno de 50 *nm*. Nesse trabalho ele foi utilizado para medidas com resolução espacial de aproximadamente 65 nm. Para alcançar tal resolução a amostra precisa ser muito pequena. No presente trabalho as amostras medidas no nanotomógrafo foram preparadas com uso de um *laser ablation*, ficando com um tamanho de aproximadamente 65 micrometros. A Figura 17 mostra uma imagem do microtomógrafo.



Figura 17 – Microtomógrafo Ultra XRM-L200

4.4. SOFTWARE IMAGO

O software Imago é um software de análise de imagens 2D, desenvolvido em conjunto pelo Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas (LMPT) da Universidade Federal de Santa Catarina, pela empresa Engineering Simulation and Scientific Software (ESSS) e pelo Centro de Pesquisas da Petrobrás (CENPES).

O Imago trabalha com qualquer imagem digital como dado de entrada. Em geral são utilizadas imagens em tons de cinza, os quais podem variar de 0 a 255, onde 0 corresponde ao preto e 255 corresponde ao branco. Esse é padrão de uma imagem codificada em uma estrutura de dados de 8 bits. A Figura 18 mostra a comparação entre uma imagem colorida e em tons de cinza.

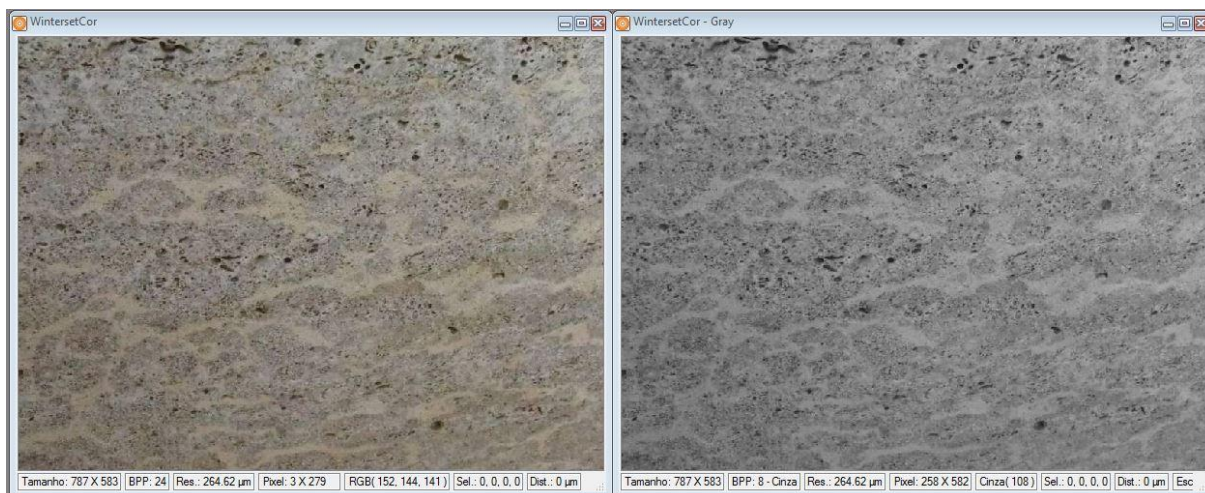


Figura 18 - Imagem colorida (esquerda) e em tons de cinza (direita).

A imagem em tons de cinza pode ser processada para a realização da análise ou pode ser analisada diretamente.

O primeiro passo da análise propriamente dita é a escolha de uma região de interesse, uma área retangular da imagem em tons de cinza. É necessário tomar cuidado com a escolha da região de interesse, “aproveitando” o máximo possível da amostra sem selecionar regiões que não pertencem à amostra. Após essa escolha é utilizada a ferramenta “recortar” para gerar uma imagem apenas com a área selecionada. Isso é mostrado na Figura 19.

Na sequência é realizada a etapa mais importante da análise de imagens, que é a segmentação de imagens. O processo de segmentação de imagens consiste em separar cada fase da amostra escolhendo um limiar, um tom de cinza limite entre duas fases.

Para que seja realizada a segmentação o Imago gera um histograma de níveis de cinza, no qual é possível ver a frequência com que cada nível de cinza aparece na imagem. Um exemplo de histograma de níveis de cinza é mostrado na Figura 20.

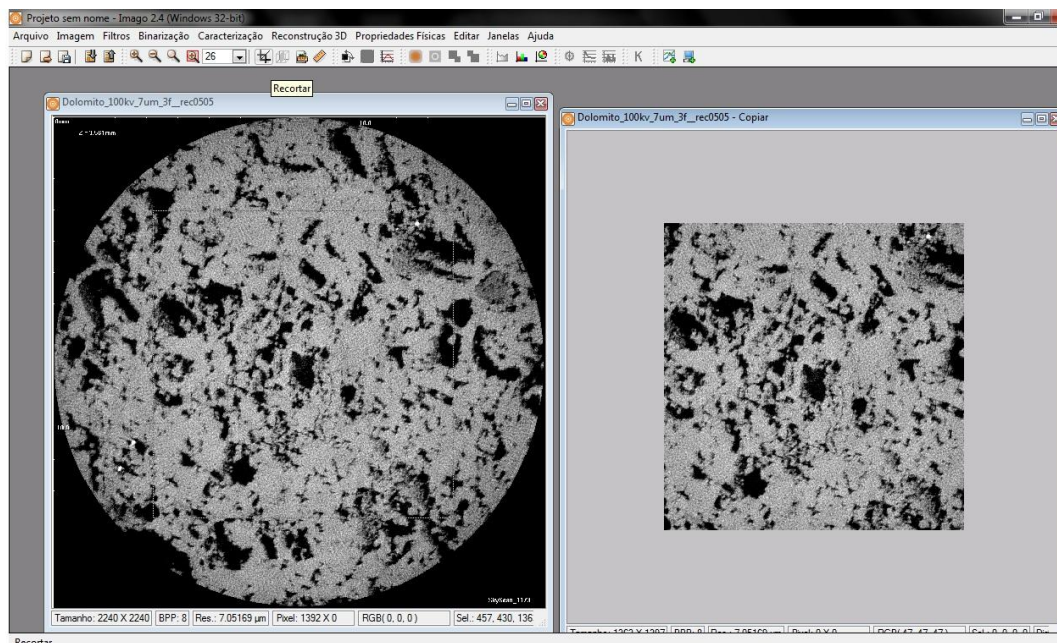


Figura 19 - Seleção de uma região de interesse (esquerda) e imagem recortada (direita)

O sistema de segmentação implementado no Imago é chamado segmentação binária, no qual a imagem é segmentada em apenas duas fases. Uma dessas fases terá a cor preta e a outra fase terá a cor branca. Esse tipo de segmentação também é chamado de binarização.

A binarização é normalmente utilizada para separar a fase porosa da fase sólida de uma amostra. Ela deve ser realizada com muito cuidado e atenção, pois ela vai gerar a imagem binária da qual serão extraídos todos os parâmetros estruturais, como porosidade e distribuição de tamanhos de poros.

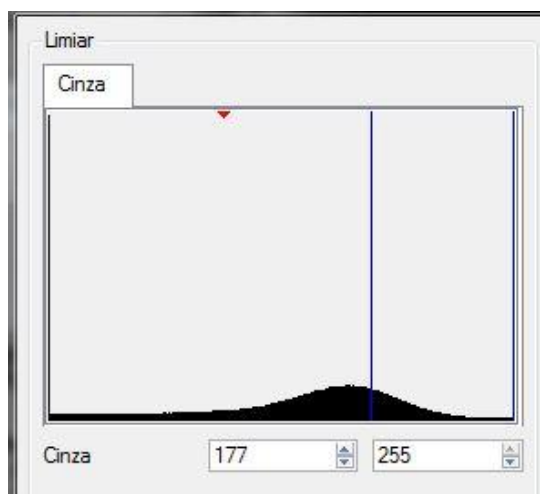


Figura 20 - Histograma de níveis de cinza.

4.5. SOFTWARE CTVOX

O CTVOX é um software de visualização 3D a partir da renderização do volume formado pelo empilhamento de imagens tomográficas 2D. Ele foi desenvolvido pela Brooker microCT e acompanha os pacotes de software dos scanners dessa empresa.

4.6. MODELO MULTIESCALA

Como o avanço da tomografia computadorizada, que permite atingir resoluções espaciais de unidade de microns ou até dezenas de nanos, trabalhos recentes ter abordado a necessidade de integrar os resultados obtidos em diferentes escalas (Sok, et al., 2009), (WU, et al., 2006), (Mantovani, 2013).

Considerando a grande variação de tamanhos de poros nas rochas carbonáticas e a limitação da tomografia de raios X em medir todos esses poros produzindo resultados diretamente comparáveis entre si, este trabalho propõe um método para integrar as medidas feitas em α escalas diferentes.

Essa integração é feita a partir da distribuição de tamanhos de poros gerada por sucessivas operações de abertura em imagens binárias, que fornece a fração de volume de cada raio de poro:

$$F(r_i) = \frac{V_{r_i}}{V_{P_T}}, \quad (30)$$

Onde V_{r_i} é o volume de todos os objetos de raio i e V_{P_T} é o volume poroso total. V_{r_i} pode ser escrito como:

$$V_{r_i} = N_i \cdot V_i, \quad (31)$$

Onde N_i é o número de objetos com raio i e V_i é o volume de um único objeto com raio i .

V_{P_T} pode ser escrito como:

$$V_{PT} = \varphi \cdot V_A, \quad (32)$$

Onde φ é a porosidade medida e V_A é o volume analisado.

Substituindo as equações (32) e (33) em (31), pode-se obter o número de objetos com raio i :

$$N_i = \frac{F(r_i) \cdot \varphi \cdot V_A}{V_i}, \quad (33)$$

Com a equação (34) é possível calcular N_i para todos os objetos que podem ser identificados em uma medida tomográfica. Para cada nova escala α medida em que uma resolução espacial melhor é usada, novos objetos com raio i serão medidos. Entretanto, N_i estará limitado pelo volume da amostra, que deverá ser menor que o da medida anterior para que se possa melhorar a resolução espacial. Assim, para que se possa comparar objetos medidos em amostras de tamanhos diferentes, o seguinte fator de conversão foi usado.

$$N_i^1 = \frac{V_A^1}{V_A^\alpha} N_i^\alpha, \quad (34)$$

Onde N_i^α é o número de objetos medidos com uma escala α que não seja a mais pobre (primeira escala medida), V_A^α é o volume analisado na escala α , V_A^1 é o volume analisado na primeira escala (pior resolução) e N_i^1 é o número de objetos com raio i projetados para existir na escala 1. Deve-se enfatizar que independentemente do valor de α , a projeção é feita para a primeira escala medida (volume da escala mais pobre).

Para que esse modelo possa ser aplicado, é necessário que haja um certo grau de homogeneidade na amostra, com as estruturas porosas de raio i se repetindo nas diferentes escalas, mesmo que elas não possam ser observadas pela limitação da técnica de medida. Quando objetos de raio i forem observados em diferentes escalas, é possível compará-los para verificar se a repetição de estruturas está ocorrendo.

Tendo todos os objetos em condições de serem comparados, podemos usar novamente as equações (31) a (33) para obter a fração de volume de objetos e a porosidade total.

Neste trabalho todas as análises foram feitas a partir das imagens 2D obtidas em cada medida e os resultados apresentados são médias dessas análises. Assim, o volume considerado para a aplicação do modelo multiescala foi volume acumulado das fatias 2D analisadas.

4.7. MEDIDAS DE POROSIMETRIA POR INJEÇÃO DE MERCÚRIO

As medidas de porosimetria por injeção de mercúrio foram realizadas no Laboratório de Física Nuclear Aplicada da Universidade Estadual de Londrina, utilizando o porosímetro AutoPore 9500, fabricado pela empresa Micromeritics.

As medidas foram realizadas com baixa pressão (com pressões variando de 1 psi a 30 psi) e com alta pressão (com pressões variando de 30 psi até 35000 psi) em subamostras de aproximadamente 2 cm de diâmetro e 2 cm de altura. Para cada amostra foram medidos 60 pontos de pressão, sendo que o tempo de estabilização de cada ponto foi de 300 s. Cada amostra foi medida em triplicata, e o resultados de porosidade são mostrados com 95% de confiança.



Figura 21 - Porosímetro AutoPore 9500

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. RESULTADOS DA POROSIMETRIA DE MERCÚRIO

A Figura 22 mostra as curvas de saturação em função da pressão de injeção das medidas de porosimetria de mercúrio. É possível perceber que todas apresentam saturação, o que indica que o equipamento foi capaz de medir os menores poros presentes nas amostras. Nota-se também que para a amostra Indiana (Figura 22 – C), a saturação só começou a ocorrer em torno de 4000 psi, o que indica que os poros dessa amostra são conectados por gargantas bem menores que as demais amostras, nas quais a saturação começou antes de 200 psi.

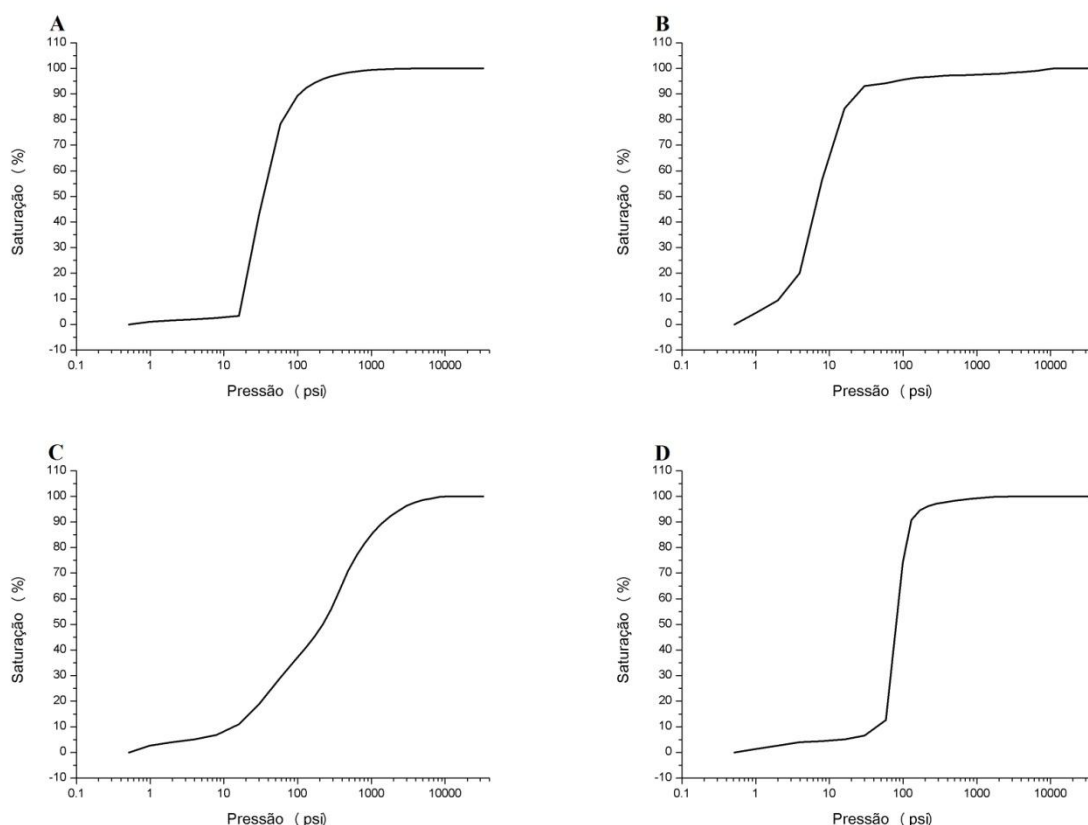


Figura 22 - Curvas de saturação para as medidas de injeção de mercúrio. (A) Desert Pink. (B) Dolomita. (C) Indiana (D) WinterSet.

Da Figura 23 à Figura 26 são mostradas as distribuições de raio de garganta obtidas por intrusão de mercúrio para os quatro tipos de amostra analisadas. As amostras Desert Pink e Winterset mostram um comportamento similar, com a grande

maioria dos poros sendo conectados por gargantas com tamanhos em torno de $1\mu\text{m}$. Já a amostra Dolomita teve a grande maioria dos seus poros conectados por gargantas com tamanhos variando de $5\mu\text{m}$ a $25\mu\text{m}$. A distribuição da amostra Indiana mostra uma característica bimodal, com parte das gargantas variando de 1 a $10\mu\text{m}$ e muitas gargantas abaixo de $1\mu\text{m}$ tendo contribuições importantes .

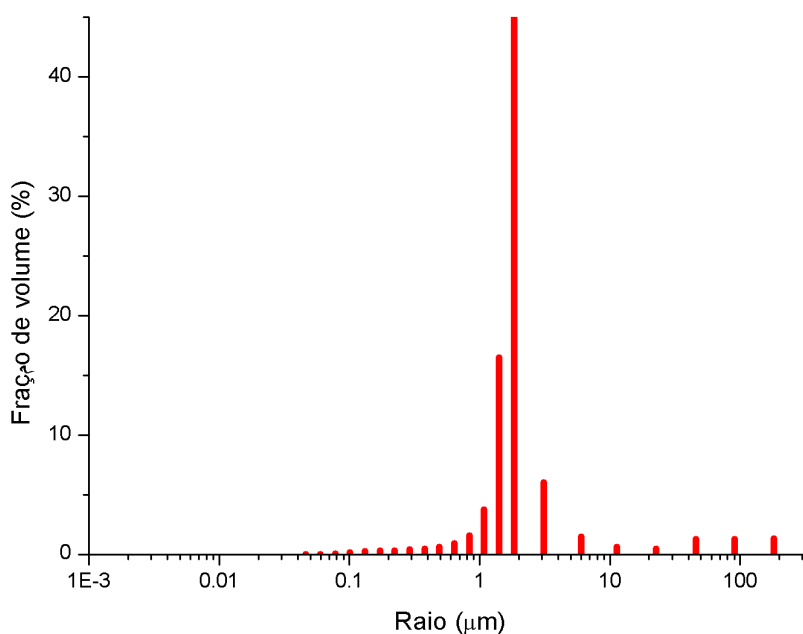


Figura 23 - Distribuição de tamanhos de poro obtida por intrusão de mercúrio para a amostra Desert Pink.

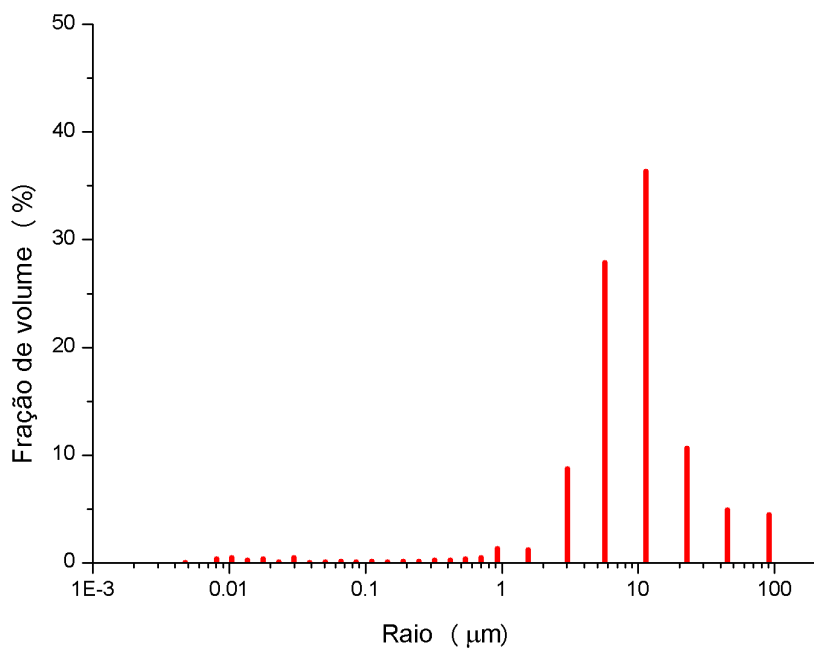


Figura 24 - Distribuição de tamanhos de poro obtida por intrusão de mercúrio para a amostra Dolomita.

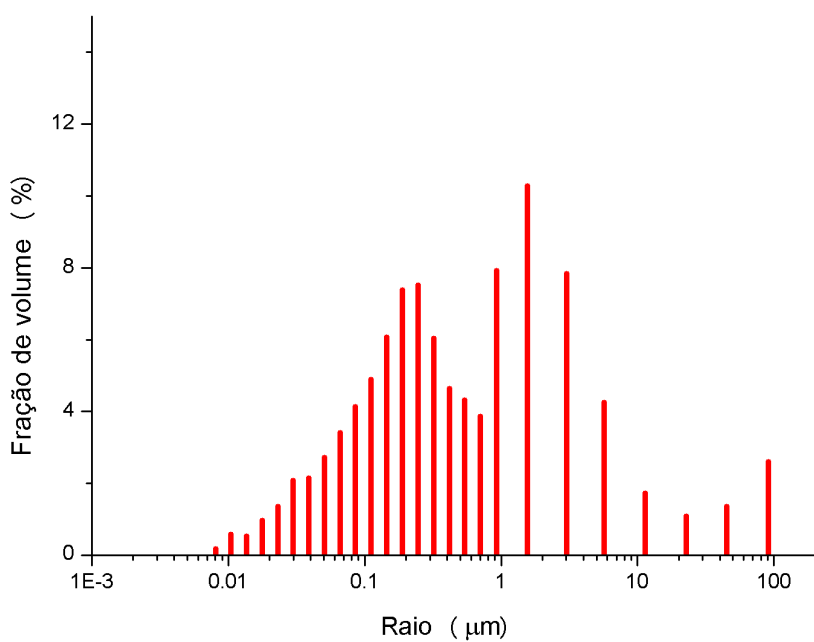


Figura 25 - Distribuição de tamanhos de poro obtida por intrusão de mercúrio para a amostra Indiana.

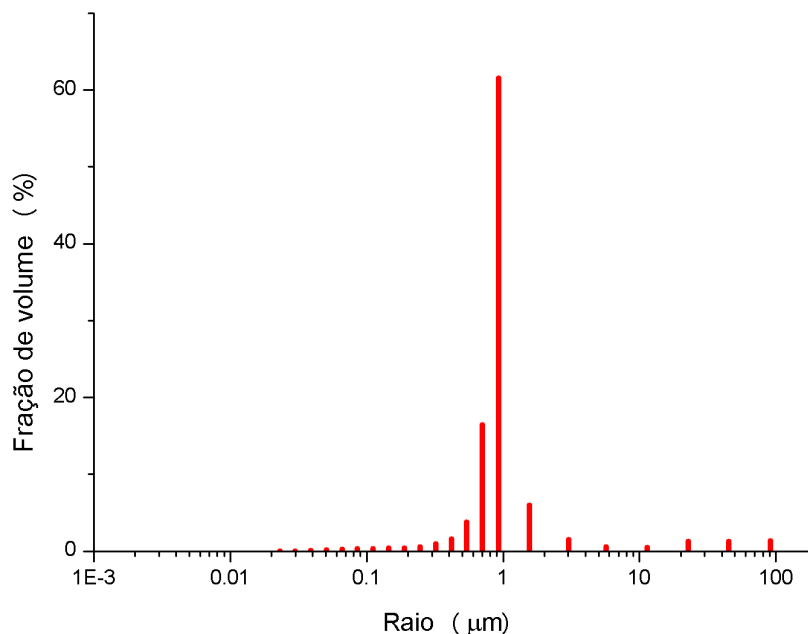


Figura 26 - Distribuição de tamanhos de poro obtida por intrusão de mercúrio para a amostra Winterset.

5.2. RESULTADOS DE MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X

Inicialmente, o software CTVox foi utilizado para renderizar o volume 3D das regiões de interesse das amostras a serem analisadas. A Figura 27 mostra os volumes para a amostra Desert Pink. Observa-se que os volumes das imagens de 5 μm e 1,7 μm têm regiões porosas bem distribuídas no volume. Nas demais imagens as regiões porosas estão mais espaçadas.

A Figura 28 mostra os volumes da amostra Dolomita. As imagens com maior resolução mostram regiões porosas ao longo de toda a amostra, enquanto as imagens com menor resolução mostram pequenos poros aparentemente isolados ou apenas uma fração de poro (no caso da amostra medida com 65 nm).

Nos volumes obtidos para a amostra Indiana, mostrados na Figura 29, as imagens com 13 μm e 5 μm mostram regiões porosas bem distribuídas, enquanto as outras amostras apresentam poros em pouca quantidade.

Na amostra Winterset, cujos volumes são mostrados na Figura 30, observa-se regiões porosas bem distribuídas ao longo do volume nas imagens de 13 μm, 5 μm e 1,36 μm.

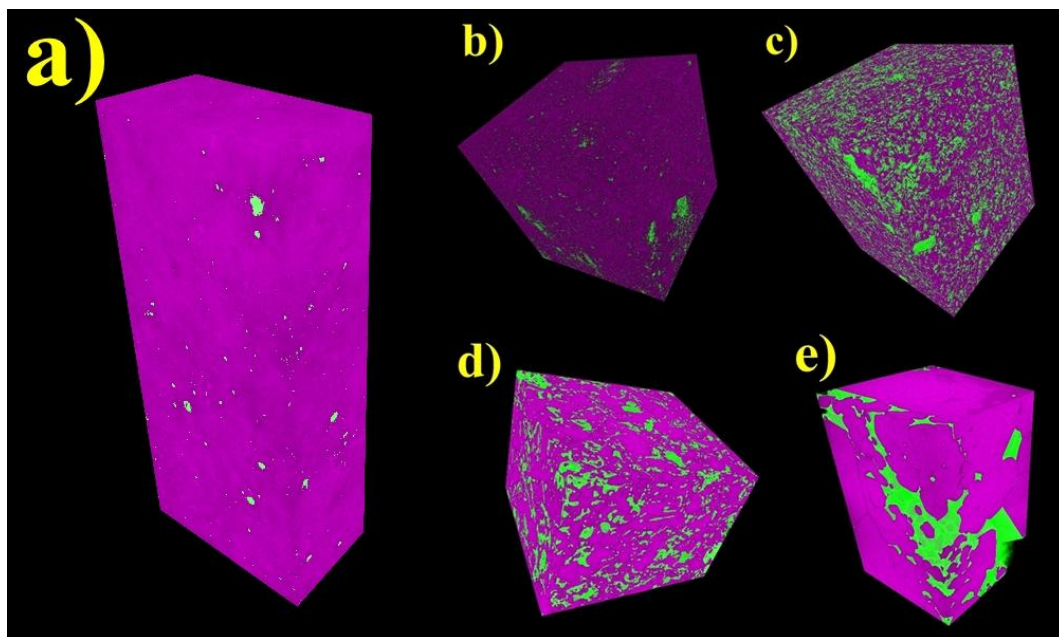


Figura 27 - Imagens 3D da amostra Desert Pink para as resoluções de 90 μm (a), 13 μm (b), 5 μm (c), 1,7 μm (d) e 65 nm (e)

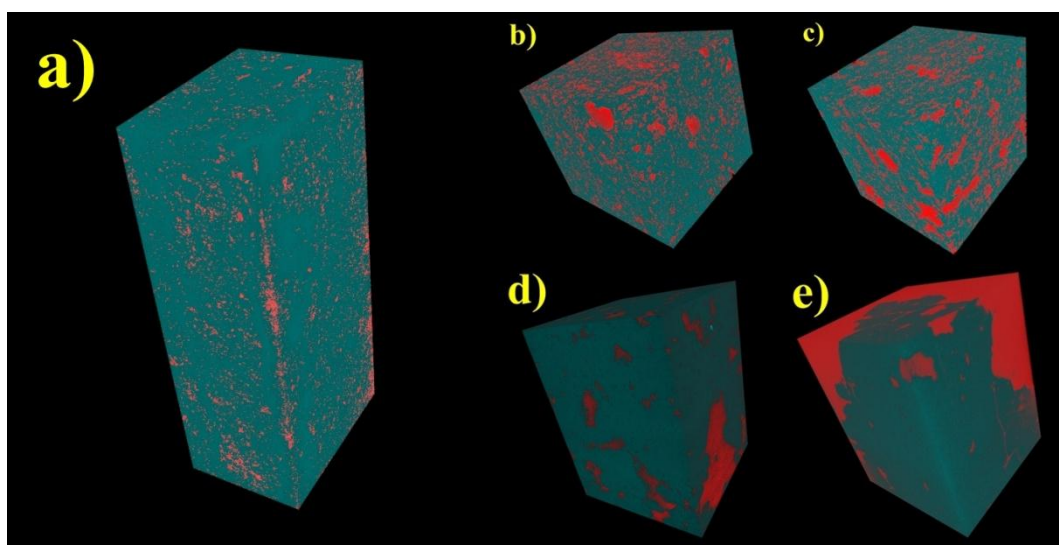


Figura 28 - Imagens 3D da amostra Dolomite para as resoluções de 90 μm (a), 13 μm (b), 5 μm (c), 2,4 μm (d) e 65 nm (e)

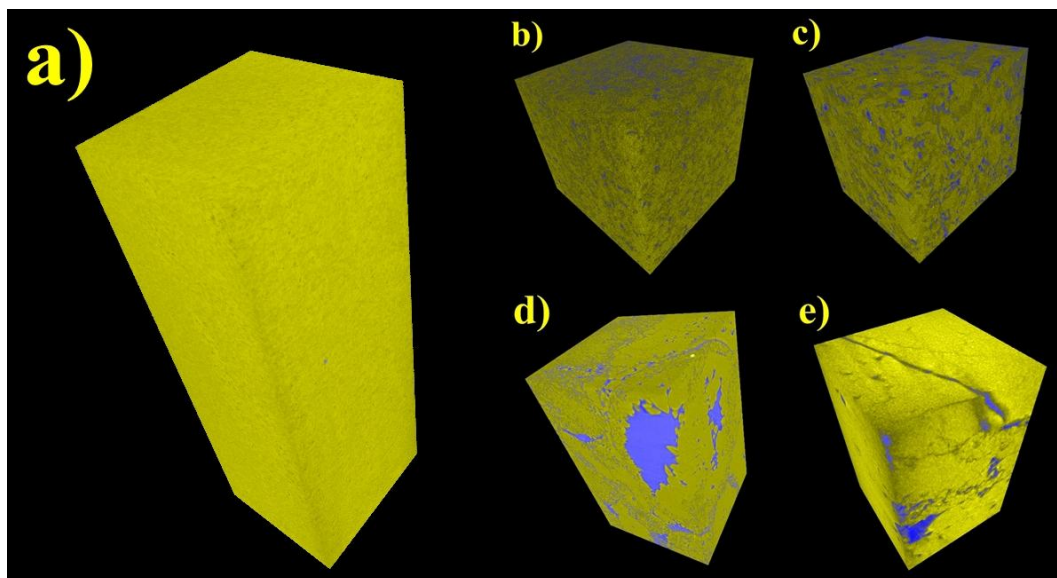


Figura 29 - Imagens 3D da amostra Indiana para as resoluções de 90 μm (a), 13 μm (b), 5 μm (c), 740 nm (d) e 127 nm (e)

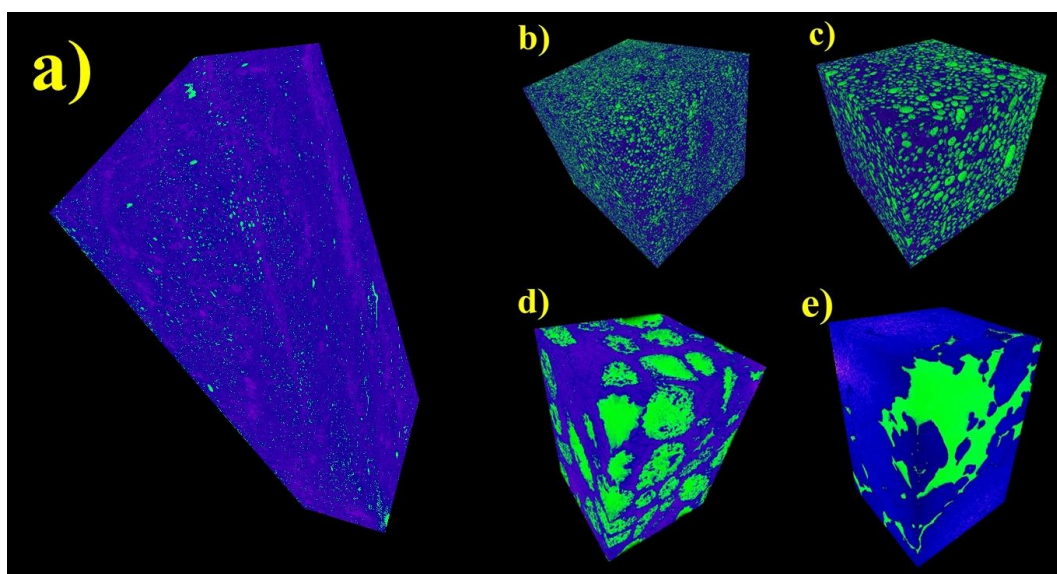


Figura 30 - Imagens 3D da amostra Winterset para as resoluções de 90 μm (a), 13 μm (b), 5 μm (c), 1,36 μm (d) e 65 nm (e)

Para todas as imagens obtidas foram selecionadas regiões de interesse. Essas regiões foram analisadas e binarizadas utilizando o software Imago e seguindo os passos descritos na seção 4.4. Foi utilizado o método de binarização global, em que um único limiar foi utilizado para binarizar todas as imagens que faziam parte de uma mesma medida. Os limiares de binarização foram escolhidos

manualmente e não foram utilizados filtros ou algoritmos de correção de imagem. O resultado dessas operações é mostrado nas Figuras 31 a 42.

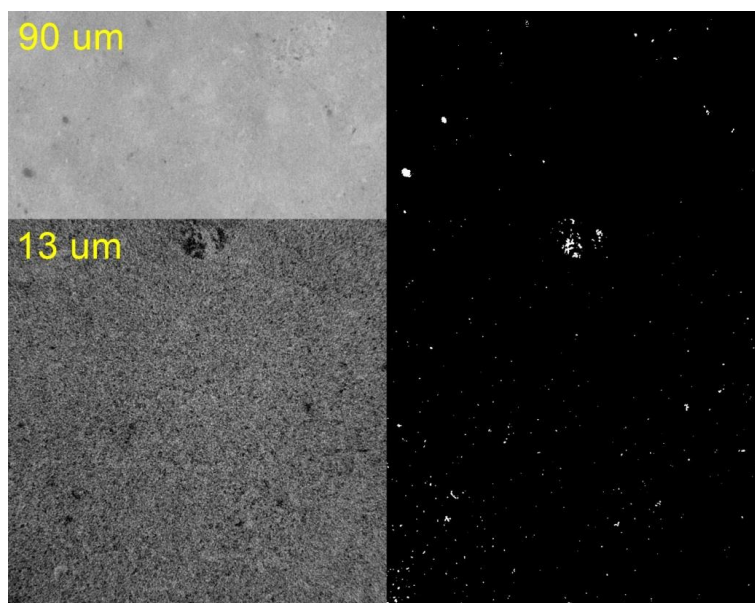


Figura 31 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 90 μm (acima) e 13 μm (abaixo) para a amostra Desert Pink.

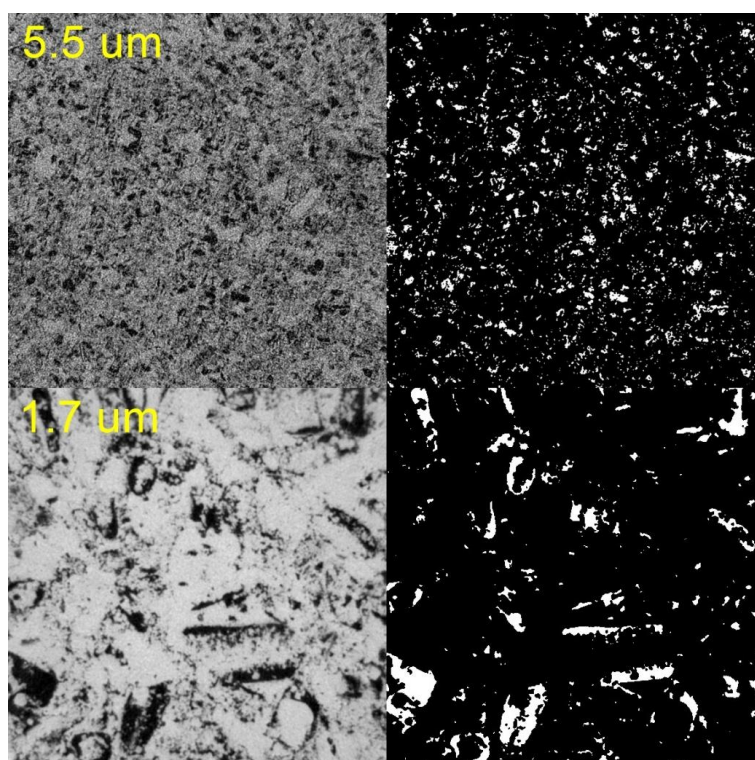


Figura 32 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 5 μm (acima) e 1,7 μm (abaixo) da amostra Desert Pink.

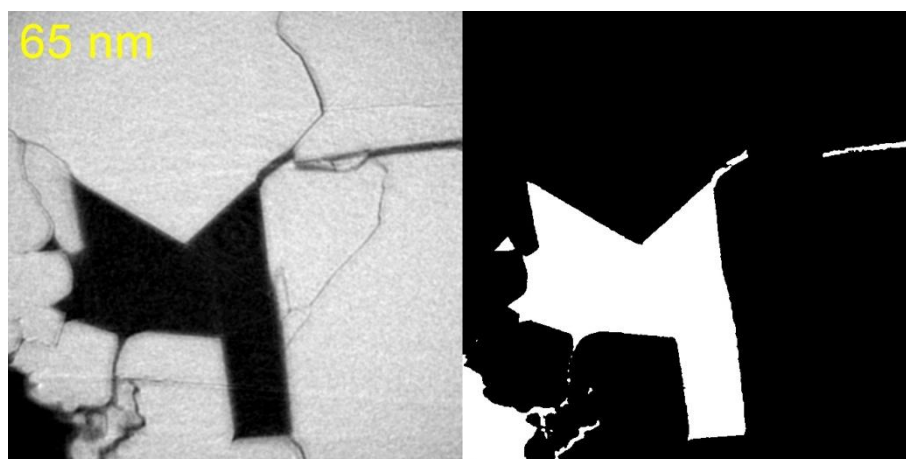


Figura 33 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para a medida com resolução de 65 nm da amostra Desert Pink.

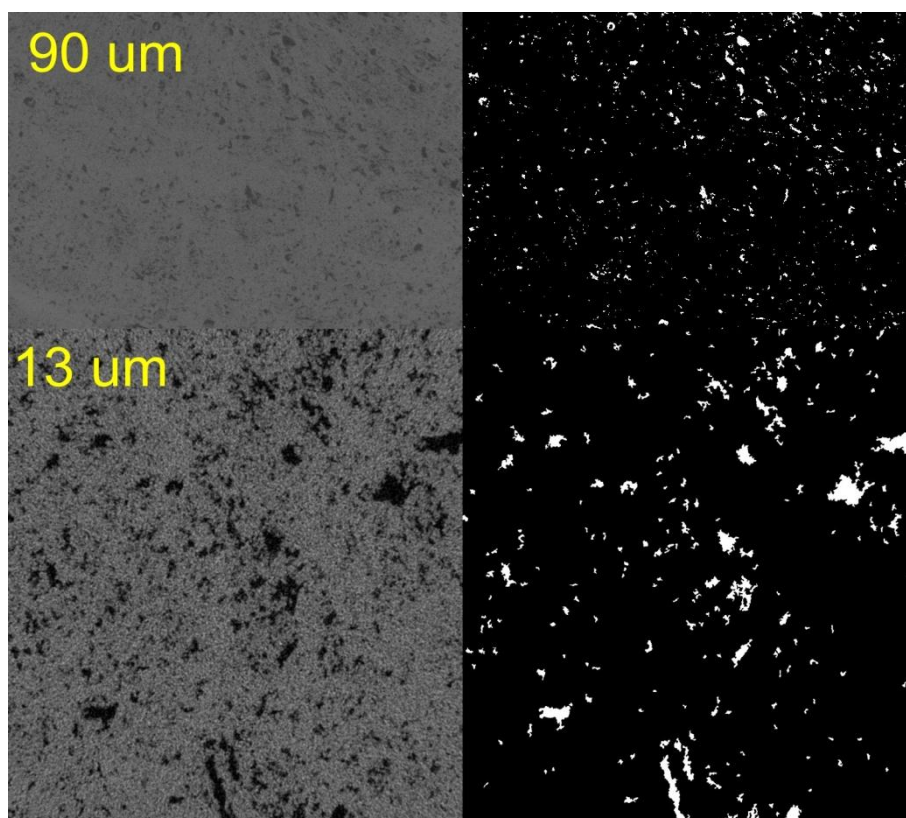


Figura 34 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 90 μm (acima) e 13 μm (abaixo) da amostra Dolomita.

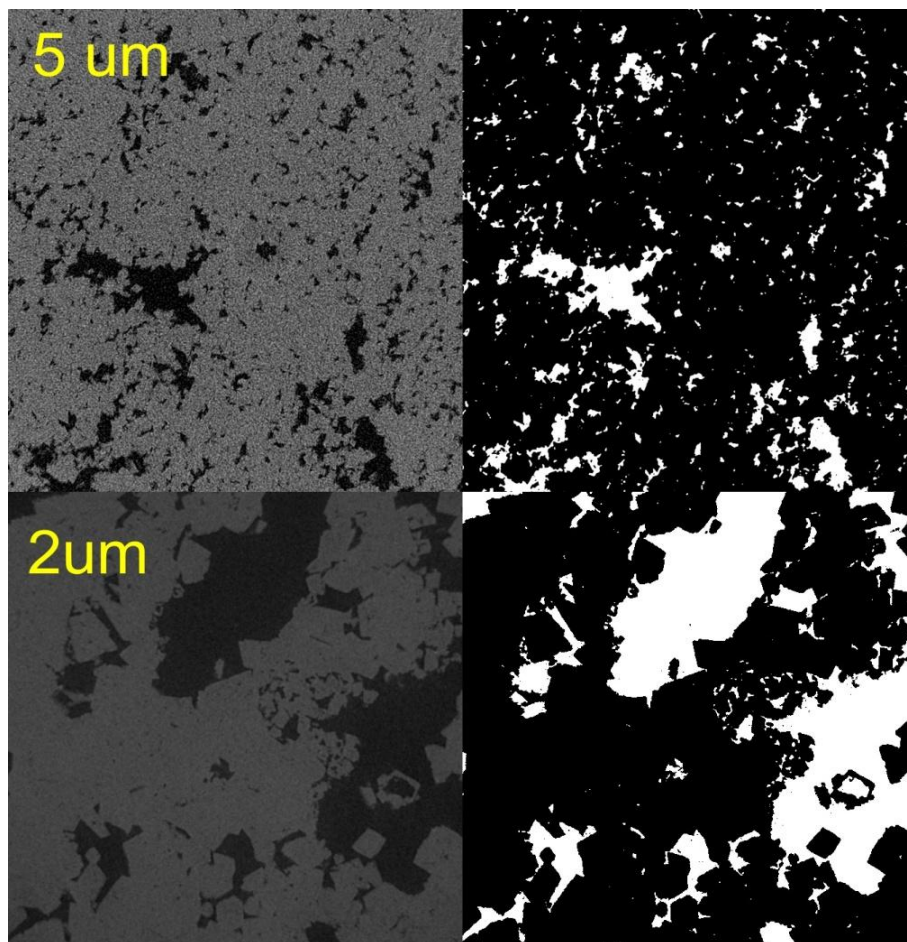


Figura 35 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 5 μm (acima) e 2 μm (abaixo) para a amostra Dolomita.

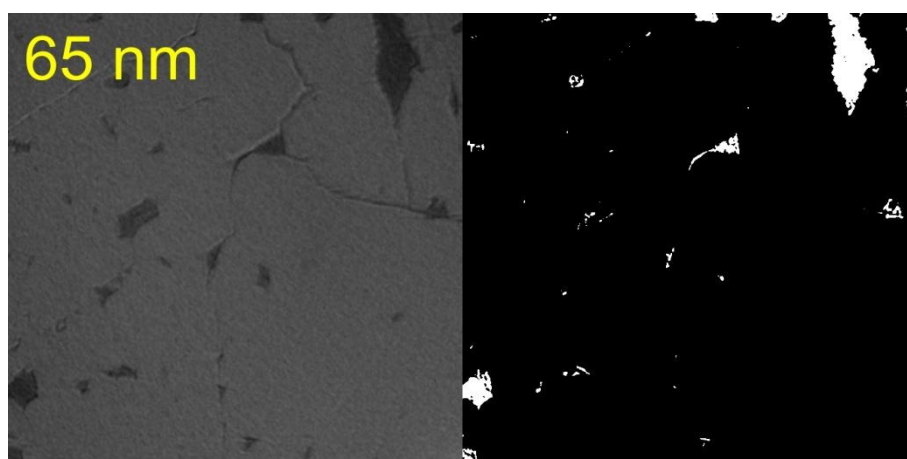


Figura 36 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para a medida com resolução de 65 nm.

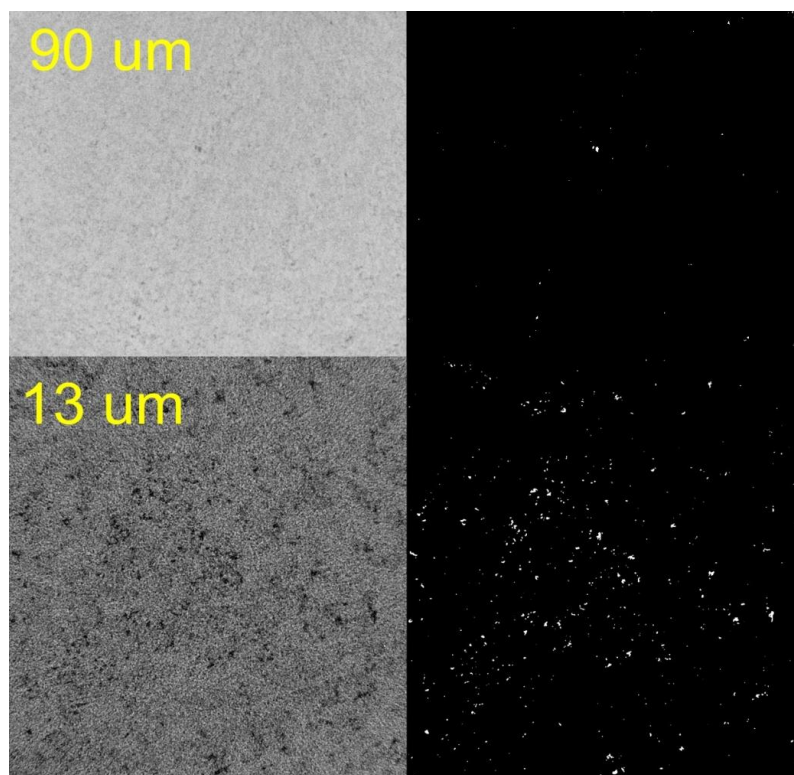


Figura 37 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 90 μm (acima) e 13 μm (abaixo) para a amostra Indiana.

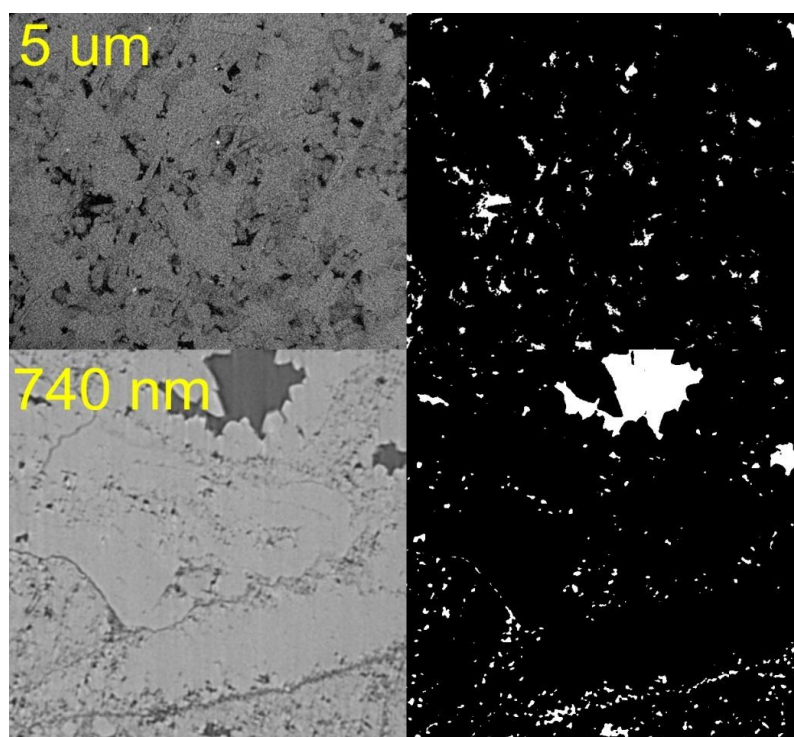


Figura 38 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 5 μm (acima) e 740 nm (abaixo) para a amostra Indiana.

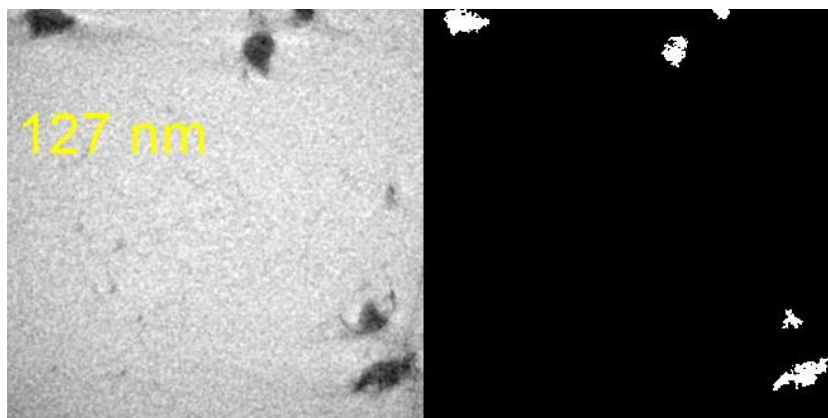


Figura 39 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para a medida com resolução de 127nm para a amostra Indiana.

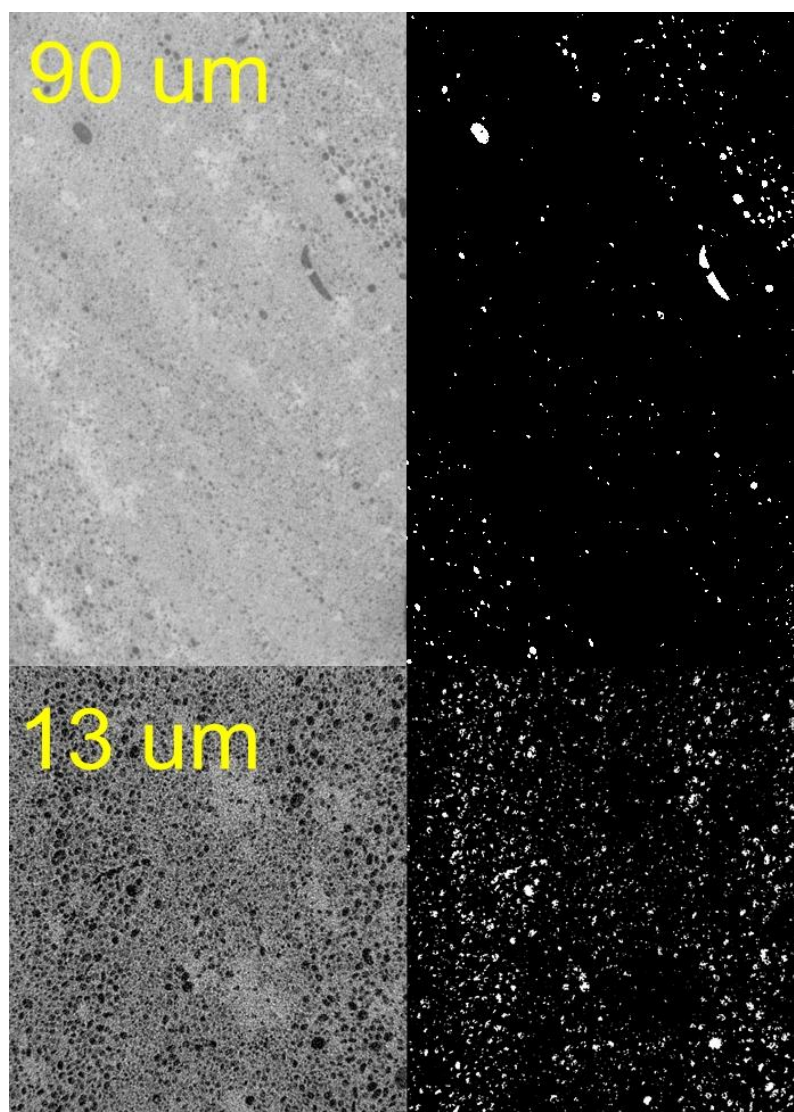


Figura 40 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 90 μm (acima) e 13 μm (abaixo) para a amostra Winterset.

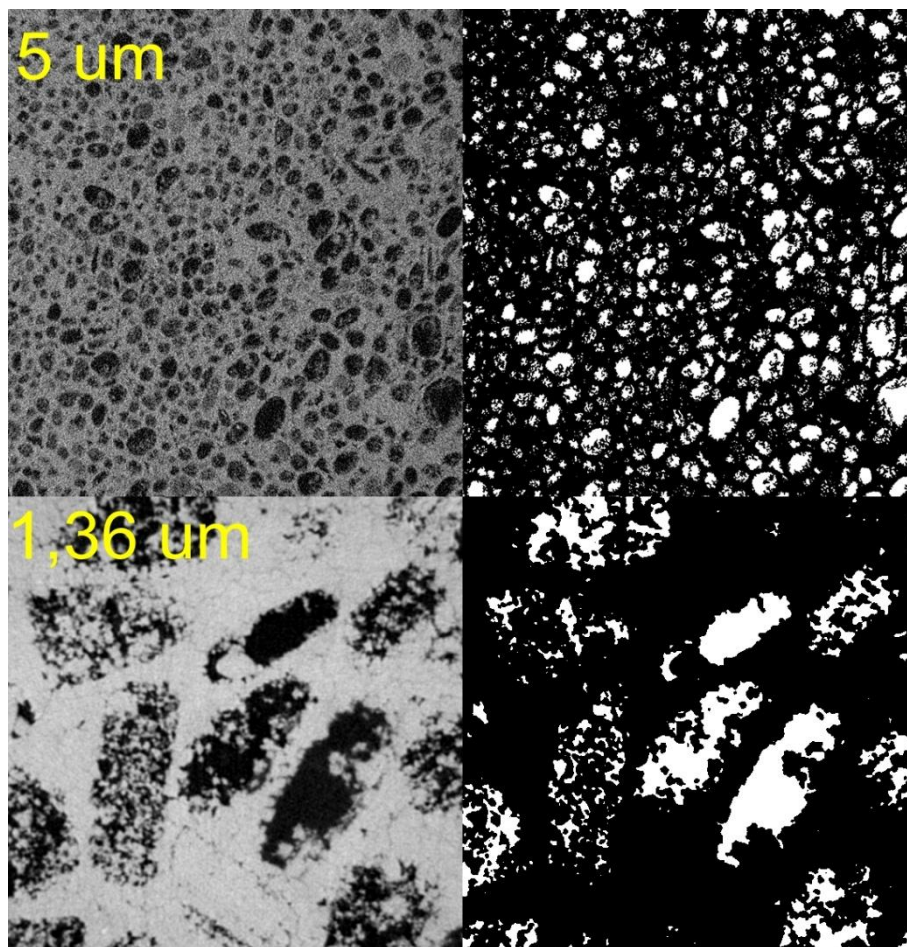


Figura 41 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para as medidas com resolução de 5 μm (acima) e 1,36 μm (abaixo) para a amostra Winterset.

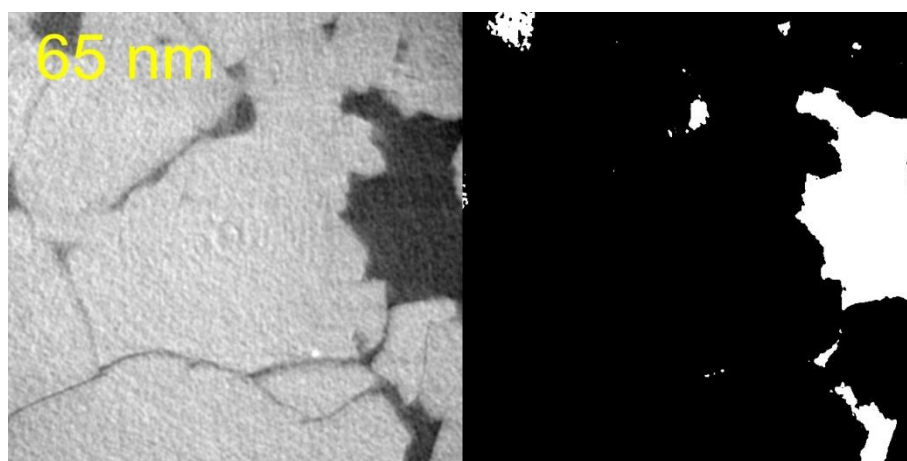


Figura 42 - Imagens 2D em tons de cinza (esquerda) e binarizada (direita) para a medida com resolução de 65 nm para a amostra Winterset.

5.2.1. Perfis de porosidade e porosidade total

As imagens binarizadas foram utilizadas para calcular a porosidade das amostras. As Figuras 43 (Desert Pink), 44 (Dolomita), 45 (Indiana) e 46 (Winterset) mostram os perfis de porosidade obtidos com diferentes resoluções para as 4 amostras analisadas.

Para a amostra Desert Pink, observa-se que nas três maiores resoluções existe uma tendência de haver regiões com a porosidade bem maior do que em outras regiões, o que indica a presença de grandes poros intercalados com poucos ou pequenos poros.

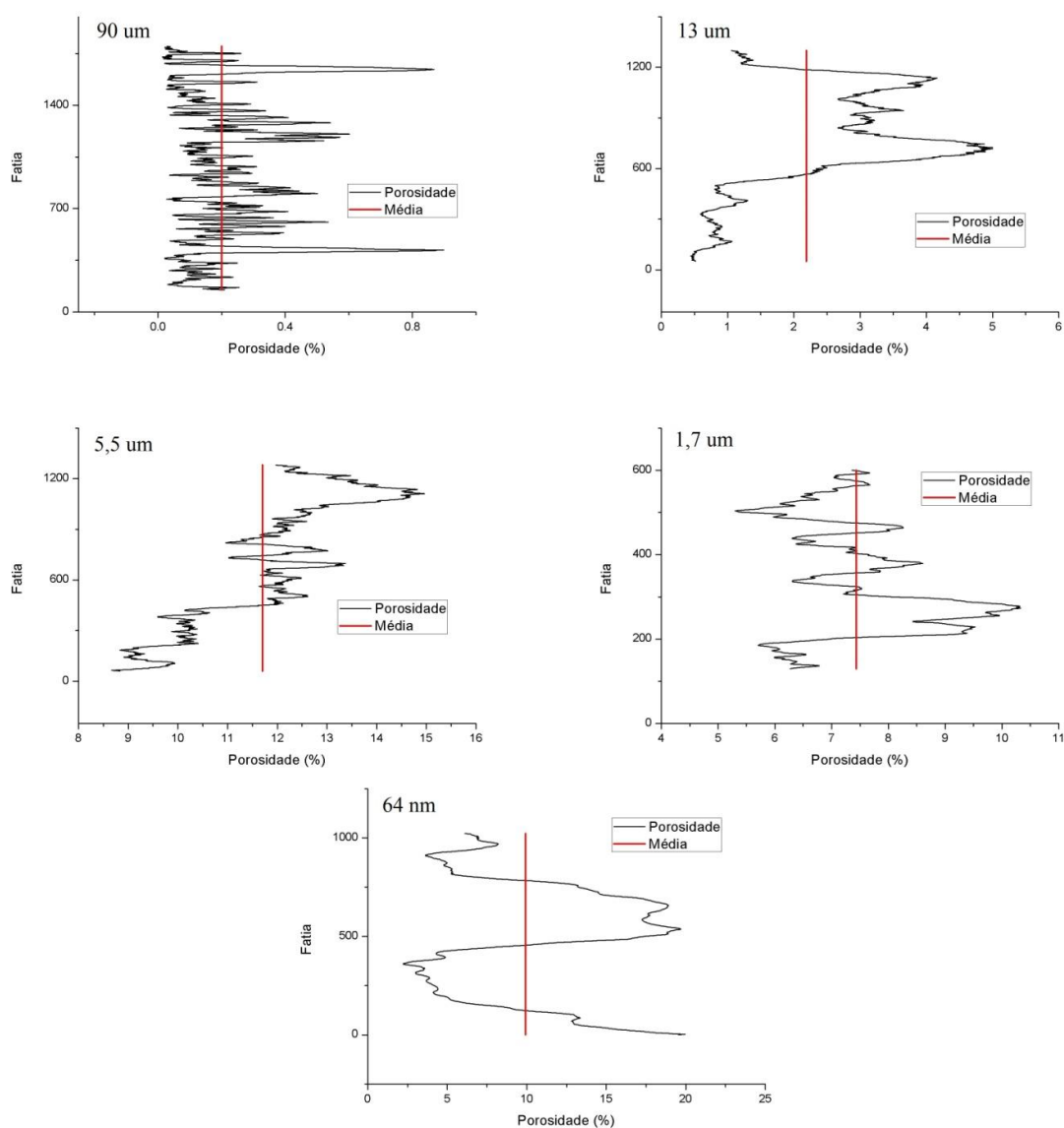


Figura 43 - Perfis de porosidade para a amostra Desert Pink

Para a amostra Dolomita é possível ver uma grande heterogeneidade na maior resolução, com a porosidade variando em torno do valor médio. À medida que a resolução diminui, essa tendência muda, havendo regiões mais ou menos porosas quando se compara o topo e a base das amostras.

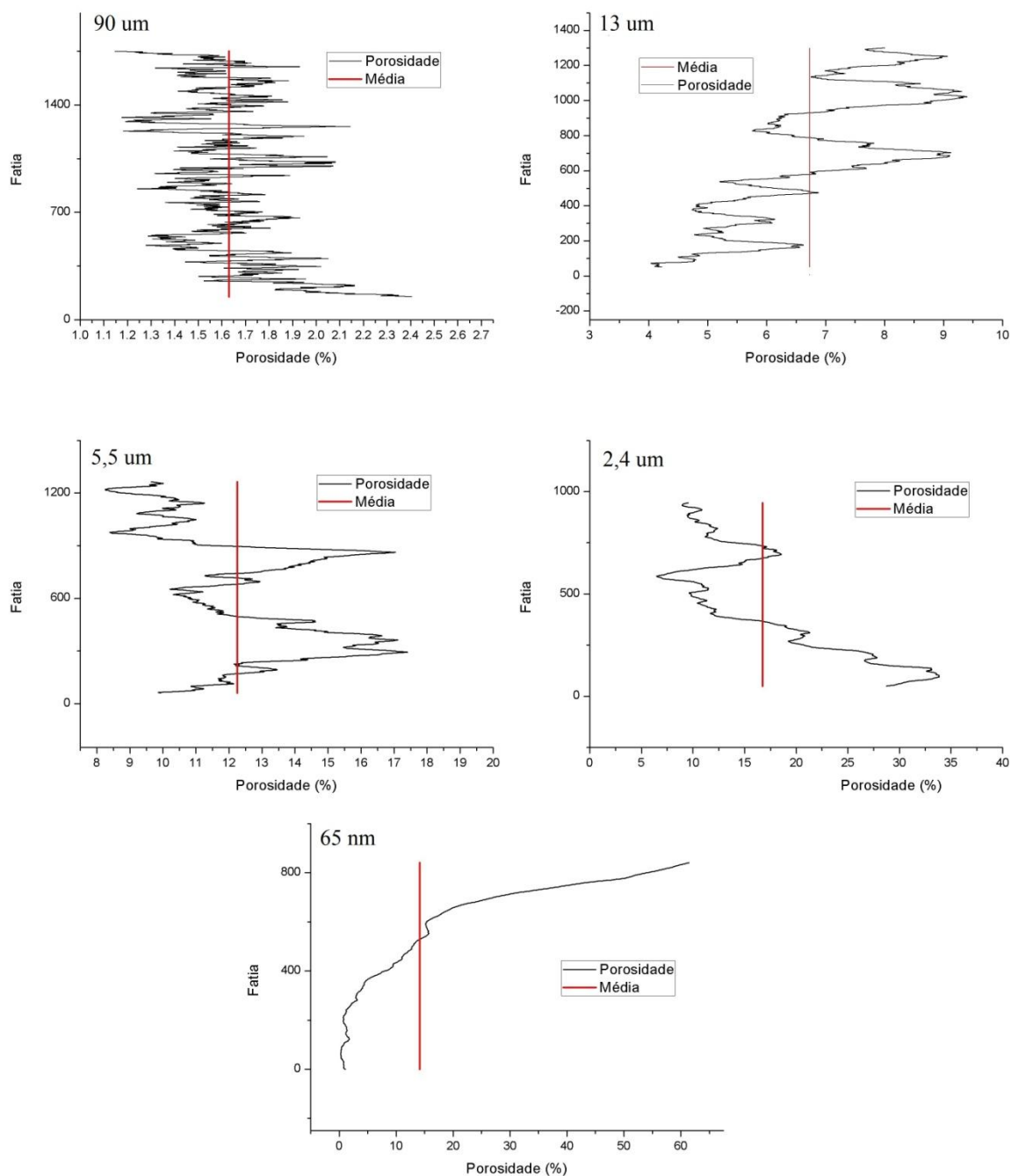


Figura 44 - Perfis de porosidade para a amostra Dolomita

Para a amostra Indiana, a porosidade medida nas duas maiores resoluções é muita baixa, de modo que qualquer presença de poros faz com que apareçam picos finos. Apenas nas medidas com resolução abaixo de $1 \mu\text{m}$ é possível ver picos mais alargados e sobrepostos.

Os perfis da amostra Winterset mostram que essa amostra tem uma variabilidade bastante grande no tamanho ou na quantidade de poros, apresentando muitos picos nas diferentes resoluções (inclusive na medida com $90 \mu\text{m}$, onde a porosidade foi bastante baixa).

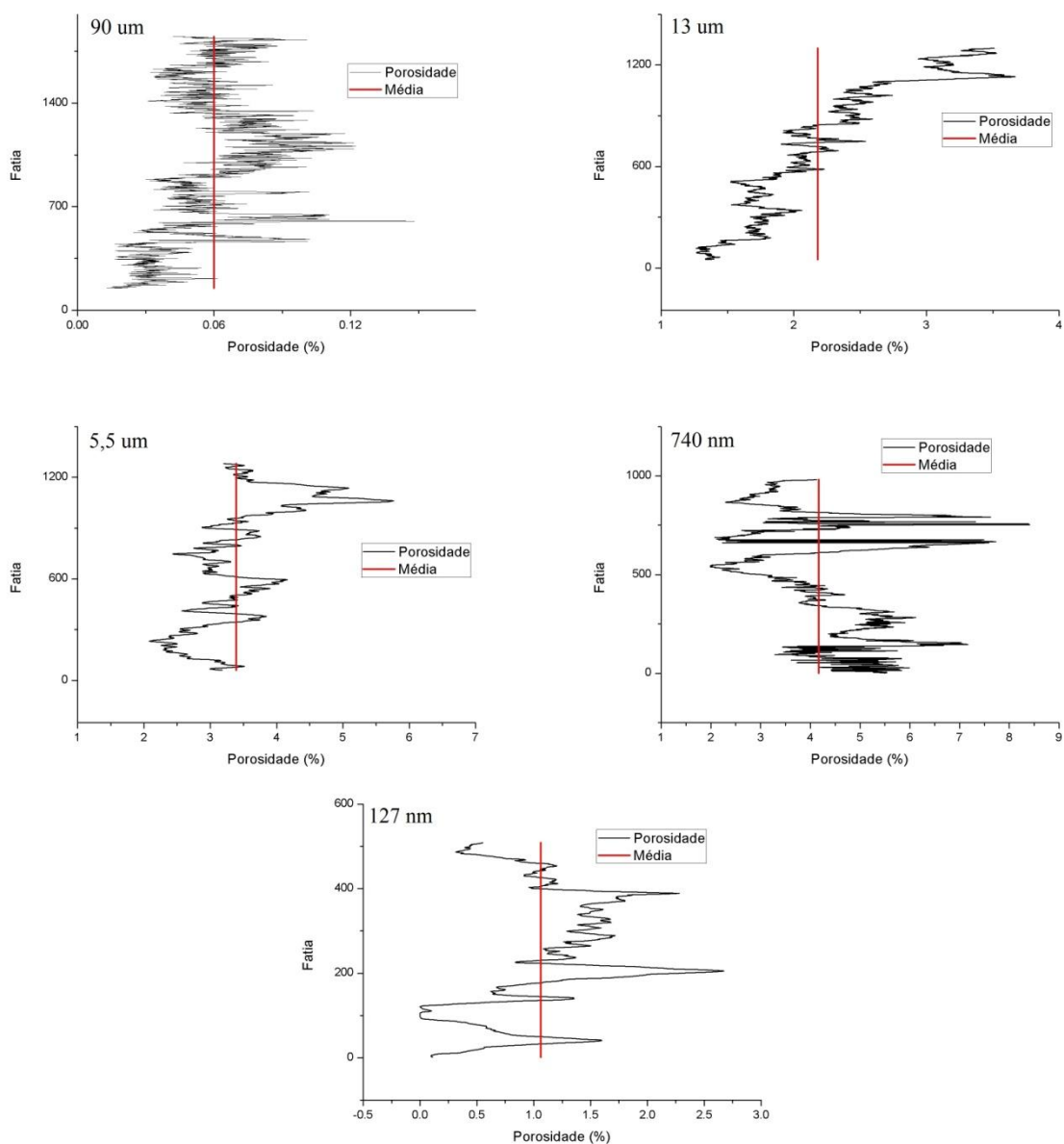


Figura 45 - Perfis de porosidade para a amostra Indiana

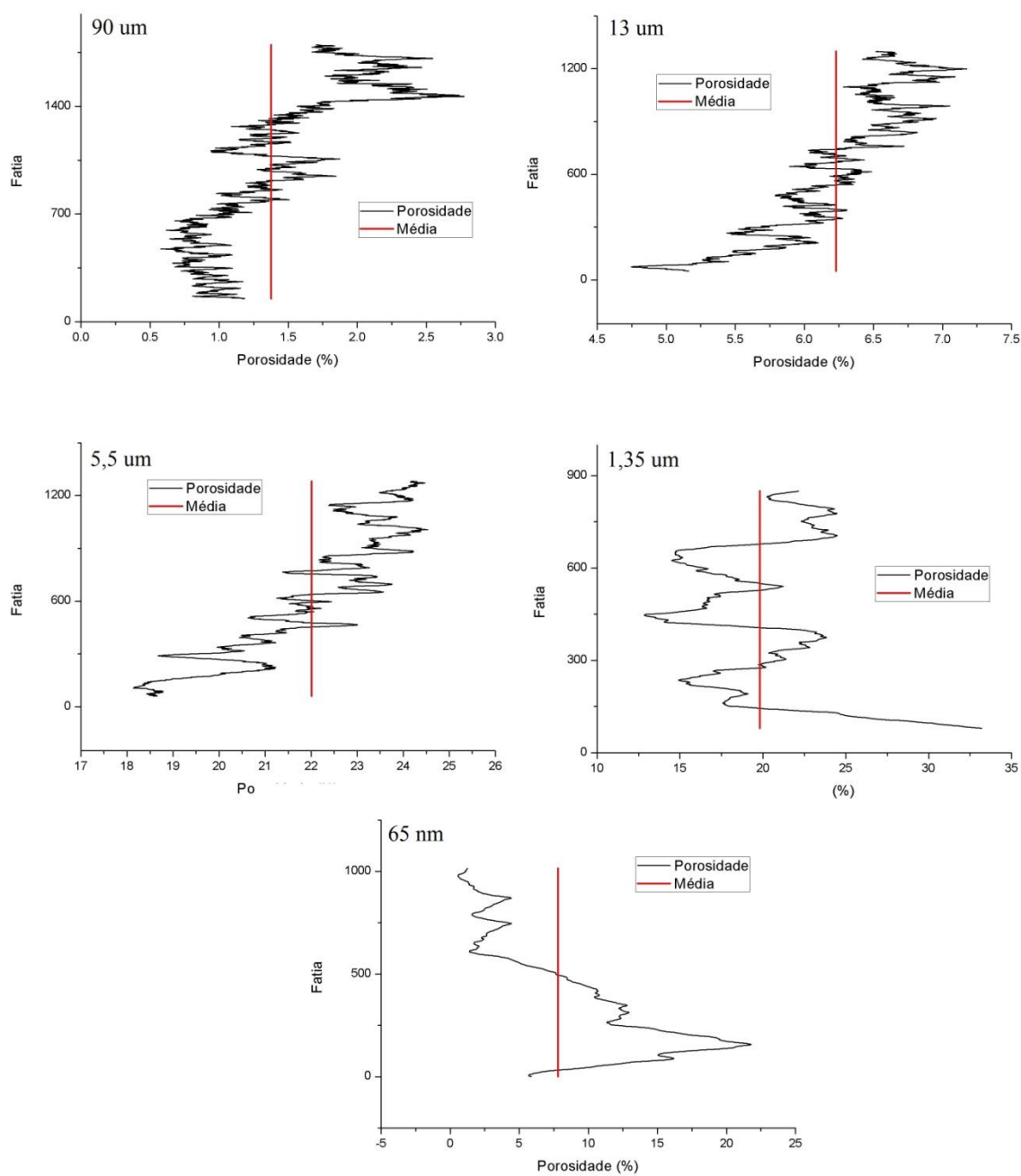


Figura 46 - Perfis de porosidade para a amostra Winterset

Ao se fazer a média da porosidade de todas as fatias, se obtém a porosidade média das amostras. A Tabela 2 mostra os resultados de porosidade total obtidos para a amostra Desert Pink. Observa-se que as duas piores resoluções espaciais apresentaram valores baixos em comparação com as demais resoluções.

Todos os valores medidos foram bastante baixos quando se compara com o valor obtido por intrusão de mercúrio.

Tabela 2 – Resultados de porosidade total para a amostra Desert Pink

Resolução (μm)	Porosidade (%)
90	0,202
13	2,19
5,5	11,7
1,7	7,43
0,065	9,93
Injeção de Mercúrio	33,0 \pm 1,7

Os resultados para a amostra Dolomita, apresentados na Tabela 3, mostram que os valores de porosidade das três melhores resoluções estão próximos ao valor de porosidade obtido por injeção de mercúrio.

Tabela 3 - Resultados de porosidade total para a amostra Dolomita

Resolução (μm)	Porosidade (%)
90	1,63
13	6,73
5,5	12,5
2,4	16,8
0,065	14,1
Injeção de Mercúrio	18,9 \pm 2,1

Os valores de porosidade obtidos para a amostra Indiana, mostrados na Tabela 4, foram bastante baixos em todas as resoluções usadas, principalmente quando se compara com o valor obtido para a injeção de mercúrio.

A Tabela 5 mostra os valores de porosidade obtidos para a amostra Winterset. Os resultados obtidos para as resoluções de 5,5 μm e 1,3 μm foram mais altos que os obtidos nas outras resoluções. Entretanto esses valores ainda ficaram abaixo dos valores obtidos por injeção de mercúrio.

Tabela 4 - Resultados de porosidade para a amostra Indiana

Resolução (μm)	Porosidade (%)
90	0,0586
13	2,18
5,5	3,39
0,74	4,17
0,12	1,06
Injeção de Mercúrio	14,0 \pm 0,4

Tabela 5 - Resultados de porosidade para a amostra Winterset

Resolução (μm)	Porosidade (%)
90	1,38
13	6,23
5,5	20,5
1,3	19,8
0,065	7,81
Injeção de Mercúrio	31,2 \pm 0,6

5.2.2. Distribuição de tamanho de poros

As Figuras 47 a 50 mostram as distribuições de tamanhos de poros obtidas, com diferentes resoluções espaciais, para as amostras analisadas. É importante destacar que as frações de volume não são comparáveis nesses gráficos, apenas os raios de poros, uma vez que as frações de volume dependem da porosidade total medida. Nota-se que para todas as distribuições os principais picos estão concentrados no lado esquerdo da distribuição.

Observa-se na Figura 47, que todas as distribuições apresentam superposição entre o lado esquerdo da que tem maior resolução e o lado direito da que tem menor resolução. Isso é um bom indício, uma vez que todas as faixas de raio de poros estão cobertas, embora a sobreposição da escala de 65 nm com a resolução de 1,7 μm seja pequena. Essa sobreposição também é observada na Figura 48, para a amostra Dolomita.

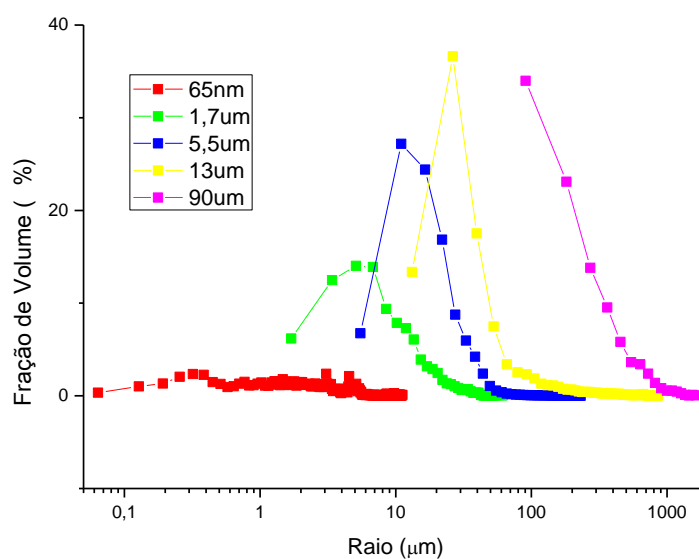


Figura 47 - Distribuições de tamanhos de poros Para a amostra Deset Pink

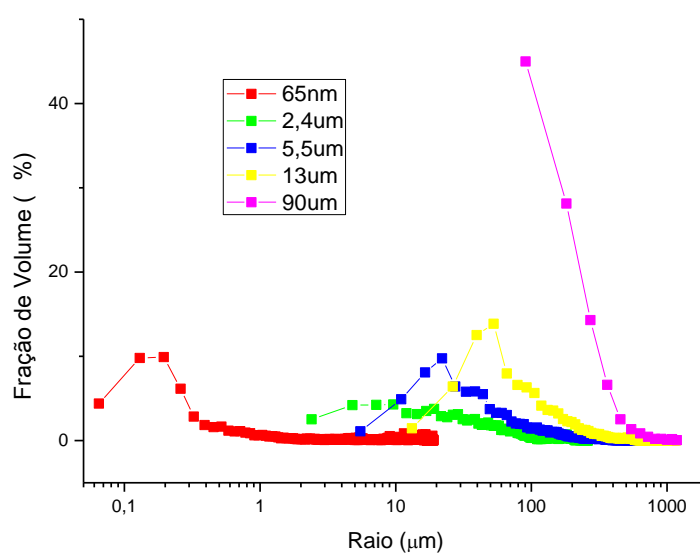


Figura 48 - Distribuições de tamanhos de poros Para a amostra Dolomita

Na Figura 49 a distribuição da medida de 13 μm é completamente sobreposta pela distribuição da medida de 5,5 μm ., ocorrendo o mesmo na Figura 50.

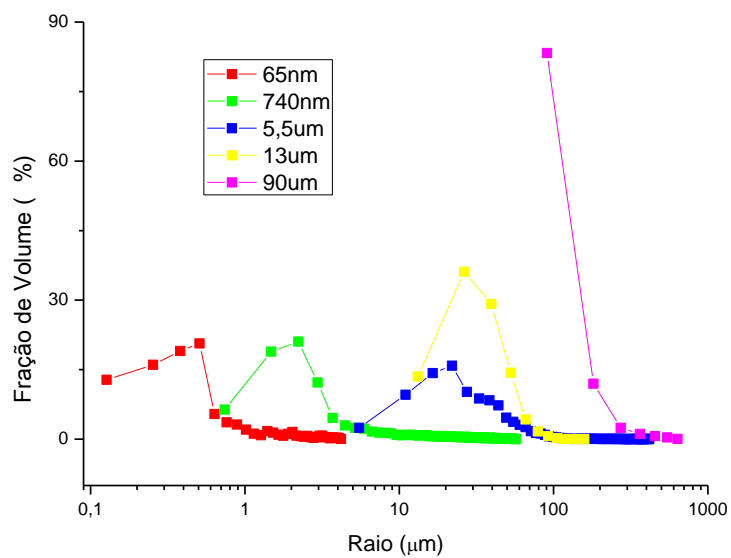


Figura 49 - Distribuições de tamanhos de poros para a amostra Indiana

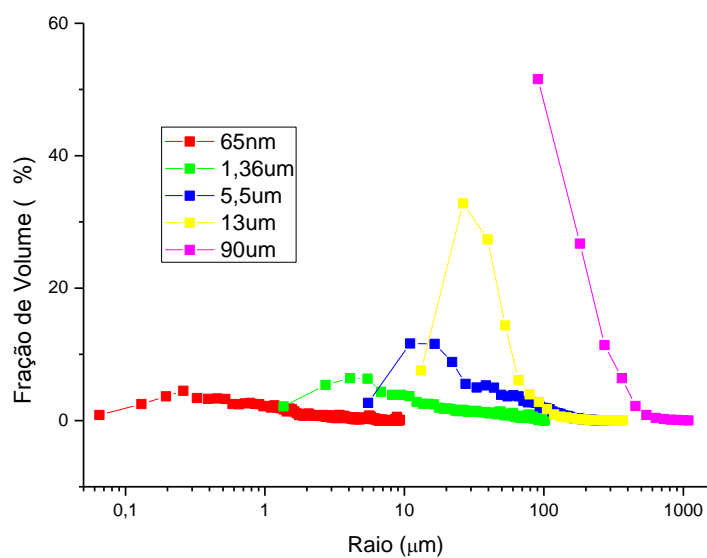


Figura 50 - Distribuições de tamanhos de poros Para a amostra Winterset

5.3. COMPOSIÇÃO MULTIESCALA

As equações da seção 4.6 foram utilizadas nos resultados mostrados na seção anterior para integrar as diferentes escalas de poros das amostras.

As próximas figuras mostram as distribuições de tamanhos de poros obtidas para as amostras Desert Pink (Figura 51), Dolomita (Figura 52), Indiana (Figura 53) e Winterset (Figura 54), após a utilização do modelo para integração de escalas.

Nesses gráficos as regiões de sobreposição de raios de poros foram mantidas, a fim de comparar as diferentes escalas. Para facilitar essa comparação, os objetos foram agrupados em intervalos regulares dentro de cada ordem de grandeza. Por exemplo, todos os objetos com raios entre 200 μm e 300 μm foram agrupados em um único ponto, dentro de suas respectivas escalas. Isso foi feito porque a medida de cada objeto acaba sendo feita com “régua” diferentes, que dependem da resolução espacial.

A distribuição da amostra Desert Pink mostra que as regiões sobrepostas apresentam a mesma tendência para as escalas de 1,7 e 5,5 μm , embora haja uma diferença considerável no percentual da fração de volume.

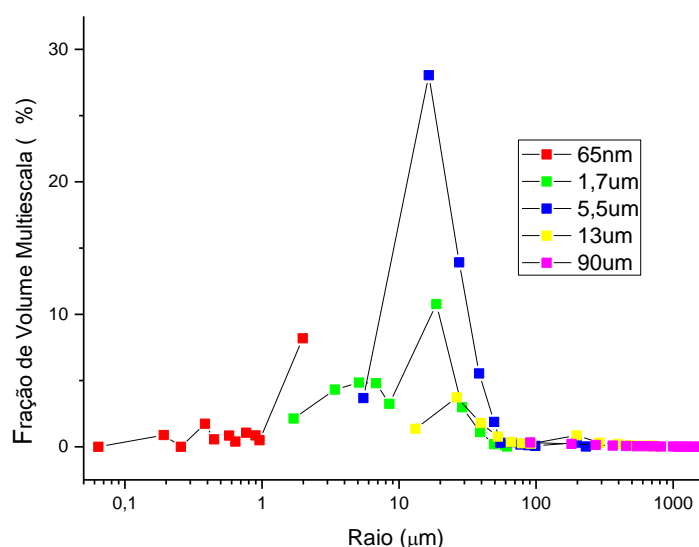


Figura 51 - Distribuição de tamanhos de poros obtida através do modelo multiescala para a amostra Desert Pink

As regiões sobrepostas da distribuição para a amostra Dolomita têm boa concordância, mostrando que o modelo tem consistência. Na faixa de 10 a 1000 μm o comportamento das curvas para as medidas de 2,4, 5,5 e 13 μm é praticamente idêntico, com exceção para a parte inicial da medida de 13 μm . A medida de 90 μm

mostrou grande diferença de comportamento na faixa de 100 a 1000 μm em relação às outras escalas.

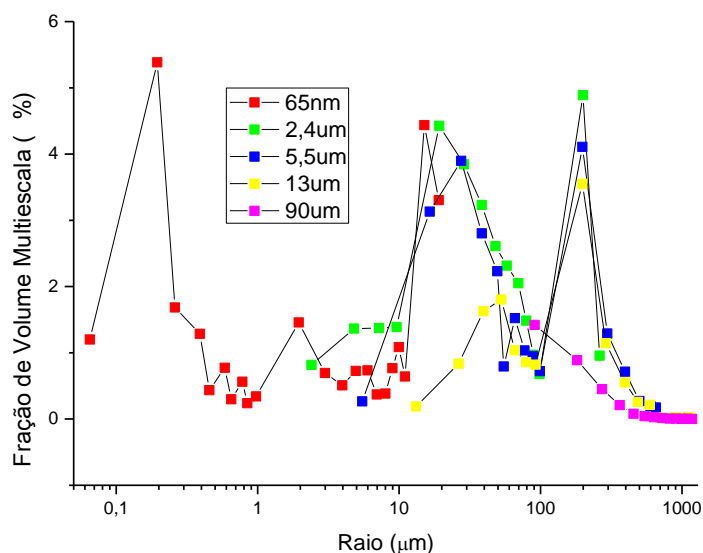


Figura 52 - Distribuição de tamanhos de poros obtida através do modelo multiescala para a amostra Dolomita

A análise da sobreposição para a amostra Indiana mostra bons resultados na faixa de 10 a 100 μm , com a ressalva de que o pico da medida de 740 nm mostrou uma fração de volume menor do que as medidas de 5,5 e 13 μm . As escalas de 740 nm, 5,5 μm e 13 μm mostram o mesmo comportamento, embora a fração de volumes para a escala de 740 nm seja menor que a apresentada pelas outras duas. Há uma grande discrepância entre o final da distribuição de 127 nm e o começo da distribuição de 740 nm. Uma vez que amostra teve que ser cortada em um tamanho muito pequeno para poder ser medida no nanotomógrafo, é possível que a região de maiores poros não seja representativa na amostra medida com 127 nm.

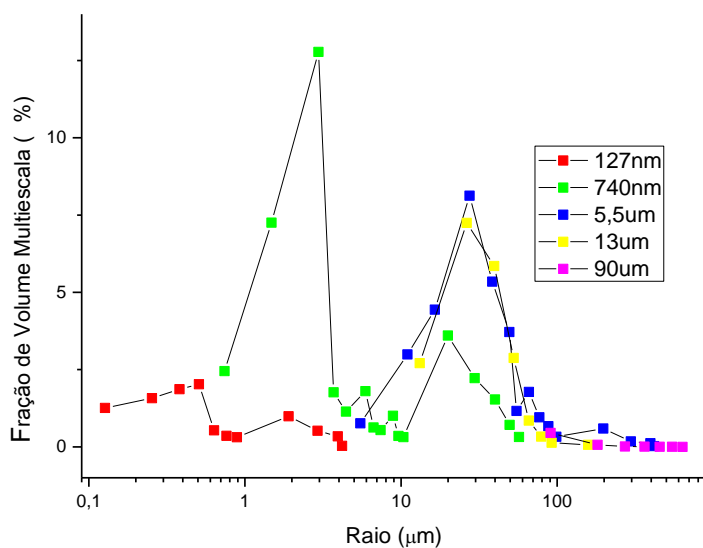


Figura 53 - Distribuição de tamanhos de poros obtida através do modelo multiescala para a amostra Indiana

A distribuição para a amostra Winterset mostra três escalas com tendências parecidas na faixa de 10 a 100 μm, mas com uma diferença razoável nas frações de volume.

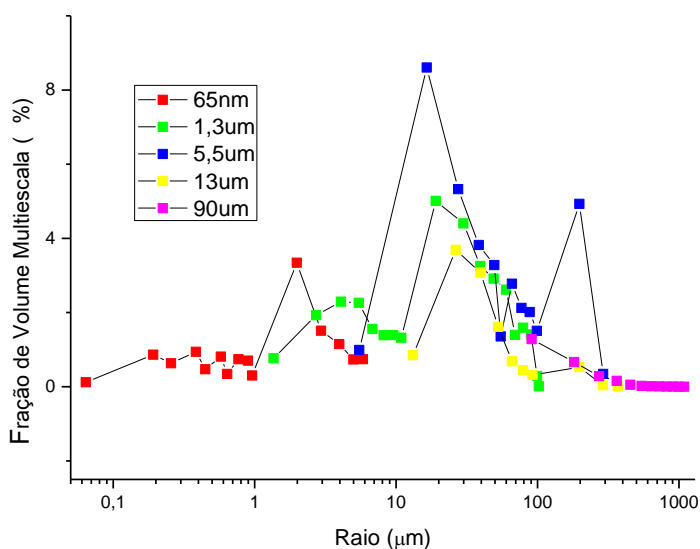


Figura 54 - Distribuição de tamanhos de poros obtida através do modelo multiescala para a amostra Winterset

As Figuras 55 a 59 mostram as distribuições de tamanhos de poros para as quatro amostras, sem sobreposição de escalas. O critério para eliminar a sobreposição foi manter os resultados da melhor resolução, já que os objetos são melhor descritos nessas escalas.

Ao se comparar as distribuições multiescala com as distribuições obtidas por intrusão de mercúrio nota-se que para a amostra Desert Pink (Figura 23 e Figura 55) a região com maior fração de poros (entre 1 e 3 μm), coincide. Entretanto, na distribuição do modelo multiescala existe outro pico de porosidade em uma região com tamanhos de poros maiores. Essa diferença pode ser explicada pelo fato de a intrusão de mercúrio medir apenas as gargantas que conectam os poros e não os tamanhos de poro em si.

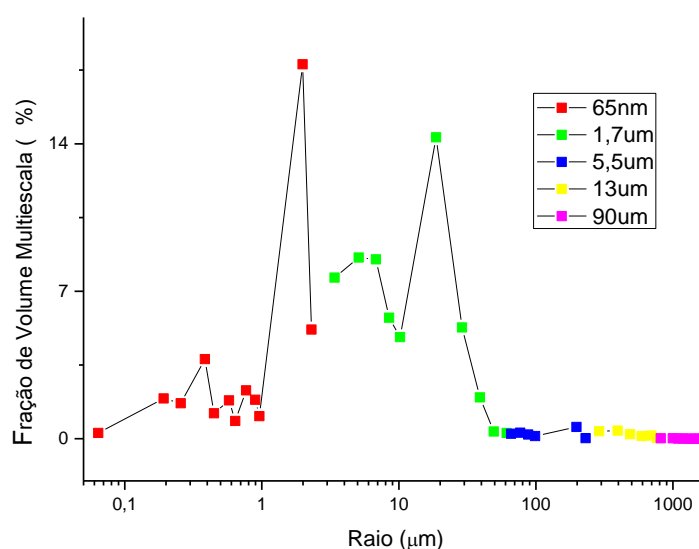


Figura 55 - Distribuição de tamanhos de poros obtida para a amostra Desert Pink, sem superposição

A comparação da distribuição multiescala da amostra dolomita (Figura 56), com a distribuição obtida pela intrusão de mercúrio (Figura 24), também coincide na região de maior porosidade, com a distribuição multiescala tendo um outro pico de poros maiores. Entretanto, a distribuição multiescala mediu uma região de alta porosidade na região dos nanoporos. Isso se deve ao fato de haver uma grande fração de poro na amostra de Dolomita que foi medida por nanotomografia, como pode ser visto na Figura 28.

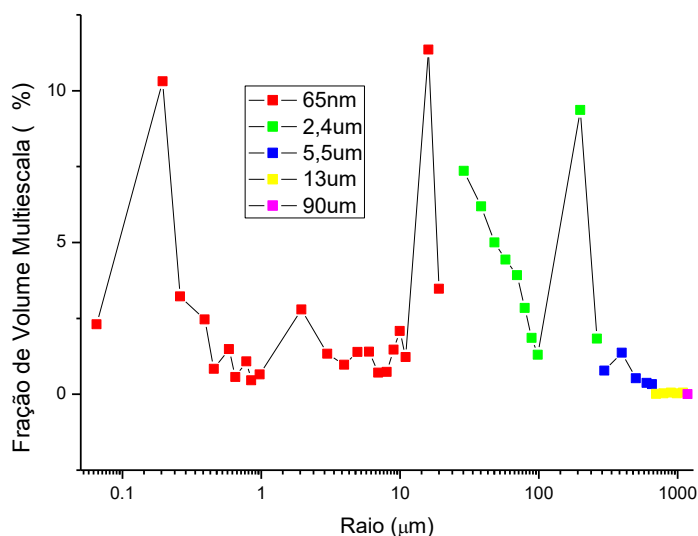


Figura 56 - Distribuição de tamanhos de poros obtida para a amostra Dolomita, sem superposição

A Figura 57 mostra a distribuição multiescala da amostra Dolomita sem a medida de 65 nm. A comparação com a distribuição obtida por injeção de mercúrio (Figura 24) mostra uma tendência mais próxima, com a curva de mercúrio deslocada para a esquerda e não mostrando os poros de maior raio.

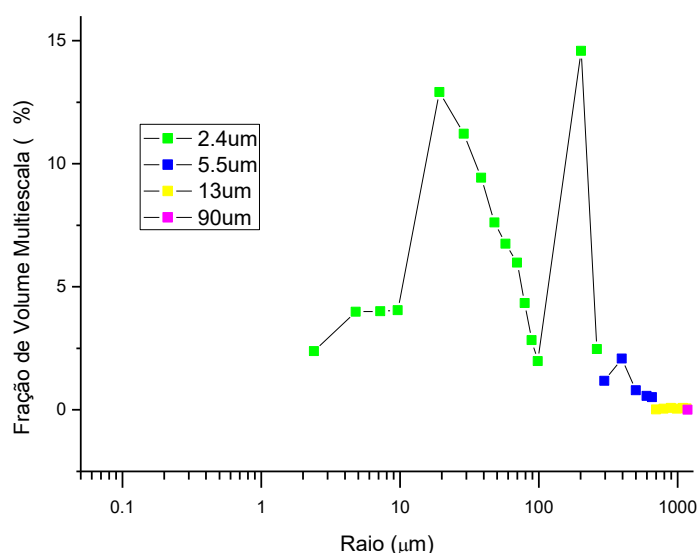


Figura 57 – Distribuição de tamanhos de poros obtida para a amostra Dolomita sem a medida de 65 nm e sem superposição

A Figura 58 mostra a distribuição de tamanhos de poros multiescala para a amostra Indiana. Para essa amostra, o critério de eliminação da sobreposição foi

diferente. Uma vez que as regiões de maiores poros das medidas de 127 e 740 nm estavam com a fração de volume bastante menor que a escala seguinte, o que pode indicar que essas regiões são menos representativas devido ao corte das amostras. Assim, optou-se por utilizar os dados das escalas de pior resolução especial. Como a curva da medida de 5.5 μm sobrepôs toda a curva de 13 μm , esta também foi descartada. A comparação com a distribuição de tamanhos de poros obtida por injeção de mercúrio (Figura 25) mostra que mais uma vez a distribuição multiescala está deslocada à direita. Entretanto, para esta amostra não se pode supor que isso seja apenas um resultado da injeção de mercúrio medir apenas a garganta que conecta o volume poroso, uma vez que existe um pico muito bem definido em uma região de nanoporos que não foi medida por tomografia. Para essa amostra, o ideal seria realizar mais medidas na escala nanométrica.

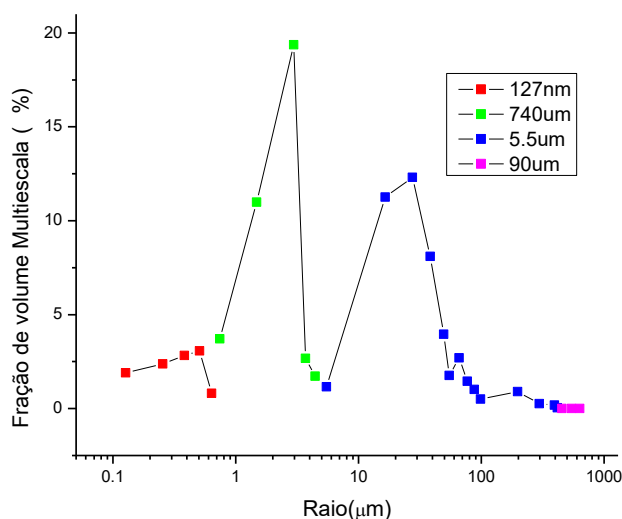


Figura 58 - Distribuição de tamanhos de poros obtida para a amostra Indiana, sem superposição

A comparação entre a distribuição multiescala (Figura 59) e a distribuição obtida por intrusão de mercúrio (Figura 26) da amostra Winterset mostra o único pico da distribuição de mercúrio na região em torno de 1 μm . Os principais picos da distribuição multiescala estão à direita dessa região.

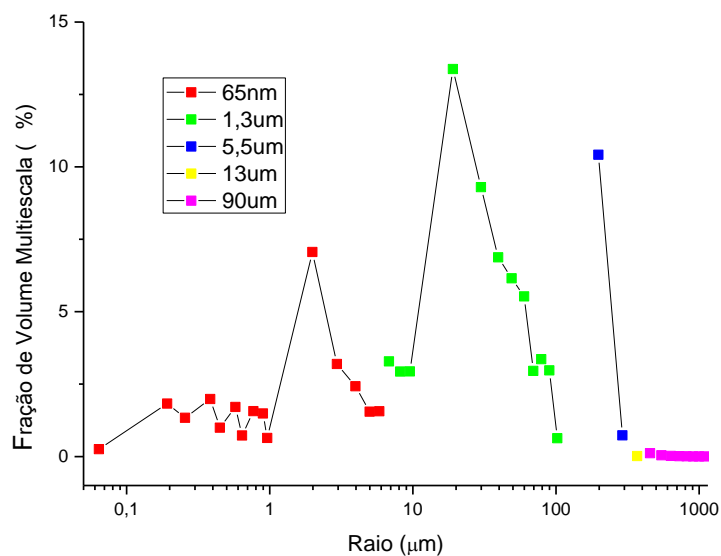


Figura 59 - Distribuição de tamanhos de poros obtida para a amostra Winterset, sem superposição

A Tabela 6 mostra a comparação dos resultados de porosidade calculados pelo modelo multiescala com os resultados obtidos por injeção de mercúrio. Nota-se que os resultados para as amostras Desert Pink e Indiana ficaram bastante abaixo dos resultados obtidos por injeção de mercúrio. A distribuição de tamanhos de poros obtida por injeção de mercúrio para a amostra Indiana (Figura 25) mostrou que existe uma grande região de nanoporos que conecta a rede porosa dessa amostra que não foi medida pela técnica de microtomografia. Medidas adicionais de alta resolução para essa amostra poderiam ajudar a melhorar os resultados de porosidade multiescala que foram subestimados. Já os resultados de Dolomita e Winterset ficaram próximos, com a porosidade calculada da Dolomita ficando acima da porosidade do mercúrio e a porosidade da Winterset ficando pouco abaixo. Note-se que quando a escala nanométrica é excluída da amostra dolomita, os resultados são estatisticamente equivalentes aos resultados da injeção de mercúrio.

Tabela 6 - Comparação da porosidade calculada pelo modelo multiescala com o valor obtido por injeção de mercúrio

Amostra	Porosidade (%)	
	Multiescala	Injeção de Mercúrio
Desert Pink	12,1	33,0 ± 1,7
Dolomita	27,0	18,9 ± 2,1
Dolomita*	17,7	18,9 ± 2,1
Indiana	7,16	14,0 ± 0,4
Winterset	26,2	31,2 ± 0,6

*resultados sem a escala nanométrica

5.4. VOLUMES REPRESENTATIVOS PARA ESCALA

O volume elementar representativo (VER) é definido como o menor volume que carrega uma determinada propriedade de uma amostra (Bear, 1972), (Drugan & Willis, 1996), (Brown, et al., 2000). Existem variadas propostas na literatura para determinar o VER (Evesque, 2000), (Ukrainczyk & Koenders, 2012). Neste trabalho não será utilizado o conceito de VER, mas um conceito em que um subvolume de tamanho arbitrário (ao invés do menor volume) do volume de dados original será estudado para se verificar se esse volume carrega as informações necessárias para análises multiescala (em particular no modelo usado neste trabalho). Esse conceito será chamado de volume representativo para escala.

Uma das propriedades mais utilizadas para a determinação do VER é a porosidade, como pode ser visto em (Fernandes, et al., 2012), (Rozenbaum & Roscoa, 2014) e (Costanza-Robinson, et al., 2011). A utilização do modelo multiescala abordado neste trabalho, baseada no estudo do número de objetos (poros) permite que não apenas a porosidade seja estudada, mas também a distribuição de tamanhos de poro.

Em alguns casos, determinar o volume elementar representativo pode demandar muito tempo. Além disso, nem sempre é necessário utilizar o menor volume possível. Por essa razão, neste trabalho os subvolumes foram apenas analisados para se verificar se eles podem ou não ser utilizados em uma abordagem multiescala. Assim, decidiu-se dividir o volume analisado da seguinte forma: A amostra foi dividida em partes, topo e base. Em seguida, as duas metades foram

dividas em outras quatro partes iguais, deixando cada subvolume com $1/8$ do volume inicial. Isso é representado na Figura 60.

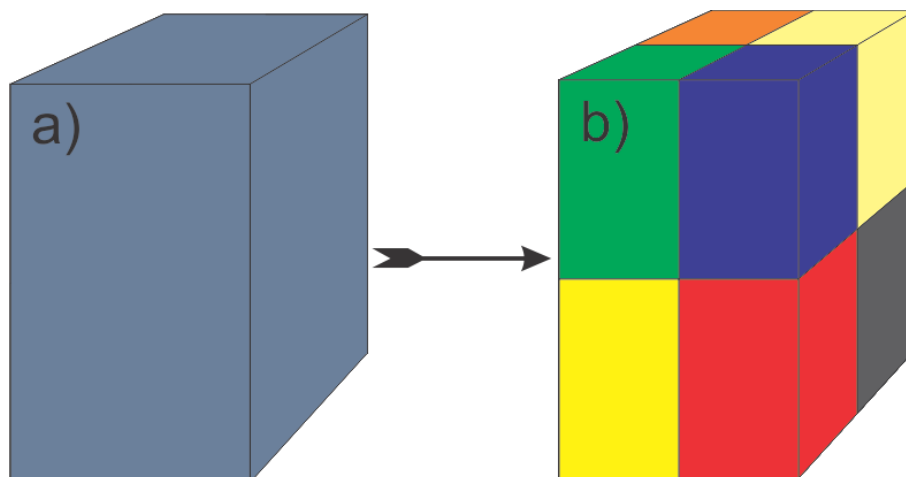


Figura 60 - Representação 3D de uma amostra (a) dividida em 8 subvolumes (b) para análise de volumes representativos para escala.

Os subvolumes foram denominados em função de fazerem parte do topo ou da base e do quadrante (superior esquerdo, superior direito, inferior esquerdo e inferior direito) em que estão quando se observa uma imagem 2D do volume original. Isso é mostrado na Figura 61.

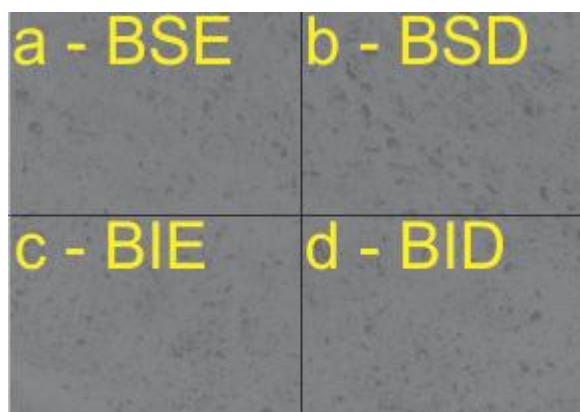


Figura 61 - Imagem 2D da base de uma amostra de dolomita microtomografada com 90 µm de resolução. Ela foi dividida em quatro quadrantes: Superior esquerdo (a), superior direito (b), inferior esquerdo (c) e inferior direito (d).

Cada um dos 8 subvolumes foi binarizado com o mesmo limiar que o volume original, para posterior determinação da porosidade e da distribuição de tamanhos de poro. Esses resultados foram utilizados na equação 34 para calcular o número de objetos em cada subvolume. Em seguida o número de objetos foi projetado para o volume da amostra original, com a equação 35 para que se pudesse determinar se o subvolume era representativo.

A seguir serão mostrados os resultados para determinação do volume representativo para escala das medidas microtomográficas da amostra Dolomita. A Figura 62 mostra os números de objetos em função dos raios de poros para a medida de 90 μm .

Observa-se que nenhum dos subvolumes tem o número de objetos próximo ao volume original. Além disso, em metade dos subvolumes a cauda da distribuição foi cortada. Isso mostra que nenhum desses subvolumes é representativo para a análise multiescala.

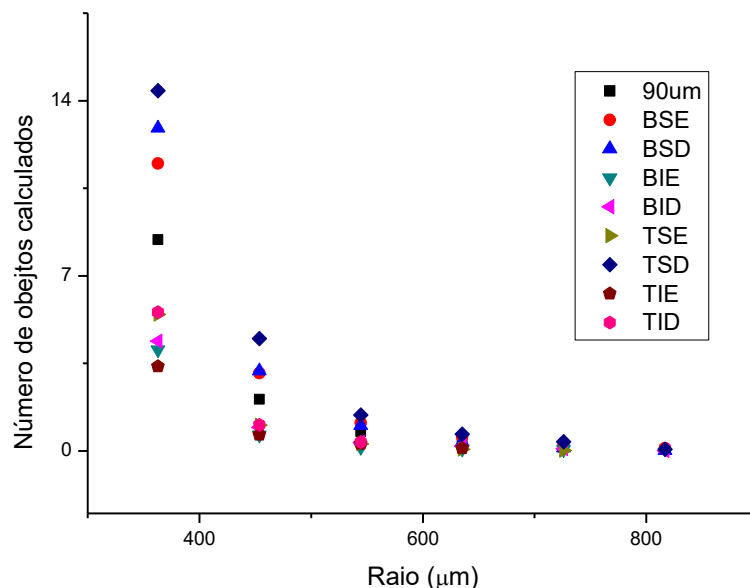


Figura 62 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes e para a amostra original, medida com 90 μm de resolução.

A Figura 63 mostra o gráfico com os resultados do cálculo do número de objetos para a amostra medida com 13 μm de resolução.

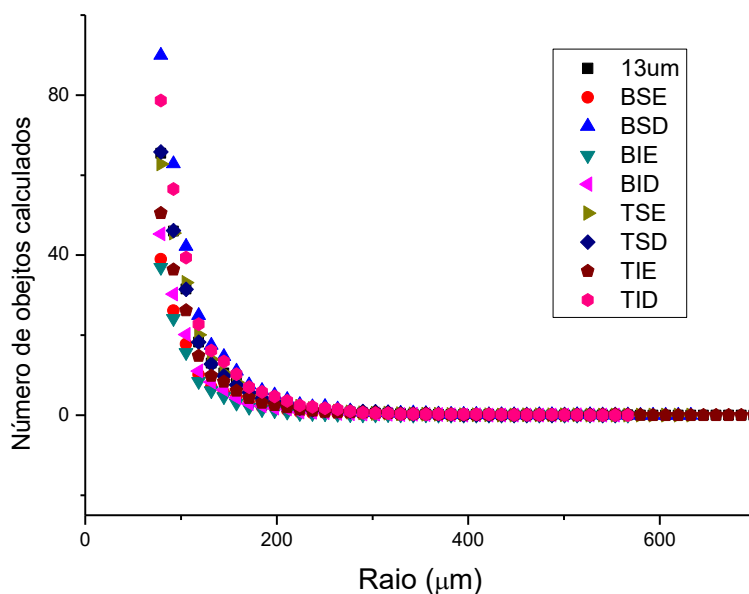


Figura 63 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes e para a amostra original, medida com 13 μm de resolução.

Embora seja difícil de perceber pela grande sobreposição de dados, os subvolumes do topo superior direito e do topo superior esquerdo mostram uma boa concordância com o volume original. Esses dois subvolumes e o volume original são mostrados na Figura 64. Nessa figura é mais fácil de notar que o subvolume do topo superior direito tem a melhor sobreposição com o volume original. Entretanto, essa distribuição não apresenta os maiores poros de raio no final da distribuição.

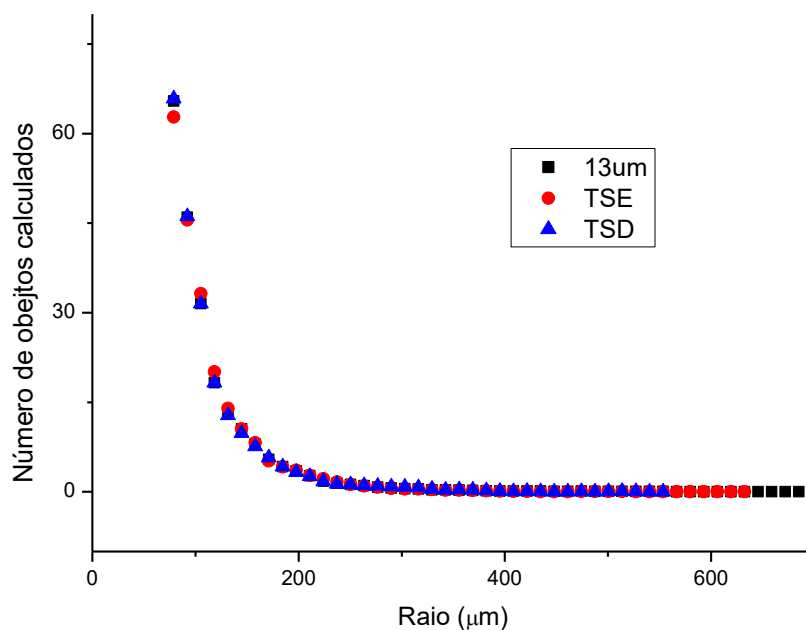


Figura 64 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes do topo superior esquerdo e direito e para a amostra original, medida com 13 μm de resolução.

O gráfico para os números de objetos calculados para o subvolume da amostra medida com 5 μm são mostrados na Figura 65. Os subvolumes que parecem mostrar melhor concordância são o da base inferior esquerda e o do topo inferior esquerdo. A distribuição para esses dois subvolumes e para a amostra original é mostrada na Figura 66, onde é possível perceber que na verdade nenhum dos dois subvolumes realmente se aproxima do volume original. Portanto nenhum dos subvolumes analisados é representativo da escala de 5 μm.

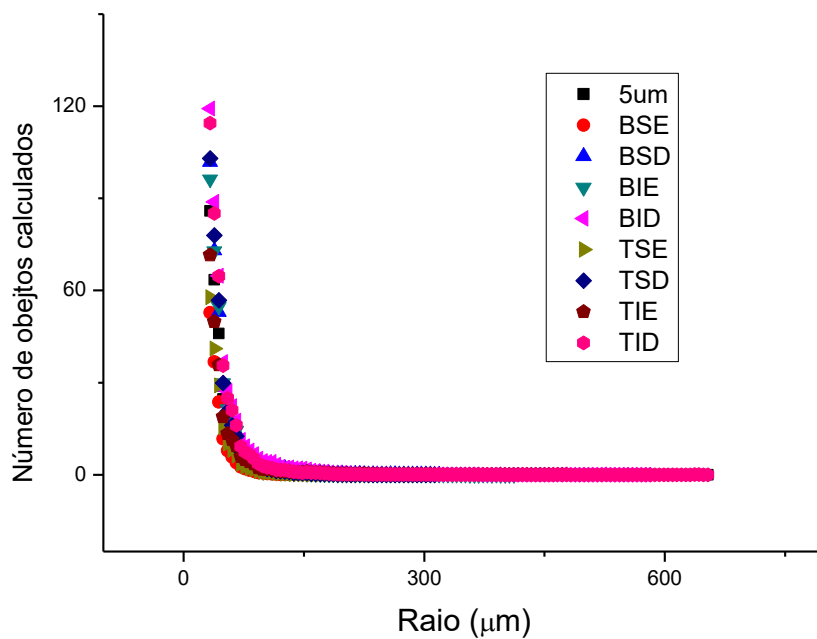


Figura 65 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes e para a amostra original, medida com 5 μm de resolução.

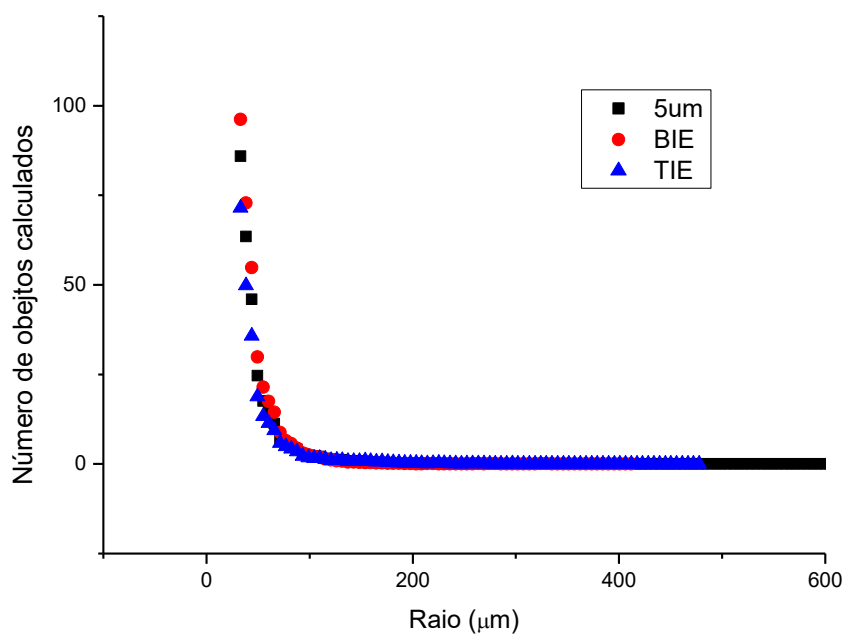


Figura 66 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes da base inferior esquerda, do topo inferior direito e para a amostra original, medida com 5 μm de resolução.

A Figura 67 mostra o número de objetos calculados para os subvolumes da amostra medida com 2 μm de resolução.

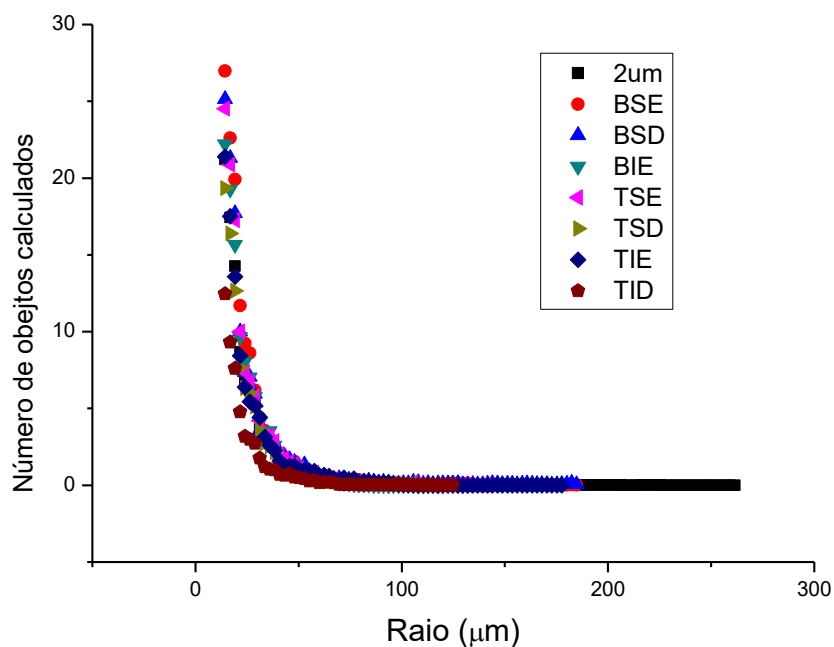


Figura 67 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes e para a amostra original, medida com 2 μm de resolução.

Os dois subvolumes que têm características mais próximas com o volume original são o topo superior direito e o topo inferior esquerdo, como mostrado na Figura 68. Nessa figura se percebe que o subvolume do topo inferior esquerdo é o que apresenta melhor concordância com o volume original, embora parte da cauda da distribuição não tenha sido medida.

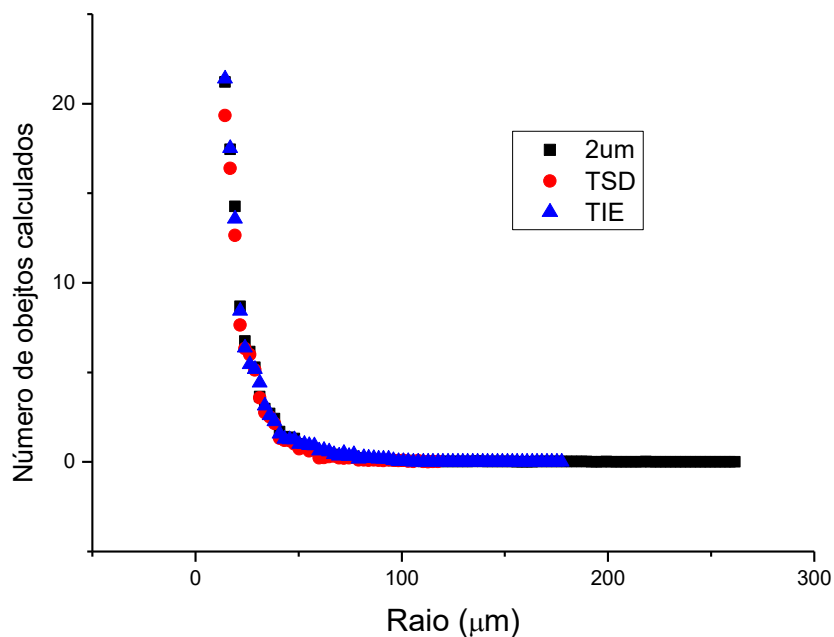


Figura 68 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes topo superior direito, topo inferior esquerdo e para a amostra original, medida com 2 μm de resolução.

A Figura 69 mostra a distribuição do número de objetos em função dos raios para a amostra medida com 65 nm de resolução. Nota-se que nenhum dos subvolumes tem características parecidas com o volume original, o que indica que esse tamanho de subvolume não é representativo para essa escala medida. Isso não é uma surpresa, uma vez que a análise qualitativa das imagens 2D já poderia indicar a heterogeneidade da porosidade nessa escala.

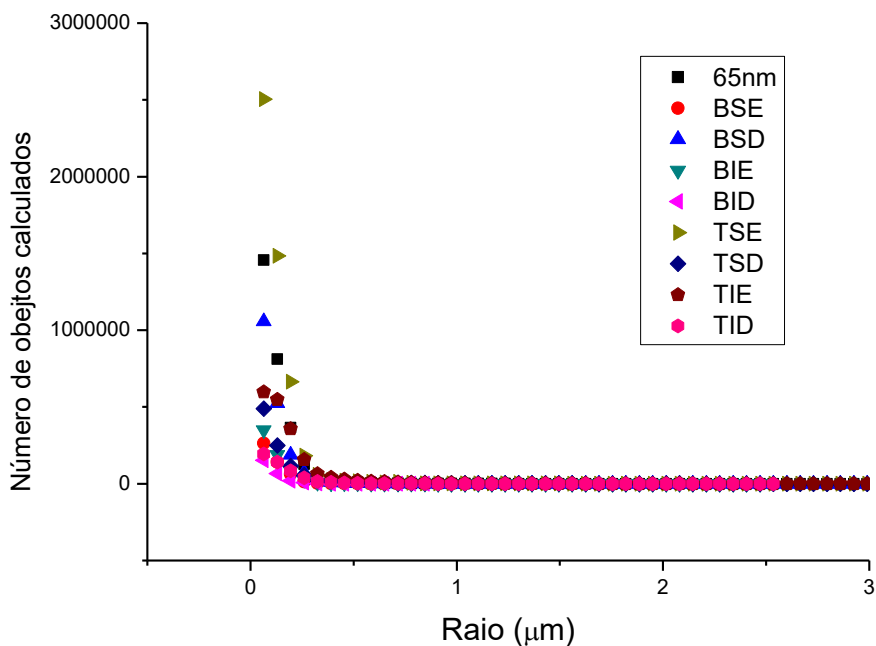


Figura 69 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes e para a amostra original, medida com 65 nm de resolução.

Tendo determinado os subvolumes que são representativos para a escala, quando estes existem, pode-se usar os dados desses subvolumes para calcular a porosidade e a distribuição de tamanhos de poro das amostras. Para isso, o número de objetos dos subvolumes deve ser projetado para o volume da amostra da maior medida.

Uma vez que apenas duas das cinco escalas estudadas apresentaram um volume representativo para escala, o modelo foi utilizado para determinar a porosidade e a distribuição de tamanhos de poro da amostra Dolomita com os volumes completos das medidas feitas com 65 nm e 90 μm e com os volumes representativos para escala das amostras medidas com 2 μm e 13 μm. A medida de 5 μm foi ignorada uma vez que ela sobrepõe as escalas de 2 μm e 13 μm (como visto na Figura 52, na seção anterior) e não utilizá-la permitiria avaliar melhor os volumes representativos.

A Figura 70 mostra a distribuição de tamanhos de poro obtida com os volumes mencionados. A distribuição tem forma similar àquela obtida com todos os volumes completos. Devido ao trecho que não foi medido na cauda da medida de 2

μm , não houve sobreposição dessa escala com a escala seguinte. Isso mostra que deve haver um cuidado maior ao se avaliar o volume representativo para escala.

O resultado de porosidade foi de 28,8%, bastante próximo do valor obtido com os volumes completos (27,0%).

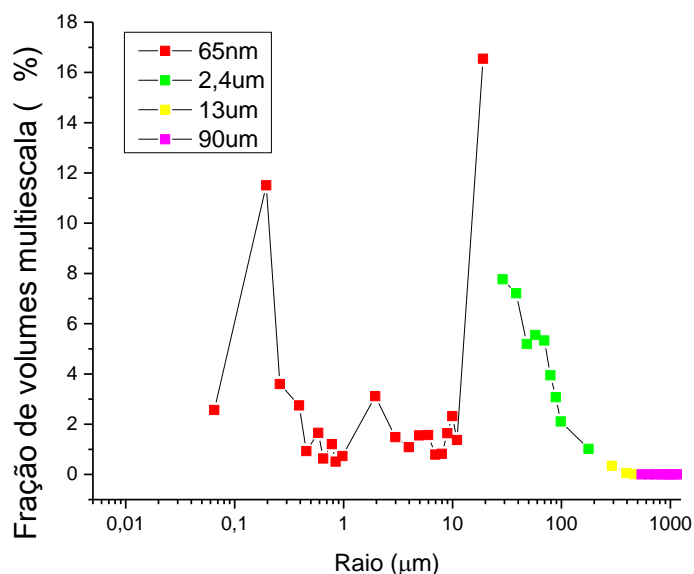


Figura 70 - Distribuição de tamanhos de poro para a amostra Dolomita obtida pelo modelo multiescala com uso de volumes representativos para as escalas.

Utilizando a mesma abordagem para a amostra Desert Pink, o único volume que tem subvolumes que podem ser representativos para a escala é o volume da amostra medida com 1,7 μm , como mostrado na Figura 71.

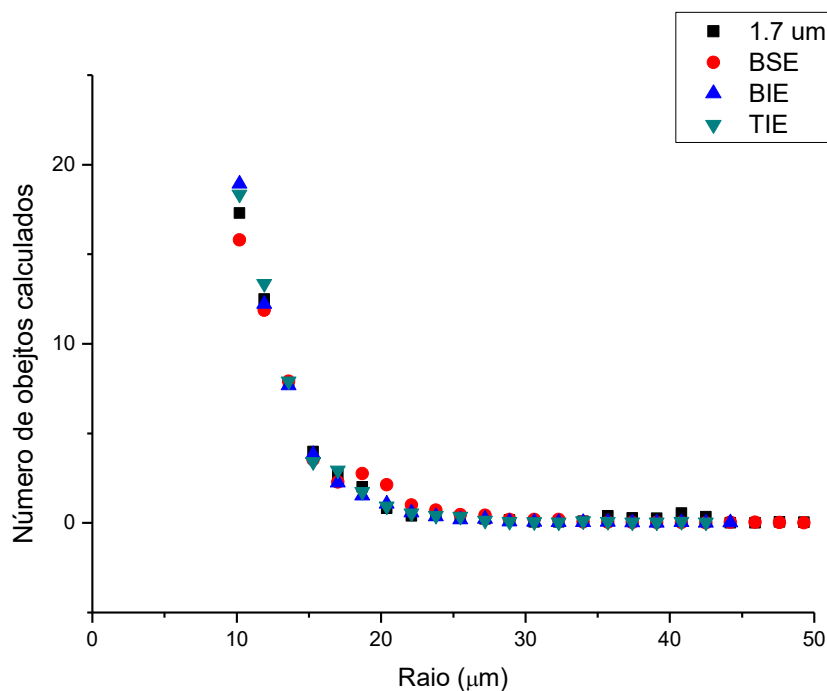


Figura 71 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes da base superior esquerda, base inferior esquerda, topo inferior esquerdo e para o volume original da amostra Desert Pink, medida com 1,7 μm de resolução.

Substituindo o volume do topo inferior esquerdo no modelo multiescala, obtém-se a distribuição de tamanhos de poro da Figura 72. Comparando essa distribuição com a distribuição da Figura 55 é possível notar que ambas têm a mesma tendência, mas o volume representativo para escala acabou superestimando a fração de volume de poros da resolução de 1,7 μm em relação ao volume original. Isso reflete no valor de porosidade obtido, que subiu de 12,1% para 15,2 %.

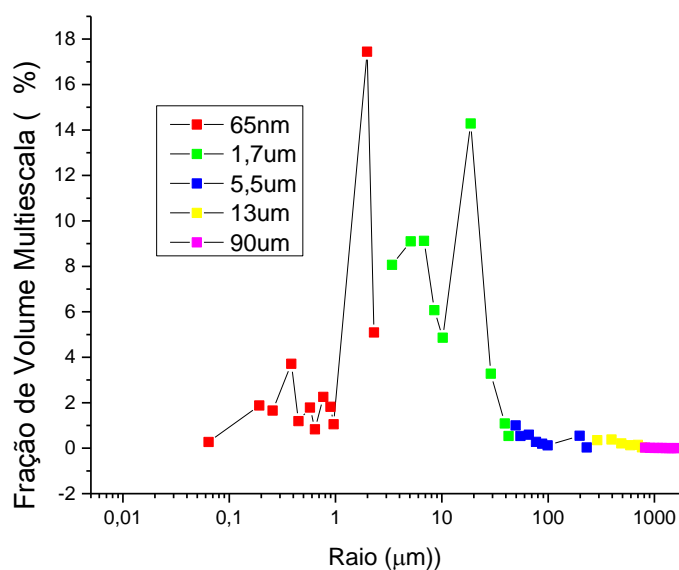


Figura 72 - Distribuição de tamanhos de poro para a amostra Desert Pink obtida pelo modelo multiescala com uso de um volume representativo para as escalas.

As Figuras 69 a 71 mostram os subvolumes com características mais próximas do volume original para as medidas com resoluções espaciais de 13 μm , 5 μm e 700 μm da amostra Indiana. Nota-se que nas distribuições as caudas de 5 μm e 700 μm foram cortadas, diminuindo a faixa de poros que cada uma dessas resoluções cobre.

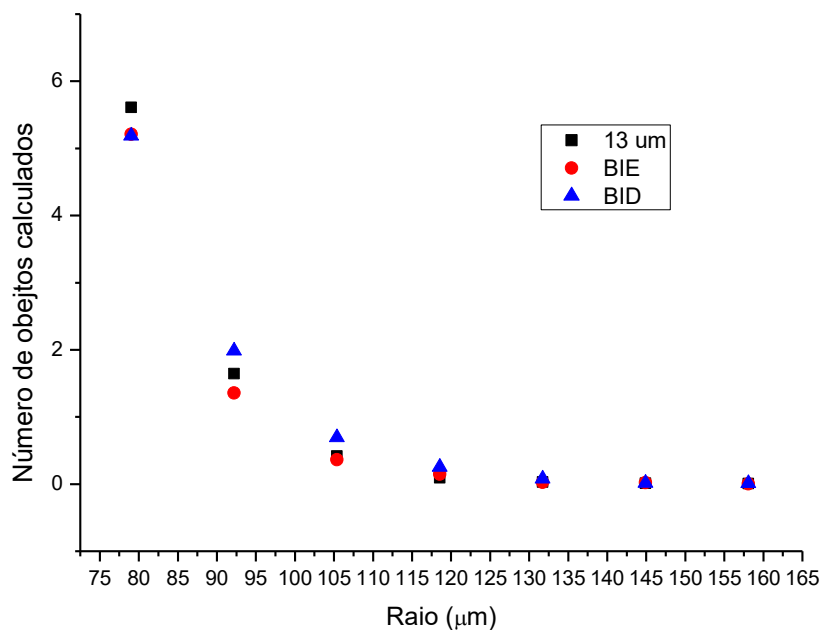


Figura 73 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes da base inferior esquerda, base inferior direita e para o volume original da amostra Indiana, medida com 13 μm de resolução.

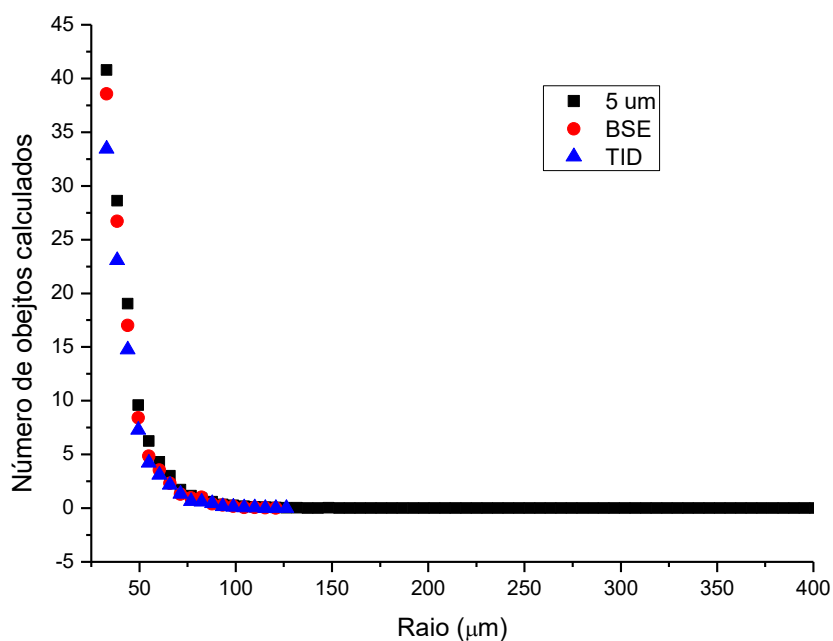


Figura 74 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para os subvolumes da base superior esquerda, topo inferior direita e para o volume original da amostra Indiana, medida com 5 μm de resolução.

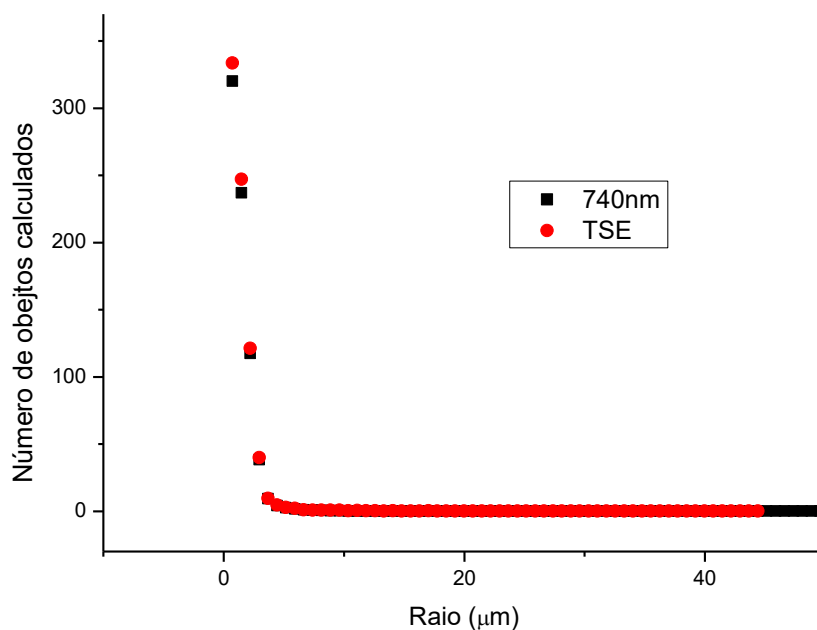


Figura 75 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para o subvolume do topo superior esquerdo e para o volume original da amostra Indiana, medida com 740 nm de resolução.

A Figura 76 mostra a distribuição de tamanhos de poros multiescala quando os volumes representativos de escala são usados para as amostras medidas com 740 nm e 5 μm . Assim como ocorreu para a amostra Desert Pink, a forma da distribuição é a mesma, mas o pico principal da distribuição foi superestimado. Como consequência, a porosidade total subiu de 7,16% para 9,37 %.

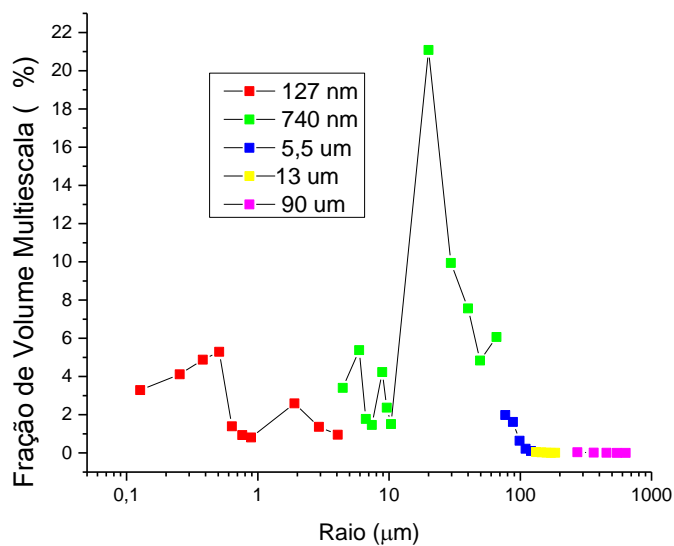


Figura 76 - Distribuição de tamanhos de poro para a amostra Indiana obtida pelo modelo multiescala com uso de volumes representativos para as escalas de 740 nm e 5 µm.

Os resultados da análise de volumes representativos de escalas das amostras Winterset são mostrados a seguir. Não há indícios de volumes representativos para as amostras medidas com 90 µm e 65 nm. As Figuras 70 a 72 mostram os resultados para as amostras medidas com 13 µm, 5 µm e 1,36 µm.

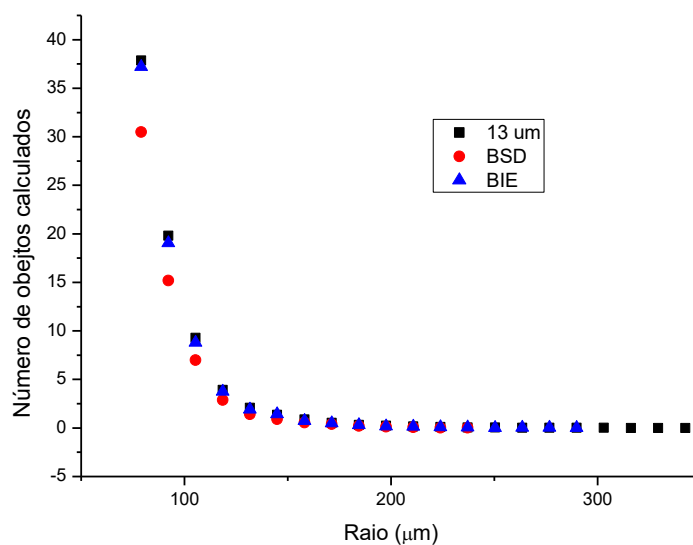


Figura 77 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para o subvoluma da base superior direita, para a base inferior esquerda e para o volume original da amostra Winterset, medida com 13 µm de resolução.

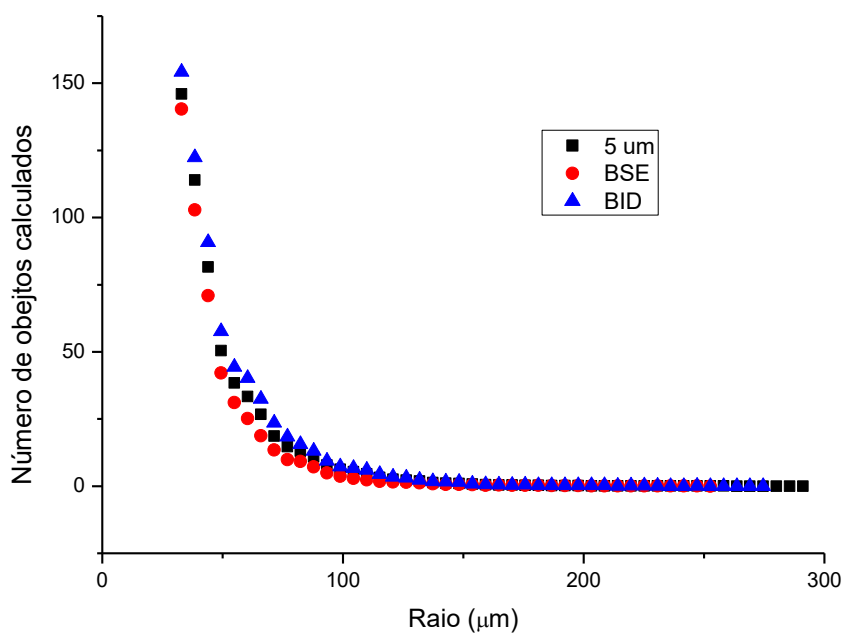


Figura 78 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para o subvoluma da base superior esquerda, para a base inferior direita e para o volume original da amostra Winterset, medida com 5 μm de resolução.

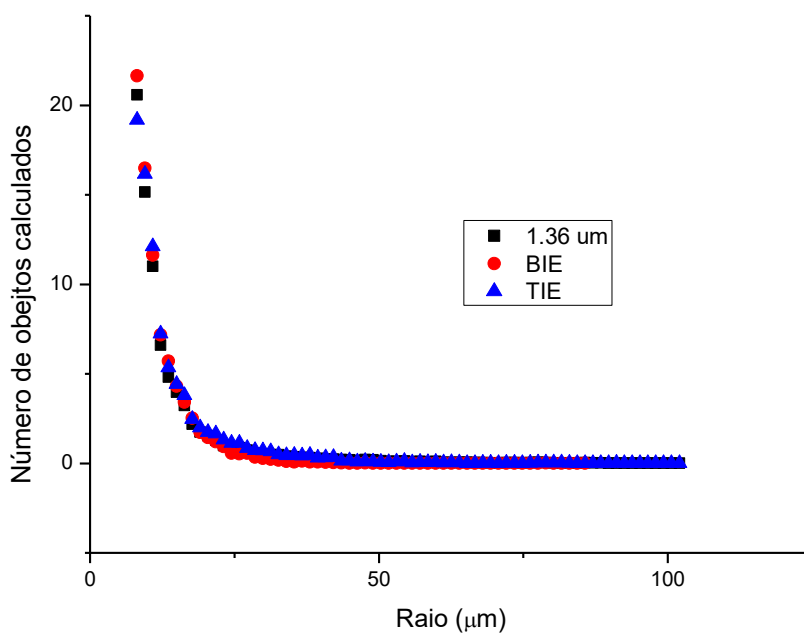


Figura 79 - Número de objetos calculados em função dos raios de poro para o subvoluma da base inferior esquerda, para o topo inferior direito e para o volume original da amostra Winterset, medida com 1,36 μm de resolução.

A Figura 80 mostra a distribuição de tamanhos de poro obtida com volumes representativos de escala para a amostra Winterset. Essa distribuição tem as mesmas características que a distribuição da Figura 59, construída com os volumes originais das medidas. Entretanto, a porosidade estimada aumentou de 26,2% para 30,4%.

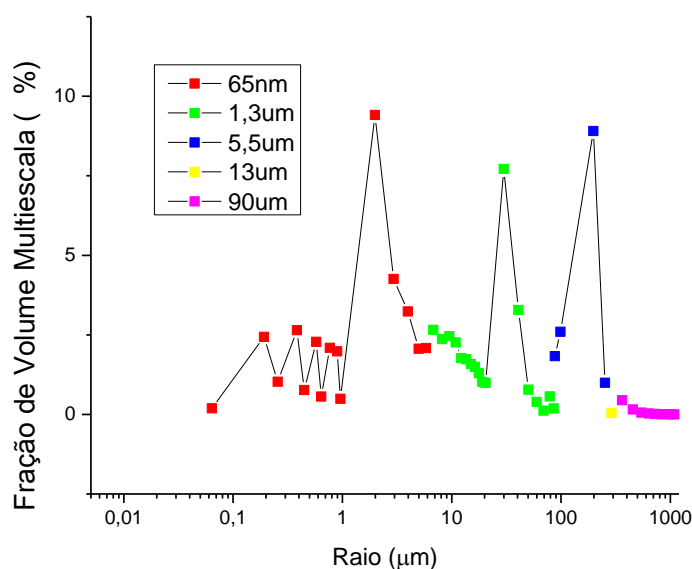


Figura 80 - Distribuição de tamanhos de poro para a amostra Winterset obtida pelo modelo multiescala com uso de volumes representativos para as escalas de 1,36 μm, 5 μm e 13 μm.

A Tabela 7 resume os valores de porosidade obtidos pela abordagem de volume representativo e os compara com os valores obtidos pelo modelo multiescala com os volumes completos. Os resultados obtidos pelo volume representativo tiveram uma tendência a serem maiores que os obtidos pelo modelo multiescala. Isso é um indício que critérios estatísticos mais rigorosos devem ser adotados para determinar se um subvolume é representativo ou não.

Tabela 7 – Comparação dos valores de porosidade obtidos com o modelo multiescala e com os volumes representativos.

Amostra	Porosidade (%)	
	Multiescala	Volume representativo
Desert Pink	12,1	15,2
Dolomita	27,0	28,8
Indiana	7,16	9,37
Winterset	26,2	30,4

6. CONCLUSÕES

Neste trabalho as redes porosas de quatro amostras de carbonato foram estudadas.

Medidas de porosimetria por injeção de mercúrio permitiram determinar os principais tamanhos de garganta que conectam os poros nessas amostras.

Foram realizadas medidas de tomografia de raios X com 5 escalas de resolução espacial diferentes em 4 tipos de amostras de carbonato diferentes. Não foi encontrado na literatura nenhum trabalho em que tantas amostras de carbonatos diferentes foram estudadas em tantas escalas diferentes. Isso permitiu avaliar algumas características dos poros e a porosidade em cada uma das escalas individualmente.

Foi proposto um modelo para combinar os resultados obtidos nas diferentes escalas. Esse modelo utiliza o número de objetos (poros) em cada escala. O número de objetos, calculado a partir da porosidade e da fração de volume poroso, é projetado de uma escala menor para uma escala maior a partir da razão de volumes das amostras analisadas.

A aplicação do modelo para as diferentes amostras mostrou bons resultados para as distribuições de tamanhos de poros. A boa concordância em algumas regiões de sobreposição de escalas observadas nas amostras Dolomita, Indiana e Winterset mostra que o modelo tem consistência. Existem algumas possibilidades para a falta de concordância em outras regiões de sobreposições, principalmente da amostra Desert Pink. Uma vez que as medidas de tomografia necessitam que sejam utilizadas amostras cada vez menores para se obter melhores valores de resolução

espacial, as regiões de maiores poros na amostras menores podem não ser representativas. Dificuldades em binarizar algumas imagens também podem causar discrepâncias que influenciam os resultados.

Os resultados de porosidade obtidos com o modelo multiescala podem ser considerados satisfatórios para as amostras Dolomita e Winterset. No caso da amostra de Dolomita, ainda é provável que a porosidade da medida de 65 nm seja sobre-estimada, uma vez que é possível observar no volume 3D que uma fração de poro toma uma fração considerável do volume. A boa concordância do resultado obtido sem a medida de nanotomografia com a medida por intrusão de mercúrio reforça essa suspeita. Os resultados das medidas de porosidade das amostras Desert Pink e Indiana ficaram bastante abaixo dos valores obtidos por injeção de mercúrio. Isso é consequência das medidas em cada escala também terem apresentado valores baixos de porosidade. No caso da amostra Indiana, isso é causado pelo fato de a amostra ter uma quantidade muito grande de poros pequenos, o que dificulta a binarização. Além disso, é possível ver pela distribuição de tamanhos de poros obtida por injeção de mercúrio que a amostra tem uma região de nanoporos que não foi medida por nanotomografia, o que pode ter influenciado nos baixos valores de porosidade. De forma geral, os resultados obtidos para as distribuições de tamanhos de poros multiescala foram melhores que os de porosidade total.

Uma nova abordagem de volume representativo, que foi chamada de volume representativo para escala, foi aplicada em todas as escalas de medida de todas as amostras. Essa abordagem consiste em avaliar subvolumes arbitrários para determinar se eles podem representar o volume original. Essa avaliação é feita com base no número de objetos (poros) calculados a partir da porosidade e da fração de volume poroso que cada objeto representa. Os subvolumes que foram classificados como representativos foram utilizados no modelo multiescala para determinar a distribuição de tamanhos de poro e a porosidade de cada tipo de amostra. As distribuições obtidas mantiveram a mesma tendência que as distribuições obtidas com os volumes originais. Os valores de porosidade calculados com os subvolumes ficaram todos acima (embora próximos) dos valores calculados com os volumes originais. Isso é um indício que talvez seja necessário estabelecer um critério mais rígido para determinar se o subvolume é representativo ou não. Uma dificuldade encontrada a aplicação desse método foi o fato de as distribuições dos subvolumes

terem, em sua maioria, uma cauda menor que o volume original. As diferenças entre os resultados de porosidade total mostram que critérios estatísticos rigorosos devem ser adotados para determinar se o volume é representativo ou não.

A abordagem de volume representativo pode ser usada ainda para escolher regiões de onde se devem extrair subamostras para uma análise multiescala. Assim, além dos resultados em si, esta tese pode ajudar na criação de um protocolo para realização de medidas e análises multiescala.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Ahmed, T., 2010. *Reservoir Engineering Handbook*. s.l.:Gulf Professional Publishing.
- Appoloni, C. R., Fernandes, C. P. & Rodrigues, C. R. O., 2007. X-ray microtomography study of a sandstone reservoir rock. *Nuclear Instruments and Methods*, 21 Setembro, p. 629–632.
- Arns, C. H. et al., 2005. Pore-Scale Characterization of Carbonates Using X-Ray Microtomography. *SPE Journal*, Dezembro, pp. 475 - 484.
- Bakke, S., Roth, S., Held, R. J. & Rueslåtten, H. G., 2007. Pore Scale Modelling of Carbonate Reservoir Rocks. *Society of Core Analysts*.
- Bear, J., 1972. *Dynamics of Fluids in Porous Media*. New York: Elsevier.
- Brown, G. O., Hsieh, H. T. & Lucero, D. A., 2000. Evaluation of laboratory dolomite core sample size using representative elementary volume. *Water Resources Research*, pp. 1199-1207.
- Burcham, W. E., 1974. *Física Nuclear*. Barcelona: Reverté.
- Choquette, P. W. & Pray, L. C., 1970. Geologic nomenclature and classification of porosity in sedimentary carbonates. *AMERICAN ASSOCIATION OF PETROLEUM GEOLOGISTS BULLETIN*, 54(2).
- Costanza-Robinson, M. S., Estabrook, B. D. & Fouhey, D. F., 2011. Representative elementary volume estimation for porosity, moisture saturation, and air-water interfacial areas in unsaturated porous media: Data quality implications. *WATER RESOURCES RESEARCH*.
- Coster, M. & Chermant, J. L., 1989. *Precis D'analyse D'images*. Paris: Editions du Centre national de la recherche scientifique.
- da Silva, A. C. et al., 2009. Variations in stratigraphic and reservoir properties adjacent to the Mid-Paleocene sequence boundary, Campo section, Pyrenees, Spain. *Sedimentary Geology*, 15 Julho, p. 237–251.
- Davisson, C. M., 1979. Interaction of gama-radiation with matter. In: K. Siegbahn, ed. *Alpha-, Beta-, and Gamma Ray Spectroscopy*. New York: American Elsevier.
- Drugan, W. J. & Willis, J. R., 1996. A micromechanics-based nonlocal constitutive equation and estimates of representative volume element size for elastic composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, p. 497{524.

Evesque, P., 2000. Fluctuations, Correlation and Representative Elementary Volume (REV) in Granular Materials. *Poudres & Grains*, pp. 6-17.

Feldkamp, L. A., Davis, L. C. & Kress, J. W., 1984. Practical cone-beam algorithm. *Journal of the Optical Society of America A*, pp. 612-619.

Fernandes, C. P., Magnani, F. S., Philippi, P. C. & Daian, J. F., 1996. Multiscale geometrical reconstruction of porous structures. *PHYSICAL REVIEW E*, Volume 54.

Fernandes, J. S., Appoloni, C. R. & Fernandes, C. P., 2012. Determination of the Representative Elementary Volume for the Study of Sandstones and Siltstones by X-Ray Microtomography. *Materials research*, pp. 662 -670.

Gitman, I. M., Askes, H. & Sluys, L. J., 2007. Representative volume: Existence and size determination. *Engineering Fracture Mechanics*, novembro, p. 2518–2534.

Gonzales-Barron, U. & Butler, F., 2006. A comparison of seven thresholding techniques with the k-means clustering algorithm for measurement of bread-crumbs features by digital image analysis. *Journal of Food Engineering*, Volume 74, p. 268–278.

Jiang, Z. et al., 2011. Stochastic Pore Network Generation from 3D Rock Images. *Transport in Porous Media*, 24 Junho, pp. 571-593.

KAK, A. C. & SLANEY, M., 1999. *Principles of Computerized Tomographic Imaging*. [Online]
Available at: <http://www.slaney.org/pct/pct-toc.html>
[Acesso em 26 Agosto 2014].

Kaplan, I., 1972.. *Nuclear Physics*. 2 ed. Reading: Addison-Wesley.

Lucia, F. J., 2007. *Carbonate Reservoir Characterization*. Berlim: Springer-Verlag.. 2 ed. New York: Springer-Verlag.

Luquot, L. & Gouze, P., 2009. Experimental determination of porosity and permeability changes induced by injection of CO₂ into carbonate rocks. *Chemical Geology*, 15 Julho, p. 148–159.

Maliva, R. G., Missimer, T. M., Clayton, E. A. & Dickson, J. A., 2009. Diagenesis and porosity preservation in Eocene microporous limestones, South Florida, USA. *Sedimentary Geology*, 15 maio, p. 85–94.

Mantovani, I. F., 2013. *MICROTOMOGRAFIA E NANOTOMOGRAFIA DE RAIOS X APLICADA À CARACTERIZAÇÃO MULTIESCALAR DE SISTEMAS POROSOS CARBONÁTICOS*. Santa Catarina: Universidade Federal de Santa Catarina.

- Moore, C. H. & Wade, W. J., 2001. *Carbonate Reservoirs: Porosity and diagenesis in a sequence stratigraphic framework*. s.l.:Elsevier.
- Moreira, A. C., 2006. *Caracterização da microestrutura de materiais porosos por microtomografia de raios-X e transmissão de raios gama*. Londrina: Universidade Estadual de Londrina.
- Moreira, A. C. et al., 2012. Effects of manual threshold setting on image analysis results of a sandstone sample structural characterization by X-ray microtomography. *APPLIED RADIATION AND ISOTOPES*, 70(6), pp. 937-941.
- Pomerantz, A. E. & Song, Y.-Q., 2008. Quantifying spatial heterogeneity from images. *New Journal of Physics*.
- Remeysen, K. & Swennen, R., 2008. Application of microfocus computed tomography in carbonate reservoir characterization: Possibilities and limitations. *Marine and Petroleum Geology*, Junho, p. 486–499.
- Roehl, P. O. & Choquette, P. W., 1985. *Carbonate Petroleum Reservoirs*. New York: Springer-Verlag.
- Rozenbaum, O. & Rosco, S. R. d., 2014. Representative elementary volume assessment of three-dimensional x-ray microtomography images of heterogeneous materials: Application to limestones. *PHYSICAL REVIEW E*.
- Sok, R. M. et al., 2009. Pore scale characterization of carbonates at multiple scales: integration of micro-CT, BSEM and FIBSEM. *International Symposium of the Society of Core Analysts* .
- Sun, S. Q., 1995. Dolomite Reservoirs: Porosity Evolution and Reservoir Characteristics. *AAPG Bulletin*, Fevereiro, pp. 186-204.
- Tsakiroglou, C. D., Ioannidis, M. A., Amirtharaj, E. & Vizika, O., 2009. A new approach for the characterization of the pore structure of dual porosity rocks. *A new approach for the characterization of the pore structure of dual porosity rocks*, Março, p. 847–859.
- Ukrainczyk, N. & Koenders, E. A. B., 2012. Representative elementary volumes for 3D modeling of mass transport in cementitious materials. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* .
- Van Geet, M., Swennen, R. & Wevers, M., 2000. Quantitative analysis of reservoir rocks by microfocus X-ray computerised tomography. *Sedimentary Geology*, Abril, p. 25–36.

Webb, P. A., 2001. *An Introduction To The Physical Characterization of Materials by Mercury Intrusion Porosimetry with Emphasis On Reduction And Presentation of Experimental Data.* [Online]

Available at: http://www.micromeritics.com/pdf/app_articles/mercury_paper.pdf
[Acesso em 14 01 2015].

WU, K. et al., 2006. 3D Stochastic Modelling of Heterogeneous Porous Media – Applications to Reservoir Rocks. *Transport in Porous Media*, p. 443–467.

Zhang, D., Zhang, R., Chen, S. & Soll, W. E., 2000. Pore scale study of flow in porous media: Scale dependency, REV, and statistical REV. *Geophysical Research Letters*, 15 Abril, p. 1195–1198.

ANEXOS – PROCESSOS RELEVANTES PARA A INTERAÇÃO DA RADIAÇÃO COM A MATÉRIA.

Espalhamento Rayleigh

O espalhamento Rayleigh ocorre quando um fóton interage elasticamente com um elétron ligado, mudando sua trajetória e seu momento linear sem mudar sua energia, como mostrado na Figura A1. Este tipo de colisão também é chamada de colisão coerente.

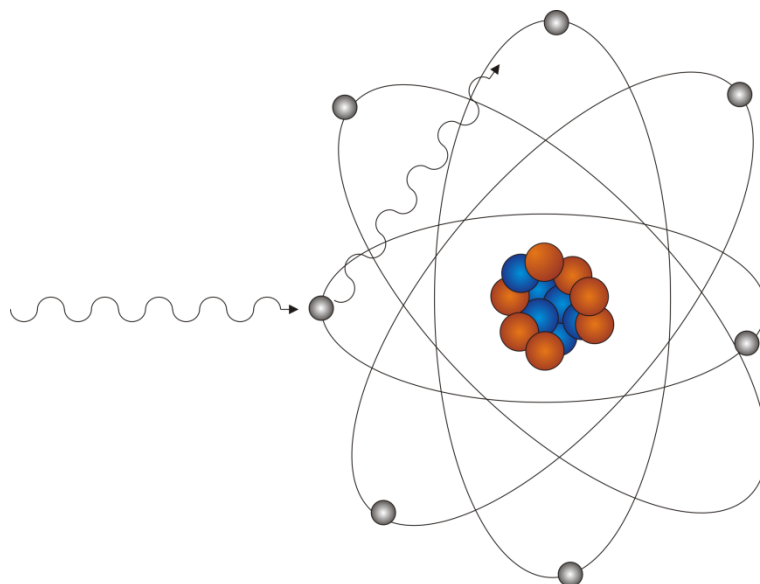


Figura A1 – Fóton sofrendo espalhamento Rayleigh

A seção de choque do espalhamento Rayleigh em função do número atômico é dada por (Burcham, 1974):

$$d\sigma_R = r_0^2 |f_\theta|^2 \cdot \left(\frac{1 + \cos^2 \theta}{2} \right) d\Omega, \quad (I)$$

onde $r_0 = e^2/mc^2$ é o raio clássico do elétron, f_θ é o fator de espalhamento atômico e $d\Omega$ é o ângulo sólido em relação ao ângulo do elétron.

Espalhamento Thomson

O espalhamento Thomson, em que o fóton é espalhado pela carga nuclear, também é um espalhamento elástico, ou coerente, uma vez que após a colisão há uma mudança no momento linear do fóton, mas não em sua energia. Na Figura A2 pode ser vista uma representação do efeito Thomson.

Esse efeito foi proposto por J.J. Thomson, que o explicou através do eletromagnetismo clássico. Ele considerou que a radiação eletromagnética interagia com os elétrons do átomo que compõe o material, fazendo-os oscilar. Essa oscilação emitiria uma onda eletromagnética com as mesmas características da inicial. Através dessas considerações Thomson deduziu a seguinte expressão para a seção de choque diferencial de ondas eletromagnéticas espalhadas pelos elétrons (Burcham, 1974):

$$d\sigma_T = r_0^2 \cdot \left(\frac{1 + \cos^2\theta}{2} \right) d\Omega, \quad (\text{II})$$

onde θ é o ângulo de espalhamento e $d\Omega$ é o ângulo sólido.

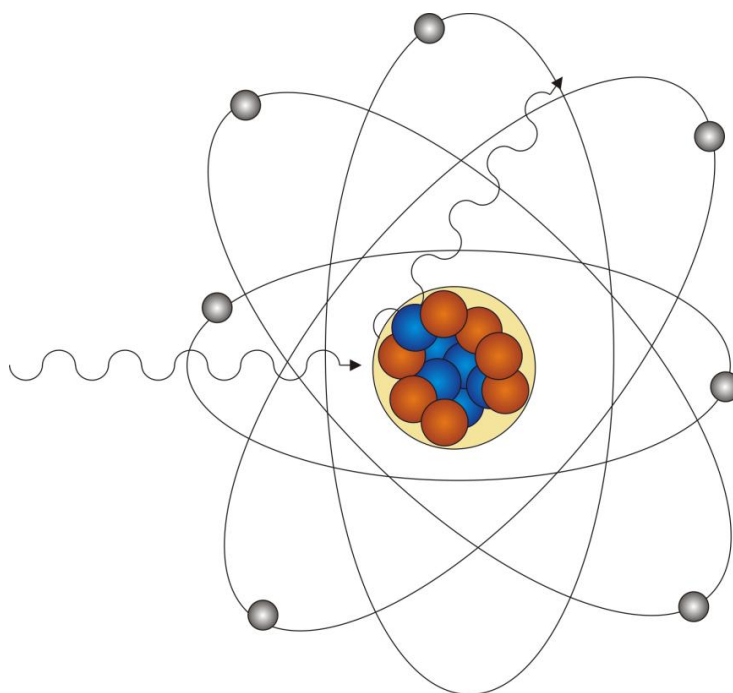


Figura A2 – Fóton sofrendo espalhamento Thomson

Considerando $d\Omega = 2\pi \sin\theta d\theta$ e θ variando de $\theta = 0$ a $\theta = \pi$, obtêm-se a equação:

$$\sigma_T = \frac{8\pi}{3} r_0^2, \quad (\text{III})$$

Entretanto, verificou-se mais tarde que o efeito Thomson ocorre devido à interação com a carga nuclear Ze , onde Z é o número atômico. Em razão disso, a massa que deve ser utilizada na expressão para r_0 não é a massa m dos elétrons, mas sim a massa nuclear.

Efeito fotoelétrico

O efeito fotoelétrico é um fenômeno em que o fóton é absorvido pelo átomo com o qual interage, causando a ejeção de um elétron, como pode ser visto na Figura A3.

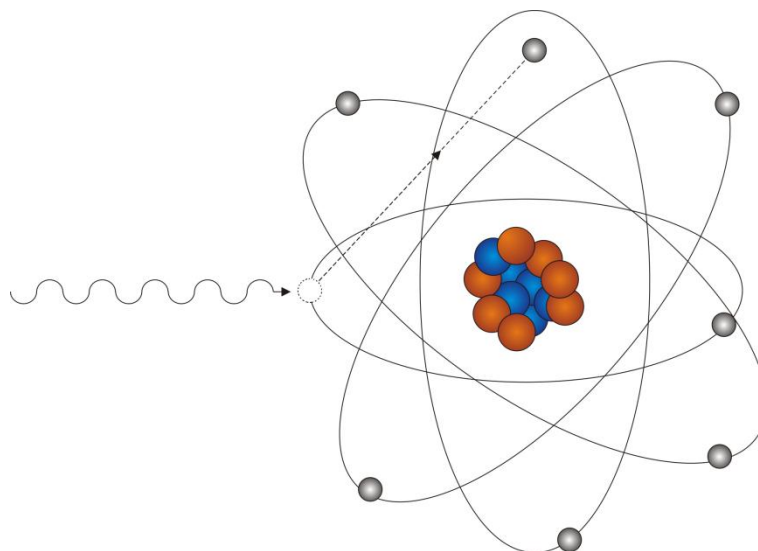


Figura A3 – Elétron sendo ejetado depois de absorver o fóton incidente

A teoria do efeito fotoelétrico foi apresentada por Albert Einstein em 1905. Utilizando a equação para o quantum de energia de Planck ($E=h\nu$), Einstein propôs que as ondas eletromagnéticas eram compostas por pacotes de energia, interagindo

com a matéria como se fossem partículas. Dessa forma, um elétron poderia ser arrancado do material obedecendo à equação (Kaplan, 1972.):

$$E = h\nu - E_L, \quad (IV)$$

onde h é a constante de Planck, ν é a frequência do fóton e E_L é a energia de ligação do elétron. Assim, toda energia do fóton incidente é transferida para o fóton ejetado.

Os elétrons com maior probabilidade de sofrerem efeito fotoelétrico são aqueles que estão nas camadas com maior energia de ligação (K ou L), uma vez que o elétron precisa conservar seu momento para absorver o fóton. Neste caso o momento de recuo é absorvido pelo núcleo do átomo.

Segundo (Kaplan, 1972), 80% da absorção fotoelétrica ocorre na camada K, com a seção de choque para os elétrons dessa camada correspondendo a:

$$\sigma_f = \frac{8\pi}{3} \left(\frac{e^2}{m_0 c^2} \right)^2 Z^5 \left(\frac{1}{137} \right)^4 4\sqrt{2} \left(\frac{m_0 c^2}{h\nu} \right)^{\frac{7}{2}}, \quad (V)$$

onde a constante $1/137$, que também é conhecida e denotada por α , é a chamada constante de estrutura fina.

Efeito Compton

O espalhamento Compton é o espalhamento inelástico, ou incoerente, de fótons em elétrons pouco ligados, que são ejetados após absorver parte da energia dos fótons. A diferença de energia entre o fóton e energia de ligação do elétron é tão grande que se pode considerar que houve colisão de um fóton com um elétron livre.

Observando a Figura A4, em que um elétron de energia $h\nu$ é espalhado com um ângulo θ ao colidir com um elétron, que é espalhado com ângulo ϕ , e considerando as equações relativísticas para a conservação da energia e do momento, obtêm-se as seguintes equações (Davisson, 1979):

$$\frac{c'}{v'} - \frac{c}{v} = \lambda' - \lambda = \frac{h}{mc} (1 - \cos \theta), \quad (\text{VI})$$

$$hv' = \frac{hv}{1 + \alpha(1 - \cos \theta)}, \quad (\text{VII})$$

$$T = hv \frac{\alpha(1 - \cos \theta)}{1 + \alpha(1 - \cos \theta)}, \quad (\text{VIII})$$

$$T = hv \left[\frac{2\alpha}{1 + 2\alpha + (1 + \alpha)^2 \tan^2 \phi} \right], \quad (\text{IX})$$

$$\cos \theta = 1 - \frac{2}{(1 + \alpha)^2 \tan^2 \phi + 1}, \quad (\text{X})$$

$$\cot \phi = (1 + \alpha) \tan \left(\frac{\theta}{2} \right), \quad (\text{XI})$$

onde $\alpha = hv/mc^2$, m é a massa do elétron, c é a velocidade da luz e T é a energia adquirida pelo elétron espalhado.

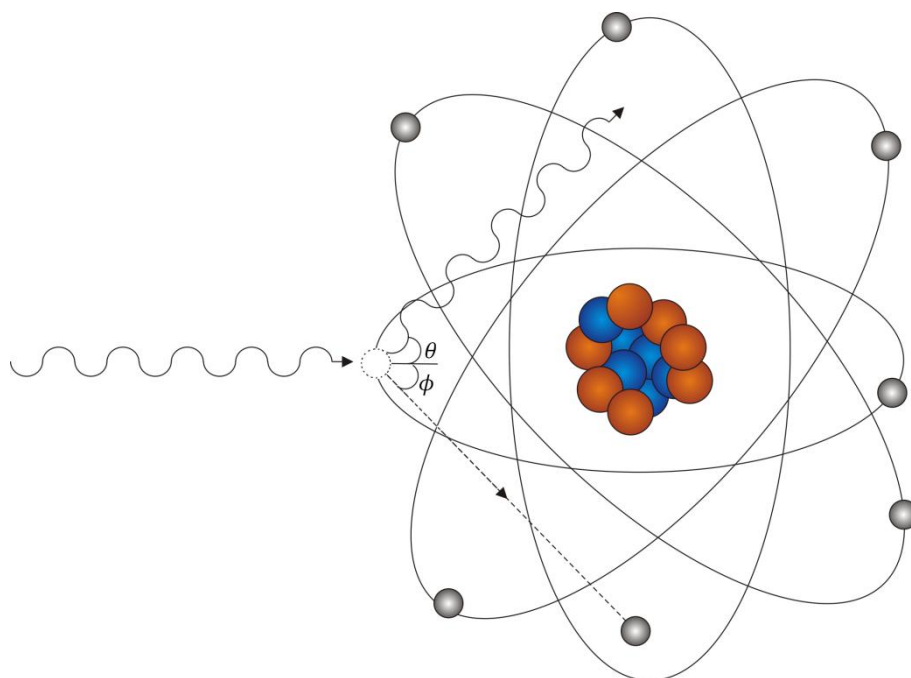


Figura A4 – Fóton sofrendo espalhamento Compton e ejetando um elétron.

A partir da mecânica quântica, Klein e Nishima calcularam a seção de choque por elétron para fótons espalhados no ângulo sólido $d\Omega$ na direção θ , dada por (Davisson, 1979):

$$\frac{d\sigma_c}{d\Omega} = \frac{1}{2} r_0^2 \left(\frac{hv'}{hv} \right)^2 \left(\frac{hv}{hv'} + \frac{hv'}{hv} - \text{sen}^2\theta \right), \quad (\text{XII})$$

Substituindo a equação (VII) na equação (XII), obtêm-se:

$$\frac{d\sigma_c}{d\Omega} = \frac{1}{2} r_0^2 \left\{ \frac{1}{[1+\alpha(1-\cos^2\theta)]} \left[1 + \cos^2\theta + \frac{\alpha^2(1-\cos\theta)^2}{1+\alpha(1-\cos\theta)} \right] \right\}, \quad (\text{XIII})$$

Para fótons com baixas energias, ou seja, para $\alpha \ll 1$, a equação (XIII) se torna a equação (II), que é a equação para seção de choque diferencial para o espalhamento Thomson. A seção de choque total para o espalhamento Compton é obtida integrando (XIII) sobre todas as coordenadas angulares:

$$\sigma_c = 2\pi r_0^2 \left\{ \frac{1+\alpha}{\alpha^2} \left[\frac{2(1+\alpha)}{1+2\alpha} - \frac{1}{\alpha} \ln(1+2\alpha) \right] + \frac{1}{2\alpha} \ln(1+2\alpha) - \frac{1+3\alpha}{(1+2\alpha)^2} \right\}, \quad (\text{XIV})$$

Coefficiente de atenuação de massa e linear

O coeficiente de atenuação expressa a probabilidade de interação da radiação com a matéria. Assim, ele pode ser escrito em função da seção de choque de cada um dos tipos de radiação citados (Burcham, 1974):

$$\sigma_{Total} = N(\sigma_R + \sigma_f + \sigma_p) + NZ\sigma_c, \quad (\text{XV})$$

onde N é o número de átomos absorventes por metro cúbico e Z é o número atômico.

A unidade de medida da seção de choque total (σ_{Total}) é cm^2/g é também é conhecida como coeficiente de atenuação de massa (μ_m). Para se obter o

coeficiente de atenuação linear, é necessário multiplicar o coeficiente de atenuação de massa pela densidade do material (ρ) com o qual a radiação está interagindo:

$$\mu = \mu_m \cdot \rho, \quad (\text{XVI})$$

Como a seção de choque para cada tipo de interação depende da energia do fóton, o coeficiente de atenuação linear também irá depender da energia, como é apresentado na Figura A5.

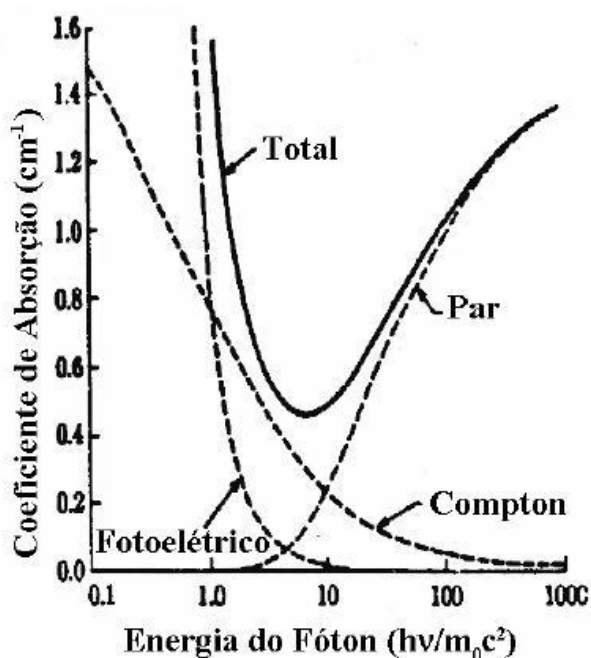


Figura A5 – Coeficiente de atenuação linear do Pb em função da energia do fóton. Adaptado de (Kaplan, 1972).