



UNIVERSIDADE
ESTADUAL DE LONDRINA

LEONARDO CARMEZINI MARQUES

**IMAGEAMENTO E AVALIAÇÃO DE FLUIDOS EM MEIOS
POROSOS POR MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X**

LEONARDO CARMEZINI MARQUES

**IMAGEAMENTO E AVALIAÇÃO DE FLUIDOS EM MEIOS
POROSOS POR MICROTOMOGRÁFIA DE RAIOS X**

Tese de Doutorado apresentada ao Curso 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
2012

**Catálogo elaborado pela Divisão de Processos Técnicos da Biblioteca Central da
Universidade Estadual de Londrina**

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)

M357i Marques, Leonardo Carmezini.
Imageamento e avaliação de fluidos em meios porosos por microtomografia
de Raios X / Leonardo Carmezini Marques. – Londrina, 2012.
156 f. : il.

Orientador: Carlos Roberto Appoloni.
Tese (Doutorado em Física) – Universidade Estadual de Londrina, Centro de
Ciências Exatas, Programa de Pós-Graduação em Física, 2012.
Inclui bibliografia.

1. Física nuclear – Teses. 2. Microtomografia de Raios X – Teses. 3. Porosidade
(Física) – Teses. 4. Raios X – Aplicações industriais – Teses. I. Appoloni, Carlos
Roberto. II. Universidade Estadual de Londrina. Centro de Ciências Exatas. Programa
de Pós-Graduação em Física. III. Título.

CDU 539.146

LEONARDO CARMEZINI MARQUES

**IMAGEAMENTO E AVALIAÇÃO DE FLUIDOS EM MEIOS
POROSOS POR MICROTOMOGRÁFIA DE RAIOS X**

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

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.^a Dr.^a Melayne Martins Coimbra
Universidade Estadual de Londrina – UEL

Prof. Dr. Otávio Portezan Filho
Universidade Estadual de Londrina – UEL

Londrina, 31 de Agosto de 2012.

AGRADECIMENTOS

A Deus, Nossa Senhora Aparecida e Nosso Senhor Jesus Cristo por abençoar meus passos por onde quer que eu passe.

À toda minha família, pais, irmã, esposa, avó, tios, tias e primos, por propiciarem a oportunidade de atingir mais uma vitória e sempre apoiarem minhas decisões e incentivarem a sempre buscar algo melhor.

Ao Prof. Dr. e amigo Carlos Roberto Appoloni por aceitar me orientar durante este curso e pela amizade e confiança em todos os anos de interação dentro e fora do campo acadêmico.

Aos professores Avacir Casanova Andrello, José Martins de Oliveira Junior, Melayne Martins Coimbra e Otávio Portezan Filho , pela participação em minha banca de defesa.

Às instituições PETROBRAS, UFPR, e UEL pela utilização dos sistemas microtomográficos, ao CNPq, por conceder a minha bolsa de estudo, e à UEL e ao Depto de Física por fornecer a infra-estrutura para desenvolvimento de meus trabalhos.

Ao Venâncio Ferreira de Oliveira, torneiro mecânico do Departamento de Física da UEL, pelas discussões para projetar os porta amostras e confecção dos mesmos.

A todos os membros do Laboratório de Física Nuclear Aplicada da Universidade Estadual de Londrina e amigos de universidade por toda interação e experiência de vida que pude compartilhar.

MARQUES, Leonardo Carmezini. **Imageamento e Avaliação de Fluidos em Meios Porosos por Microtomografia de raios X**. 2012. 150 f. Tese (Doutorado em Física) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2012.

RESUMO

Neste trabalho, a metodologia de microtomografia de raios X foi utilizada para obtenção da microestrutura de amostras confeccionadas com esferas de vidro com diâmetro padronizado e amostras naturais da Formação Botucatu de arenito. A técnica foi aplicada, principalmente, para identificação de diferentes fases de fluidos quando da injeção de líquido nas amostras, para avaliação das diferentes fases através de histogramas de níveis de cinza obtidos para imagens 2D, quantificação das fases e geração de imagens 3D das mesmas. Um tipo de óleo comercial, da Petrobras Distribuidora S. A., um óleo industrial, de densidade $0,97 \text{ g/cm}^3$, fornecido pelo CENPES/Petrobras, e solução água/sal/dopante foram os fluidos utilizados nos experimentos, aplicados individualmente ou em conjunto. Os dopantes utilizados foram iodeto de potássio ou cloreto de bário hidratado. Três sistemas microtomográficos Skyscan, modelo 1172, foram utilizados: um deles possui câmera CCD de 10 Mpixels de resolução e dois com câmera CCD de 11 Mpixels. Três amostras de esferas de vidro foram medidas em diferentes condições: seca e contendo líquido na região porosa. As amostras EV1 e EV3 continham apenas um líquido em cada medida da mesma infiltrada, enquanto a amostra EV2 continha dois líquidos imiscíveis quando medida infiltrada. A resolução espacial utilizada foi de, aproximadamente, $5 \mu\text{m}$ e voltagem de 60 a 100 kV foi aplicada no tubo de raios X, dependendo do teste realizado. Houve a ocorrência de bons resultados quanto ao contraste das fases nas imagens 2D. Diferentes imagens 3D foram geradas para estas amostras. Volumes de líquidos presentes nos volumes analisados foram calculados por meio de análises 2D e 3D. Seis amostras de arenito Botucatu foram medidas. Três delas contendo solução dopada com iodeto de potássio, uma com solução dopada com cloreto de bário hidratado, uma contendo óleo comercial e uma contendo óleo industrial. A resolução espacial utilizada para estas amostras foi de, aproximadamente, $4,8 \mu\text{m}$. Voltagem de 80 ou 90 kV foram aplicadas ao tubo de raios X para as amostras de arenito contendo solução e de 60 ou 80 kV para a amostra contendo óleo. Os perfis de porosidade são mostrados para as condições seca e infiltrada das amostras. Imagens 3D foram criadas para o preenchimento da fase porosa. Resultados de volumes de líquido injetado foram calculados com base em análises 2D e 3D. Quantificações da alteração da distribuição de tamanho de poros foram obtidas após a injeção de líquido na região porosa das amostras.

Palavras-chave: Microtomografia de raios X. Microestrutura porosa. Fases fluidas.

MARQUES, Leonardo Carmezini. **Imaging and Evaluation of Fluids in Porous Media by X-ray Microtomography**. 2012, 150 p. Thesis (Doctorate in Physics) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2012.

ABSTRACT

In this paper, the X-ray microtomography methodology was used to obtain the microstructure of samples manufactured with glass beads of standardized diameter and natural samples of the Botucatu Formation sandstone. The technique was applied, mainly, to differentiate fluid phases injected in the samples, to evaluate the different phases through the gray level histograms obtained for 2D images, to phase's quantification and to 3D images generation. Commercial oil, of the Petrobras Distribuidora S. A., a industrial oil, with 0.97 g/cm³ density, supplied by CENPES/Petrobras, and a water/salt/dopant solution were the fluids used to realize the experiments and they were applied individually or together. Potassium iodine and barium chloride hydrated were used as dopants. Three Skyscan microtomographic systems, 1172 model, were used: one with 10 Mpixels CCD camera and two with 11 Mpixels CCD camera. Three glass beads samples were measured at different conditions: dry and with liquid in porous region. EV1 and EV3 samples contained only one liquid for each infiltrated sample measurement, while EV2 sample contained two immiscible liquids. The spatial resolution used to measure these samples was, approximately, 5 µm and from 60 to 100 kV voltage was applied in the X-ray tube, depending on the performed test. There were good contrast results for the different phases shown on 2D images. Different 3D images were generated for these samples. Liquid volumes were obtained for the analyzed volumes through 2D and 3D analysis. Six Botucatu sandstone samples were measured. Three of them were measured containing a solution doped with potassium iodine, one of them with a solution doped with barium chloride hydrated, one with commercial oil and one with industrial oil. The spatial resolution used to measure these samples was, approximately, 4.8 µm. 80 or 90 kV voltage were applied in X-ray tube to measure a sandstone sample containing one type of solution and 60 or 80 kV voltage were used to measure a sample containing one type of oil. Porosity profiles, for dry and infiltrated samples, were shown. 3D images were generated to show the filling of porous region. Results of injected liquid volumes were calculated through 2D and 3D analysis. Porous size distribution changes were quantified for the dry and infiltrated sample conditions.

Keywords: X-ray microtomography. Porous microstructure. Fluid phases.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Efeito Fotoelétrico	24
Figura 2 -	Efeito Compton	25
Figura 3 -	Espalhamento Rayleigh	27
Figura 4 -	Espalhamento Thomson.....	28
Figura 5 -	Formação de Pares	29
Figura 6 -	Coefficiente de absorção total do chumbo, mostrando as contribuições da absorção fotoelétrica, espalhamento Compton e formação de pares (extraído de KAPLAN, 1978).....	31
Figura 7 -	Coefficientes de absorção total do Al, Cu, Sn e Pb (extraído de KAPLAN, 1978).....	31
Figura 8 -	Representação esquemática desde a emissão até a detecção dos fótons pela câmera CCD	36
Figura 9 -	Projeções paralelas dadas pelo arranjo de raios paralelos para diferentes ângulos	37
Figura 10 -	Arranjo tomográfico com detectores alinhados na forma de um semicírculo.....	39
Figura 11 -	Arranjo tomográfico com mesmo ângulo entre as linhas de radiação incidente e com espaçamentos diferentes de chegada aos detectores.....	39
Figura 12 -	Ilustração para auxílio na transformação das coordenadas cartesianas em polares	40
Figura 13 -	Parâmetros usados no algoritmo de reconstrução de imagem	41
Figura 14 -	Detalhe de uma imagem 2D de uma amostra de arenito Botucatu identificando regiões de máxima (seta A) e mínima atenuação do feixe (seta B) durante aquisição das projeções	42
Figura 15 -	(A) Imagem bidimensional formada por elementos de área e (B) Imagem tridimensional caracterizada por elementos de volume.....	43
Figura 16 -	Forma que os elementos estruturantes assumem com o aumento do raio	44
Figura 17 -	Operação de abertura. (A) imagem original com pixels coloridos representando a fase porosa, (B) resultado da operação de erosão na imagem A e (C) resultado da operação de dilatação na imagem B	46
Figura 18 -	Granito escaneado a energia de raios X de (A) 100 keV e (B) 200 keV (KETCHAM & CARLSON, 2001)	49
Figura 19 -	Exemplo de imagem colorida e sua conversão em níveis de cinza (IMAGO®, Manual Científico, Versão 2.1.4, 2002).....	50
Figura 20 -	Janela de níveis de cinza utilizada para binarização da imagem em escala de cinza da Figura 19.	52
Figura 21 -	Granito escaneado a energia de raios X de (A) 100 keV e (B) 200 keV (KETCHAM & CARLSON, 2001)	54

Figura 22 -	Escaneamento através de uma coluna de saprolite com 6” de diâmetro em um cano de PVC. Todas as imagens representam fatias de 1 mm de espessura feitas com a fonte de raios X a 420 kV e tempo de aquisição de 3 minutos (KETCHAM & CARLSON, 2001).....	56
Figura 23 -	Arenito proveniente do Cânion Guartelá, Paraná escaneado a uma resolução de 5	57
Figura 24 -	Janela do software SkyScan 1172.....	60
Figura 25 -	Janela do software NRecon.....	61
Figura 26 -	Janela do software CTan.....	62
Figura 27 -	Esquema básico de funcionamento de um microtomógrafo	64
Figura 28 -	Representação simplificada de um Tubo de raios X (OLIVEIRA, 2002)	65
Figura 29 -	Espectro típico de um tubo de raios X com alvo de Tungstênio em função da tensão aplicada (VINEGAR & WELLINGTON, 1987)	66
Figura 30 -	Espectro de energia do feixe proveniente do tubo de raios X após ser transmitido através de um vaso de pressão e uma amostra composta por alumínio, água e arenito Berea (VINEGAR & WELLINGTON, 1987)	66
Figura 31 -	Microtomógrafo SkyScan, modelo 1172, juntamente com um computador para manipular as projeções obtidas (SKYSCAN 1172, 2005)	67
Figura 32 -	Microtomógrafo Skyscan, modelo 1172, com detalhe do movimentador de amostra	68
Figura 33 -	Amostra de linhas de nylon, inseridas em um tubo de vidro, elaborada para verificação da microtomografia de raios X.....	69
Figura 34 -	Amostras de Esferas de Vidro (a) com diâmetro de 0,6 mm e contendo óleo, à esquerda, e (b) com diâmetro de 0,8 mm, seca, à direita	71
Figura 35 -	(a) Luva de Teflon com 8 mm de diâmetro e parede com 1 mm de espessura, à esquerda, e amostra de arenito Botucatu à direita e (b) porta amostra de alumínio com 8 mm de diâmetro interno e paredes com 1 mm de espessura	73
Figura 36 -	Coeficientes de atenuação linear versus energia	74
Figura 37 -	Fatia 470 em tons de cinza obtida da reconstrução da microtomografia da amostra de linhas de nylon. Esta figura teve seu contraste e brilho alterados para melhor visualização	75
Figura 38 -	Seleção realizada sobre a imagem em escala de cinza da imagem 300 para processo de binarização. Esta figura também teve contraste e brilho alterados.....	76
Figura 39 -	Imagem 2D de número 300 binarizada sem aplicação do filtro mediano, acima, e com aplicação deste filtro, abaixo	77
Figura 40 -	Histograma de tons de cinza gerado para uma região da imagem 2D 300	78
Figura 41 -	Imagem binarizada da imagem 2D 300 após a aplicação do filtro mediano.....	79
Figura 42 -	Perfil de porosidade para a amostra de linhas de nylon	80

Figura 43 -	Projeções obtidas para a amostra EV1 (a) seca-70 kV, (b) com solução-80 kV, (c) com óleo-70 kV e (d) com óleo-60 kV	82
Figura 44 -	Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra EV1 seca-70 kV, em preto, contendo solução-80 kV, em vermelho, contendo óleo-70 kV, em verde, e contendo óleo-80 kV	83
Figura 45 -	Imagens 2D, para a amostra EV1, (a) imagem 2D 580, seca, (b) imagem 2D 585, com solução, (c) imagem 2D 584, com óleo e medida a 70 kV e (d) imagem 2D 584, com óleo e medida a 60 kV	84
Figura 46 -	Detalhe da janela de seleção de limiar para binarização, do software Imago, para a amostra contendo a solução. À esquerda, o histograma com 256 tons de cinza e, à direita, uma seleção da imagem.....	85
Figura 47 -	Detalhe da janela de seleção de limiar para binarização, do software Imago, para a amostra contendo o óleo-70 kV. À esquerda, o histograma com 256 tons de cinza e, à direita, uma seleção da imagem.....	86
Figura 48 -	Imagens 3D para a amostra EV1 (a) contendo solução e (b) óleo. As imagens possuem 2100 μm de diâmetro e 2000 μm de altura.....	87
Figura 49 -	Projeções obtidas para a amostra EV2 (a) seca e (b) contendo os fluidos	88
Figura 50 -	Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra EV2 seca, em preto, e contendo solução e óleo, em vermelho	89
Figura 51 -	Imagens 2D, para a amostra EV2, (a) 455, seca e (b) 500, contendo solução e óleo.....	90
Figura 52 -	(a) Imagem 2D 684 mostrando cada fase presente na amostra, (b) detalhe da região central da imagem e (c) reprodução colorida de cada fase	91
Figura 53 -	(a) Detalhe da janela de seleção de limiar para binarização, do software Imago, para a imagem 2D 684, da amostra contendo os fluidos. (a) é o histograma, (b) a imagem em escala de cinza e (c) a imagem binarizada/mesclada.....	92
Figura 54 -	Imagens 3D para a amostra EV2: (a) fases vidro e solução, (b) óleo e ar e (c) óleo. As imagens possuem 2094 μm de diâmetro e 1450 μm de altura	93
Figura 55 -	Projeções obtidas para a amostra EV3 (a) seca, (b) contendo a solução 4 (dopada com $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e (c) contendo a solução 3 (dopada com KI).....	95
Figura 56 -	Perfis de níveis de cinza em uma linha da amostra EV3 seca, em preto, contendo a solução 4, em vermelho, e contendo a solução 3, em verde.....	96
Figura 57 -	Imagens 2D, para a amostra EV3, (a) imagem 2D 249, seca, (b) imagem 2D 231, com a solução 4, (c) imagem 2D 392, com a solução 3.....	97
Figura 58 -	Imagens 3D para a amostra EV3 seca: (a) esferas de vidro e (b) fase porosa. As imagens possuem 2006 μm de diâmetro e 2520 μm de altura.....	99
Figura 59 -	Imagens 3D para a amostra EV3 contendo a solução 3: (a) esferas de vidro, (b) solução e (c) fase porosa. As imagens possuem 2003 μm de diâmetro e 2510 μm de altura	100

Figura 60 -	Projeções obtidas para a amostra ARN1 (a) seca e (b) com solução.....	102
Figura 61 -	Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN1 seca, em preto, e contendo solução, em vermelho	103
Figura 62 -	Imagens 2D para a amostra ARN1 (a) imagem 2D 721 seca e (a') 721 seca binarizada e (b) imagem 2D 713 infiltrada e (b') 713 infiltrada binarizada.....	104
Figura 63 -	Perfil de porosidade para a amostra ARN1 seca, em vermelho e com a presença da solução, em verde.....	105
Figura 64 -	Distribuição de tamanho de poros da amostra ARN1, antes e após presença da solução no espaço poroso.....	106
Figura 65 -	Imagem 3D da amostra ARN1, destacando o ambiente poroso preenchido com ar, (a) seca e (b) infiltrada com a solução pela solução.....	107
Figura 66 -	Projeções obtidas para a amostra ARN2 (a) seca e (b) com solução.....	109
Figura 67 -	Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN2 seca, em preto, e contendo solução, em vermelho.....	110
Figura 68 -	Imagens 2D para a amostra ARN2: (a) imagem 2D 498 seca e (a') 498 seca binarizada e (b) imagem 2D 498 infiltrada e (b') 498 infiltrada binarizada.....	111
Figura 69 -	Perfil de porosidade para a amostra ARN2 seca, em vermelho e com a presença da solução, em verde	112
Figura 70 -	Distribuição de tamanho de poros da amostra ARN2, antes e após presença da solução no espaço poroso	113
Figura 71 -	Imagem 3D da amostra ARN2, destacando o ambiente poroso preenchido com ar, (a) seca e (b) infiltrada com a solução	114
Figura 72 -	Projeções obtidas para a amostra ARN3 (a) seca e (b) com solução.....	116
Figura 73 -	Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN3 seca, em preto, e contendo solução, em vermelho.....	117
Figura 74 -	Imagens 2D para a amostra ARN3: (a) imagem 2D 1015 seca e (a') 1015 seca binarizada e (b) imagem 2D 969 infiltrada e (b') 969 infiltrada binarizada	118
Figura 75 -	Perfil de porosidade para a amostra ARN3 seca, em vermelho e com a presença da solução, em verde, e imagens 2D (a) imagem 2D 440, (b) imagem 2D 588, (c) imagem 2D 847 e (d) imagem 2D 1067 exemplificando as diferenças de porosidade.....	120
Figura 76 -	Distribuição de tamanho de poros da amostra ARN3, antes e após presença da solução no espaço poroso	121
Figura 77 -	Imagem 3D da amostra ARN3, destacando o ambiente poroso preenchido com ar, (a) seca e (b) infiltrada com a solução	122
Figura 78 -	Projeções obtidas para a amostra ARN4 (a) seca e (b) com solução.....	124
Figura 79 -	Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN4 seca, em preto, e contendo solução, em vermelho.....	125

Figura 80 – I	magens 2D para a amostra ARN4: (a) imagem 2D 285 seca e (a') 285 seca binarizada e (b) imagem 2D 300 infiltrada e (b') 300 infiltrada binarizada.....	126
Figura 81 -	Perfil de porosidade para a amostra ARN4 seca, em vermelho e com a presença da solução, em verde.....	127
Figura 82 -	Distribuição de tamanho de poros da amostra ARN4, antes e após presença da solução no espaço poroso.....	129
Figura 83 -	Imagem 3D da amostra ARN4, destacando o ambiente poroso preenchido com ar, (a) seca e (b) infiltrada com a solução.	130
Figura 84 -	Projeções obtidas para a amostra ARN5 (a) seca e (b) com óleo, medida a 80 kV e (c) com óleo, medida a 60 kV	133
Figura 85 -	Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN5 seca, em preto, contendo óleo e medida a 80 kV, em vermelho, e contendo óleo e medida a 60 kV, em verde	134
Figura 86 -	Imagens 2D para a amostra ARN5 (a) imagem 2D 1130 seca e (b) imagem 2D 1242 infiltrada e medida a 80 kV e (c) imagem 2D 1002 infiltrada e medida a 60 Kv.....	135
Figura 87 -	(a) Detalhe da janela de seleção de limiar para binarização e histograma de tons de cinza com os respectivos limiares de binarização escolhidos, do software Imago, para a imagem 2D 1130 com a amostra seca, em (a), 1242 com óleo e medida a 80 kV, em (b), e 1002 com óleo e medida a 60 kV, em (c). Todas as imagens são apresentadas binarizada/mesclada.....	136
Figura 88 -	Perfil de porosidade para a amostra ARN5 seca, em vermelho, com a presença de óleo e medida a 80 kV, em verde, e com a presença de óleo e medida a 60 kV	138
Figura 89 -	Projeções obtidas para a amostra ARN6 (a) seca e (b) com óleo, medidas a 80 kV.....	140
Figura 90 -	Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN6 seca, em preto, e contendo óleo, em vermelho.....	141
Figura 91 -	Imagens 2D para a amostra ARN6 (a) imagem 2D 255 seca e (b) imagem 2D 275 infiltrada	142
Figura 92 -	a) Detalhe da janela de seleção de limiar para binarização e histograma de tons de cinza com os respectivos limiares de binarização escolhidos, do software Imago, para a imagem 2D 255 com a amostra seca, em (a), e (b) 275 com a amostra contendo óleo, em (b). Todas as imagens são apresentadas binarizada/mesclada	143
Figura 93 -	Perfil de porosidade para a amostra ARN6 seca, em vermelho, e com a presença de óleo, em verde	144
Figura 94 –	Imagens 3D para a amostra ARN6: (a) poros da amostra seca, (b) fase sólida para a amostra infiltrada, (c) poros para a amostra infiltrada e (d) poros e óleo para a amostra infiltrada. As imagens possuem 2000 μm diâmetro e 1965 μm de altura	145

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Características individuais dos três microtomógrafos utilizados	68
Tabela 2 - Soluções utilizadas nos experimentos.	74
Tabela 3 - Condições e parâmetros utilizados em cada aquisição para a amostra de esferas de vidro EV1	81
Tabela 4 - Condições da amostra de esferas de vidro EV2 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.	88
Tabela 5 - Condições da amostra de esferas de vidro EV3 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta	94
Tabela 6 – Resultados obtidos através das análises 2D e 3D.	98
Tabela 7 - Valores relativos à amostra.	98
Tabela 8 - Condições da amostra de arenito Botucatu ARN1 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.....	101
Tabela 9 - Resultados obtidos através das análises 2D e 3D.	106
Tabela 10 - Condições da amostra de arenito Botucatu ARN2 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.	108
Tabela 11 - Resultados obtidos através das análises 2D e 3D.	112
Tabela 12 - Condições da amostra de arenito Botucatu ARN3 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.	115
Tabela 13 - Resultados obtidos através das análises 2D e 3D.....	121
Tabela 14 - Condições da amostra de arenito Botucatu ARN4 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.....	123
Tabela 15 - Resultados obtidos através das análises 2D e 3D.	128
Tabela 16 - Valores relativos à amostra	128
Tabela 17 - Resultados das análises de fluidos para as amostra EV3 e ARN4. Os intervalos estão apresentados com um sigma de desvio	131
Tabela 18 - Condições da amostra de arenito Botucatu ARN5 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.	131
Tabela 19 - Condições da amostra de arenito Botucatu ARN6 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.....	139

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	14
2.	REVISÃO DA LITERATURA	16
3.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	22
3.1	Radiação Eletromagnética	22
3.1.1	Raios X	22
3.2	Interação da Radiação Com a Matéria.	23
3.2.1	Efeito Fotoelétrico	24
3.2.2	Efeito Compton	25
3.2.3	Espalhamento Rayleigh	26
3.2.4	Espalhamento Thomson	27
3.2.5	Formação de Pares	28
3.3	Coeficiente de Atenuação	30
3.3.1	Coeficientes de Atenuação Linear e de Massa	32
3.4	Microtomografia de Raios X	32
3.4.1	Arranjos de Sistemas Tomográficos	34
3.4.2	Aquisição dos Dados	35
3.4.3	Algoritmo de Reconstrução de Imagens	36
3.4.4	Imagens em Níveis de Cinza	41
3.4.5	Caracterização Geométrica	43
3.4.6	Resolução de Imagens	47
3.4.7	Histograma de Níveis de Cinza	49
3.4.8	Pré-Processamento e Binarização de Imagens	50
3.4.9	Artefatos e Efeito de Volume Parcial	52
3.4.9.1	<i>Beam Hardening</i>	53
3.4.9.2	<i>Ring Artifact</i>	55
3.4.9.3	Outros Artefatos	57
3.4.9.4	Efeito de Volume Parcial	58
4.	MATERIAIS	59
4.1	Principais Softwares Utilizados	59
4.1.1	Software Skyscan 1172	59

4.1.2	Software NRecon	60
4.1.3	Software IMAGO	61
4.1.4	Software CTan	62
4.1.5	Software CTvol	62
4.1.6	Software WinXcom	63
4.2	Arranjo Experimental.....	64
4.2.1	Aparato para a Microtomografia	64
4.2.2.1	Tubo de raios X.....	65
4.2.2	Sistema Microtomográfico SkyScan	67
4.3	Amostras.....	69
4.3.1	Amostra para Verificação da Metodologia	69
4.3.2	Amostras Alvo	70
4.4	Dopantes.....	73
5.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	75
5.1	Verificação da Metodologia	75
5.1.1	Processo de Binarização	76
5.1.2	Caracterização Microestrutural	79
5.2	Esferas de Vidro	81
5.2.1	Amostra EV1	81
5.2.2	Amostra EV2	87
5.2.3	Amostra EV3	93
5.3	Arenito Botucatu	101
5.3.1	Amostra ARN1	101
5.3.2	Amostra ARN2	107
5.3.3	Amostra ARN3	114
5.3.4	Amostra ARN4	122
5.3.5	Amostra ARN5	131
5.3.6	Amostra ARN6	138
6.1	Gerais.....	148
6.2	Esferas de Vidro	149
6.3	Arenito Botucatu	150
6.4	Futuros Desenvolvimentos.....	150
	REFERÊNCIAS	152

1. INTRODUÇÃO

O petróleo continua a ser uma fonte de energia de extrema importância, e a busca por novos poços para suprir a crescente demanda energética é contínua, porém, a extração do óleo torna-se cada vez mais difícil, uma vez que novos poços são encontrados em regiões e condições de acesso restrito. Um exemplo disso são as bacias de petróleo encontradas no pré-sal. Neste contexto, também é inessante a busca em aperfeiçoamento de metodologias de avaliação da capacidade de armazenamento e extração de petróleo dos novos poços e, até mesmo, de recuperação do petróleo remanescente ainda aprisionado em poços antigos (PETROBRAS, 2011.). Experimentos de inundação são vastamente utilizados pela indústria de petróleo para modelar o desempenho do reservatório durante os processos envolvidos na extração (VINEGAR & WELLINGTON, 1986).

Entretanto, a indústria do petróleo não é a única interessada em evoluções dos conhecimentos relativos à percolação de fluidos em amostras reservatório. Outros tipos de indústrias utilizam processos de secagem para isolamento de particulado sólido, ou secagem de alimentos e bio-materiais (KOHOUT, GROF & STEPÁNEK, 2006). Além disso, a preservação dos lençóis de água tem ligação direta com derrames significante de líquidos sobre a superfície do solo. Esses incidentes geram aprisionamento de porções dos contaminantes no solo, os quais são despejados no lençol de água de maneira gradativa. O processo de aprisionamento e liberação desses glóbulos de contaminantes depende de como os diferentes tipos de fluidos dividem o espaço poroso e como isso afeta as forças capilares sobre eles (WILDENSCHILD et al, 2004, WILDENSCHILD et al, 2005 e GOLDSTEIN, PRASHER & GHOSHAL, 2007).

A distribuição do fluido e a molhabilidade determinam propriedades como pressão capilar, permeabilidade relativa, saturação residual e índice de resistividade (KUMAR et al, 2008). Todos esses fatos ressaltam a importância de avançar o conhecimento de comportamentos apresentados por fluidos quando em um dado material poroso.

A microtomografia de raios X é uma técnica capaz de imagear diretamente a distribuição do fluido, em escala de poro, em amostras reservatório (KUMAR et al, 2008). Tal técnica teve origem em 1972 com a radiografia médica (VINEGAR & WELLINGTON, 1986). Sua metodologia baseia-se na absorção não homogênea de um feixe de raios X

transmitido a uma dada direção da amostra. Isso gera um mapa de coeficientes de atenuação linear convertido, computacionalmente, em uma imagem digital, chamada projeção. Um algoritmo de reconstrução utiliza diversas projeções, cada qual tomada a uma dada direção da amostra, para gerar imagens 2D transversais ao volume escaneado. As imagens 2D ainda podem ser utilizadas para reconstruções 3D de parte ou todo o volume escaneado.

Dentre as questões relativas a fluidos e que podem ser investigadas com a microtomografia estão a permeabilidade relativa, dispersão, saturação de óleo aprisionado, controle de mobilidade e molhamento (VINEGAR & WELLINGTON, 1986). Além disso, pode ser utilizada para obtenção de características microestruturais da rocha em questão, tais como porosidade, distribuição de tamanho de poros e averiguação de irregularidades presentes no volume tridimensional escaneado (RATTANASAK & KENDALL, 2005).

Este trabalho teve o objetivo de realizar ensaios de intrusão de fluido em amostras porosas, sendo estas de natureza real ou confeccionadas, identificar as condições ideais, de tratamento e escaneamento, de modo a distinguir as diferentes fases, sólida, líquida ou gasosa, e avaliar o preenchimento do ambiente poroso de tais amostras antes e depois da injeção de fluido. A microtomografia de raios X foi escolhida como a metodologia a ser empregada para inspecionar os referidos estágios da amostra.

2. REVISÃO DA LITERATURA

Vinegar, H. J., e Wellington, S. L. (1986) explicam como a microtomografia de raios X foi utilizada para medir o volume do espaço de poro ocupado por três fases, óleo, água e gás. Para tanto, um Deltascan 100, escaner de segunda geração, foi utilizado nas aquisições. A imagem possui matriz de 256 x 256 com 64 níveis de cinza. As resoluções espaciais e de contraste obtidas são 3,5 pares de linhas por centímetro e 0,25 polegadas, respectivamente. A fonte é um tubo de raios X OEG-120 da Machlett com alvo de tungstênio e operado a 120 kV/25 mA. Quatro detectores cintiladores de germanato de bismuto foram utilizados: três para medidas de absorção e um para referência. Uma interface foi construída para realizar a aquisição de N imagens à energia 1 e N imagens à energia 2. As imagens foram reconstruídas através de um algoritmo de retroprojeção filtrada. Além dos dados da microtomografia, foi escrito um software de análises e apresentação dos dados. Um porta amostras foi construído para viabilizar experimentos de intrusão de fluido à temperaturas controladas. Foram utilizados dopantes, pois a água e o óleo possuem valores próximos para o coeficiente de atenuação. Os resultados, qualitativos, são mostrados para intrusão de CO₂ injetado em uma amostra de arenito Berea saturada com óleo.

Alvarado, F. E., Grader, A. S., Karacan, O. e Halleck, P. M. (2003) tomografaram areia a base de quartzo inserida em um tubo de vidro de 7 mm de diâmetro interno. A amostra foi infiltrada com água (dopada com NaI), álcool benzil e decano (dopado com iodo-dodecano) em três condições de distribuições de saturação: fase única, duas fases e três fases. O equipamento tomográfico possui um gerador de raios X de 225 kV e um intensificador de imagens de 225 mm de diâmetro. Os parâmetros de aquisição utilizados foram: 9 µm de resolução espacial, rotação de 360° compreendendo 2400 projeções, 145 kV e 1000 µA. Cada imagem possui 1024 x 1024 pixels. A amostra foi escaneada na condição seca e, posteriormente, saturada com água e re-escaneada. Então, óleo foi injetado deslocando a água até a saturação residual. Outros períodos de injeção seguiram este estágio inicial de preenchimento com óleo, atendendo aos objetivos de trabalhar com duas e três fases de injeção. O perfil de porosidade ao longo do comprimento é apresentado. Imagens 2D da saturação residual da água são apresentadas em paralelo com a quantificação deste resultado e em comparação com a porosidade original da amostra. Uma imagem 2D foi mostrada, obtida

do escaneamento da amostra contendo as três fases injetadas. Imagens 3D são apresentadas para cada fluido utilizado, assim como para a fase sólida e para o espaço poroso.

Wildenschild, Culligan, D., K. A., e Christensen, B. S. B. (2004) realizaram medidas de porosidade, saturação de fluido, distribuição de espaço de poro e características interfaciais dos fluidos envolvidos na drenagem e molhamento de uma amostra de areia e uma de grãos de vidro. Para tanto, foi utilizada a linha do feixe magnético do GSECARS. Iodeto de potássio (KI) foi utilizado para dopar a fase fluida (água) e o escaneamento foi realizado com energia ligeiramente superior à de absorção do iodo (33,17 keV). Um total de 360 imagens 2D foram obtidas utilizando-se rotação de 180° a passos de 0,5°. Os parâmetros de aquisição utilizados foram: a) para areia - 33,70 keV, 360°/0,5° de rotação/passos angulares, 17,5 µm de resolução e 9,3 s de tempo de exposição e b) para os grãos de vidro - 33,30 keV, 360°/0,5° de rotação/passos angulares, 17,0 µm de resolução e 0,65 s de tempo de exposição. A mesma amostra de areia foi utilizada para diferentes experimentos de drenagem (rápida e lenta). Enquanto duas amostras de grãos de vidro foram escaneadas em condições quase-estáticas para ar/água e óleo/água e empregadas para obtenção de resultados para áreas interfaciais. Resultados percentuais de saturação são apresentados, assim como imagens 2D e 3D. Em todos os casos a fase água serve de parâmetro por ser o único fluido identificado nas imagens.

Schnaar, G. e Brusseau, M. L. (2005) utilizaram microtomografia de raios X da linha GeoSoilEnviroCARS (GSECARS) do Laboratório Nacional de Argonne para caracterizar quantitativamente a morfologia de líquido orgânico imiscível em meios porosos. Dois tipos de areias, comerciais, foram utilizadas: Accusand e Hayhook. A região escaneada, em cada uma das cinco amostras utilizadas, compreende a região central de uma coluna com 5,6 mm de comprimento. Tetracloroetano dopado com iodobenzeno (8 %) foi utilizado como líquido orgânico, enquanto a fase aquosa foi dopada com cloreto de cério (60 g/L). O algoritmo de reconstrução utilizado foi o de Rivers. A resolução utilizada foi de 10^{-5} mm³. Apesar de o artigo dizer que os dois líquidos e mais a fase sólida são visualizados na Figura 1 (imagens 2D para duas amostras), apenas duas fases podem ser identificadas. Os autores mostram imagens 3D de diferentes morfologias do líquido orgânico. Também são mostradas as distribuições de volume de gotas do líquido orgânico para três amostras. Alguns gráficos mostram resultados do número de gotas do líquido orgânico pelo volume analisado da amostra.

Wildenschild, D., Hopmans, J. W., Rivers, M. L. and Kent, A. J. R. (2005) utilizaram a microtomografia de raios X síncrotron para imagear amostras cilíndricas confeccionadas com areia (Lincoln's sand). Em paralelo com a microtomografia, foram realizados experimentos de fluxo de fluido. Para tanto, uma solução de água e KI (13 %) foi empregada para saturar duas amostras cuja diferença estava em seus diâmetros, 6 mm e 1,5 mm. O fluxo de fluido foi obtido aplicando-se ar comprimido no topo da amostra. Imageamento foi realizado após estabilização do fluxo para uma dada pressão. A energia aplicada foi de 33,7 keV, correspondente à energia de absorção fotoelétrica do iodo. Dois grupos de resultados foram obtidos, qualitativos e quantitativos. Ambos evidenciam a dependência da drenagem com a dinâmica de fluidos aplicada. Pode-se concluir que quando o processo de drenagem é realizado a incrementos de pressão (drenagem multipasso/lenta) a retirada de fluido é uniforme, mais eficiente e não causa significativo movimento de partículas. Tais resultados não são obtidos com a aplicação de uma única e alta pressão (único/lento). Além disso, percebeu-se que o diâmetro de 1,5 mm não é suficiente para fornecer resultados representativos dos experimentos.

Noiriel, C., Bernard, D., Gauze, Ph. e Thibault, X. (2005) realizaram um experimento de fluxo de água saturada com dióxido de carbono em arenito poroso com o objetivo de identificar as relações entre química de fluido, propriedades hidrodinâmicas e estruturais. Para tanto, imageamentos periódicos com microtomografia de raios X foram aplicados para avaliar a evolução microgeométrica e a interface rocha-fluido enquanto a porosidade e a permeabilidade aumentavam devido à dissolução. O experimento tomográfico foi montado na linha ID19 do acelerador Síncrotron em Grenoble, França. O aparato é composto de um conversor de raios-X/luz visível e uma câmera CCD FReLON com 2048 x 2048 pixels. A resolução óptica alcançada foi de 4,91 μm . A percolação foi realizada em três estágios e foi feito um escaneamento antes do início do processo e um ao final de cada estágio. O aumento de porosidade é apresentado em relação ao tempo de aplicação de fluido, assim como, o aumento de permeabilidade correspondente ao da porosidade.

Culligan, K. A., Wildenschild, D., Christensen, B. S. B., Gray, W. G. e Rivers, M. L. (2006) realizaram medidas em um sistema de contas de vidro com diâmetros de 1,0 a 0,850 mm cuja porosidade atingiu o valor de 34%. Para ambos os escaneamentos, foi utilizado rotação total de 360 graus, a passos angulares de 0,5 graus para o sistema ar-água e

0,25 graus para o sistema óleo-água. O iodeto de potássio (KI) foi utilizado à proporção 1:6 para aumentar o contraste entre a água e a fase não molhante. Dessa forma, a energia selecionada para o feixe de raios X foi de 33,3 keV, a qual é ligeiramente acima da energia de absorção fotoelétrica do iodo. A resolução de voxel alcançada foi de 17 micrometros. As amostras foram confeccionadas introduzindo-se as esferas de vidro em um tubo de acrílico, resultando em 7,0 cm de altura e 7,0 mm de diâmetro interno para a amostra do experimento ar-água e 4,0 cm de altura e 7,0 mm de diâmetro interno para a amostra do experimento óleo-água, sendo esta anteriormente sinterizada antes de inserida no tubo de acrílico. A amostra para o experimento ar-água tinha o topo aberto e a base sustentada por uma membrana de nylon semipermeável capaz de permitir a passagem da fase molhante. Para o caso dos experimentos com óleo havia também um reservatório estático para esta fase no topo da amostra. O óleo utilizado foi o Soltrol 220. Os experimentos com fluido eram realizados em três estágios de embebição e drenagem. A embebição era interrompida 10 minutos antes do escaneamento (duração de 10 minutos para ar-água e 30 minutos para óleo-água) para permitir que o fluido se redistribuísse. Um transdutor de capilaridade foi colocado no reservatório da fase molhante para tomar leituras da pressão de capilaridade em intervalos de 2 s. A área interfacial foi quantificada utilizando-se o software Amira. Os pesquisadores mostram as curvas de pressão de capilaridade pela saturação para ambas as amostras. São mostradas as curvas de saturação da fase molhante através da vertical dos processos secundários de embebição e drenagem para ambas as amostras. A curva da área interfacial entre os fluidos é mostrada como uma função da saturação da fase molhante. A curva de fração molhada da superfície sólida versus a saturação é mostrada em comparação entre os dois experimentos.

Kohout, M., Grof, Z., Stepánek, F. (2006) acompanharam o processo de secagem de amostras criadas com cilindros de alumina (1 mm de diâmetro e 3-4 mm de comprimento) inseridos em um cilindro plástico (12 mm de diâmetro e 10 mm de altura). A amostra foi pré-saturada com água e, posteriormente, secada por meio de dois possíveis processos: aplicação de vácuo ou mantendo a amostra a 150 mbar e aquecendo-a a 65°. Ao final de cada passo de secagem a amostra era lacrada e microtomografada. Para tanto, um escâner Skyscan 1074 foi utilizado. O volume analisado foi de 1 cm³ à resolução espacial de 22 µm. Os autores apresentam um exemplo de imagem 2D utilizada para explicar os procedimentos realizados pelo algoritmo de análise, assim como, exemplos de distribuições de frequências de coeficientes de atenuação de duas projeções. Duas figuras apresentam

resultados em imagens 3D, uma para a amostra drenada a vácuo e outra para a amostra drenada sobre aquecimento. Em ambos os casos, as imagens microtomográficas são comparadas com simulações computacionais. Gráficos são apresentados relativos à posição e forma da frente de secagem, e efeito do ângulo de contato na propagação da frente de secagem.

Kumar, M., Senden, T., Knackstedt, M. A., Latham, S. J., Pinczewski, V., Sok, R. M., Sheppard, A. P. e Turner, M. L. (2008) realizaram medidas da distribuição de fluido e molhabilidade em amostras, saturadas e drenadas, de arenito Fontainebleau, dolomita e calcário. Antes da injeção de fluido as amostras eram tratadas com plasma elétrico resfriado de vapor de água para remover monocamadas orgânicas e tornar a superfície da rocha hidrofílica. O equipamento utilizado foi o microCT da Australian National University (ANU). A resolução espacial utilizada alcançou valores de até 3 μm . As imagens obtidas eram compostas de 2048 x 2048 x 2048 voxels. As amostras foram medidas a diferentes saturações de água. Iodeto de Césio (CsI), a proporção de 0,1 M, foi utilizado como realçador de contraste. A infiltração foi forçada a vácuo e a drenagem realizada a 110 °C. Imagens 2D das amostras são apresentadas a diferentes estágios de saturação, assim como, a distribuição da fase molhante ao longo da amostra para um dado caso de saturação. Resultados são apresentados para saturação da fase não molhante e de gás residual em uma amostra de dolomita e uma de arenito.

Landry, C. J., Karpyn, Z. T. e Piri, M. (2011) utilizaram a microtomografia de raios X para obter os perfis de saturação temporal e espacial e as áreas de superfície e interfaciais para ciclos de drenagem e embebição usando amostras com diferentes características de molhamento, mas estruturas similares de poro. Amostras de contas de acrílico ou de vidro foram utilizadas em conjunto com querosene e solução água-NaI (6 %). As amostras foram pré-saturada com a solução para posteriores ciclos de embebição, a partir de seu topo, com querosene e drenagem por meio da injeção da solução através da base da amostra. A resolução utilizada foi de 0,0259 x 0,0259 x 0,0274 mm (sendo 0,0274 mm a espessura da seção transversal). Os perfis de saturação de três embebições e uma drenagem são mostrados para a amostra de acrílico e os perfis de uma embebição e uma drenagem são mostrados para a amostra de vidro. As áreas de superfícies molhantes e não molhantes são apresentadas para cada processo realizado. As áreas específicas dos meniscos são mostradas para as duas amostras e em três processos de embebição e um de drenagem. Os autores não

apresentaram imagens 2D ou 3D representativas da visualização das amostras contendo as fases fluidas. Também não são apresentadas as características do microtomógrafo utilizado.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 Radiação Eletromagnética

A radiação eletromagnética tem um comportamento dual, atuando como uma onda em certas circunstâncias e como partícula em outras. É formada por fótons (quantum de radiação) que carregam consigo momento e energia definidos, obedecem a fenômenos de interferência e difração, e possuem massa nula (EISBERG & RESNICK, 1979).

Para o tipo de estudo realizado neste trabalho, a radiação eletromagnética é a mais recomendada devido a seu alto poder de penetração.

3.1.1 Raios X

Os raios X são ondas eletromagnéticas, exatamente como os raios gama, diferindo apenas quanto à origem, pois os raios gama se originam dentro do núcleo atômico. Os principais processos de interação com a matéria, para esse tipo de radiação, são o efeito fotoelétrico e os espalhamentos Compton, Rayleigh e Thomson.

A radiação X é formada na eletrosfera de um átomo e é proveniente do rearranjo de elétrons em transições decorrentes nos diferentes níveis orbitais ocasionadas por perturbações ou absorção de energia. Ela pode ser formada também pelo fenômeno de freamento (*bremstrahlung*) de elétrons em tubos de raios X ou em outras situações equivalentes envolvendo partículas carregadas, neste caso sendo um espectro contínuo.

3.2 Interação da Radiação com a Matéria

A completa compreensão de como a radiação interage com a matéria é de fundamental importância. Na área médica, é relevante saber quais os danos que cada tipo de radiação pode causar quando em contato com o tecido do corpo. Já no caso da aplicabilidade das radiações eletromagnéticas para o estudo de materiais, faz-se necessário conhecer quais os fatores que influirão diretamente no quanto tal radiação é atenuada em uma dada amostra.

Um fator de grande importância é o contraste entre a intensidade do feixe de radiação incidente e o transmitido. Dessa maneira, torna-se de grande relevância a escolha de uma fonte adequada ao tipo de medida que se pretende desenvolver. Não é conveniente optar por uma fonte que conduza a muito alto contraste (fonte pouco energética) ou por uma de energia demasiadamente elevada para estudo de determinado material (baixo contraste). Ambos os casos conduziriam a estatísticas ruins dentro dos resultados das medidas.

A espessura da amostra também influi na atenuação do feixe de radiação. Cada tipo de amostra possui um valor, chamado “espessura ótima”, em que é otimizada a relação entre a transmissão e o espalhamento do feixe. O emprego de uma amostra com essa característica interfere na escolha dos tempos de medidas de modo a otimizá-los (MUDAHAR, 1985). O modo de calcular essa espessura é mostrado na equação (1):

$$d = aE \quad (1)$$

onde d representa a “espessura ótima”, a é uma constante (0,032 cm/keV) e E é a energia, em keV, da fonte empregada.

3.2.1 Efeito Fotoelétrico

O Efeito Fotoelétrico envolve a absorção de toda a energia de um fóton por um elétron atômico com a ejeção subsequente do elétron do átomo. A energia cinética do elétron ejetado é então:

$$T = h\nu - E_K \quad (2)$$

onde $h\nu$ é a energia do fóton incidente e E_K é a energia de ligação do elétron na camada K (LEO, 1993).

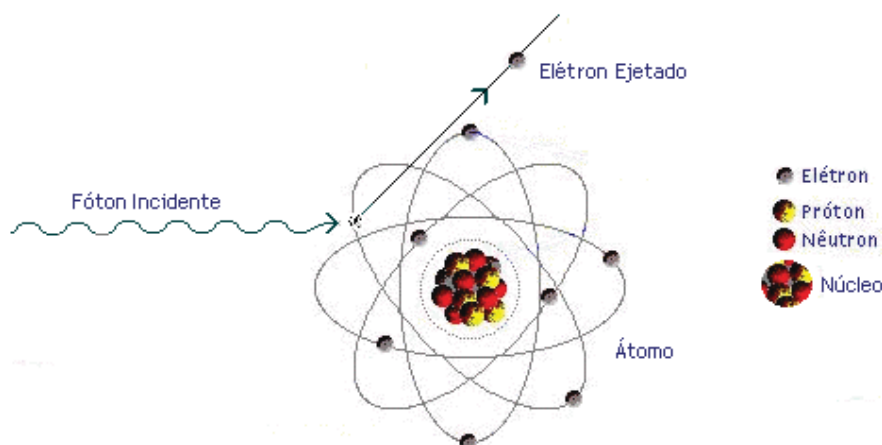


Figura 1. Efeito Fotoelétrico.

O efeito fotoelétrico ocorre, principalmente, com elétrons da camada K , que é a camada mais interna e que possui a maior energia de ligação. A ejeção do elétron dessa camada causa um rearranjo na eletrosfera, que ocasiona a emissão de raios X ou de elétron Auger, produzido pelo efeito fotoelétrico interno do átomo (KAPLAN, 1978, APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

A equação (3) mostra a seção de choque fotoelétrica ($\text{cm}^2/\text{átomo}$) para a camada K , a qual é responsável por 80% do efeito fotoelétrico (KAPLAN, 1978).

$${}_a\tau_K = \varphi_0 Z^5 \alpha^4 2^{5/2} (mc^2/h\nu)^{7/2} \quad (3)$$

onde ${}_a\tau_K$ é a seção de choque da absorção fotoelétrica para a camada K ; $\varphi_0 = 2,67\pi r_0^2$ onde $r_0 = e^2/mc^2$ é o raio clássico do elétron; α é a constante de estrutura fina ($\alpha = 1/137 = 2\pi e^2/hc$); mc^2 é a energia de repouso do elétron, e $h\nu$ é a energia do fóton incidente.

3.2.2 Efeito Compton

O fóton incidente sofre espalhamento inelástico na interação com elétrons pouco ligados ou livres. Na matéria, os elétrons estão ligados, entretanto, se a energia do fóton é alta em relação à energia de ligação, esta última energia pode ser ignorada e os elétrons podem ser considerados como essencialmente livres. Os elétrons são ejetados com uma dada energia cinética e o fóton é espalhado com energia menor que a incidente (LEO, 1993, APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

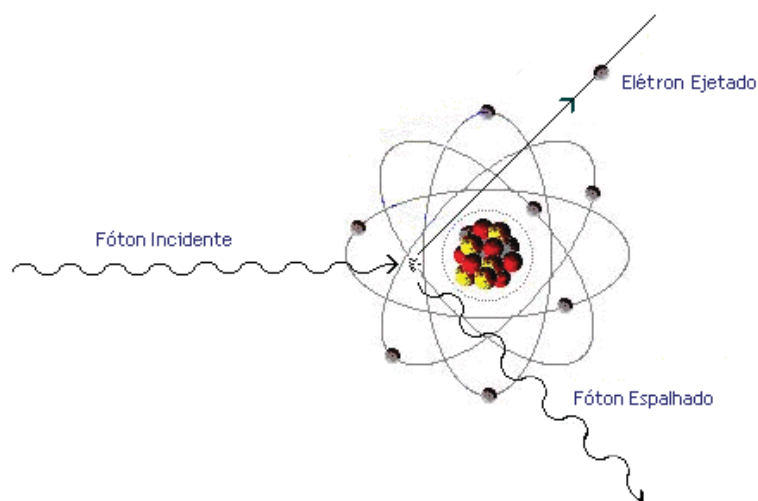


Figura 2. Efeito Compton.

As energias dos fótons, incidente e espalhado, são representadas como:

$$E = h\nu \quad (4)$$

$$E' = \frac{E}{1 + \alpha(1 - \cos\theta)} \quad (5)$$

onde E é a energia do fóton incidente; E' é a energia do fóton espalhado, e $\alpha = h\nu/m_0c^2$.

A equação (6) mostra a seção de choque total ($\text{cm}^2/\text{átomo}$) do espalhamento Compton, onde se pode notar que a dependência do número atômico Z é linear (KAPLAN, 1978).

$$\sigma_c = 2Z\pi r_0^2 \left\{ \frac{1+\alpha}{\alpha^2} \left[\frac{2(1+\alpha)}{1+2\alpha} - \frac{1}{\alpha} \ln(1+2\alpha) \right] + \frac{1}{2\alpha} \ln(1+2\alpha) - \frac{1+3\alpha}{(1+2\alpha)^2} \right\} \quad (6)$$

onde $\alpha = h\nu/mc^2$, $h\nu$ é a energia do fóton incidente, m é a massa do elétron, $r_0 = e^2/mc^2$ e Z é o número atômico.

3.2.3 Espalhamento Rayleigh

O espalhamento elástico, também conhecido como coerente, é o processo em que o fóton incidente sofre apenas um desvio da sua trajetória inicial ao interagir com o campo dos elétrons ligados. Neste processo, todos os elétrons no átomo participam de maneira coerente. Há apenas uma mudança no momento linear do fóton, mas sua energia inicial é conservada (HUBBELL, GIMM E OVERBO, 1980, LEO, 1993, APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

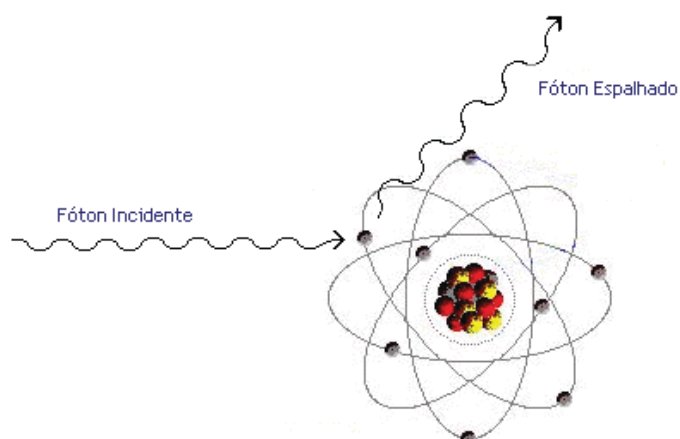


Figura 3. Espalhamento Rayleigh.

A equação (7) mostra a dependência da seção de choque ($\text{cm}^2/\text{átomo}$) com o número atômico (KAPLAN, 1978).

$$d\sigma_R = r_0 |f_\theta|^2 \frac{1 + \cos^2 \theta}{2} d\Omega \quad (7)$$

onde f_θ é o fator de espalhamento atômico; $d\Omega$ é o ângulo sólido na direção de θ . Para comprimento de onda (λ) grande, $f_\theta \rightarrow Z$.

3.2.4 Espalhamento Thomson

O espalhamento Thomson ocorre quando um fóton interage elasticamente com o campo dos elétrons do material fazendo-os oscilarem. Esta oscilação irradia uma nova onda na mesma fase e frequência da onda da radiação incidente. A energia inicial do fóton é conservada com mudança no seu momento linear (BURCHAM, 1974, APPOLONI e MELQUIÁDES, 1997).

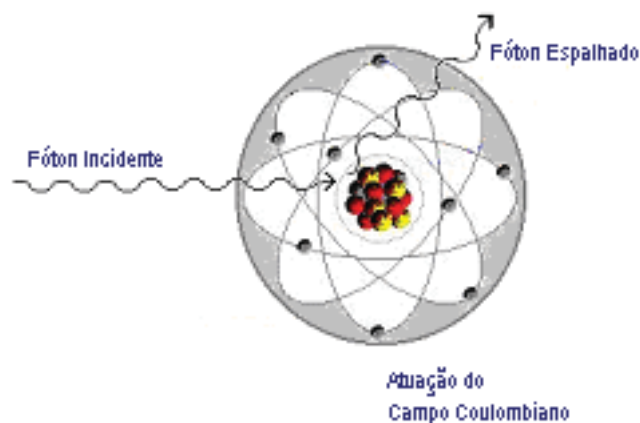


Figura 4. Espalhamento Thomson.

A seção de choque ($\text{cm}^2/\text{átomo}$) do espalhamento Thomson é dada pela equação (8) (KAPLAN, 1978).

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

onde: $r_0 = e^2/mc^2$.

3.2.5 Formação de Pares

A formação ou produção de pares é o evento em que na interação do fóton com o campo Coulombiano do núcleo do átomo, há uma conversão total da energia do fóton em massa de repouso e energia cinética de partículas. Ocorre a criação de um par elétron-pósitron, de acordo com a fórmula de equivalência de Einstein ($E = mc^2$). A energia $2m_0c^2 = 1,02 \text{ MeV}$ é limiar para o processo, sendo esta a energia da massa de repouso necessária para criar o par de partículas (APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

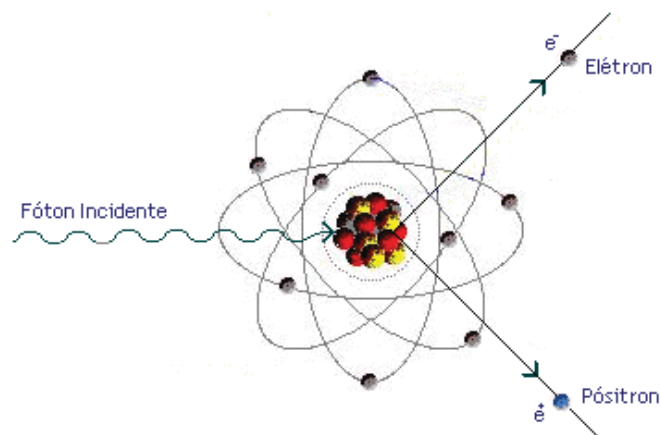


Figura 5. Formação de Pares.

O pósitron é uma partícula com as mesmas características do elétron, a não ser pela sua carga de sinal oposto e momento magnético contrário.

Este processo de interação, apesar de importante, só ocorre com probabilidade apreciável quando se usa feixes de radiação com fótons de energia bem maior que 1,02 MeV (radiação gama ou X).

A seção de choque ($\text{cm}^2/\text{átomo}$) para a produção de um pósitron de energia cinética T_+ é dado pela equação (KAPLAN, 1978).

$$d\sigma_p = \frac{\sigma_0 Z^2 P}{h\nu - 2mc^2} dT_+ \quad (9)$$

onde: $\sigma_0 = 5,8 \cdot 10^{-32} \text{ m}^2$, e $P = p(h\nu, Z)$.

3.3. Coeficiente de Atenuação

Os processos mais significativos, no que diz respeito à interação de um fóton de baixa energia pela matéria, são o Espalhamento Elástico (Rayleigh e Thomson), Efeito Fotoelétrico, o Espalhamento Compton e a Produção de Pares (APPOLONI e MELQUÍADES, 1997). Então, a probabilidade total da interação de um fóton na matéria é a soma das seções de choque individuais para tais efeitos:

$$\sigma = \sigma_R + \sigma_F + \sigma_P + Z\sigma_C \quad (10)$$

onde σ_R , σ_F , σ_P e σ_C representam as seções de choque para o Espalhamento Elástico, Efeito Fotoelétrico, Produção de Pares e Espalhamento Compton, respectivamente, e Z é o número atômico do material alvo. Multiplicando σ pela densidade de átomos, N , obtém-se a probabilidade por unidade de comprimento para uma interação (LEO, 1993):

$$\mu = N(\sigma_R + \sigma_T + \sigma_P) + ZN\sigma_C \quad (11)$$

A probabilidade fornecida pela equação (11) é mais comumente conhecida como o coeficiente de absorção total e é o inverso do livre caminho médio de um fóton (LEO, 1993).

A Figura 6 apresenta o gráfico do coeficiente de absorção *versus* energia para o Pb (chumbo), mostrando a evolução dos três processos em função da energia.

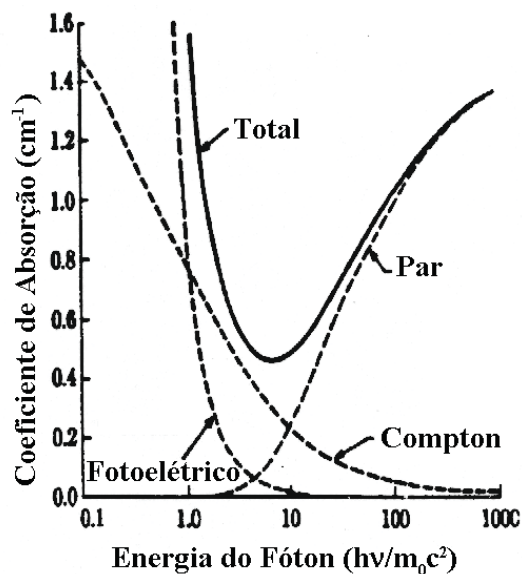


Figura 6. Coeficiente de absorção total do chumbo, mostrando as contribuições da absorção fotoelétrica, espalhamento Compton e formação de pares (extraído de KAPLAN, 1978).

A Figura 7 apresenta o gráfico do coeficiente de absorção total *versus* energia, para o ^{82}Pb , ^{50}Sn , ^{29}Cu e ^{13}Al .

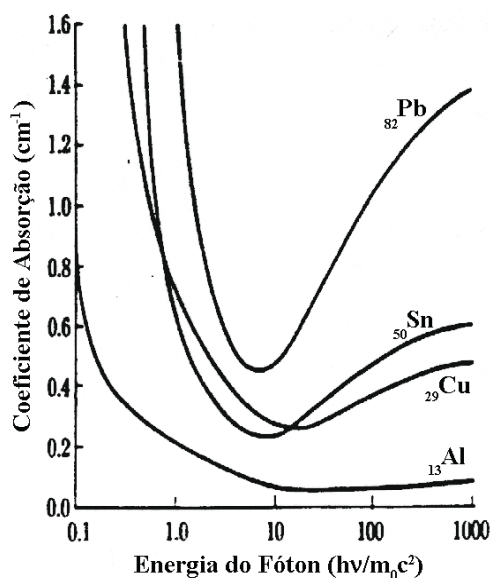


Figura 7. Coeficientes de absorção total do Al, Cu, Sn e Pb (extraído de KAPLAN, 1978).

3.3.1 Coeficientes de Atenuação Linear e de Massa

A passagem da radiação eletromagnética através da matéria se caracteriza por uma absorção exponencial e é descrita pela seguinte lei de atenuação:

$$I = I_0 e^{-\mu'x} \quad (12)$$

onde x representa a espessura do material usado como amostra (cm), μ' o coeficiente de atenuação linear (cm^{-1}), I_0 é a intensidade do feixe incidente na amostra e I é a intensidade do feixe emergente da amostra. As intensidades são dadas em contagens por unidade de tempo. O coeficiente de atenuação linear μ' , que aparece na equação (12), pode ser definido como:

$$\mu' = \mu\rho \quad (13)$$

onde μ é o coeficiente de atenuação de massa (cm^2/g), e ρ é a densidade volumétrica da amostra (g/cm^3).

3.4 Microtomografia de Raios X

A microtomografia computadorizada de raios X (μ -CT) é um método de inspeção que provê imagens transversais detalhadas da região interna de materiais. Tais imagens provêm da reconstrução de uma sucessão de raios X, também chamados de projeções, de um dado volume da amostra. Cada projeção efetuada é um mapeamento do coeficiente de atenuação linear através da região por onde o feixe de raios X foi transmitido. Esta técnica é aplicada para amostras de pequenas dimensões e alcança alta qualidade de resolução espacial ($\sim 1\mu\text{m}$).

A microtomografia de raios X é uma versão otimizada do CAT (*Computed Axial Tomography*), que é uma metodologia tomográfica usada em diagnósticos médicos,

baseada na tomada de dados a partir da translação de fonte e detector em torno de um paciente (TESEI et al. 2005). Esta é aplicada a amostras de pequenas dimensões e alcança baixa qualidade de resolução espacial.

Em um sistema tomográfico, o mapeamento da estrutura interna tomada pela atenuação da radiação proveniente de uma fonte de raios X é adquirido por uma câmera CCD (*charge-coupled devices*), que é um arranjo bi-dimensional de detectores, geralmente de Silício.

Os microtomógrafos computadorizados fazem a reconstrução completa da região escaneada na forma de uma imagem 3D a partir do empilhamento de seções 2D da mesma. As seções 2D são provenientes da aplicação de um algoritmo de reconstrução no conjunto de projeções tomadas da amostra. Cada projeção é realizada com a exposição de um volume da amostra ao feixe de radiação durante um tempo pré-estabelecido. O número de projeções obtido depende do intervalo angular selecionado, 0° a 360° ou de 0° a 180° , e do passo angular entre duas exposições consecutivas.

A análise das seções 2D torna possível a determinação dos parâmetros estruturais do material em questão, e até uma reconstrução matemática de um modelo 3D da amostra. O modelo 3D tem as mesmas características da amostra, porém não é igual em formatos internos (matriz e poros), e é usado para simulações computacionais. Para este tipo de análise é necessária a utilização de softwares adequados de tratamento de imagens. As fontes irradiadoras de raios X, empregadas em sistemas microtomográficos, podem ser tubos convencionais de raios X ou radiação síncrotron. A diferença entre as duas fontes está no tempo de aquisição de dados e resolução de imagens adquiridas. Tubos de raios X requerem alto tempo de exposição e atingem resoluções menores que as alcançadas com o uso de aceleradores síncrotron com um baixo tempo de medidas (PHILLIPS & LANNUTTI, 1997). Entretanto, equipamentos microtomográficos modernos que usam tubos de raios X como fonte estão sendo cada vez mais aperfeiçoados e atingindo resoluções de imagens da ordem de $< 1 \mu\text{m}$ com tempo de exposição cada vez mais otimizados.

Além disso, a técnica é confiável e rápida na aquisição de dados e pode ser considerada não destrutiva, conforme seja a resolução de imagens necessária. Já análise das imagens depende do software de processamento de imagens e do operador que analisa os dados.

3.4.1 Arranjos de Sistemas Tomográficos

Os sistemas tomográficos vêm sendo pesquisados e aperfeiçoados no decorrer dos anos. As mudanças ocorreram, principalmente, na qualidade dos detectores, fonte de radiação e equipamentos computacionais. Algumas alterações ocorreram também no arranjo e forma de movimentação do sistema fonte-detector dos tomógrafos. Estas diferenciações são tratadas por “gerações”, como se segue:

Primeira geração: esta configuração utilizava apenas um detector que era transladado em conjunto com a fonte de raios X de forma a adquirir uma projeção. Em seguida, o sistema era girado de um pequeno incremento angular. O processo de translação era então repetido para obter a projeção seguinte. O feixe de raios X da primeira geração é chamado de *pencil beam* (feixe em forma de lápis).

Segunda geração: neste caso, vários detectores são dispostos de forma linear. Esta geometria é chamada de feixe em leque estreito (*narrow fan beam*). O feixe de raios X em leque possui abertura de 3° a 10° . Nesta configuração, o conjunto de detectores realiza várias medidas simultaneamente. Mas ainda são necessários movimentos de translação e rotação para varrer toda a extensão do objeto.

Terceira geração: esta configuração utiliza um número maior de detectores, de maneira a cobrir toda a seção transversal do objeto em análise. A terceira geração requer apenas passos angulares para a coleta de dados.

Quarta geração: esta é composta por uma circunferência de detectores, com a fonte de raios X colocada no seu interior. Assim, basta rotacionar a fonte ao redor do objeto (ou, quando possível, deixar a fonte fixa e rotacionar apenas o objeto) para coletar os dados. A vantagem de empregar esse arranjo circular de detectores, em comparação com o arranjo da terceira geração de tomógrafos, é que, para cada posição da fonte, um conjunto diferente de detectores realiza a aquisição do feixe transmitido através do objeto. Desta forma,

se um detector estiver em mau funcionamento ou não estiver funcionando sua contribuição não aparecerá na forma de um artefato nas imagens reconstruídas.

Quinta geração: neste sistema que foi proposto em 1985, não existem partes móveis e a fonte de raios X foi substituída por quatro alvos de tungstênio em forma de anel ($\sim 210^\circ$) que são atingidos por um feixe de elétrons, colimado e posicionado por um campo eletromagnético. A desaceleração dos elétrons nos alvos produz os raios X, os quais são atenuados após serem transmitidos através da amostra e registrados por um conjunto de detectores de estado sólido.

Sexta geração: é um sistema helicoidal que permite obter imagens tridimensionais em um intervalo bastante reduzido em comparação às outras gerações. A opinião que se faz em relação ao mais recente sistema tomográfico é que o mesmo pode ser considerado de sexta geração por integrar as características das fontes e detectores dos sistemas de terceira a quinta geração com a nova geometria helicoidal, onde o paciente ou objeto a ser tomografado translada enquanto o sistema tubo-detector o circula. Este procedimento requer que o algoritmo de reconstrução seja alterado para considerar o traçado helicoidal.

Existem diferentes formas de irradiação que provêm feixes de diferentes formatos, como o paralelo, que é pouco usado pela difícil operação e colimação do sistema, porém gera boas resoluções de imagens, e o feixe cônico, amplamente usado por não apresentar as dificuldades encontradas no sistema de feixe paralelo, mas que perde um pouco na resolução. O arranjo utilizado em nosso trabalho foi o tomógrafo de terceira geração com feixe cônico, também conhecido como “*cone beam*”. A diferença é que, neste caso, o conjunto amostra-detector fica fixo para dar lugar à rotação da amostra.

3.4.2 Aquisição dos Dados

A aquisição dos dados microtomográficos é feita pela câmera CCD (*Charge Coupled Device*), que é formada por um conjunto de sensores, chamados fotocélulas, muito

mais sensível à luz que os filmes convencionais, arranjados em uma matriz de linhas e colunas.

Algumas câmeras CCD's são sensíveis a luz visível, desta forma, faz-se necessário a utilização de um intensificador de imagem (cintilador), que tem como função principal a conversão dos fótons de raios X em fótons de luz visível. Posteriormente, esta luz visível chega aos sensores da câmera CCD, onde é convertida em uma corrente de elétrons que é proporcional a intensidade de luz incidente em cada sensor. Esta corrente produz um sinal analógico que será amplificado e convertido, pelo conversor analógico/digital, em um sinal digital. Este sinal digital é então interpretado e/ou gravado no computador em forma de uma imagem digital bidimensional de valores de níveis de cinza (dentro do intervalo de 0 a 255). A Figura 8 representa as etapas descritas acima. Câmeras mais modernas são sensíveis a raios X e não necessitam do intensificador de imagens.

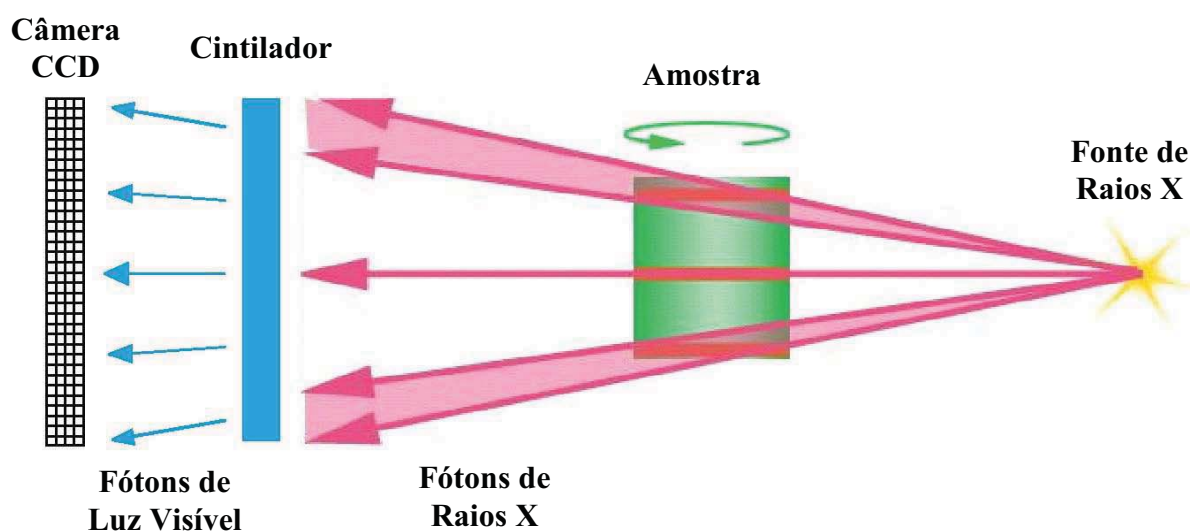


Figura 8. Representação esquemática desde a emissão até a detecção dos fótons pela câmera CCD.

3.4.3 Algoritmo de Reconstrução de Imagens

O método de obtenção de imagens tomográficas adotado é chamado de “Retroprojeção Filtrada”. Esse método consiste em obter uma solução aproximada

considerando que a atenuação do feixe é uniforme sobre todo o trajeto do raio no interior da amostra, de forma que a atenuação calculada é proporcional à atenuação medida.

O feixe é considerado como uma linha que atravessa a amostra e, dessa forma, o objeto é modelado a partir de uma distribuição da atenuação dos raios X ao longo desta linha. A integral sobre esta linha representa a atenuação total sofrida pelo feixe que atravessa o objeto.

A projeção é formada pela combinação de um arranjo de integrais de linha de uma coleção de raios paralelos denotada por $P_{\theta}(t)$ para um θ constante, como se pode observar na Figura 9.

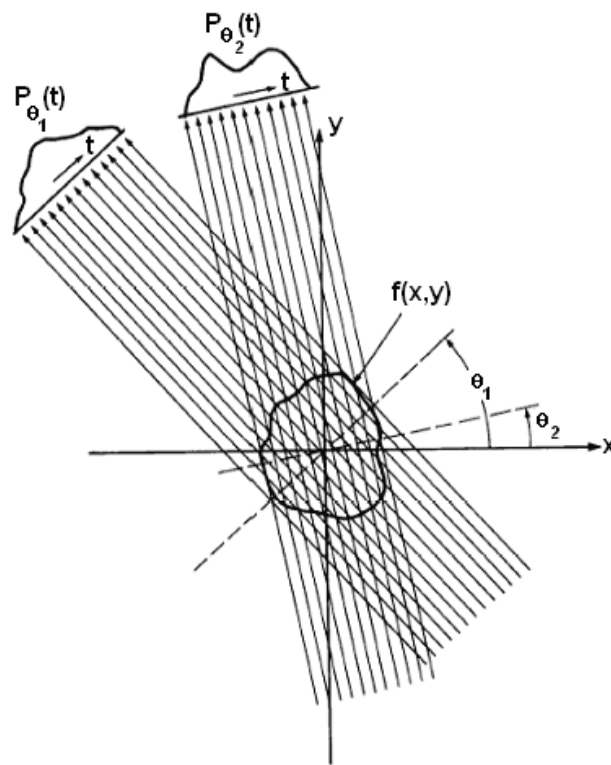


Figura 9. Projeções paralelas dadas pelo arranjo de raios paralelos para diferentes ângulos.

Onde:

$$P_{\theta}(t) = \int_{(\theta,t)} f(x,y) ds \quad (14)$$

em que $f(x,y)$ representa uma função bidimensional em cada integral de linha dos parâmetros (θ,t) . A equação utilizada pelo algoritmo, adotada para rotações de 0° a 180° está relacionada abaixo:

$$f(x,y) = \int_0^\pi Q_\theta(x \cos \theta + y \sin \theta) d\theta \quad (15)$$

onde:

$$Q_\theta(t) = \int_{-\infty}^{\infty} S_\theta(w) |w| \exp(j2\pi wt) dw \quad (16)$$

e $S_\theta(w)$ é a transformada unidimensional de Fourier da projeção $P_\theta(t)$, que é igual a uma transformada de uma fatia bidimensional do objeto original.

Para rotações de 0° a 360° , o limite inferior de integração da equação (15) deve permanecer 0 e o superior deve ser alterado para 2π .

No caso em que sistemas tomográficos empregam feixe cônico de radiação, como foi adotado neste trabalho, não se pode trabalhar com a função $f(x,y)$ como está descrita na equação (15), que é usada para feixes paralelos. Uma modificação no seu formato deve ser realizada para se obter o algoritmo de projeção adequado.

Existem dois tipos de arranjos instrumentais para o feixe cônico, também conhecido como “feixe em leque”. A diferença está no formato do detector e como neles incidem as linhas (feixe) de radiação.

A Figura 10 mostra o exemplo em que o arranjo de detectores é montado formando um arco, as linhas de radiação incidem com espaçamentos D iguais. Pode-se notar no arranjo da Figura 11 que as linhas de radiação chegam aos detectores com espaçamentos diferentes devido ao seu arranjo em formato plano.

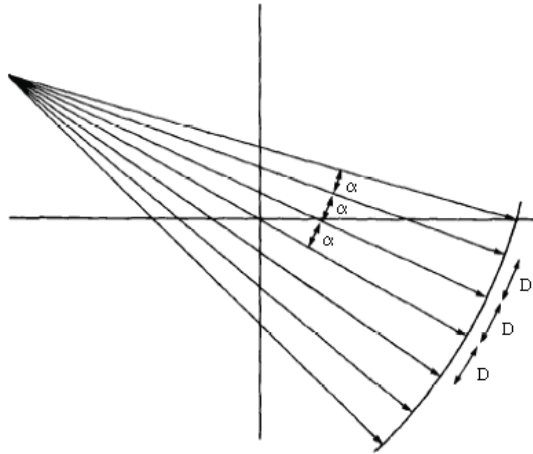


Figura 10. Arranjo tomográfico com detectores alinhados na forma de um semicírculo.

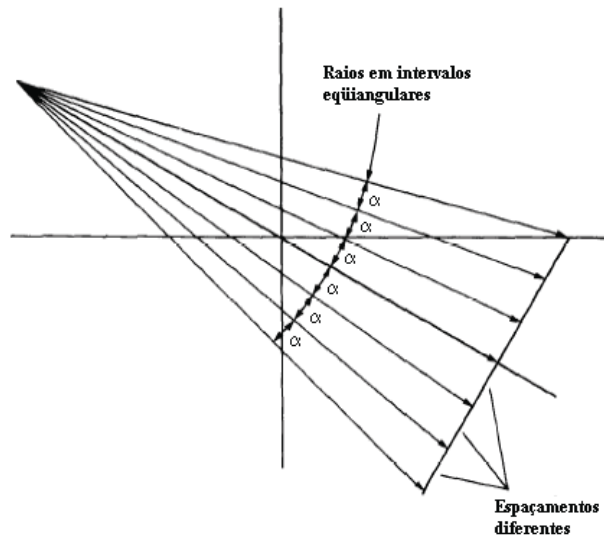


Figura 11. Arranjo tomográfico com mesmo ângulo entre as linhas de radiação incidente e com espaçamentos diferentes de chegada aos detectores.

Para se obter projeções com feixe em leque, a função $f(x,y)$ tem que ser dada em coordenadas polares $f(r,\phi)$, que de acordo com a Figura 12 sofre as seguintes transformações:

$$x = r \cos \phi \quad \text{e} \quad y = r \sin \phi \quad (17)$$

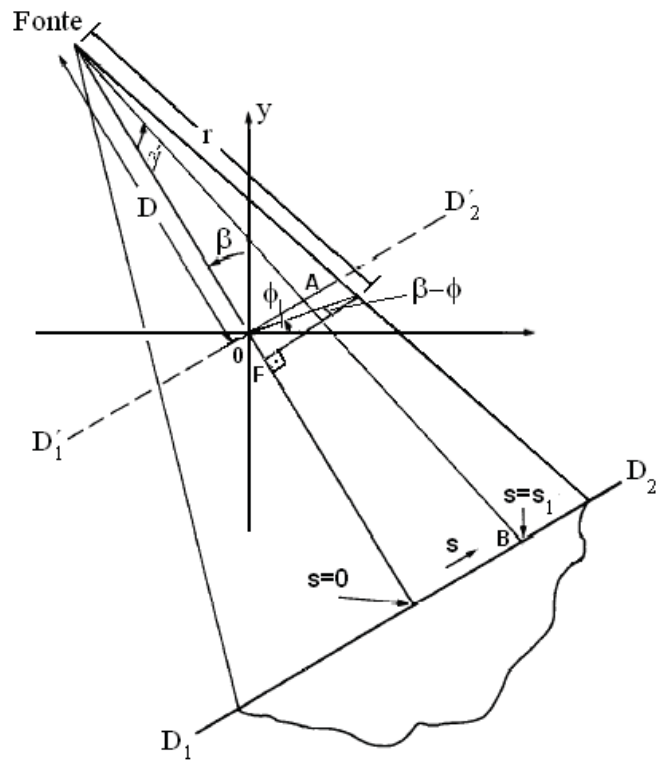


Figura 12. Ilustração para auxílio na transformação das coordenadas cartesianas em polares.

Para simplificar e ter uma melhor visualização, vamos considerar na Figura 13 o detector imaginário D_1D_2 , que passa pela origem, e as seguintes transformações que se seguem:

$$\begin{aligned}
 t &= s \cos \gamma & \theta &= \beta + \gamma \\
 t &= \frac{sD}{\sqrt{D^2 + s^2}} & \theta &= \beta + \tan^{-1} \frac{s}{D}
 \end{aligned}
 \tag{18}$$

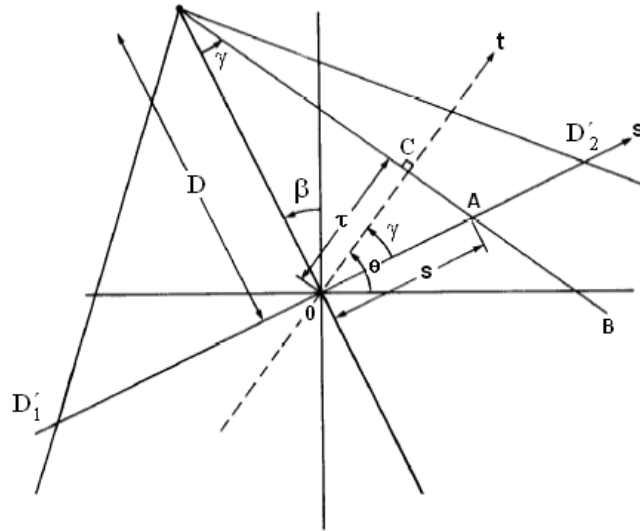


Figura 13. Parâmetros usados no algoritmo de reconstrução de imagem.

Agora a função $f(r, \phi)$, com auxílio das relações descritas em (18) e com algumas transformações matemáticas, pode ser escrita como:

$$f(r, \phi) = \frac{1}{2} \int_{-\tan^{-1}(S_m/D)}^{2\pi - \tan^{-1}(S_m/D)} \int_{-S_m}^{S_m} P_{\beta+\gamma} \left(\frac{sD}{\sqrt{D^2 + s^2}} \right) \cdot h \left[r \cos(\beta + \tan^{-1}(s/D) - \phi) \right] \frac{D^3}{(D^2 + s^2)^2} ds d\beta \quad (19)$$

onde s_m é o maior valor de s em cada projeção que corresponde a t_m em projeções paralelas, e a expressão $P_{\beta+\gamma}(sD/(D^2+s^2)^{1/2})$ corresponde à integral do raio SA na projeção paralela $P_{\theta}(t)$.

A equação (19) está descrita para rotações de 0° a 360° , sua solução não é trivial e pode ser vista em detalhes no terceiro capítulo de (KAK & SLANEY, 1999 e NAIME, 2001).

3.4.4 Imagens em Níveis de Cinza

O processo de discretização da informação de cor em imagens é denominado de quantização. Após a quantização, uma imagem é formada por um conjunto de

cores. A maneira como cada cor será vista em uma imagem depende do número de bits utilizado em sua representação. Uma imagem com m bits suporta 2^m níveis de cores. Três tipos de imagens são mais comuns de serem trabalhados: binária, tons de cinza e colorida. Uma imagem binária ($m = 1$) possui 2 cores, preto (0) e branco (1), normalmente. Uma imagem em tons de cinza possui, geralmente, 8 bits ($m = 8$) e suporta 256 níveis de cores, 254 entre o preto (0) e o branco (255). A imagem colorida é, geralmente, uma imagem de 24 bits e suporta, aproximadamente, 16,7 milhões de cores (BUENO, 2008). Neste trabalho foram utilizadas imagens em tons de cinza e binária.

Uma informação importante a se lembrar é que, em microtomografia de raios X, uma imagem, por exemplo, bidimensional, representa a distribuição, também bidimensional, do coeficiente de atenuação linear do material em cada ponto. Comumente, regiões mais claras de uma imagem representam zonas com coeficientes de atenuação maiores (ou zonas mais densas) e regiões mais escuras correspondem a zonas de menor atenuação (ou zonas menos densas). A Figura 14 mostra o exemplo de uma imagem onde a seta A exemplifica uma região de maior atenuação e a seta B uma região de menor atenuação, a qual neste caso é um poro. As demais regiões são responsáveis por atenuações intermediárias.

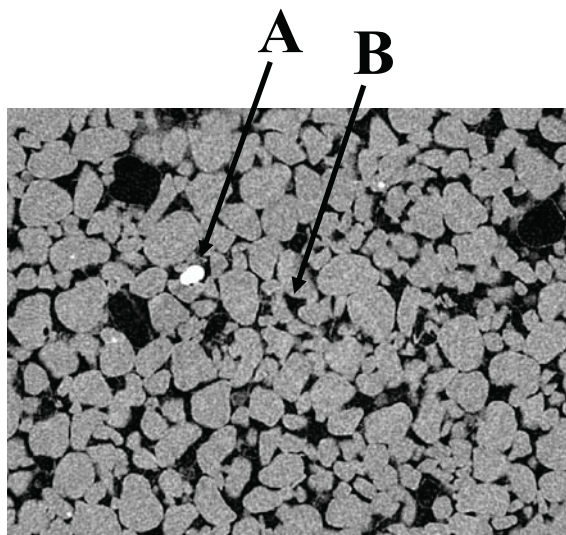


Figura 14. Detalhe de uma imagem 2D de uma amostra de arenito Botucatu identificando regiões de máxima (seta A) e mínima atenuação do feixe (seta B) durante aquisição das projeções.

3.4.5 Caracterização Geométrica

Uma imagem digital é caracterizada por elementos de área ou de volume, dependendo se a imagem é bi ou tridimensional. Um pixel é o menor elemento de área que caracteriza uma imagem digital bidimensional. Em uma imagem microtomográfica ele é a representação, em tons de cinza, do coeficiente de atenuação das porções da amostra (dispostas em linha) por onde o feixe de raios X passou. As dimensões de um pixel são definidas pela resolução espacial empregada. Por isso, quanto melhor a resolução, maior a quantidade e menor a área dos pixels que formam uma imagem. Um voxel, similarmente ao pixel, é o menor elemento de volume que caracteriza uma imagem digital tridimensional. Uma representação esquemática destes dois elementos é mostrada na Figura 15.

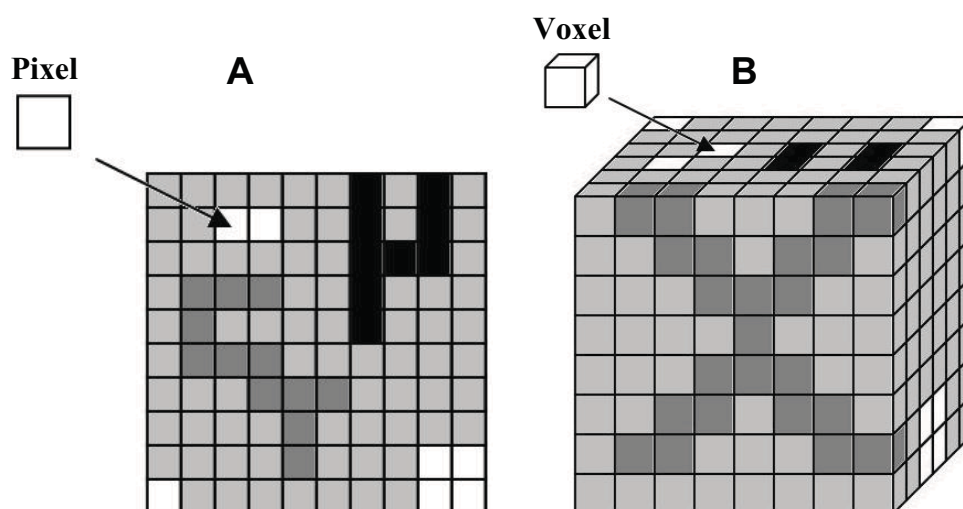


Figura 15. (A) Imagem bidimensional formada por elementos de área e (B) Imagem tridimensional caracterizada por elementos de volume.

O meio poroso, representado em uma imagem microtomográfica 2D binária, pode ser caracterizado pela função de fase de poro $Z(x)$ (IMAGO®, Manual Científico, Versão 2.1.4, 2002):

$$Z(\mathbf{x}) = \begin{cases} 1 & \text{quando } \mathbf{x} \text{ pertence ao espaço poroso} \\ 0 & \text{quando não pertence} \end{cases} \quad (20)$$

onde \mathbf{x} é a posição em relação a uma origem arbitrária. A porosidade é definida pela média estatística (denotadas por $\langle \rangle$), como se segue:

$$\phi = \langle Z(\mathbf{x}) \rangle \quad (21)$$

Quando o meio é homogêneo os parâmetros estatísticos independem de \mathbf{x} , assim a porosidade é constante.

A morfologia matemática visa descrever a forma de objetos contidos em uma imagem binária, comparando os objetos de interesse (poros ou grãos, por exemplo) a outro de forma e métrica conhecidas, para tal faz-se o uso de “elementos estruturantes”. Estes elementos possuem métricas diferentes da Métrica Euclidiana, por exemplo, as Métricas D_4 , D_8 ou D_{3-4} . As métricas citadas prescrevem a conexão entre um pixel aleatório de interesse e sua vizinhança. Dessas, foi utilizada a Métrica D_{3-4} , um octógono, para determinação da distribuição de tamanho de poros neste trabalho, pois apesar de ser muito diferente da métrica Euclidiana, é computacionalmente mais rápida. As dificuldades computacionais aumentam com a complexidade dos elementos estruturantes.

Na Figura 16, pode-se observar o formato que os elementos estruturantes assumem, cada qual relativo a sua métrica. Estes formatos assumidos são as formas relativas a discos euclidianos (ou em 3D, bolas euclidianas) no espaço discreto.

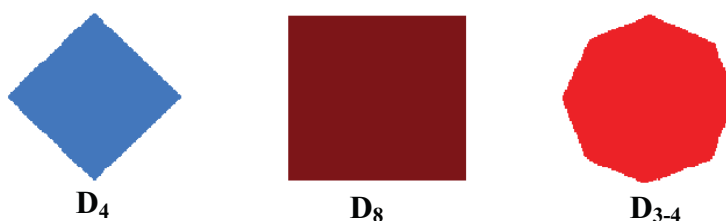


Figura 16. Forma que os elementos estruturantes assumem com o aumento do raio.

As operações de base da morfologia matemática para a determinação da distribuição de tamanho de poros são a erosão e a dilatação. A operação de erosão consiste em varrer todos os pixels da imagem com o pixel central de um elemento estruturante. O pixel da

imagem correspondente ao pixel central do elemento estruturante é conservado quando todo o elemento estruturante está contido na fase a ser erodida. Caso ao menos um pixel do elemento estruturante não esteja contido na fase em questão, o pixel correspondente ao pixel central do elemento estruturante é erodido na imagem. Na Figura 17 (A) os pixels coloridos representam a fase a ser erodida, e o resultado pode ser visto na imagem (B). A operação de dilatação é realizada também com a varredura de toda a imagem com o pixel central do elemento estruturante, e neste caso, quando o pixel central coincidir com um pixel da fase a ser dilatada, todos os pixels relativos ao elemento estruturante passam a ser também desta fase. Se esta operação for realizada sobre a Figura 17 (B), os pixels acrescentados serão os demarcados em vermelho na imagem (C), os pixels vermelhos e azuis da imagem resultante (C) fazem agora parte da mesma fase. Uma operação de abertura seria realizar uma operação de erosão seguida de uma operação de dilatação. Portanto, a imagem (C) na Figura 17 representa uma operação de abertura sobre a imagem (A).

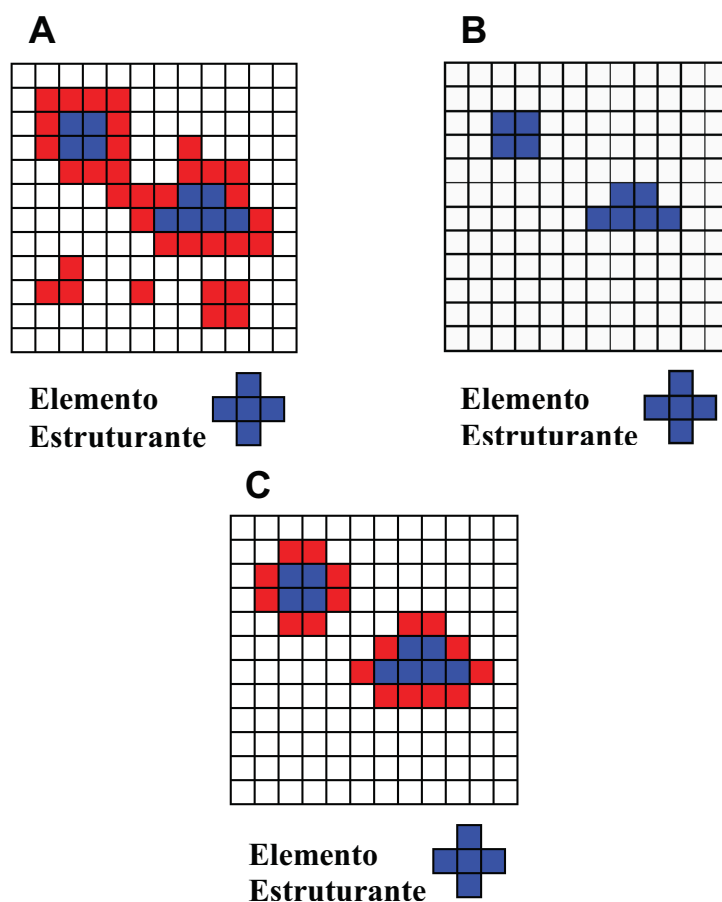


Figura 17. Operação de abertura. (A) imagem original com pixels coloridos representando a fase porosa, (B) resultado da operação de erosão na imagem A e (C) resultado da operação de dilatação na imagem B.

Para a determinação da distribuição dos tamanhos dos poros utiliza-se várias aberturas com uma seqüência de elementos estruturantes de raios crescentes, $\delta_1, \delta_2, \dots, \delta_{\max}$, onde δ_{\max} é tal que elimina todos os poros na operação de erosão.

A função de distribuição acumulada normalizada $F(X, \delta)$ será (KAK & SLANEY, 1999, LIANG et al, 1998):

$$F(X, \delta) = \frac{\text{Mes}(X) - \text{Mes}(T_{\delta}(X))}{\text{Mes}(X)} \quad (22)$$

onde Mes designa a medida segundo a unidade escolhida e T_{δ} é o conjunto obtido após a operação de abertura, composto pelos objetos de tamanho superior a δ .

Para a determinação da distribuição de poros em imagens binárias 2-D, a unidade de medida consiste na área superficial dos poros. Desta forma, a distribuição de tamanho de poros será dada por:

$$F(r) = \frac{\phi - \phi(r)}{\phi} \quad (23)$$

onde ϕ é a porosidade total da imagem de partida e $\phi(r)$ é a porosidade da imagem após a operação de abertura com um disco (elemento estruturante) de raio r .

A porosidade da imagem de partida, ou seja, a imagem sem a realização de operações, pode ser obtida através da razão entre o número de pixels pertencente à fase de poro pelo número de pixels total da imagem. Já a porosidade $\phi(r)$ é obtida com esse mesmo procedimento, porém após realizar operações sucessivas de abertura, aumentando o valor de r até o ponto em que toda a porosidade foi eliminada por essa operação.

3.4.6 Resolução de Imagens

A resolução espacial de uma imagem expressa qual é a dimensão mínima de uma determinada região que pode ser investigada com clareza pelo software analisador, ou seja, se a resolução espacial de uma tomografia for de 20 μm , por exemplo, então poros ou estruturas de matriz com tamanho menor que esta resolução não serão identificados pelo sistema.

Quanto melhor for a resolução espacial atingida, mais acurados serão os dados que poderão ser obtidos da amostra. Sistemas tomográficos modernos atingem resoluções que vão da ordem de μm até nm , dependendo basicamente do tamanho da amostra e geometria/qualidade do sistema de irradiação/detecção.

A resolução (R) da imagem tomográfica, que depende do tamanho do pixel no detector e do fator de magnificação (M), é descrita da seguinte maneira:

$$R = \frac{x}{M} \quad (24)$$

onde x é o tamanho de pixel em mm.

$$M = \frac{a+b}{a} \quad (25)$$

onde a é a distância fonte-amostra e b é a distância amostra-câmera CCD.

Os parâmetros fundamentais que permitem atingir melhores resoluções em uma determinada tomografia são as distâncias apresentadas na equação (25). Essas distâncias e conseqüentemente a resolução espacial para uma dada medida podem ser limitadas pelo tamanho da amostra. Portanto, uma melhor resolução é obtida para amostra com menor diâmetro. Para um microtomógrafo, a relação entre a menor resolução espacial e o tamanho da amostra é de $1:10^3$ a 10^4 .

Outra característica importante a ser avaliada é a resolução de contraste das imagens. Este fator está relacionado ao contraste mínimo (diferença mínima) entre coeficientes de atenuação linear de partes integrantes adjacentes na amostra, importante para quantificar pequenas variações na densidade da estrutura do material analisado (Appoloni e Cesareo, 1994). Este tipo de resolução depende diretamente da energia do feixe de raios X uma vez que um feixe demasiadamente energético pode ser transmitido completamente por algumas estruturas da matriz, o que diminuiria tal resolução. Mas ela também está relacionada com a intensidade do feixe, ou seja, o tempo de exposição, para uma mesma energia de feixe, também influencia na qualidade da resolução de contraste. Quanto mais intenso o feixe, maior o número de fótons que constituirão a projeção e, conseqüentemente, melhor a resolução de contraste, devido à diminuição do desvio estatístico. A Figura 18 mostra um claro exemplo de diferenças de resolução de contraste para uma mesma amostra. A pobreza de contraste obtido para a Figura 18 (B) transmite a importância de tal característica.

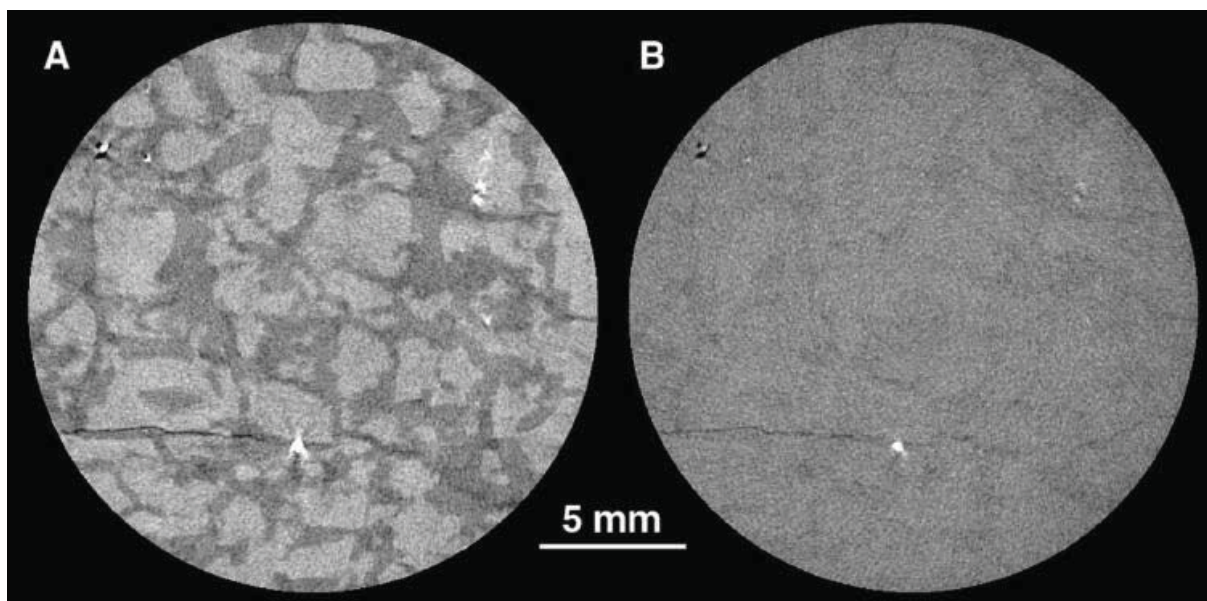


Figura 18. Granito escaneado a energia de raios X de (A) 100 keV e (B) 200 keV (KETCHAM & CARLSON, 2001).

3.4.7 Histograma de Níveis de Cinza

Uma imagem em níveis de cinza corresponde a uma representação onde cada pixel assume um valor no intervalo $[0, L-1]$ de Z , onde o valor 0 é associado ao preto, o valor $(L-1)$ corresponde ao branco, e os valores intermediários constituem um contínuo de tons de cinza. O caso mais freqüente corresponde a $L = 256$, sendo a imagem codificada em uma estrutura de dados 8 bits/pixel. A Figura 19 apresenta um exemplo de imagem e seu correspondente em níveis de cinza 8 bits/pixel (IMAGO®, Manual Científico, Versão 2.1.4, 2002).

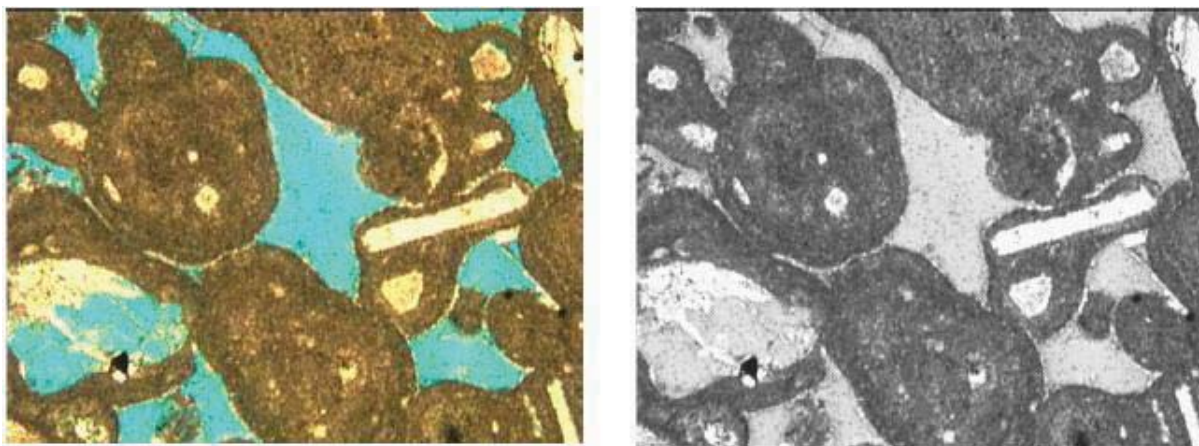


Figura 19. Exemplo de imagem colorida e sua conversão em níveis de cinza (IMAGO®, Manual Científico, Versão 2.1.4, 2002).

O histograma de uma imagem representa, para cada nível de intensidade (cinza), a fração do número de pixels com aquele nível. Ele indica como a imagem está distribuída dentro dos possíveis níveis. Se a imagem não está utilizando todos os níveis disponíveis, podemos alterá-los, para melhor uso. Este tipo de filtragem chama-se manipulação de histograma. Um exemplo de histograma de níveis de cinza é apresentado no item precedente.

3.4.8 Pré-Processamento e Binarização de Imagens

As técnicas de pré-processamento têm como objetivo transformar uma imagem original de forma que a imagem resultante seja mais adequada para um processamento específico posterior. Em geral, o que se diz “tornar uma imagem mais adequada” é uma questão de interpretação do usuário, sendo importante a sua experiência. Além disso, as técnicas não são universais, ou melhor, o mesmo limiar pode não produzir resultados satisfatórios para todo o conjunto de imagens considerado.

De um ponto de vista geral, podemos definir como segmentação o processamento que consiste em realizar a divisão de uma imagem em regiões homogêneas, de acordo com um critério estabelecido. De acordo com o critério, as regiões obtidas diferem entre si mais ou menos significativamente. Por uma região, entende-se um agrupamento

conexo de pixels com propriedades comuns, como intensidade de nível de cinza, textura, etc. que a diferencia de outras regiões.

Uma classe específica de ferramentas, bastante usuais em análise de imagens, são as ferramentas de segmentação binária, denominadas simplesmente de ferramentas de binarização.

Os métodos de binarização são frequentemente classificados em métodos globais e locais. Os métodos globais são geralmente baseados no histograma de níveis de cinza onde, através da adoção de um único valor de nível de cinza de corte, que opera em toda a imagem em consideração, separa as regiões de pretos e brancos. Os métodos locais adotam parâmetros que operam em regiões limitadas da imagem, variando de região para região da imagem.

Além disso, os métodos de binarização podem ser manuais ou automáticos, se exigem ou não a interferência do usuário para a decisão de parâmetros no seu processamento.

A binarização consiste em uma etapa fundamental na cadeia de processamento de imagens, uma vez que toda quantificação de parâmetros geométricos (por exemplo, a distribuição de tamanhos de poros em um dado material) dependerá da correta definição das regiões de pretos e brancos. Desta forma, a imagem binária obtida deve representar realisticamente a imagem original.

Um exemplo de aplicação é a binarização de imagens de microestruturas porosas para estudos de fase de fluido: para seu estudo, interessa a divisão da estrutura do material em dois tipos de regiões: as regiões associadas aos sólidos (não importando a sua composição química) e as regiões de vazios, os poros. Outro caso ilustrativo é o problema da determinação da distribuição de tamanhos de grãos: através de um processo de binarização podem ser detectados os contornos de grãos e as regiões interiores dos grãos, o que também pode ser realizado com poros.

Como mencionado nos parágrafos acima, a escolha do limiar de tons de cinza não é uma tarefa trivial. A escolha de um limiar acima ou abaixo do valor ideal para uma dada medida resulta, geralmente, em hiper ou subquantificação da fase selecionada, respectivamente. Portanto, tal escolha influenciaria direta e erroneamente tanto nos resultados qualitativos quanto nos quantitativos (MOREIRA, 2011 e MOREIRA et al, 2012).

A Figura 20 apresenta a janela utilizada, no *software* Imago, para a escolha do nível de cinza no processo de binarização.

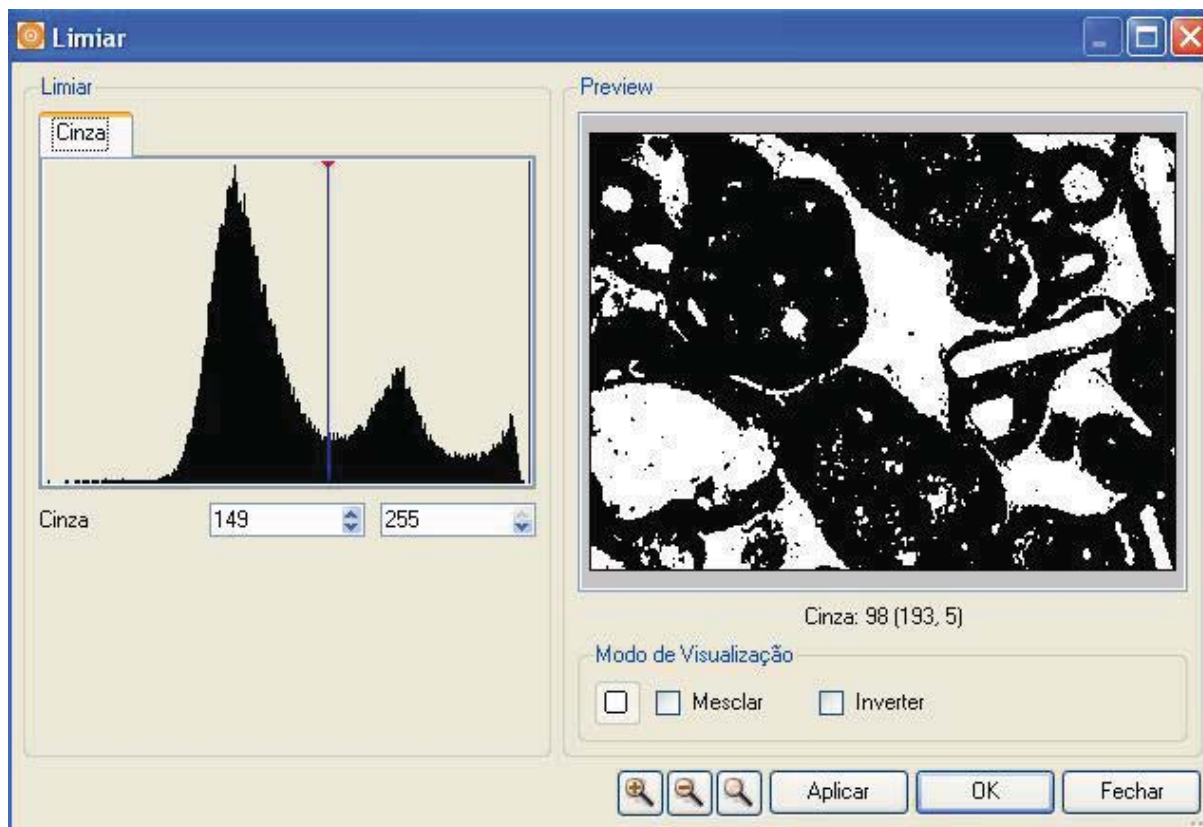


Figura 20. Janela de níveis de cinza utilizada para binarização da imagem em escala de cinza da Figura 19.

3.4.9 Artefatos e Efeito de Volume Parcial

Embora a resposta obtida com a tomografia computadorizada forneça a possibilidade de avaliação quantitativa, possíveis complicações podem fornecer dados problemáticos para análises quantitativas. Artefatos surgidos durante o escaneamento podem obscurecer detalhes de interesse, ou causar valores tomográficos falseados em diferentes partes de uma imagem. Efeitos de volume parcial, quando não precisamente descritos, podem levar a determinações errôneas de fatores de dimensões e frações do volume de determinados componentes.

3.4.9.1 *Beam Hardening*

Um artefato freqüentemente encontrado em imagens tomográficas é o chamado *beam hardening* ou endurecimento do feixe, que ocorre nas extremidades do material estudado tornando sua imagem mais clara que as regiões internas. Eles resultam do fato de raios X menos energéticos serem mais facilmente absorvidos que os mais energéticos. Dessa forma, o emprego de uma fonte policromática favorece a ocorrência deste artefato. Os raios X desse tipo de fonte têm a parte de energia mais baixa do espectro absorvida pelo material escaneado resultando no endurecimento e consagrando o nome deste efeito. O resultado final é um feixe que, embora diminuída sua intensidade global, tem uma energia média mais alta que o feixe incidente. Isto também significa que, à medida que o feixe passa através do objeto, o seu coeficiente de atenuação efetivo diminui. Em imagens de tomografia de raios X de materiais fortemente atenuantes, este processo geralmente se manifesta como um escurecimento artificial no centro, ao longo do trajeto longo, e um clareamento correspondente perto das extremidades (KETCHAM & CARLSON, 2001).

O *Beam hardening* pode ser um artefato danoso porque ele altera o nível de cinza de um material (ou poro) dependendo de sua localização na imagem. Uma medida que pode ser adotada é remover as extremidades da imagem e analisar apenas o centro. Mas este procedimento soluciona apenas as regiões mais afetadas. Porém como este artefato é contínuo, as regiões mais internas permanecerão possuindo tal defeito. Além disso, se a área da seção transversal muda de fatia para fatia, o grau do artefato de *beam hardening* também mudará, tornando a técnica propensa a erro.

Existem várias possibilidades de remediar o *beam hardening*, desde preparo da amostra e do escaneamento até processamento dos dados. A mais simples aproximação é usar um feixe de raios X que é energético o suficiente para assegurar que o *beam hardening* seja desprezível. Infelizmente muitas amostras são muito atenuantes e o *beam hardening* estará presente a menos que a amostra seja muito pequena. Além disso, o uso de um feixe muito energético causa problemas de contraste, tornando difícil distinguir os diferentes materiais contidos na amostra, fato que é representado pela Figura 21.

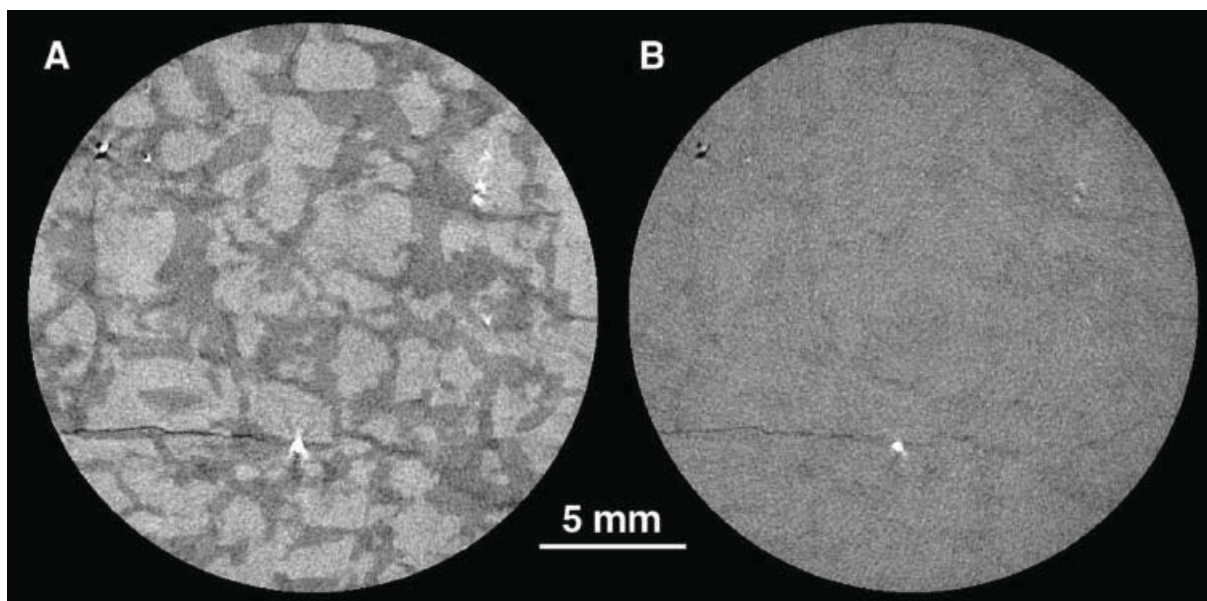


Figura 21. Granito escaneado a energia de raios X de (A) 100 keV e (B) 200 keV (KETCHAM & CARLSON, 2001).

Outra maneira de diminuir os efeitos do *beam hardening* é empregar filtro com o objetivo de pré ou pós absorver os raios X de menor energia. Os filtros são chapas ou placas de metal, como cobre ou alumínio, colocadas antes ou depois de o feixe passar pelo objeto. A desvantagem em filtrar o feixe é a ocorrência de degradação do sinal de raios X para todas as energias, levando a maiores ruídos na imagem, a menos que tempos de aquisição longos sejam usados. Este procedimento é, caracteristicamente, parcialmente efetivo. Outra estratégia é aplicar uma calibração de camada usando um material com propriedades atenuantes similares à do objeto. Para ser efetivo, o material de camada deve ser cilíndrico, e o objeto escaneado deve ser cilíndrico ou enclausurado em um material atenuante (idealmente o material de camada) para obter, em geral, uma forma cilíndrica. Neste último caso, as imagens podem ter muito ruído por causa da atenuação adicional causada pelo material envolvente. O material de camada nas imagens também interfere com as análises 3D do objeto de interesse, em tais casos ele deve ser eliminado durante o processamento da imagem (KETCHAM & CARLSON, 2001).

3.4.9.2 Ring Artifact

Ring artifacts ou artefatos em anel ocorrem em tomógrafos de terceira geração e aparecem como círculos parciais ou completos centrados no eixo de rotação. Eles são causados porque os vários detectores contidos na câmera CCD não fornecem sinais idênticos a um mesmo estímulo (*shift*), isto resulta em valores anômalos de atenuação. Como a posição de cada detector na CCD é a mesma, isto significa que o *shift* de um detector em particular ocorrerá sempre a uma mesma distância do centro de rotação. É por isso que este tipo de artefato assume formas circulares. Vários fatores podem causar tais problemas de resposta, todos têm base em detectores que respondem de modo diferente às mudanças nas condições de escaneamento. Fatores como mudança de temperatura ou na energia do feixe podem ser superados por condições experimentais controladas cuidadosamente ou por recalibrações freqüentes. Uma fonte mais grave de divergência de detectores é a sensibilidade diferencial para diversas variações do feixe devido às dimensões do objeto. Se a calibração de resposta do detector é realizada através do ar, a resposta relativa dos detectores pode mudar se o feixe de raios X é suficientemente afetado pela passagem através do objeto escaneado. Se o objeto é desigual, projeções diferentes podem refletir graus diferentes de variações. Em tais casos podem ocorrer anéis parciais, pequenos o suficiente para obscurecer sua natureza como artefatos.

Devido à sua natureza relacionada com alterações do feixe de radiação, tal como acontece com o *beam hardening*, os *ring artifacts* podem ser sanados ou, ao menos, atenuados através do emprego de filtro ou feixe de raios X suficientemente energético. Porém, o caso ideal é aquele em que a calibração dos detectores é realizada por meio da transmissão do feixe de raios X através de um material com características atenuantes próximas da amostra microtomografada. Dessa forma, respostas anômalas ocasionados nas imagens provenientes do material de calibração são semelhantes àquelas que ocorrerão nas imagens provenientes da amostra. Uma subtração pode ser então realizada de forma a remover tais anomalias das imagens microtomográficas da amostra. (KETCHAM & CARLSON, 2001). Nos microtomógrafos empregados no presente trabalho é realizado um procedimento similar a este quando da aquisição de dados (SKYSCAN 1172, 2005), assim como, quando da reconstrução da imagem, a possibilidade de um filtro computacional específico para este artefato.

A Figura 22 mostra tanto o efeito de *beam hardening* como o de *ring artifacts*, assim como soluções adotadas para correções destes artefatos. Ela é o resultado do escaneamento de uma coluna de 6" de diâmetro de saprolite em um cano de PVC. A imagem (A) mostra artefatos anéis e *beam hardening*. (B) é o resultado do software de correção de *ring artifacts* em (A). (C) mostra o resultado da pré filtragem do feixe de raios X com o uso de uma parede de bronze com 6,35 mm de espessura. *Beam hardening* e *ring artifacts* foram reduzidos consideravelmente, mas não totalmente. A figura (D) foi obtida usando calibração de camada através de uma porção relativamente homogênea da coluna. Ou seja, as camadas utilizadas para envolver a amostra filtram o feixe de raios X e barram o espectro de menor energia do feixe incidente na amostra.

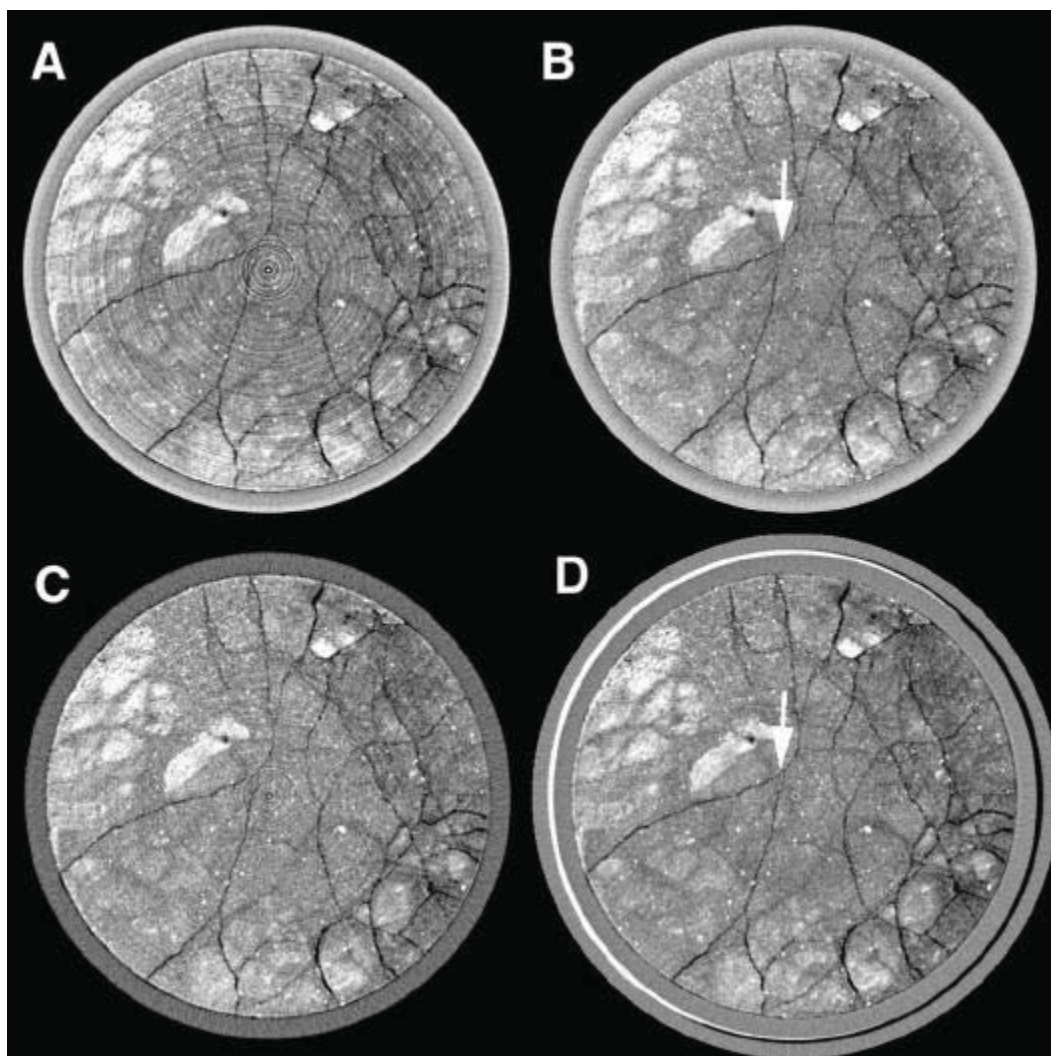


Figura 22. Escaneamento através de uma coluna de saprolite com 6" de diâmetro em um cano de PVC. Todas as imagens representam fatias de 1 mm de espessura feitas com a fonte de raios X a 420 kV e tempo de aquisição de 3 minutos (KETCHAM & CARLSON, 2001).

3.4.9.3 Outros Artefatos

Uma variedade de outros artefatos pode surgir em certas situações. Se um objeto altamente atenuante não é circular em sua seção transversal, podem ocorrer traços escuros que atravessam eixos mais longos desse objeto. Estes traços podem intensificar *ring artifacts* em regiões onde eles se sobrepõem. Se o material escaneado inclui partes que são de densidade muito mais elevada que da matriz que as envolve, um *starburst* (explosão estelar) pode se formar como traços brilhantes emanados do objeto a uma curta distância do material. Estes traços podem camuflar a existência de possíveis poros. (KETCHAM & CARLSON, 2001).

A Figura 23 indica a presença do artefato *starburst*, mencionado no parágrafo anterior. Os materiais mais densos que contribuíram para a ocorrência deste artefato estão indicados pelas setas pretas.

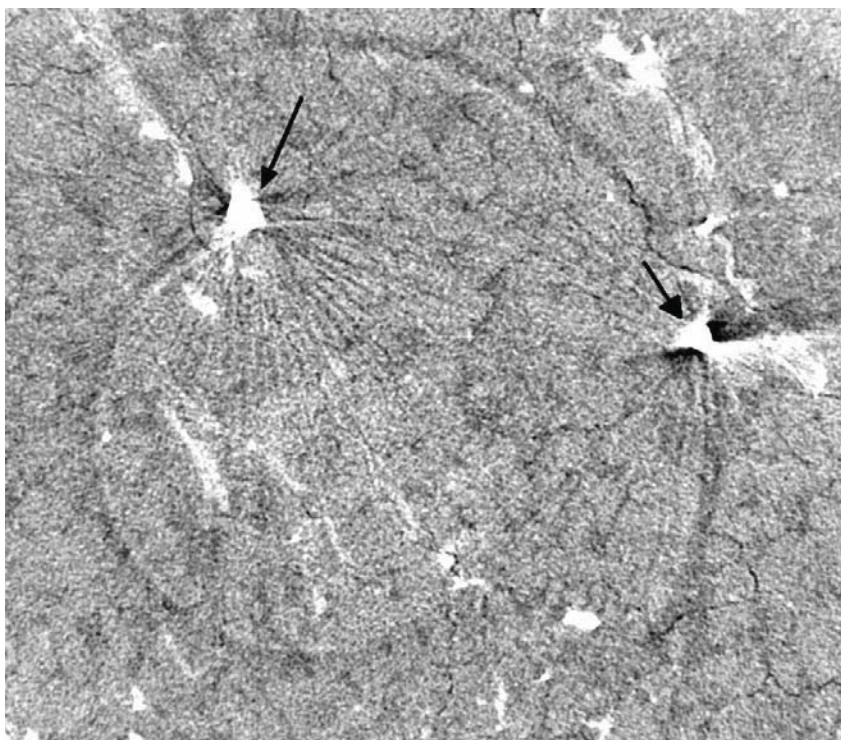


Figura 23. Arenito proveniente do Cânion Guartelá, Paraná escaneado a uma resolução de 5 μm (FERNANDES, 2009).

3.4.9.4 Efeito de Volume Parcial

Cada pixel em uma imagem tomográfica representa as propriedades de atenuação de um volume específico do material. Por isto, se este volume é composto por um número de substâncias diferentes, o nível de cinza resultante representa uma média de suas propriedades, é o chamado efeito de volume parcial. Além disso, por causa dos limites de resolução, todo contorno de material é borrado até certo ponto, e assim o material em algum voxel pode afetar os níveis de cinza de voxels vizinhos. Estes fatores podem tornar os dados mais difíceis de serem interpretados quantitativamente (KETCHAM & CARLSON, 2001).

4. MATERIAIS

4.1. Principais Softwares Utilizados

Trabalhos envolvendo microtomografia requerem a utilização de softwares específicos, seja para a aquisição dos dados microtomográficos e reconstrução das imagens 2D e 3D, quanto para as análises microestruturais. Nas subseções seguintes são apresentados tais softwares com suas respectivas aplicações.

4.1.1. Software Skyscan 1172

O software de controle do SkyScan 1172 tem por finalidade controlar os parâmetros de aquisição, tais como voltagem e corrente aplicados ao tubo de raios X, posicionamento do porta amostra, seleção de filtro e início do escaneamento. Este software é responsável pela aquisição dos dados microtomográficos, salvando no computador arquivos no formato tif, em escala de 8 bits (SKYSCAN 1172, 2005). A Figura 24 mostra a janela do software com uma projeção realizada para escolha de parâmetros da aquisição de uma amostra.

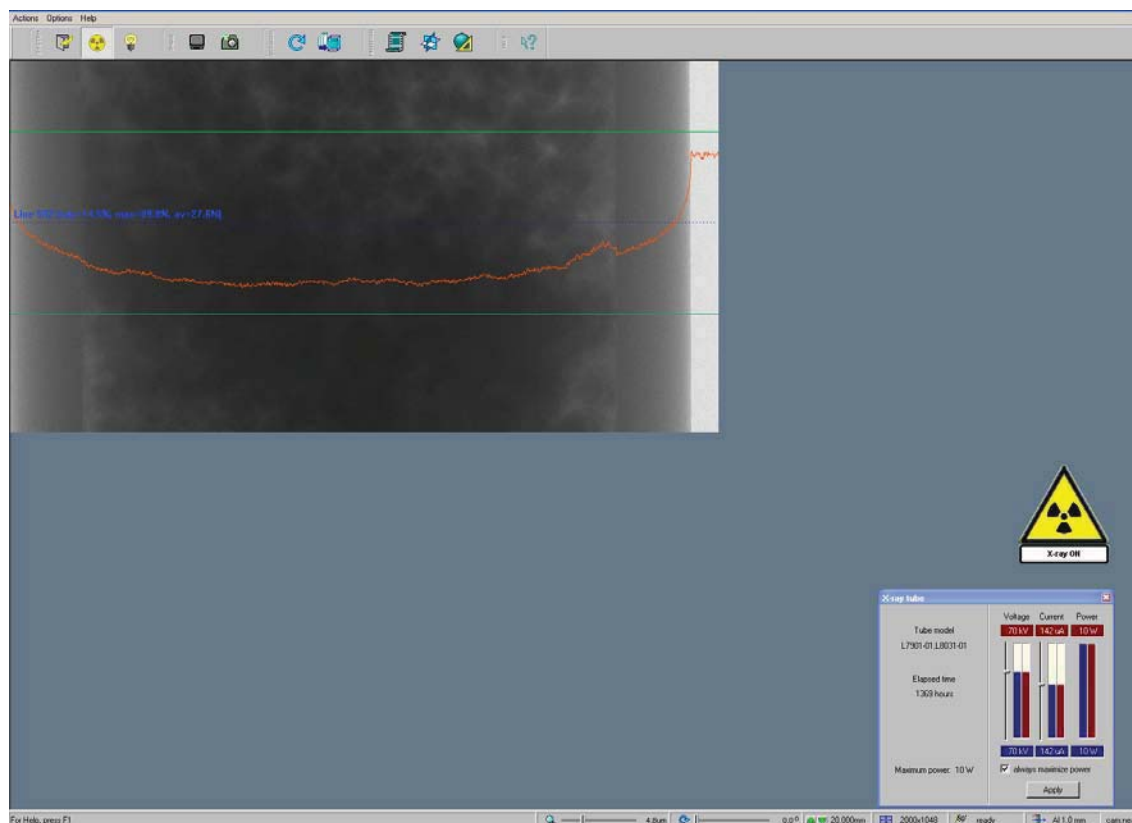


Figura 24. Janela do software SkyScan 1172.

4.1.2. Software NRecon

Após a aquisição dos dados microtomográficos, as projeções são carregadas pelo software NRecon, que faz a reconstrução, através de um algoritmo de retroprojeção filtrada, das seções 2D da amostra (SKYSCAN 1172, 2005). O algoritmo mais utilizado e que faz parte do NRecon é o de Feldkamp, 1984. No NRecon é possível selecionar alguns parâmetros importantes para a reconstrução das imagens, tais como, quantas imagens 2D reconstruir, eliminação de ruídos através de um histograma de tons de cinza e correção de artefatos. A Figura 25 mostra a janela do software com o *preview* referente à imagem 2D número 756 de uma amostra de arenito Botucatu e os parâmetros de reconstrução, previamente selecionados, para obtenção de um conjunto de imagens 2D da região escaneada de uma amostra.

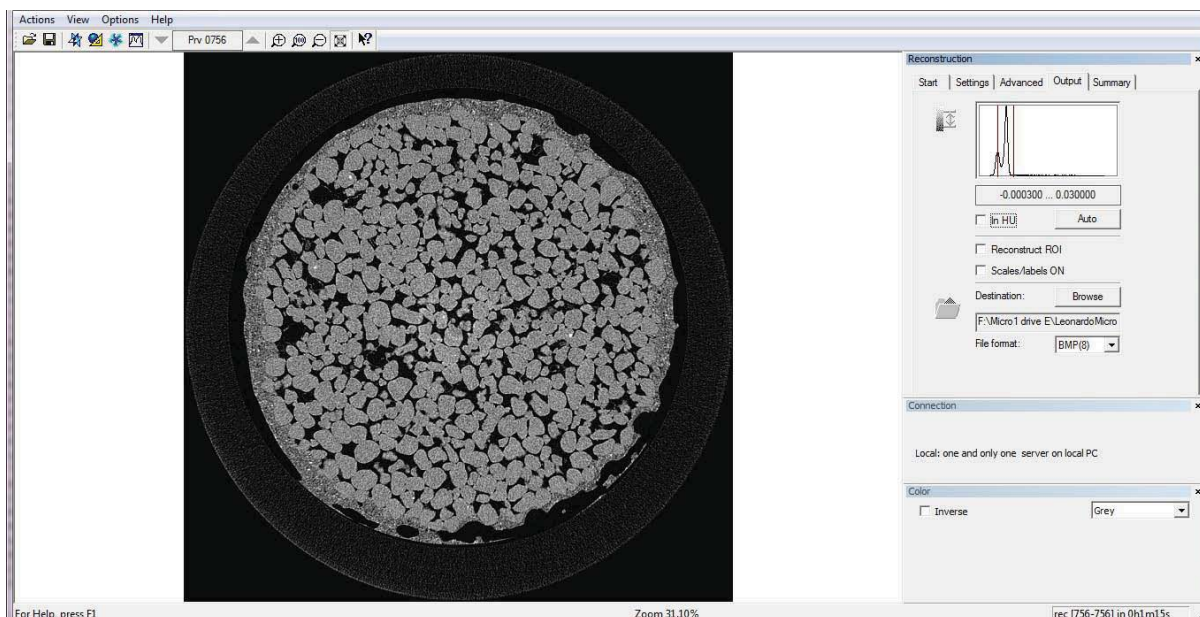


Figura 25. Janela do software NRecon.

4.1.3. Software IMAGO

O software IMAGO® (*Image Analysis System*) é um programa destinado ao processamento e análise de imagens, tais como porosidade, distribuição de tamanho de poros, permeabilidade e respectivos desvios. Pode ser empregado para criação de modelos 3D fiéis a todos as características microestruturais da amostra. Um dos pontos fortes deste programa é a facilidade que o mesmo oferece quando do momento da binarização (segmentação) e, conseqüentemente, individualização ou separação das diferentes fases presentes na amostra por meio do histograma de tons de cinza.

O software foi desenvolvido pelo Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas (LMPT) da Universidade Federal de Santa Catarina em colaboração com a ESSS (*Engineering Simulation and Scientific Software*) e CENPES/Petrobras.

4.1.4. Software CTan

O software CTan realiza análises de imagens 2D e 3D, e a reconstrução de imagens 3D. No que diz respeito à análise de imagens, o CTan disponibiliza várias ferramentas, tais como: binarização, porosidade, distribuição de tamanho de poros, área e diâmetro de objetos, número total de objetos, entre outros (SKYSCAN 1172, 2005). A Figura 26 mostra a janela do software. Na etapa de trabalho que a figura apresenta já foram escolhidos uma região de interesse, o limiar de tons de cinza, dentre outros parâmetros, e o software apresenta resultados para a imagem 2D visualizada.

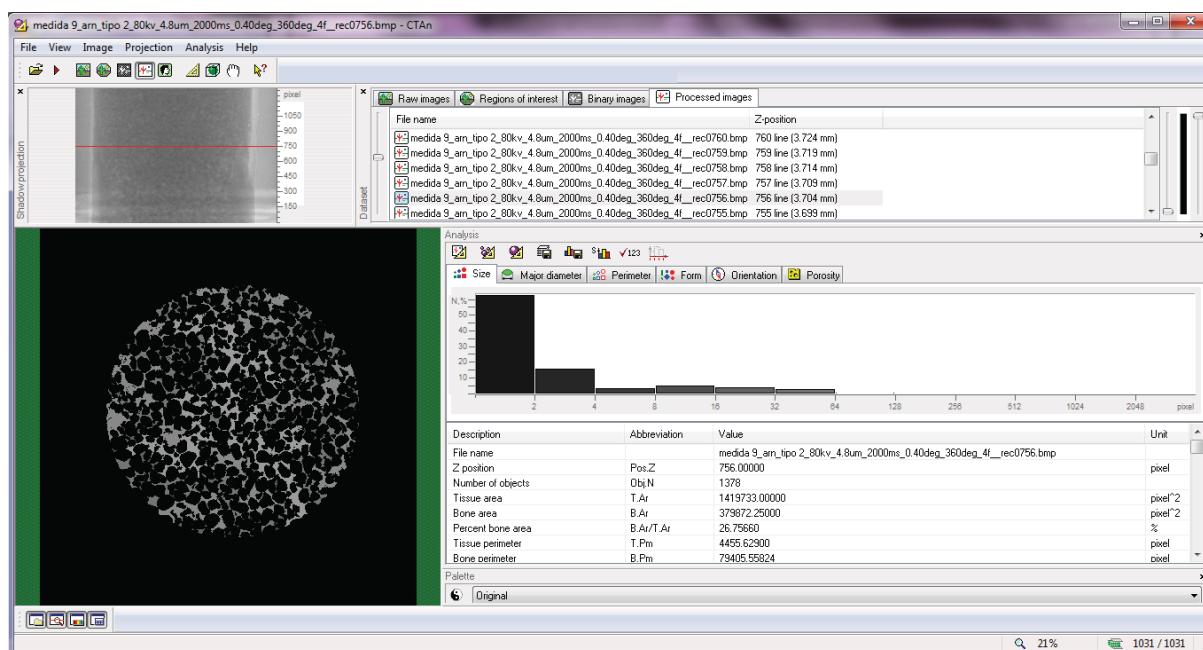


Figura 26. Janela do software CTan.

4.1.5. Software CTvol

O software responsável pela visualização e manipulação das imagens 3D geradas através do software CTan é o CTvol. Este tipo de software possibilita a visualização interna de poros e grãos permitindo, desta forma, verificar a ocorrência ou não de poros conectados dentro da amostra.

4.1.6. Software WinXcom

Este software foi utilizado para avaliação da atenuação de um feixe de radiação eletromagnética, em diferentes energias, ao passar por uma amostra constituída de quartzo, por diferentes dopantes ou, ainda, por soluções criadas contendo os dopantes. O objetivo deste procedimento era testar a viabilidade dos dopantes disponíveis, quando comparados com a atenuação oferecida pela amostra.

A literatura apresenta vários dados em relação ao espalhamento e absorção da radiação por diferentes elementos, combinações e misturas. No entanto, estes dados não abrangem todos os tipos de materiais e, para um mesmo, não contém dados relativos a todos os valores de energia de interesse.

Seções de choque de fótons para os vários processos podem ser obtidas com bastante precisão (excluindo as energias perto das descontinuidades de absorção), assim como combinações de elementos. O programa permite gerar as seções de choque e coeficientes de atenuação para combinações e misturas que se deseje. Este papel é realizado pelo programa XCOM, que faz tais cálculos para qualquer elemento, combinação ou mistura, para energias entre 1 keV e 100 GeV.

O programa fornece as seções de choque totais e coeficientes de atenuação de massa como também as seções parciais para os seguintes processos: espalhamento coerente, espalhamento incoerente, efeito fotoelétrico e produção de pares no núcleo atômico e na eletrosfera. Para combinações de elementos, as quantidades tabeladas são os coeficientes de atenuação de massa parciais e totais, que são iguais ao produto das seções de choque correspondentes pelo número de moléculas do alvo por unidade de massa do material.

O inverso destes coeficientes de atenuação é o caminho livre médio entre espalhamentos, entre eventos de absorção fotoelétrica, ou entre eventos de produção de pares. A soma dos coeficientes de atenuação para os processos individuais é igual ao coeficiente de atenuação total. Coeficientes de atenuação totais sem a contribuição do espalhamento coerente também são determinados, porque eles são freqüentemente usados em cálculos de transporte de radiação gama.

São obtidos os coeficientes de interação e os coeficientes de atenuação totais para combinações ou misturas como somas das quantidades correspondentes para os

componentes atômicos. No caso de compostos, as frações por peso são calculadas pelo XCOM através da composição química estipulada pelo usuário. Para misturas, porém, o usuário tem que fornecer as frações por peso dos vários componentes.

Algumas limitações devem ser lembradas. As seções de choque para elementos do banco de dados do XCOM pertencem a átomos neutros isolados, e não levam em conta efeitos moleculares e de estado sólido que modifiquem as seções de choque, especialmente nas vizinhanças das discontinuidades de absorção.

4.2 Arranjo Experimental

4.2.1 Aparato para a Microtomografia

Um microtomógrafo apresenta, basicamente, uma fonte de raios X, um sistema de posicionamento e movimentação da amostra, um intensificador de imagens e um detector. Esta configuração é apresentada na Figura 27.

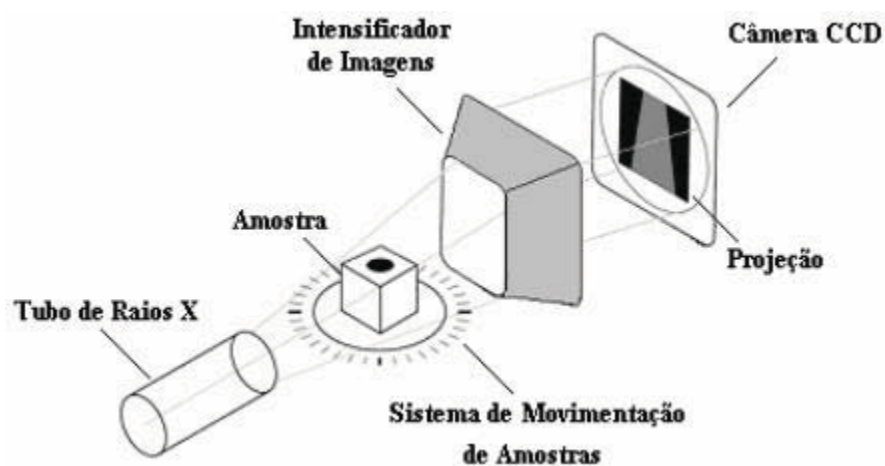


Figura 27. Esquema básico de funcionamento de um microtomógrafo.

4.2.2.1 Tubo de raios X

O tubo de raios X é um equipamento capaz de converter a energia cinética de elétrons em fótons de raios X. Em seu interior elétrons são liberados quando uma diferença de potencial é aplicada em um filamento (por exemplo, tungstênio), que é o cátodo. Uma segunda diferença de potencial faz com que estes elétrons ganhem energia cinética e sejam acelerados na direção de um alvo (por exemplo, prata), que é o ânodo. No freamento abrupto sofrido pelos elétrons ao se chocarem com o alvo, quase toda energia cinética ganha na aceleração é convertida em fótons de raios X. Este fenômeno é conhecido como *Bremsstrahlung*. O processo descrito aqui é representado na Figura 28.

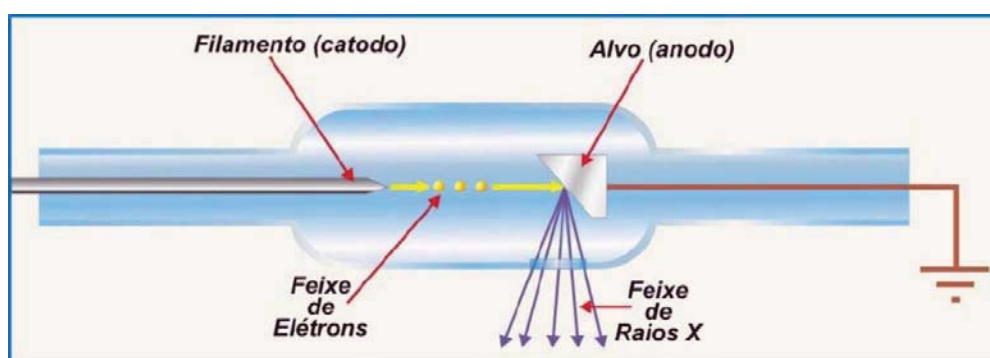


Figura 28. Representação simplificada de um Tubo de raios X (OLIVEIRA, 2002).

Um tubo de raios X deve ter seu interior mantido em vácuo para evitar que o feixe de elétrons sofra interação com átomos e moléculas de possíveis gases. O feixe de raios X gerado é emitido através de uma janela e pode ser colimado e/ou filtrado. A intensidade e a energia dos raios X gerados varia com a tensão aplicada no tubo.

O total freamento dos elétrons pode ocorrer em várias profundidades dentro do material alvo. Até chegar a este ponto, os elétrons podem sofrer outras interações. Estes efeitos secundários geram um alargamento no pico de raios X, que pode ser diminuído pelo uso de filtros. O papel destes filtros é barrar os fótons de energia mais baixa, diminuindo assim, a largura do espectro de raios X.

Na Figura 29 pode-se observar um espectro típico de um tubo de raios X com alvo de Tungstênio para diferentes potenciais aplicados (80kV, 90kV, 100kV e 120kV). Nota-se um alargamento na base dos espectros, que é devido à formação de um pico de menor energia ao lado da formação do pico de energia mais intensa. Na Figura 30 o feixe de raios X passa por uma amostra que absorve a faixa de menor energia. VINEGAR & WELLINGTON (1987) explicam que 0,3 mm de Cobre e o 1,0 mm de Zinco são efetivos para suprimir a porção de energia mais baixa do espectro, como apresentado na Figura 30.

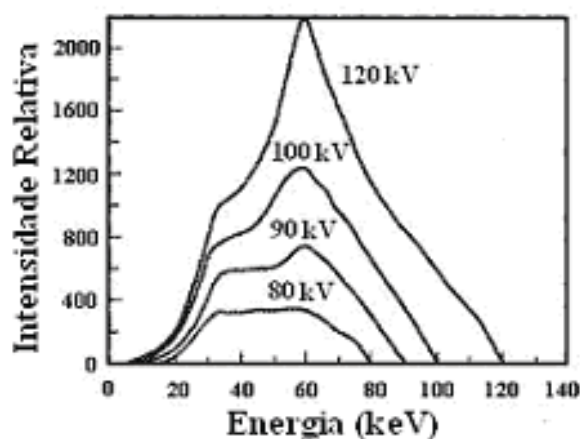


Figura 29. Espectro típico de um tubo de raios X com alvo de Tungstênio em função da tensão aplicada (VINEGAR & WELLINGTON, 1987).

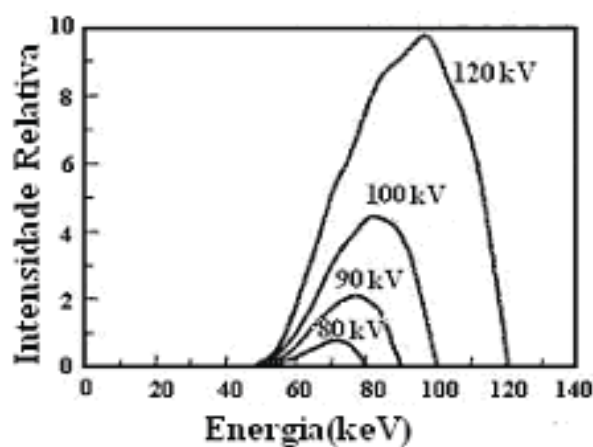


Figura 30. Espectro de energia do feixe proveniente do tubo de raios X após ser transmitido através de um vaso de pressão e uma amostra composta por alumínio, água e arenito Berea (VINEGAR & WELLINGTON, 1987).

4.2.2. Sistema Microtomográfico SkyScan

O modelo de microtomógrafo utilizado foi o Skyscan 1172. Este equipamento trabalha com tubo de raios X de micro foco ($5\ \mu\text{m}$ *spot size*) com uma tensão aplicada de 20 a 100 kV à potência de 10 W. Seu detector é uma câmera CCD. Este conjunto tem a capacidade de diferenciar detalhes menores que $1\ \mu\text{m}$. Das projeções são reconstruídas imagens de seções transversais do objeto criando uma representação completa da microestrutura interna e densidade (SKYSCAN 1172, 2005). A Figura 31 mostra um esquema representativo do microtomógrafo, enquanto a Figura 32 mostra uma foto do aparelho com a porta de acesso ao movimentador de amostra aberta.

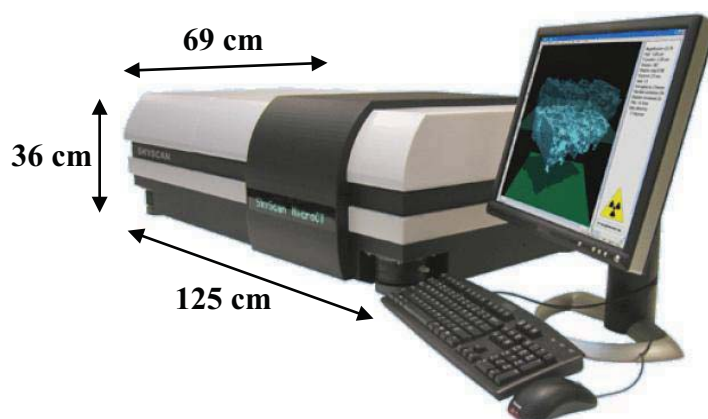


Figura 31. Microtomógrafo SkyScan, modelo 1172, juntamente com um computador para manipular as projeções obtidas (SKYSCAN 1172, 2005).



Figura 32. Microtomógrafo Skyscan, modelo 1172, com detalhe do movimentador de amostra.

Três equipamentos similares foram empregados: um deles instalado no Centro de Pesquisa da Petrobras (CENPES/PETROBRAS), Rio de Janeiro, RJ, outro no Laboratório de Análise de Minerais e Rochas (LAMIR), Universidade Federal do Paraná (UFPR), Curitiba, PR e o terceiro no Laboratório de Análises por raios X (LARX), Universidade Estadual de Londrina, Londrina, PR. As diferenças entre os equipamentos são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Características individuais dos três microtomógrafos utilizados.

Equipamento	Câmera CCD (Mpixel)	Filtro de Alumínio (mm)
CENPES	10	1,0
LAMIR	11	0,5
LONDRINA	11	0,5

4.3. Amostras

4.3.1. Amostra para Verificação da Metodologia

Para verificação da metodologia e, conseqüentemente, dos equipamentos utilizados foi elaborada uma amostra que permitisse o cálculo de sua porosidade por um método alternativo, de tal forma que esse valor pudesse ser confrontado com os resultados obtidos via microtomografia.

Com esse intuito, linhas de nylon (linha de pesca) de diâmetro nominal de 0,35 mm foram inseridas em um cilindro de vidro (ampola de anestesia odontológica) cujo diâmetro interno e espessura da parede medem 6,7 mm e 1,0 mm, respectivamente. Tal amostra permite o cálculo geométrico da porosidade com base nas medidas dos diâmetros mencionados. Devido à uniformidade da amostra, esse valor pode ser confrontado tanto com a porosidade total média da amostra como com a porosidade média de cada seção 2D, obtidas via microtomografia. A Figura 33 mostra estas linhas já introduzidas no cilindro de vidro.



Figura 33. Amostra de linhas de nylon, inseridas em um tubo de vidro, elaborada para verificação da microtomografia de raios X.

4.3.2. Amostras Alvo

Dois tipos de amostras foram escaneadas para os testes de intrusão e diferenciação das diferentes fases mediante injeção de fluido: amostras de esferas de vidro (*phantoms*) e amostras de Arenito Botucatu.

4.3.2.1 Esferas de Vidro

De modo similar à elaboração da amostra de linhas de nylon, três amostras foram confeccionadas com o preenchimento de tubos de vidro (ampola de anestesia odontológica) com esferas de vidro de diâmetros padronizados. A amostra EV1 foi confeccionada com esferas de vidro com 0,6 mm de diâmetro, enquanto as amostras EV2 e EV3 foram confeccionadas com esferas com 0,8 mm de diâmetro. O tubo de vidro era lacrado por meio de vedantes de borracha. O tubo era agitado de modo a permitir o acomodamento das esferas ao passo que ar era extraído de seu interior permitindo que o vedante se movesse no sentido de compactar e sustentar as posições das esferas de vidro. Tal procedimento foi adotado para impedir ou minimizar uma posterior movimentação das esferas de vidro. A Figura 34 mostra uma foto destas amostras. A solução foi injetada, por meio de uma seringa, através da base do tubo e o ar foi deixado livre para sair através de uma agulha introduzida no vedante superior. A injeção de solução foi interrompida quando o espaço poroso da amostra EV1 ficou visualmente saturado com a solução. Através do mesmo procedimento, óleo comercial para motor (LUBRAX SJ (BR) SAE 20w50 – Petrobras Distribuidora S.A.) foi injetado de modo a expulsar a solução da região porosa da amostra EV1 substituindo-a pelo óleo. Para a amostra EV2, óleo industrial (fornecido pelo CENPES) com $0,97 \text{ g/cm}^3$ de densidade e solução de água/sal/iodeto de potássio foram injetados de modo a dividirem a região porosa da amostra. A amostra EV3 foi medida, primeiramente, contendo solução de água/sal/cloreto de bário hidratado e, posteriormente, contendo solução de água/sal/iodeto de

potássio. Estas amostras foram medidas nas condições seca (sem injeção de óleo e/ou solução) e contendo um ou mais líquidos.

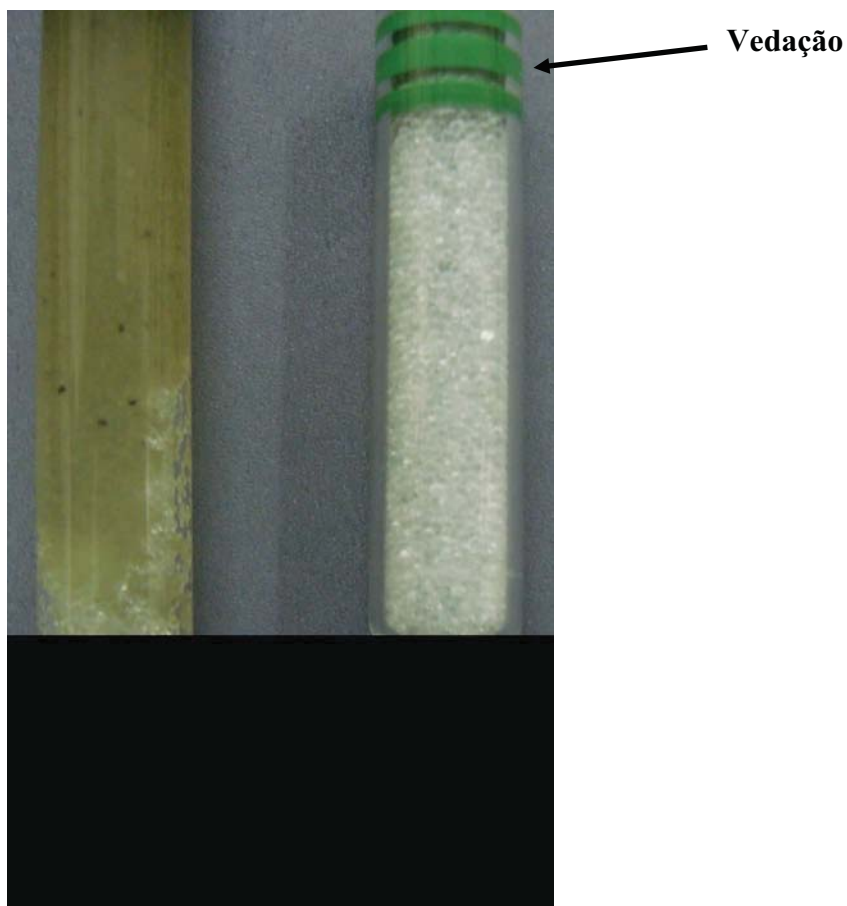


Figura 34. Amostras de Esferas de Vidro (a) com diâmetro de 0,6 mm e contendo óleo, à esquerda, e (b) com diâmetro de 0,8 mm, seca, à direita.

4.3.2.2 Arenito Botucatu

As rochas utilizadas são provenientes da Formação Botucatu e foram fornecidas pelo Departamento de Geociências (DGEO) da Universidade Estadual de Londrina, Londrina, Paraná. Esta formação pertence ao Grupo São Bento, que é marcado por ambiente de deposição desértico (Formação Botucatu) e por derrames basálticos (Formação Serra Geral). Este grupo é bastante marcante na porção inferior da bacia hidrográfica do rio Tibagi. A Formação Botucatu, de idade jurássico-cretácea, aflora nos Estados de São Paulo e Paraná e raramente ultrapassa 100 m de espessura. Essa formação constitui-se quase que

inteiramente de arenitos de granulação fina a média, homogêneos, com boa seleção de grãos foscos com alta esfericidade, avermelhados e com ocorrência de estratificação cruzada tangencial de médio a grande porte, característica de duna caminhante. A Formação Botucatu representa os diversos sub-ambientes de um grande deserto de aridez crescente, cuja existência se prolonga até a ocasião do vulcanismo basáltico. O empilhamento de grandes dunas em vastas áreas foi a característica dominante desse deserto (BASTOS, 2008). A Figura 35 mostra a foto de uma das amostras de arenito utilizada, retirada de uma das rochas iniciais, assim como do porta-amostra criado para contenção de fluido e de uma luva de teflon dentro da qual a amostra foi colada para limitar a percolação do fluido em, basicamente, uma direção.

As amostras de arenito Botucatu foram medidas com solução de água/sal/iodeto de potássio, água/sal/cloreto de bário hidratado, óleo comercial ou óleo industrial. A introdução do fluido foi realizada pela parte superior da amostra com a aplicação de vácuo na face posterior. O vácuo era interrompido quando a face onde este era aplicado mostrasse sinais de molhamento. Após este estágio, a amostra, já fixada dentro da luva de teflon, era introduzida no porta-amostra e o conjunto levado para escaneamento.

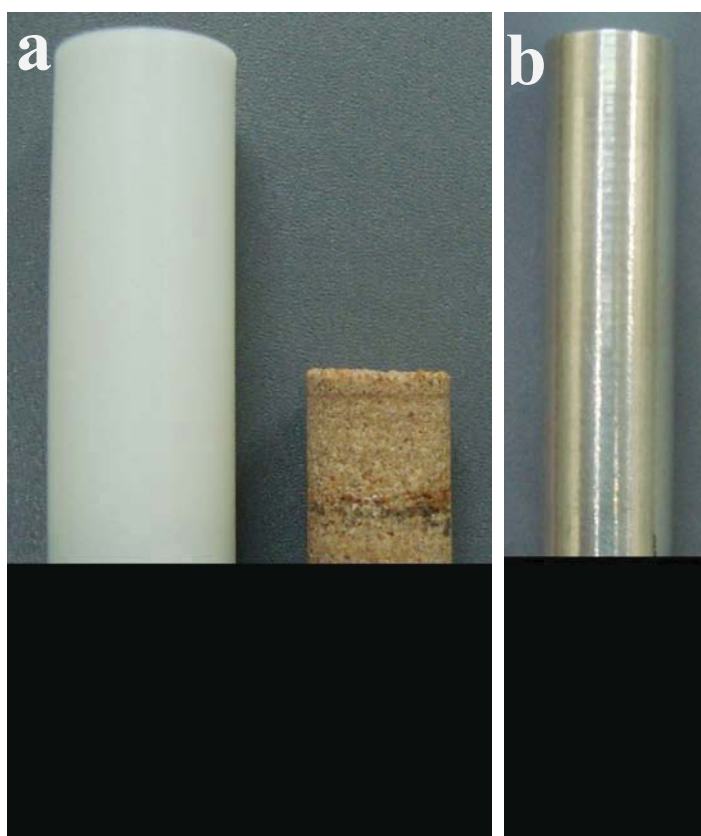


Figura 35. (a) Luva de Teflon com 8 mm de diâmetro e parede com 1 mm de espessura, à esquerda, e amostra de arenito Botucatu à direita e (b) porta amostra de alumínio com 8 mm de diâmetro interno e paredes com 1 mm de espessura.

4.4. Dopantes

Dentre os dopantes investigados, o iodeto de potássio e o cloreto de bário hidratado, mostraram-se viáveis, tanto devido a seu coeficiente de atenuação linear como a sua solubilidade em água. A Tabela 2 apresenta as proporções e os compostos presentes em cada solução utilizada. A Figura 36 mostra a dependência do coeficiente de atenuação linear versus a energia, para os dopantes, para as principais soluções utilizadas e para o principal constituinte das amostras. Estes valores foram obtidos via *software* winXcom.

Tabela 2. Soluções utilizadas nos experimentos.

Nomenclatura	H ₂ O (%)	NaCl (%)	KI (%)	BaCl ₂ .2H ₂ O (%)
Solução 1	70	17	13	-
Solução 2	72	18	10	-
Solução 3	64	16	20	-
Solução 4	73,3	13,3	-	13,3

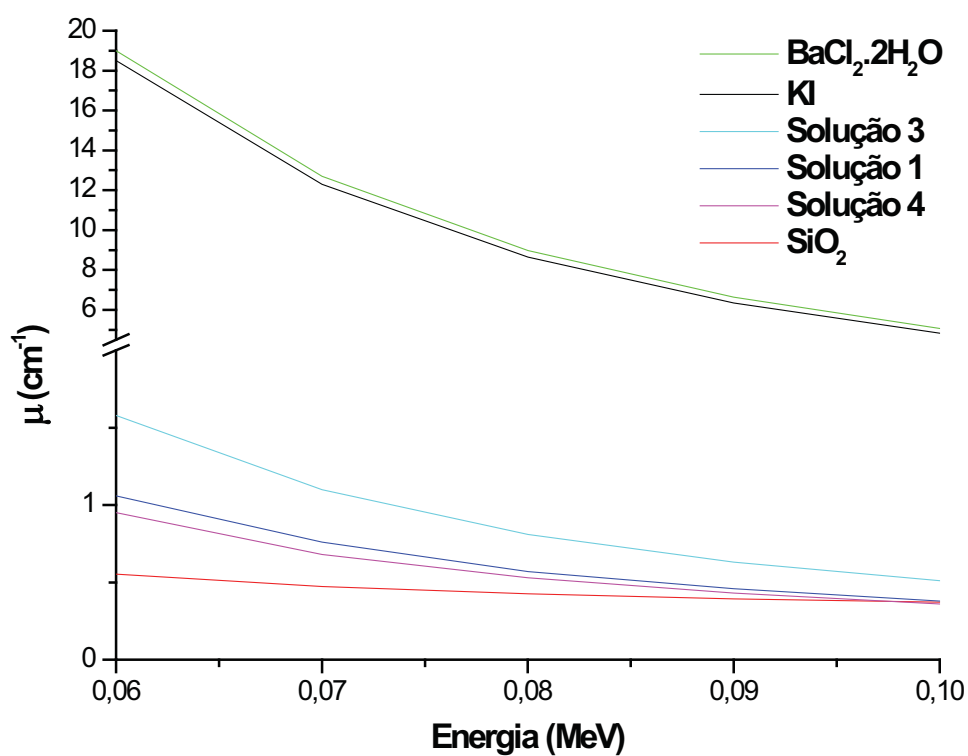


Figura 36. Coeficientes de atenuação linear versus energia.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Verificação da Metodologia

A amostra de linhas de nylon, confeccionada para verificação da metodologia e dos equipamentos, foi medida com 70 kV de tensão aplicada no tubo de, à corrente de 141 μA , sendo também empregado filtro de alumínio em sua saída. As distâncias objeto-fonte e câmera-fonte foram, respectivamente, 47 mm e 215 mm, proporcionando resolução de imagem de 5,01 μm . O número de projeções medidas foi de 769, obtidas a passos angulares de 0,25°, rotacionando a amostra de 0 a 180°. O tempo empregado para cada exposição foi de 2360 ms e também foi utilizada a média de 5 medidas (5 *Frames*), o que exigiu um tempo total de 150 minutos. A reconstrução das projeções forneceu 401 seções, das quais 301 foram organizadas em pacotes de aproximadamente 100 fatias e empregadas para análise. Uma imagem em tons de cinza gerada a partir da reconstrução é mostrada na Figura 37.

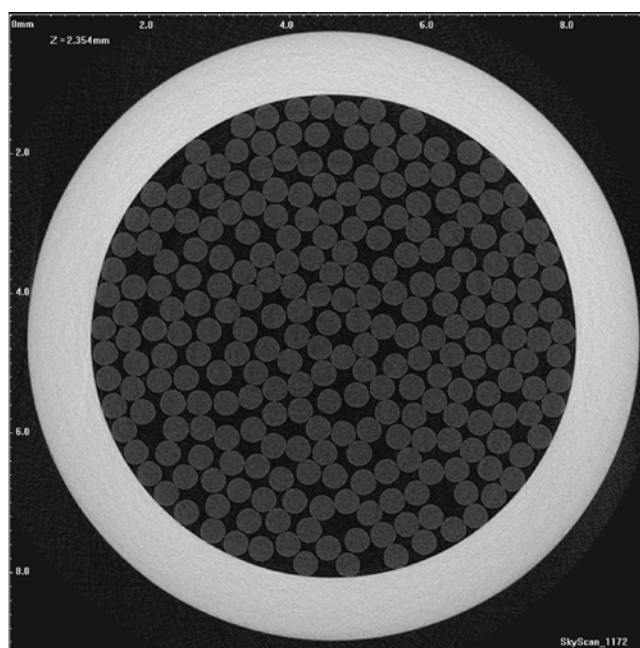


Figura 37. Fatia 470 em tons de cinza obtida da reconstrução da microtomografia da amostra de linhas de nylon. Esta figura teve seu contraste e brilho alterados para melhor visualização.

5.1.1. Processo de Binarização

Para a caracterização microestrutural da amostra, a partir das seções microtomográficas 2D, precisa-se realizar um pré-processamento das imagens. No processo de binarização, a imagem inicialmente em tons de cinza, passa a ter caráter binário, sendo constituída apenas por pixels brancos e pretos.

A imagem 2D não pode ter a sua área total binarizada, pois as regiões referentes ao tubo de vidro e externa a ele participariam de qualquer caracterização microestrutural realizada. Sendo assim, uma região de interesse tem que ser pré-selecionada. Com software IMAGO faz-se a seleção da região a ser binarizada. Porém esse programa permite apenas a seleção em formato retangular. A Figura 38 apresenta a região selecionada, de uma imagem 2D, para a binarização.

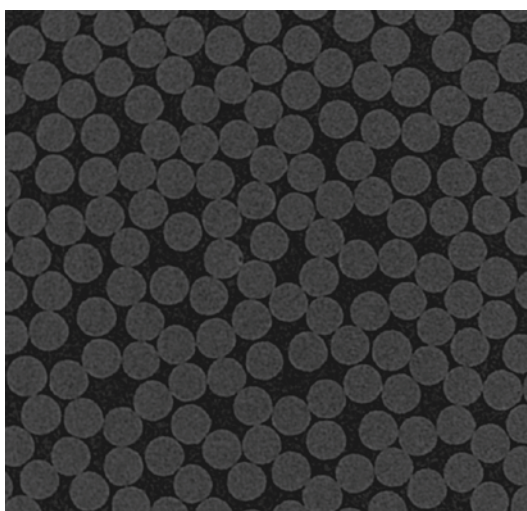


Figura 38. Seleção realizada sobre a imagem em escala de cinza da imagem 300 para processo de binarização. Esta figura também teve contraste e brilho alterados.

Com o intuito de limpar pixels que não pertencessem à matriz ou à fase porosa, um filtro mediano foi aplicado a todas as imagens antes do processo de binarização. A Figura 39 mostra a imagem 2D de número 300 quando a mesma é binarizada sem e com a aplicação do filtro mediano. A correção atinge todas as fases representadas na imagem.

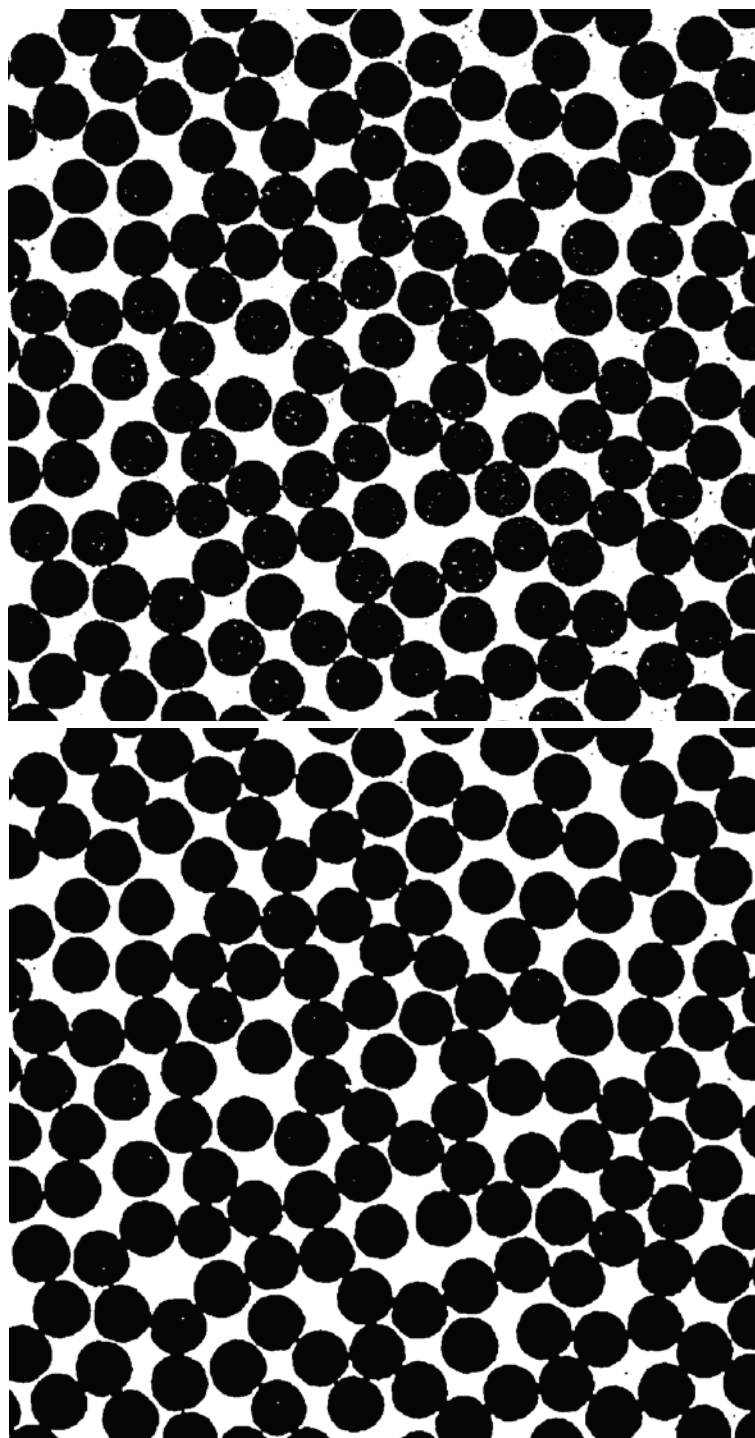


Figura 39. Imagem 2D de número 300 binarizada sem aplicação do filtro mediano, acima, e com aplicação deste filtro, abaixo.

Após a aplicação do filtro pôde-se dar continuidade ao processo de binarização. Para tanto, um “limiar” em um histograma de tons de cinza, no intervalo de 0 a

255, teve de ser escolhido. Este limite define até que valor de tom de cinza um pixel deverá ser considerado branco ou preto na imagem binarizada. A Figura 40 mostra a janela de binarização do software IMAGO, o qual sugere um limiar de tom de cinza indicado pela seta vermelha sobre o histograma. Este limiar sugerido foi 21 e coincidiu com a análise realizada pelo usuário, indicada pela linha vertical na cor azul. As imagens tiveram que ser invertidas para o processo de binarização porque o programa considera as regiões brancas como fase a ser analisada.

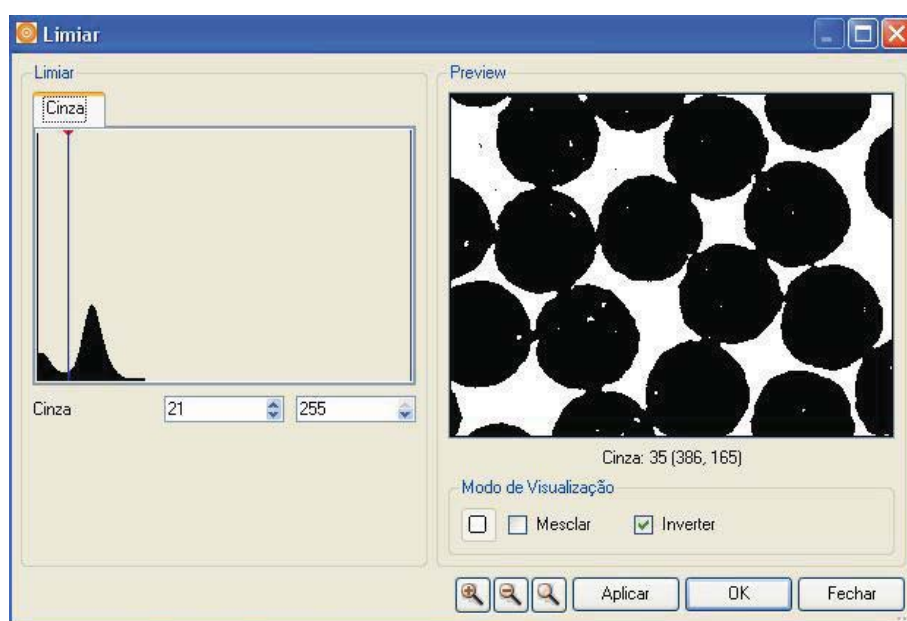


Figura 40. Histograma de tons de cinza gerado para uma região da imagem 2D 300.

O resultado final do processo de binarização das imagens 2D da amostra é exemplificado na Figura 41.

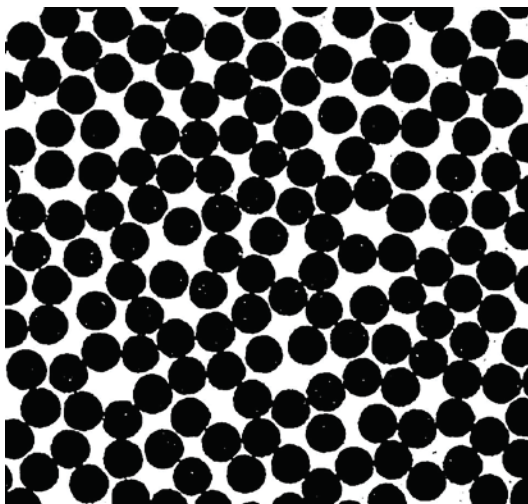


Figura 41. Imagem binarizada da imagem 2D 300 após a aplicação do filtro mediano.

5.1.2. Caracterização Microestrutural

Com as imagens binarizadas, na forma como representada na Figura 41, é possível realizar cálculos de porosidade para cada fatia através do software IMAGO. A porosidade total média calculada para as 301 imagens 2D foi de $(30,4 \pm 0,1) \%$, com intervalo de 95 % de confiança. A homogeneidade de porosidade encontrada para as diversas fatias empregadas pode ser observada através do gráfico da Figura 42. Outro fato que mostra essa homogeneidade são o menor e o maior valor de porosidade obtidos 30,3 % e 30,5 %, respectivamente.

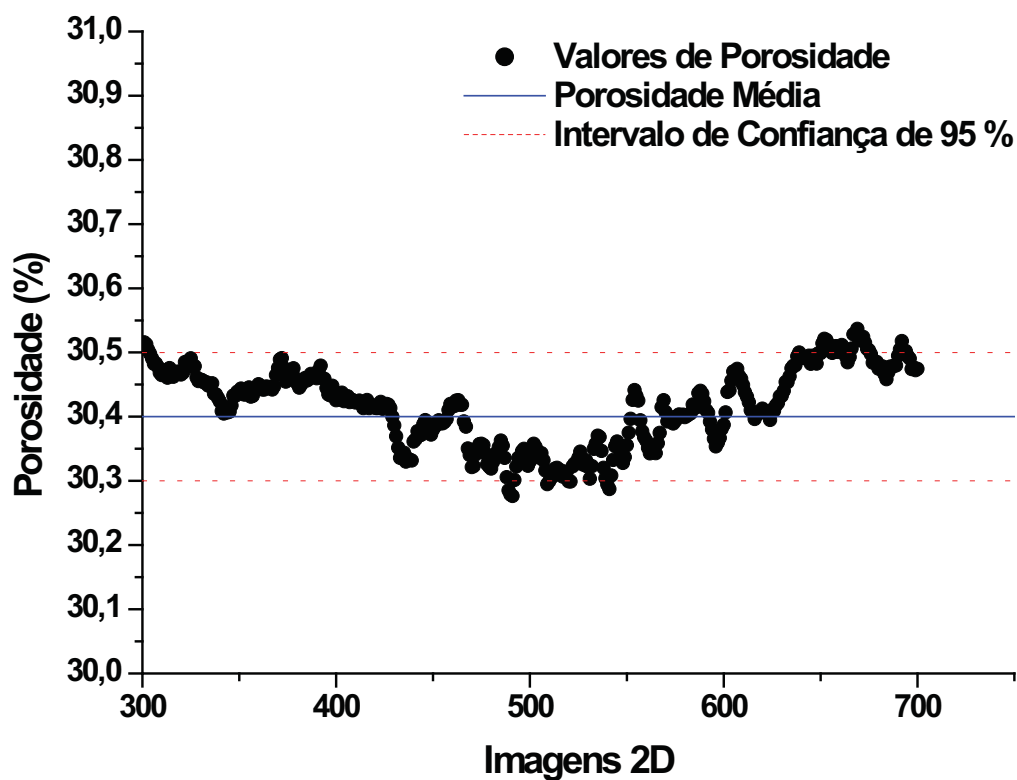


Figura 42. Perfil de porosidade para a amostra de linhas de nylon.

O cálculo geométrico da porosidade foi realizado de modo a comprovar o valor de porosidade obtido através da microtomografia. Para tanto, o diâmetro das linhas de nylon foi medido 30 vezes por meio de um paquímetro digital e o valor médio obtido foi de 355 μm . Da mesma forma, foi obtido o valor de 6920 μm para o diâmetro interno do tubo de vidro. A porosidade geométrica calculada foi de $(33,4 \pm 3,4) \%$, com intervalo de 95 % de confiança. Este resultado concorda, dentro do desvio, com o valor encontrado através da microtomografia.

5.2 Esferas de Vidro

5.2.1 Amostra EV1

A primeira amostra de esferas de vidro foi medida do dia 03 ao dia 05 de agosto de 2010 em quatro condições distintas. As condições e os principais parâmetros selecionados para cada uma das medidas são apresentados na Tabela 3. A solução empregada continha a proporção de 70 % de H₂O, 17 % de NaCl e 13 % de KI. O óleo empregado foi do tipo comercial. Esta amostra foi medida no LAMIR e foi utilizado filtro de alumínio com 0,5 mm de espessura. Para atingir a resolução selecionada para estas medidas, o equipamento ajustou a distância objeto-fonte em 60,6 mm e câmera-fonte em 213,3 mm. Foram obtidas 1440 projeções com a utilização dos parâmetros selecionados. O tempo total de escaneamento foi de 2 horas e 10 minutos para as amostras seca e para com óleo e de 2 horas e 25 minutos para a amostra contendo a solução.

Tabela 3. Condições e parâmetros utilizados em cada aquisição para a amostra de esferas de vidro EV1.

Condição	Parâmetros de Aquisição							filtro
	Res. espacial (μm)	tensão/corrente (kV/ μA)	tempo de exposição (ms)	passo angular (graus)	rotação (graus)	média (frames)	grid size (pixels)	
Seca	4,99	70/141	1800	0,25	360	3	1336 x 2000	Al
Solução 1	4,99	80/124	2000	0,25	360	3	1336 x 2000	Al
Óleo	4,99	70/141	1800	0,25	360	3	1336 x 2000	Al
Óleo	4,99	60/167	1800	0,25	360	3	1336 x 2000	Al

A Figura 43 apresenta um exemplo de projeção para cada condição da amostra. Nesta figura é possível distinguir os níveis de atenuação do feixe para cada condição da amostra e/ou de parâmetros de aquisição. O contraste é visivelmente menor em (b), amostra com solução, que para as outras situações, mesmo esta medida a 80 kV. O contraste é levemente empobrecido quando da utilização de óleo na amostra e às mesmas condições de aquisição empregadas para a amostra seca (a) e, mais ainda, quando medida a 60 kV. Pode-se perceber esse efeito devido ao escurecimento, principalmente, na região central das imagens.

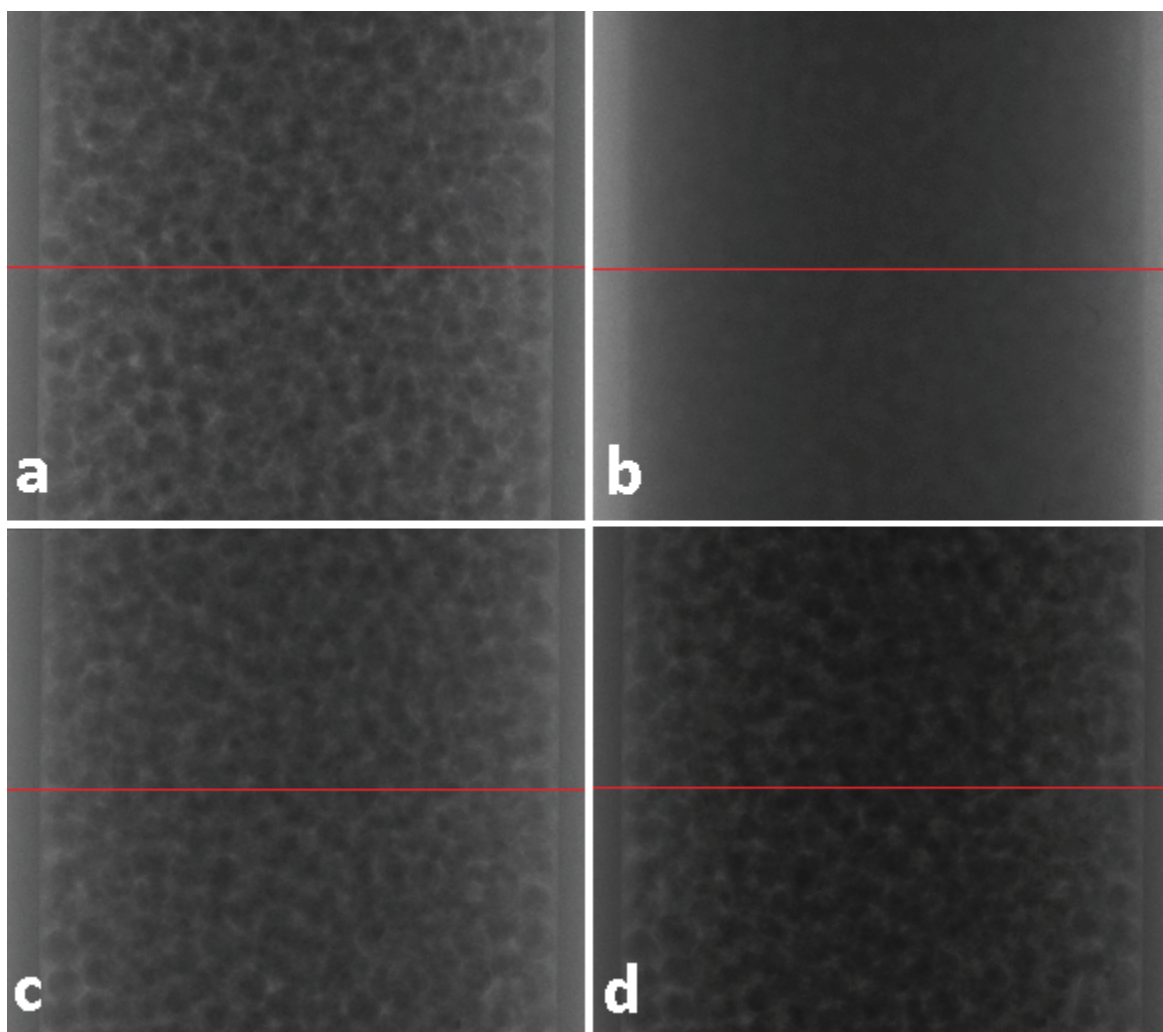


Figura 43. Projeções obtidas para a amostra EV1 (a) seca-70 kV, (b) com solução-80 kV, (c) com óleo-70 kV e (d) com óleo-60 kV.

A Figura 44 mostra os perfis de níveis de cinza obtidos das projeções e proveniente da transmissão do feixe de raios X através do plano disposto perpendicularmente à amostra na posição referente à linha vermelha nas imagens da Figura 43. Estes perfis são inversamente proporcionais ao grau de atenuação do feixe e possuem curva característica relacionada com os fluidos presentes na amostra. Pode-se perceber que a atenuação foi mais significativa para o caso da amostra contendo a solução, curva em vermelho, do que para a medida da amostra seca e da mesma contendo óleo, medida a 70 kV, perfil preto e verde, respectivamente, mesmo sendo aplicado maior voltagem no tubo de raios X e maior tempo de aquisição com a câmera CCD. Entretanto, as bordas da curva para este caso mostram valores mais elevados de níveis de cinza que os demais. Isto se deve a algum tipo de ajuste realizado

pelo software, uma vez que a adição da solução tende a aumentar a atenuação do feixe. A atenuação foi levemente mais intensa para o caso da amostra contendo óleo e medida a 70 kV, curva em verde, que para a amostra seca, curva em preto. Este efeito pode também ser percebido pelo menor contraste apresentado pelo óleo mostrado na Figura 45 (c). O perfil em azul mostra valores inferiores de níveis de cinza, também para a amostra contendo óleo, devido ao fato de ter sido aplicada menor voltagem (60 kV) no tubo de raios X.

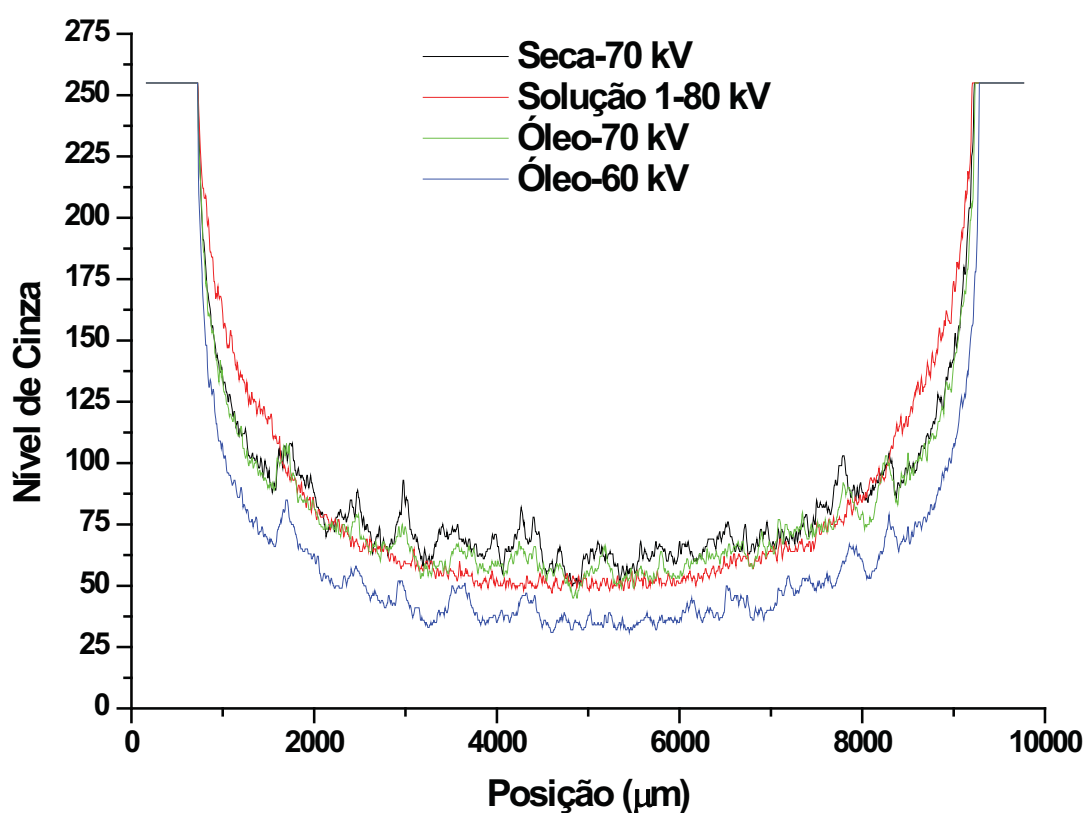


Figura 44. Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra EV1 seca-70 kV, em preto, contendo solução-80 kV, em vermelho, contendo óleo-70 kV, em verde, e contendo óleo-80 kV.

A reconstrução desta amostra originou 801 imagens 2D para cada medida. A Figura 45 apresenta um exemplo de imagens 2D para cada caso. O número referente às imagens apresentadas não é o mesmo devido à impossibilidade de repor a amostra na mesma posição para a nova aquisição, após ela ter sido saturada com fluido. Na Figura (b) a solução é

representada pelas tonalidades de tons de cinza mais claro, indicando que esta foi a fase mais atenuante para os raios X. Em (c) a região porosa mostra-se mais turva que em (a) indicando a presença do óleo.

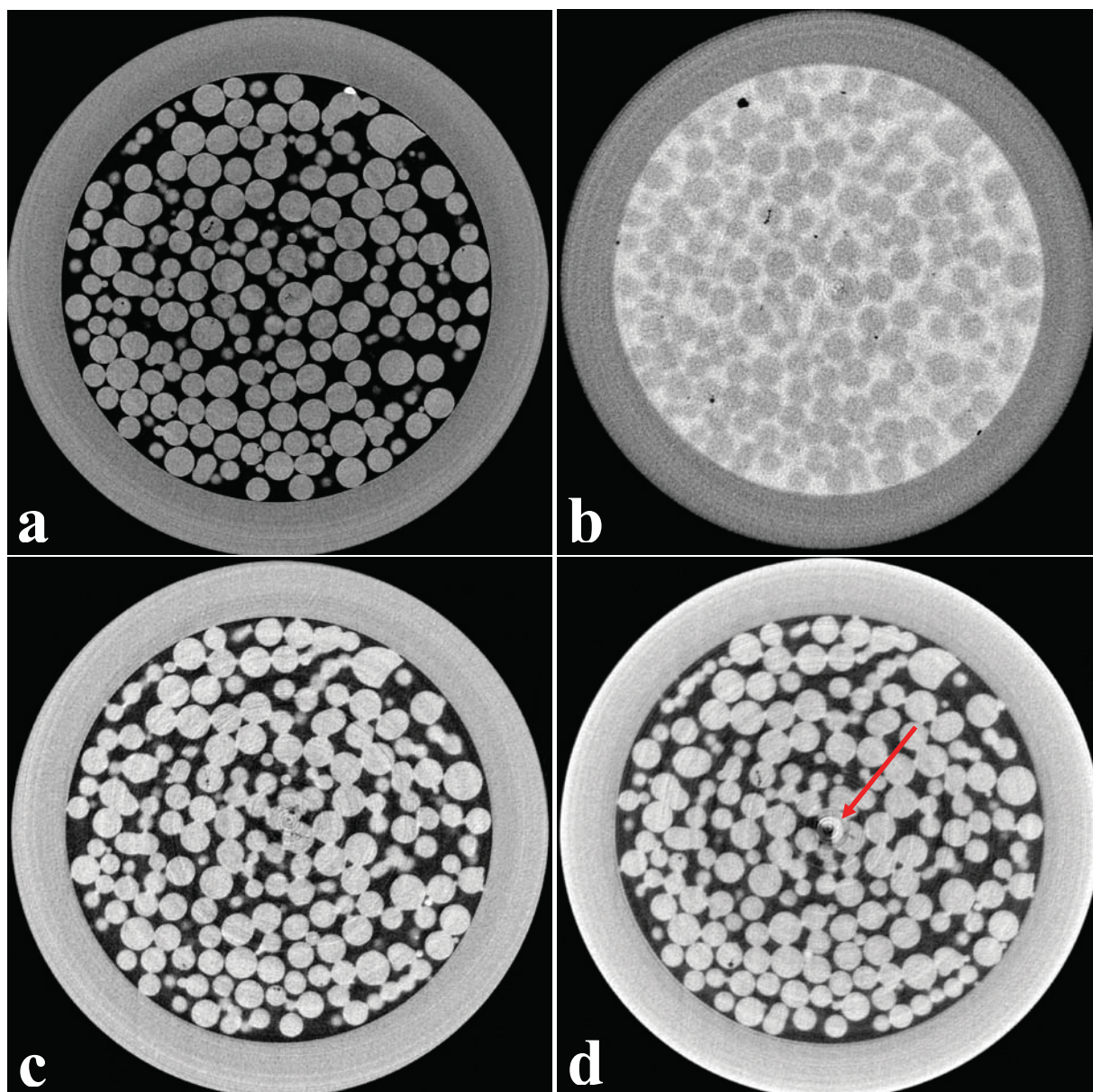


Figura 45. Imagens 2D, para a amostra EV1, (a) imagem 2D 580, seca, (b) imagem 2D 585, com solução, (c) imagem 2D 584, com óleo e medida a 70 kV e (d) imagem 2D 584, com óleo e medida a 60 kV.

A Figura 46 mostra uma figura adaptada do histograma de tons de cinza obtido para uma seleção da imagem 2D 585 da amostra contendo solução. A imagem

encontra-se mesclada com suas versões binarizada e em escala de cinza. O histograma apresenta apenas um pico, porém, ele é composto pela sobreposição do pico correspondente a fase vidro e do correspondente a fase solução, que por ser mais densa, provoca ligeiro alargamento no lado direito do pico sobreposto. Esta situação mostra a impossibilidade de completa separação entre as duas fases. A Figura 47 mostra o histograma de tons de cinza de uma seção 2D, agora para a amostra contendo o óleo comercial. O pico a direita corresponde à fase vidro, enquanto que o pico à esquerda corresponde a uma sobreposição de tons de cinza atribuídos, pelo *software*, a ruído com aqueles atribuídos ao óleo. O tom de cinza selecionado em ambos os histogramas é aquele que deixa pequenas bolhas de ar limpas de ruído.

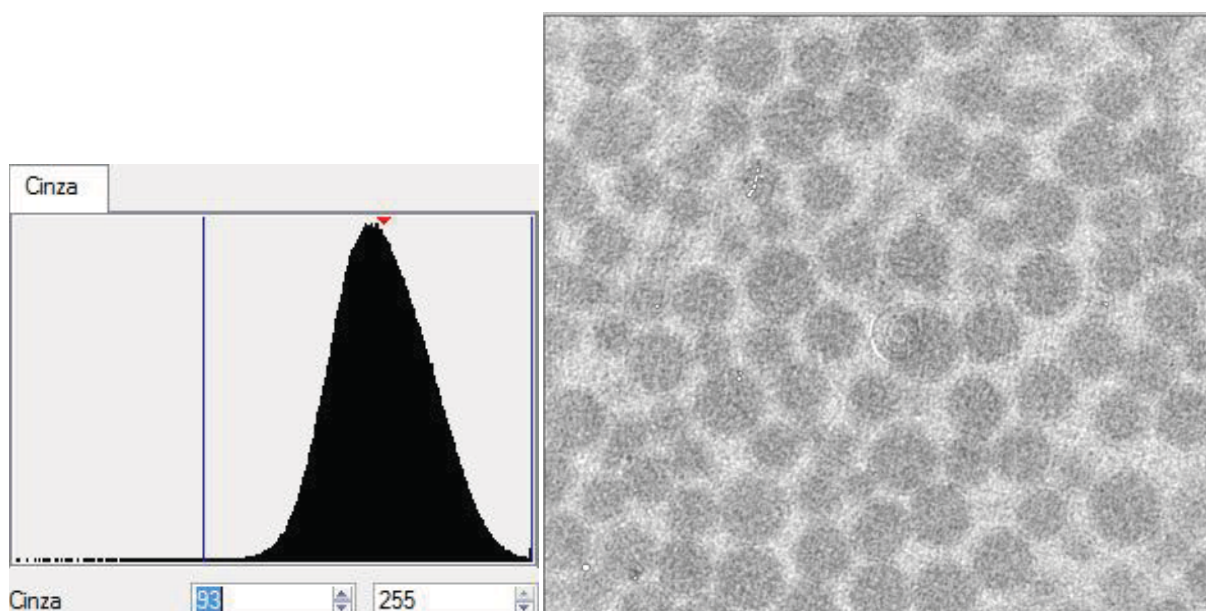


Figura 46. Detalhe da janela de seleção de limiar para binarização, do software Imago, para a amostra contendo a solução. À esquerda, o histograma com 256 tons de cinza e, à direita, uma seleção da imagem.

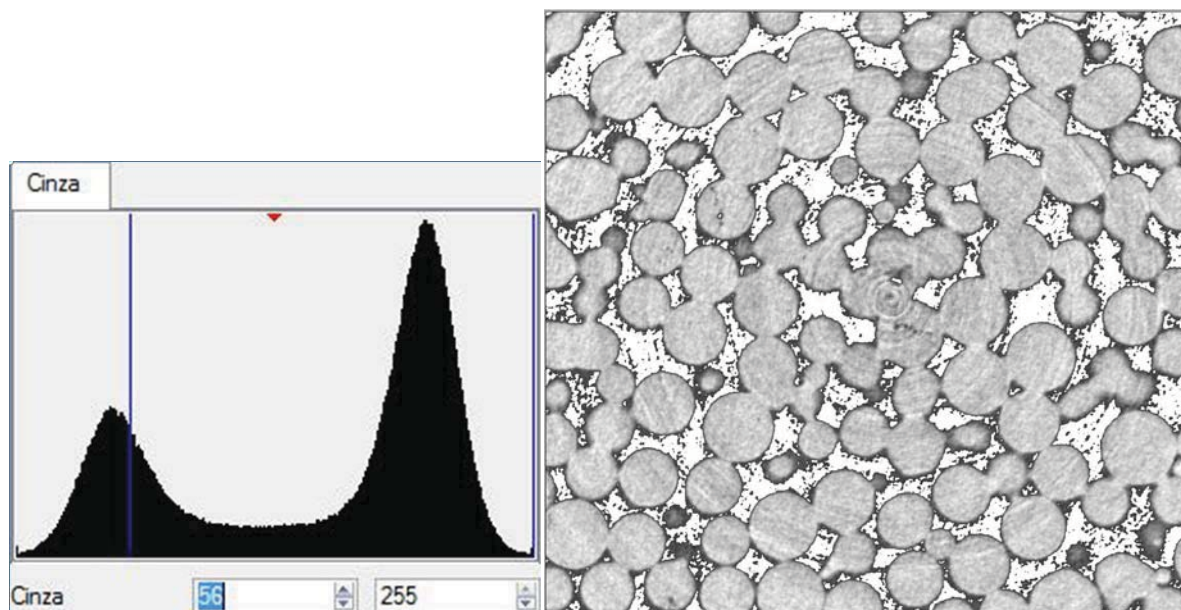


Figura 47. Detalhe da janela de seleção de limiar para binarização, do software Imago, para a amostra contendo o óleo-70 kV. À esquerda, o histograma com 256 tons de cinza e, à direita, uma seleção da imagem.

A Figura 48 mostra duas reconstruções da amostra EV1 quando esta contém solução ou óleo em seu espaço poroso. A imagem (a) é a combinação da reconstrução 3D, da imagem 2D 355 até a 755, da amostra medida seca com a amostra medida com solução. Essa estratégia foi adotada para identificar, visualmente, a porção referente a cada fase. Para a reconstrução da fase sólida foi selecionado o intervalo de tons de cinza compreendido de 60 a 255. Enquanto para reconstrução da solução foi utilizado intervalo de 128 a 255. A imagem (b) é a combinação das reconstruções 3D, da imagem 2D 354 até a 754, da fase sólida com a fase óleo. Neste caso, ambas as imagens 3D foram geradas com base nas seções reconstruídas da amostra medida contendo óleo em sua fase porosa. O intervalo de tons de cinza utilizado compreende de 56 a 128 para a fase óleo e de 128 a 255 para a fase sólida.

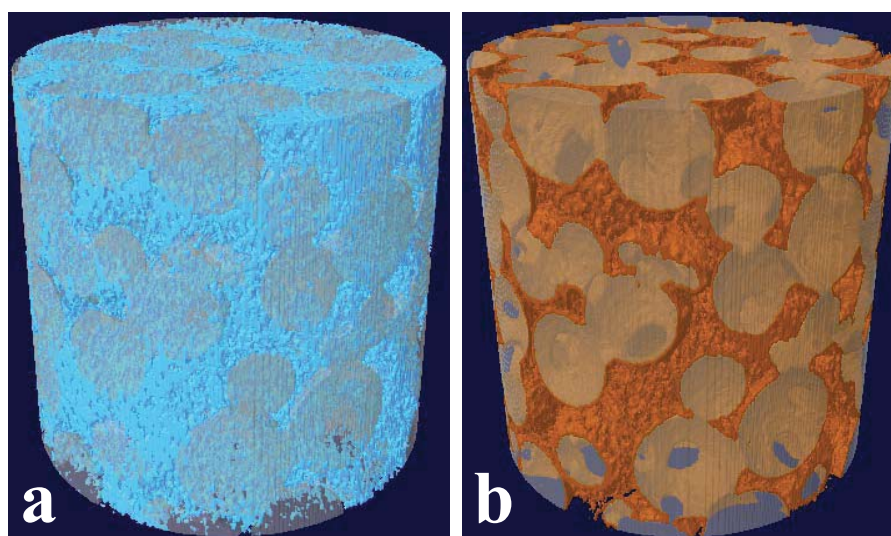


Figura 48. Imagens 3D para a amostra EV1 (a) contendo solução e (b) óleo. As imagens possuem 2100 μm de diâmetro e 2000 μm de altura.

5.2.2 Amostra EV2

Esta amostra de esferas de vidro foi medida nos dias 04 e 06 de Outubro de 2010 em apenas duas situações. As condições e os principais parâmetros selecionados para cada uma das medidas são apresentados na Tabela 4. A solução empregada continha a proporção de 70 % de H_2O , 17 % de NaCl e 13 % de KI (solução 1), como utilizado para a amostra EV1. O óleo empregado foi do tipo industrial. Ambos os fluidos dividiam o espaço poroso simultaneamente, e não individualmente como realizado com a amostra EV1. A intenção foi averiguar a capacidade da técnica com mais de um fluido em uma mesma medida. Esta amostra foi medida no CENPES e foi utilizado filtro de alumínio com 1,0 mm de espessura. Para atingir a resolução selecionada para estas medidas, o equipamento ajustou a distância objeto-fonte em 45,4 mm e câmera-fonte em 215 mm. Foram obtidas 511 projeções para a amostra seca e 900 projeções para a amostra contendo os fluidos. O tempo total de escaneamento foi de 2 horas e 2 minutos para as amostras seca e de 3 horas e 34 minutos para a amostra contendo os fluidos.

Tabela 4. Condições da amostra de esferas de vidro EV2 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.

Condição	Parâmetros de Aquisição							filtro
	Res. espacial (μm)	tensão/corrente (kV/ μA)	tempo de exposição (ms)	passo angular (graus)	rotação (graus)	média (frames)	<i>grid size</i> (pixels)	
Seca	4,84	70/141	3540	0,40	180	3	1048 x 2000	Al
Fluidos	4,84	70/141	3540	0,40	360	3	1048 x 2000	Al

A Figura 49 apresenta um exemplo de projeção para cada condição da amostra. A imagem (a) mostra o contraste satisfatório obtido, entre as fases ar e vidro, com os parâmetros selecionados. A região mais escura em (b) é causada pela presença da solução e pode-se perceber que esta fase se distribuiu da localização central para a inferior da amostra.

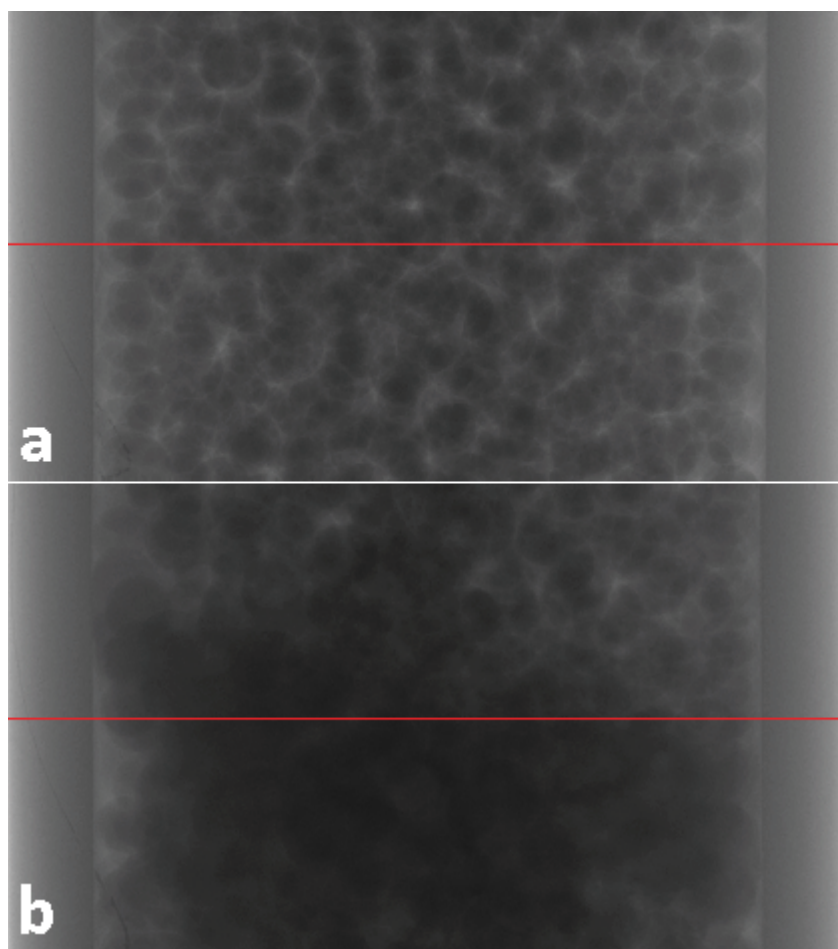


Figura 49. Projeções obtidas para a amostra EV2 (a) seca e (b) contendo os fluidos.

A Figura 50 mostra os perfis de níveis de cinza ao longo da linha vermelha das imagens da Figura 49. Pode-se perceber que a atenuação foi um pouco mais significativa para o caso da amostra contendo a solução e o óleo que para a amostra seca.

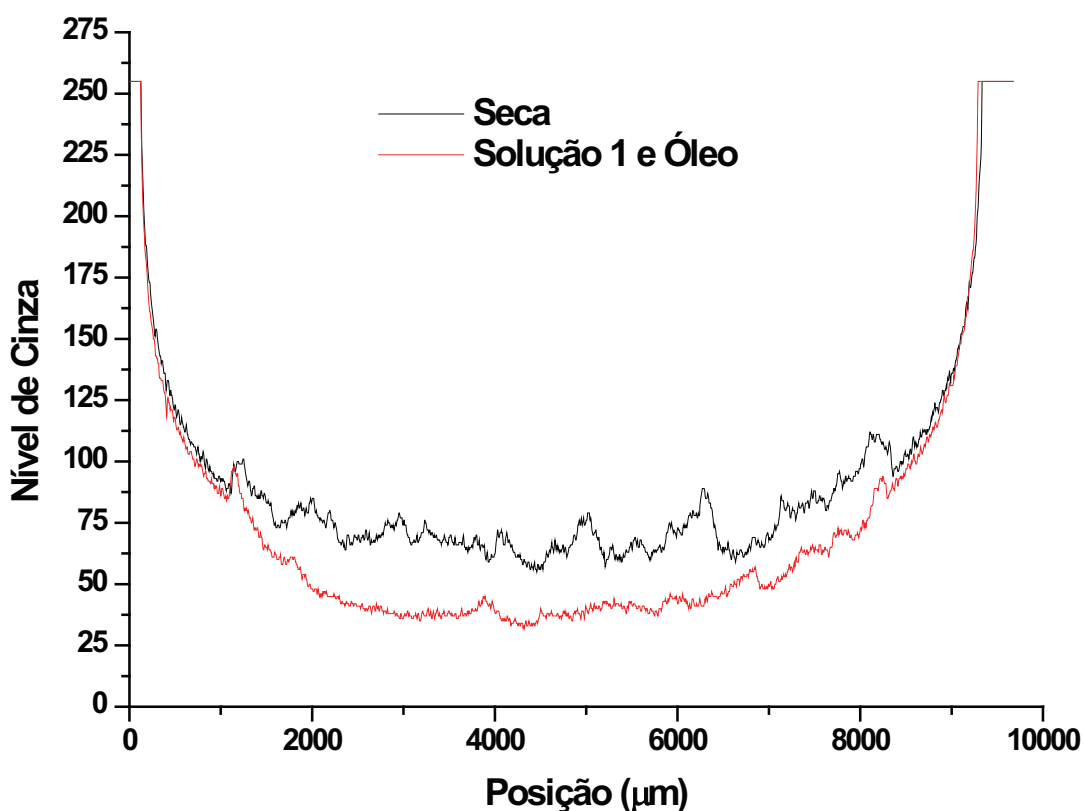


Figura 50. Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra EV2 seca, em preto, e contendo solução e óleo, em vermelho.

A reconstrução deu origem a 999 imagens 2D para a medida da amostra seca e 974 para a amostra contendo os fluidos. A Figura 51 apresenta um exemplo destas imagens para cada caso. Em (a) a imagem 2D 455 da amostra seca mostra sinais de artefatos, possivelmente devido ao emprego de rotação de 180°. Em (b), imagem 2D 500, é possível visualizar, claramente, a presença da solução juntamente com as esferas de vidro.

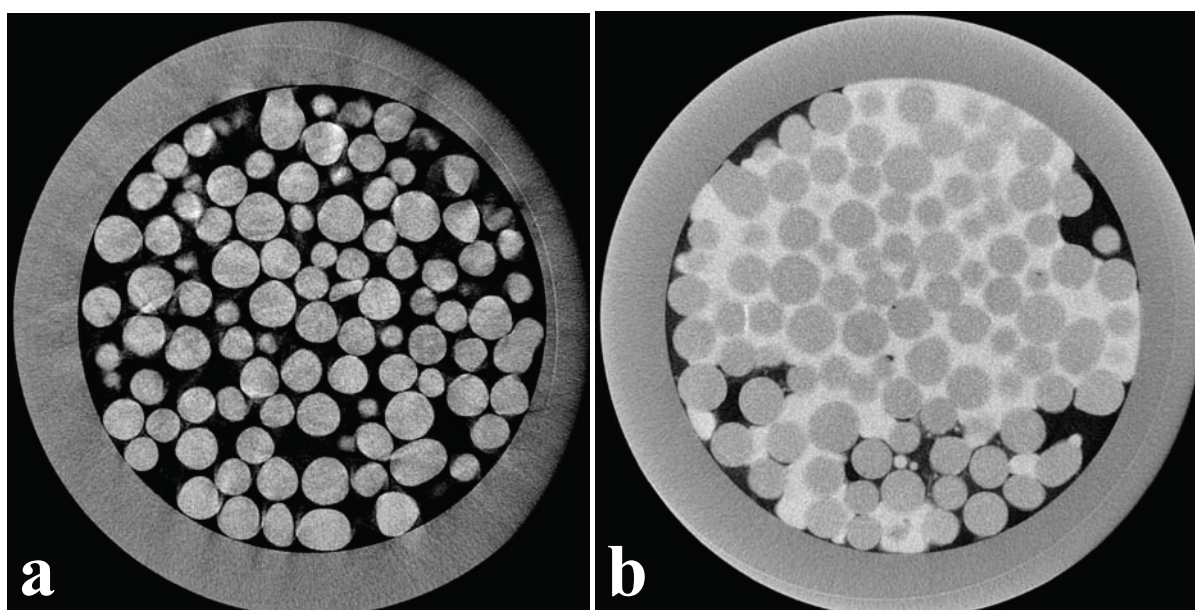


Figura 51. Imagens 2D, para a amostra EV2, (a) 455, seca e (b) 500, contendo solução e óleo.

A Figura 52 (a) apresenta a imagem 2D 684 da amostra EV2 contendo fluidos. Esta imagem deixa clara a presença de quatro fases distintas: vidro, solução, óleo e ar, principalmente quando visualizadas por meio do detalhe da imagem (b). A imagem (c) é uma reprodução de (b) onde o vidro é representado em cinza, a solução em azul, o óleo em marrom e o ar em verde.

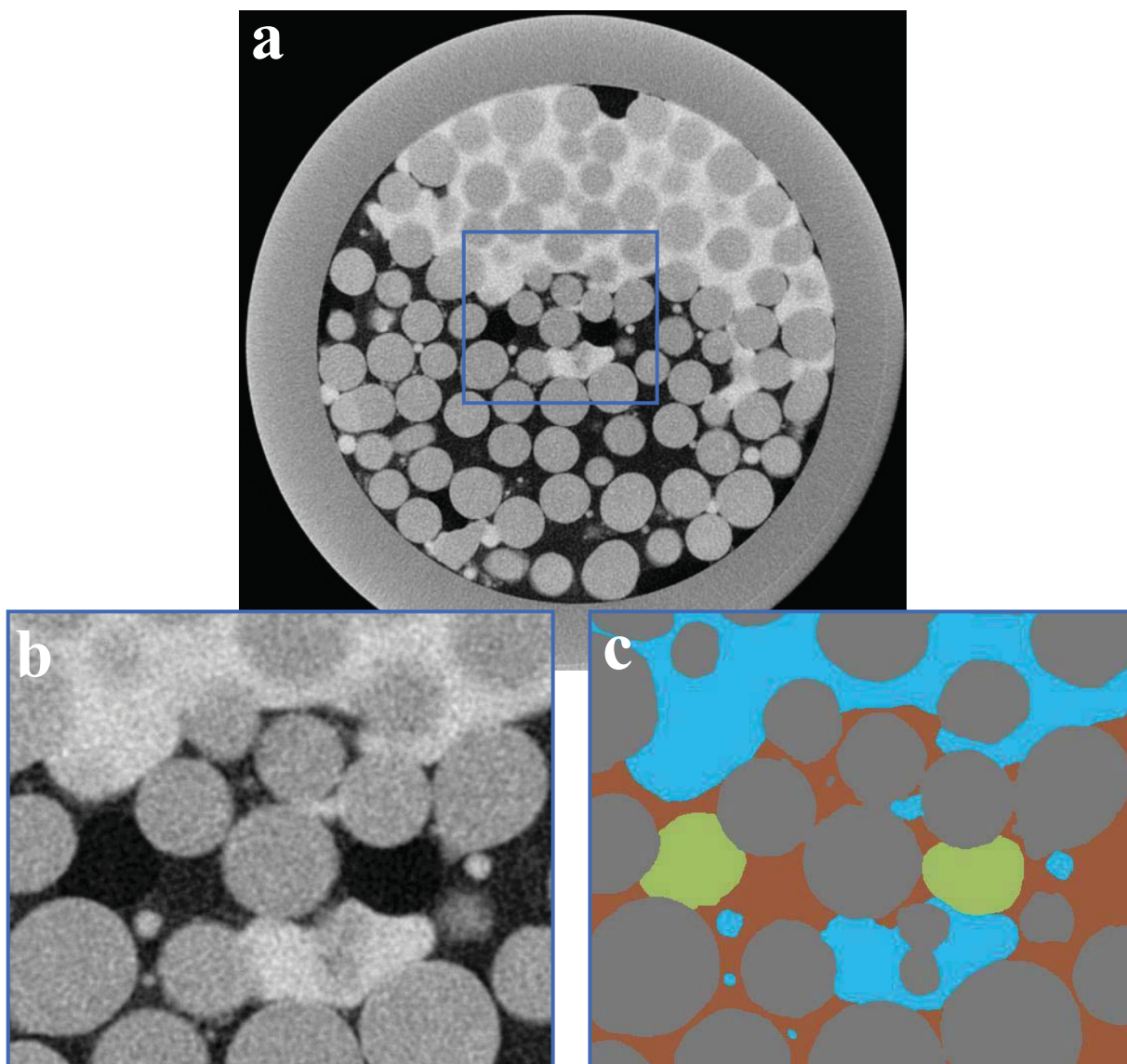


Figura 52. (a) Imagem 2D 684 mostrando cada fase presente na amostra, (b) detalhe da região central da imagem e (c) reprodução colorida de cada fase.

A Figura 53 apresenta em (a) o histograma com o pico referente à solução à direita, parcialmente sobreposto com o pico referente ao vidro, e o pico referente ao óleo à esquerda sobreposto do ruído. A imagem (b) é a seleção da região central da imagem 2D 684, em escala de cinza e (c) a imagem binarizada, porém mesclada, ao limiar 44. Este limiar foi utilizado, pois com ele as regiões referentes às bolhas de ar ficam livres de ruído.

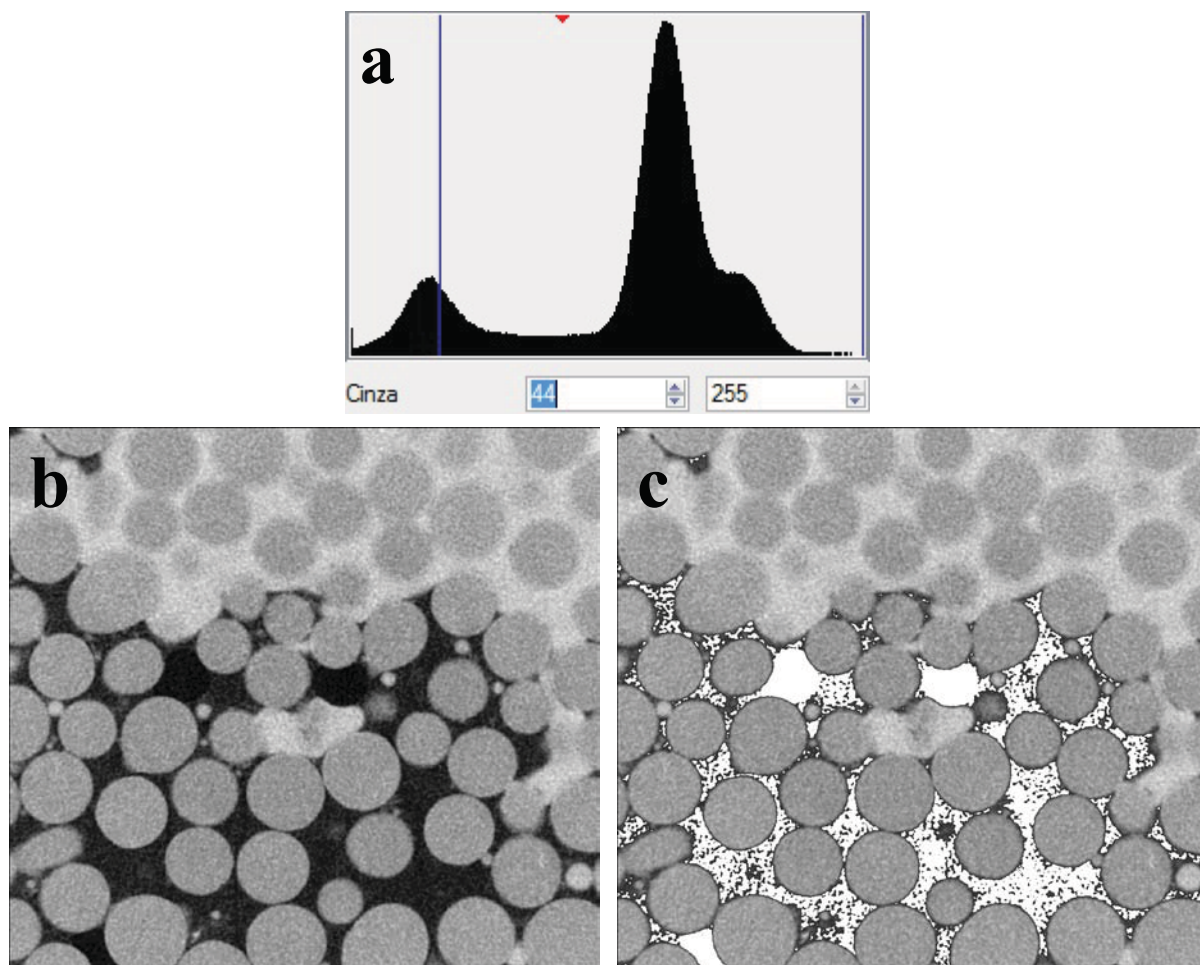


Figura 53. (a) Detalhe da janela de seleção de limiar para binarização, do software Imago, para a imagem 2D 684, da amostra contendo os fluidos. (a) é o histograma, (b) a imagem em escala de cinza e (c) a imagem binarizada/mesclada.

A Figura 54 mostra três reconstruções da amostra EV2. Todas elas foram geradas, utilizando-se as imagens 2D da 401 até a 700, com base na medida da amostra contendo os fluidos. A imagem (a) é a reconstrução 3D das fases vidro e solução, quando aplicado o intervalo de tons de cinza de 88 a 255. A (b) mostra as fases óleo e ar, aplicando-se o intervalo de tons de cinza de 0 a 88, ou seja, o complementar da imagem (a). E a imagem (c) mostra apenas a fase que sobra preenchendo os poros quando se elimina o ruído de dentro das bolhas de ar. Este efeito é obtido com a aplicação do intervalo de tons de cinza de 44 a 88.

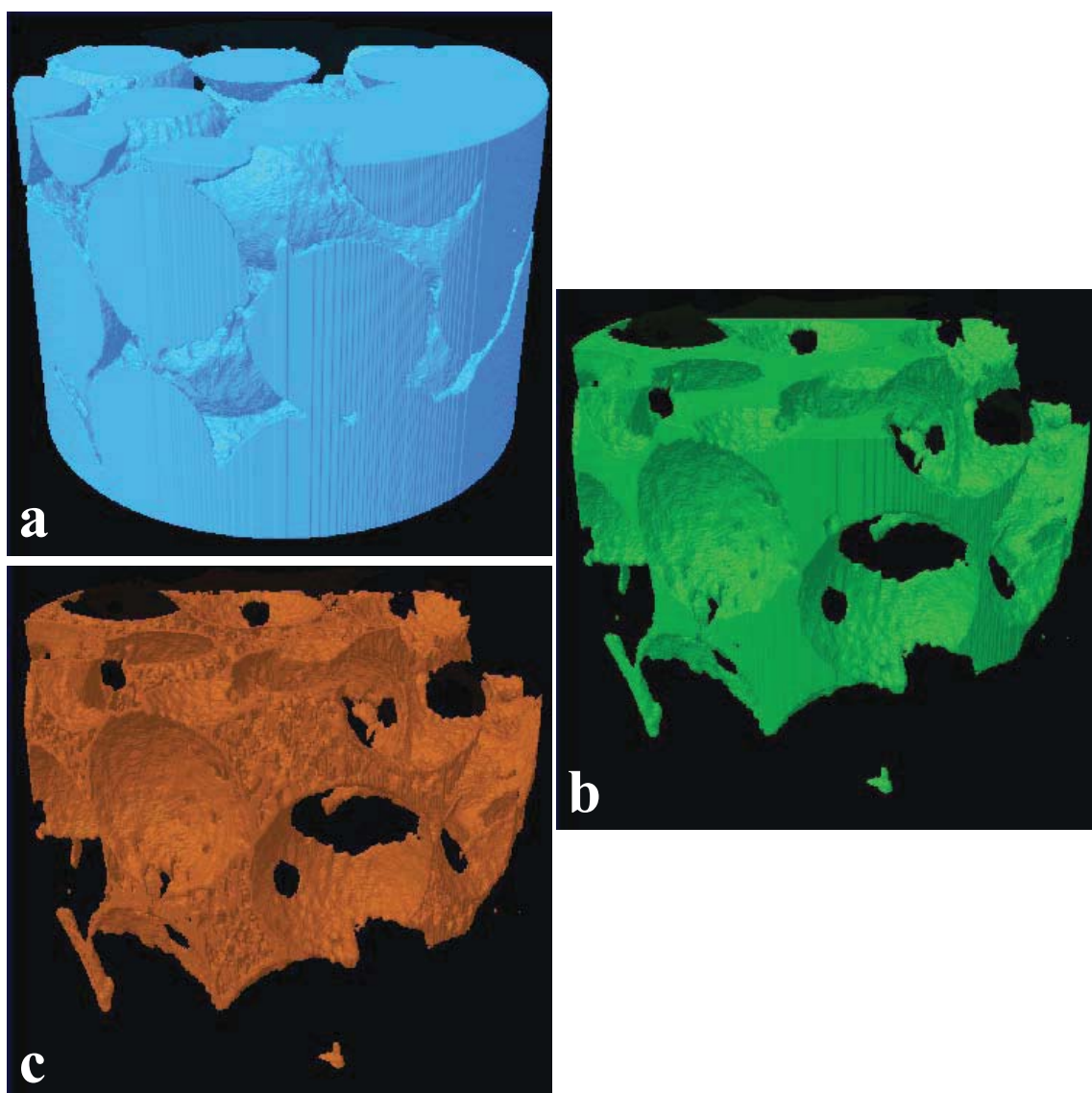


Figura 54. Imagens 3D para a amostra EV2: (a) fases vidro e solução, (b) óleo e ar e (c) óleo. As imagens possuem 2094 μm de diâmetro e 1450 μm de altura.

5.2.3 Amostra EV3

Os experimentos realizados com esta amostra consistiram de duas etapas. Na primeira, a amostra foi medida nos dias 07 e 09 de Fevereiro de 2012. Na segunda, a amostra foi medida em 30 de Março de 2012. As condições e os principais parâmetros selecionados para cada uma das medidas são apresentados na Tabela 5. Duas soluções foram empregadas em duas diferentes medidas. Uma delas (Solução 4), utilizada na primeira etapa, continha a proporção de 73,3 % de H_2O , 13,3 % de NaCl e 13,3 % de $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e a outra

(Solução 3), utilizada na segunda etapa, continha a proporção de 64 % de H₂O, 16 % de NaCl e 20 % de KI. A primeira etapa foi realizada no LAMIR, enquanto que a segunda foi realizada no LARX e, neste caso, foi utilizado filtro composto por alumínio e cobre durante a medida. Para atingir a resolução selecionada para estas medidas, o equipamento ajustou a distância objeto-fonte em 62,8 mm e câmera-fonte em 218,8 mm, para a medida da amostra seca, 61,2 mm e câmera-fonte em 218,8 mm, para a medida da amostra contendo a solução 4 e 60,7 mm e câmera-fonte em 209,9 mm, para a medida da amostra contendo a solução 3. Foram obtidas 902 projeções em cada aquisição. O tempo total de escaneamento foi de 2 horas e 17 minutos, 2 horas e 32 minutos e 3 horas, para a amostra seca, contendo a solução 4 e contendo a solução 3, respectivamente.

Tabela 5. Condições da amostra de esferas de vidro EV3 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.

Condição	Parâmetros de Aquisição							
	Res. espacial (µm)	tensão/corrente (kV/ µA)	tempo de exposição (ms)	passo angular (graus)	rotação (graus)	média (frames)	grid size (pixels)	filtro
Seca	5,03	70/141	1800	0,40	360	4	1336 x 2000	s/
Solução 4	4,90	80/124	2000	0,40	360	4	1336 x 2000	s/
Solução 3	5,01	100/100	1200	0,40	360	8	1336 x 2000	Al/Cu

A Figura 55 mostra exemplos de projeções obtidas com os três escaneamentos desta amostra. A figura (a) deixa claro, devido ao contraste adequado obtido, que a fase mais atenuante presente na amostra é o vidro. A figura (b) demonstra a não ocorrência de contraste adequado entre as esferas de vidro e a solução 4. Por outro lado, a figura (c) mostra o contraste satisfatório obtido entre as fases vidro e a solução 3, a qual é agora a fase mais atenuante presente na amostra.

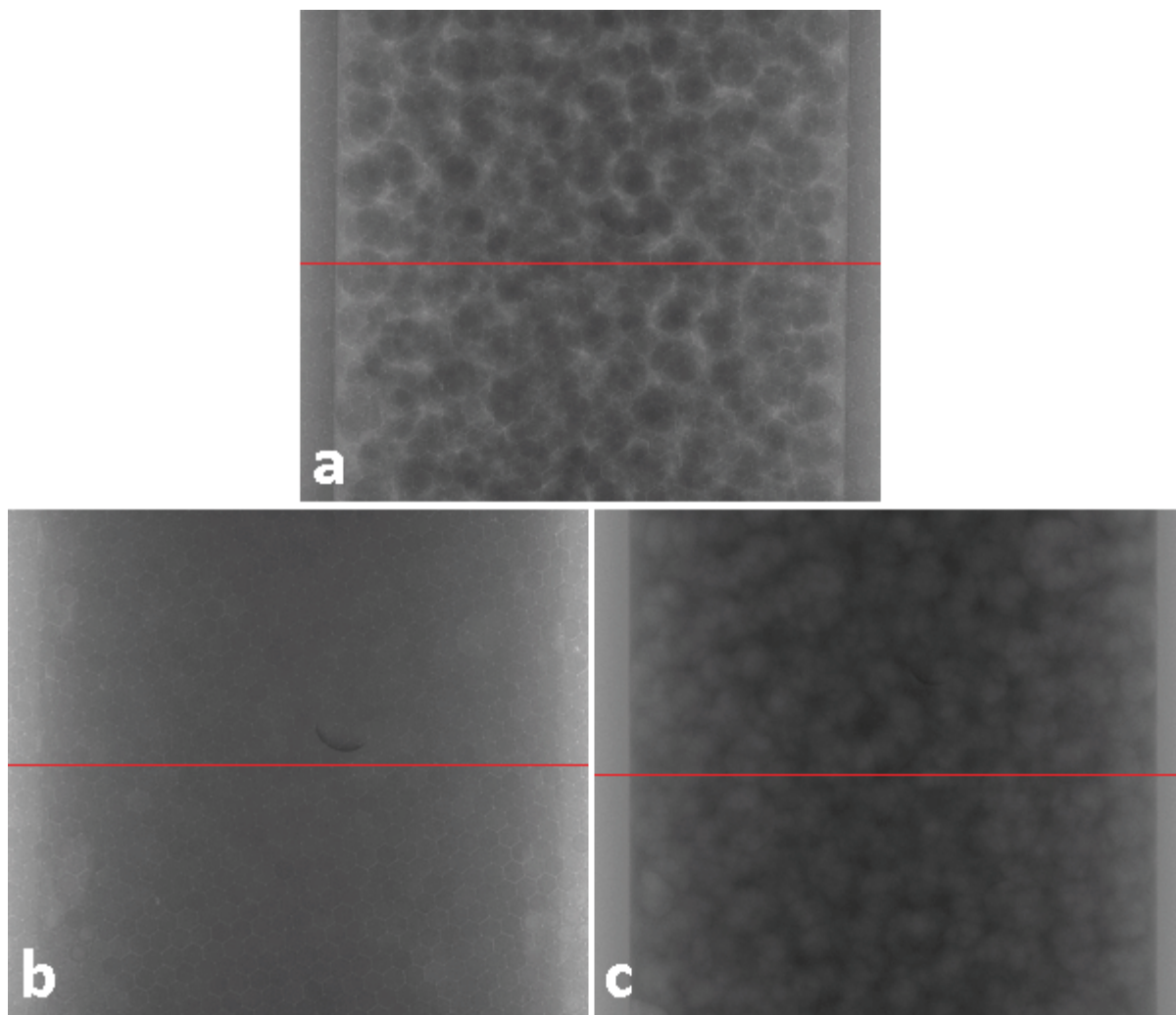


Figura 55. Projeções obtidas para a amostra EV3 (a) seca, (b) contendo a solução 4 (dopada com $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e (c) contendo a solução 3 (dopada com KI).

Os perfis de níveis de cinza representando a intensidade da atenuação através da amostra, ao longo das linhas vermelhas na figura anterior, são mostrados na Figura 56. Os níveis de tons de cinza obtidos para a medida da amostra contendo a solução 4 ficaram próximos daqueles obtidos para a medida da amostra seca, mas com maior uniformidade de níveis de cinza entre as fases vidro e solução, isto indica atenuação semelhante do feixe de raios X por estas duas fases. Por outro lado, tal atenuação aumenta para a medida com a amostra contendo a solução 3, mesmo, neste caso, com maior voltagem aplicada no tubo de raios X.

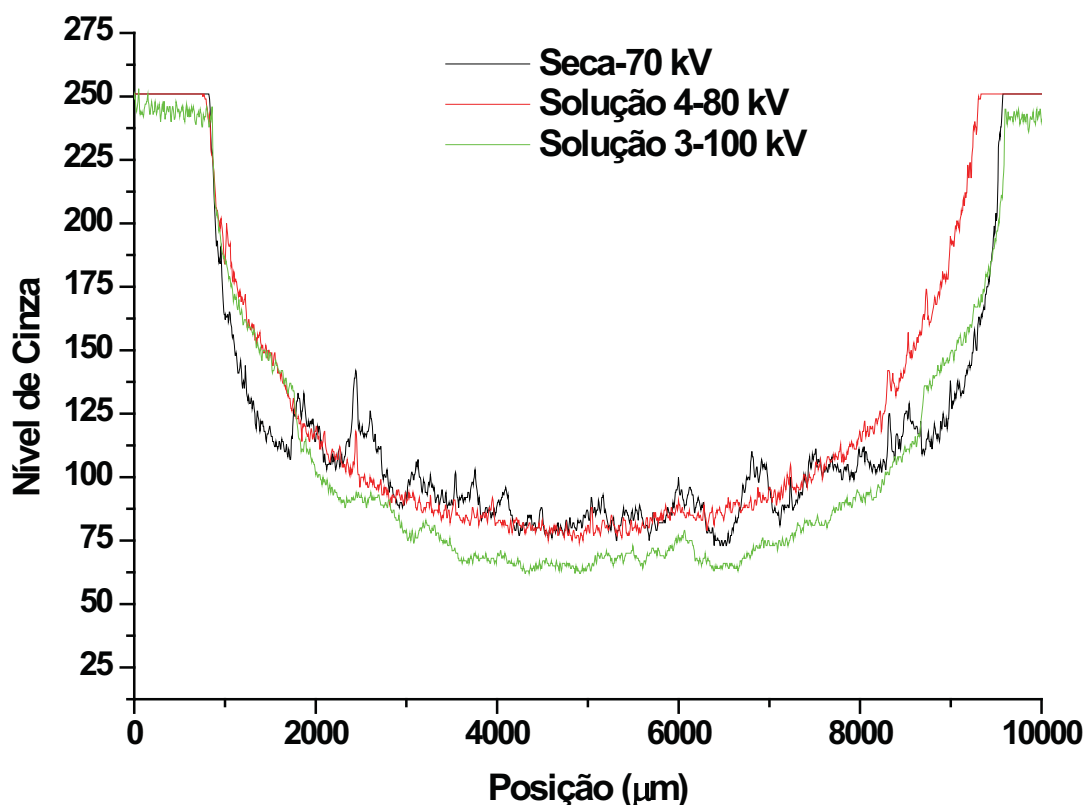


Figura 56. Perfis de níveis de cinza em uma linha da amostra EV3 seca, em preto, contendo a solução 4, em vermelho, e contendo a solução 3, em verde.

As reconstruções deram origem a 811 imagens 2D para a medida da amostra seca, 801 para a amostra contendo a solução 4 e também para a amostra contendo a solução 3. A Figura 57 apresenta um exemplo destas imagens para cada caso. A melhor situação para a diferença de contraste obtida entre fases ocorreu para esta amostra quando a mesma continha a solução 3, figura (c). Esse resultado permitiu a obtenção do volume da solução 3 diretamente da análise 3D. Esse valor é de $(56 \pm 4) \text{ mm}^3$ dentro de um volume analisado de 145 mm^3 . O mesmo volume obtido pela diferença de porosidade total média das imagens 2D resultou em $(57 \pm 2) \text{ mm}^3$. O volume da solução 4 pode ser medido apenas pela diferença entre as porosidades antes e depois da intrusão na amostra. Os valores provenientes das análises 3D e 2D são, respectivamente, $(58 \pm 1) \text{ mm}^3$ e $(55 \pm 3) \text{ mm}^3$, para um volume analisado de 142 mm^3 . O volume de líquido injetado foi medido para esta amostra e corresponde a $(348 \pm 13) \text{ mm}^3$ e $(344 \pm 12) \text{ mm}^3$ para a solução 4 e solução 3,

respectivamente, dentro de um volume total de amostra de $(749 \pm 12) \text{ mm}^3$. Os dois tipos de análises resultaram em volume igual de líquido injetado. Ambas ficaram aquém da quantidade real injetada. Porém, a menor e a maior diferença entre os resultados provenientes das análises e o real injetado foi de apenas 2 % e 3 %, respectivamente. As Tabela 6 e Tabela 7 resumem os resultados descritos.

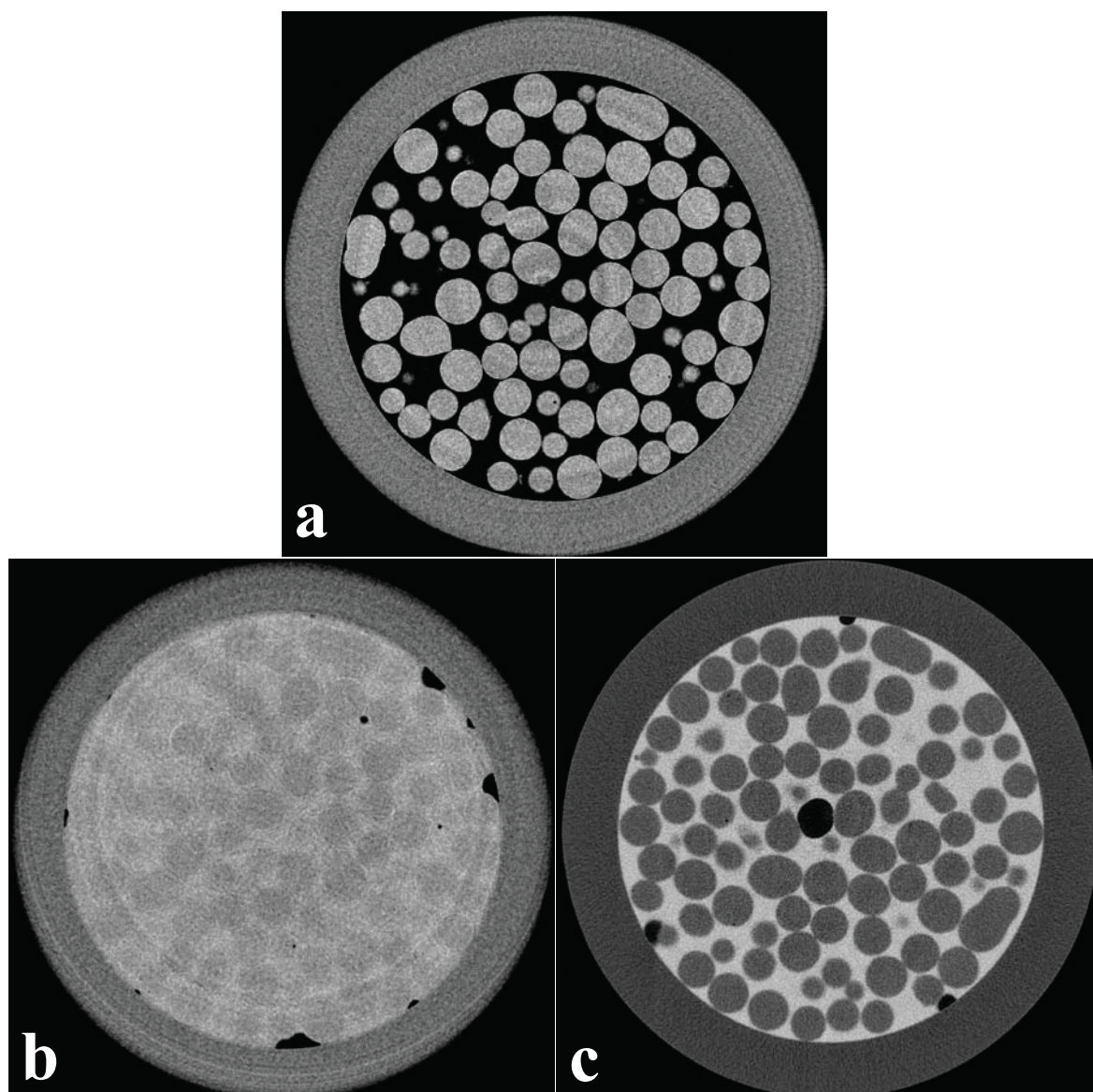


Figura 57. Imagens 2D, para a amostra EV3, (a) imagem 2D 249, seca, (b) imagem 2D 231, com a solução 4, (c) imagem 2D 392, com a solução 3.

Tabela 6. Resultados obtidos através das análises 2D e 3D.

Líquido injetado	Análise	Volume obtido (mm ³)	Volume analisado (mm ³)	Porcentagem líquido (%)
Solução 4	2D	55 ± 3	142	41
	3D	58 ± 1		42
Solução 3	2D	57 ± 2	145	41
	3D	56 ± 4		41

Tabela 7. Valores relativos à amostra.

Líquido injetado	Volume injetado (mm ³)	Volume amostra (mm ³)	Porcentagem líquido (%)
Solução 4	348 ± 13	749 ± 12	44
Solução 3	344 ± 12		

As Figura 58 e Figura 59 mostram reconstruções 3D para a amostra EV3. Na Figura 58, os modelos foram criados com as imagens 2D de 218 até a 718, provenientes da amostra seca. Os intervalos de tons de cinza utilizados foram 66 a 255 para a figura (a) e 0 a 65 para a figura (b). Para gerar as imagens 3D da Figura 59 foram utilizadas as imagens 2D de 361 até a 861 provenientes da medida com a amostra contendo a solução 3. Os intervalos de tons de cinza utilizados foram 51 a 140, 0 a 50 e 141 a 255 para as figuras (a), (b) e (c), respectivamente. Existe grande similaridade entre as duas imagens geradas para a fase sólida, quando comparados os casos da amostra seca e contendo a solução, apesar do diferente posicionamento das esferas de vidro, isso devido à boa distinção entre os intervalos de tons de cinza das fases que compõem a amostra com a solução. A exceção, indicada pela seta na Figura 59 (a), é a geração de um artefato na interface entre as fases ar e solução. Esta região foi gerada devido ao efeito de volume parcial nesta interface, o que gerou um conjunto de voxels com valores de tons de cinza intermediários aos representativos das fases ar e solução.

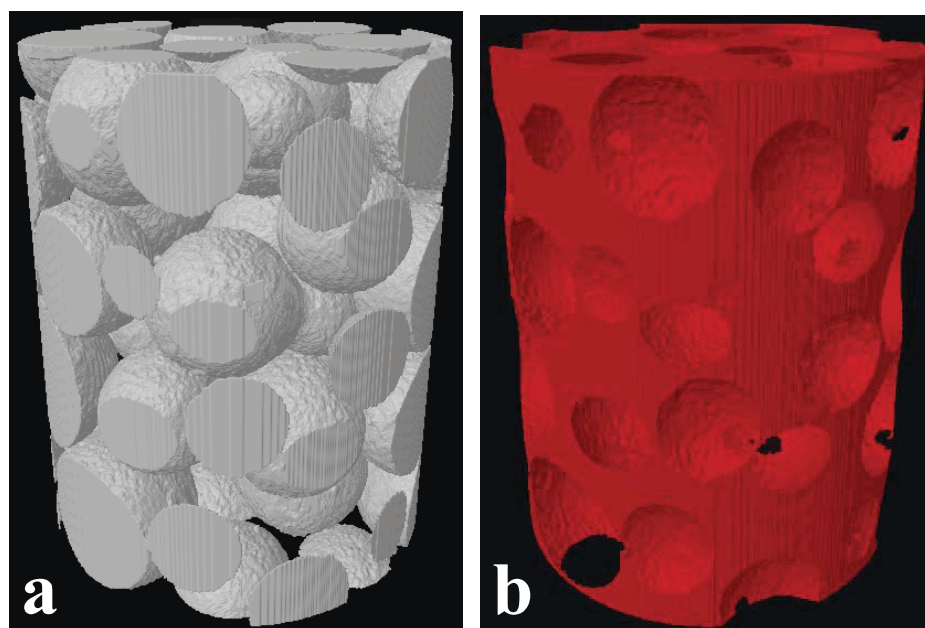


Figura 58. Imagens 3D para a amostra EV3 seca: (a) esferas de vidro e (b) fase porosa. As imagens possuem 2006 μm de diâmetro e 2520 μm de altura.

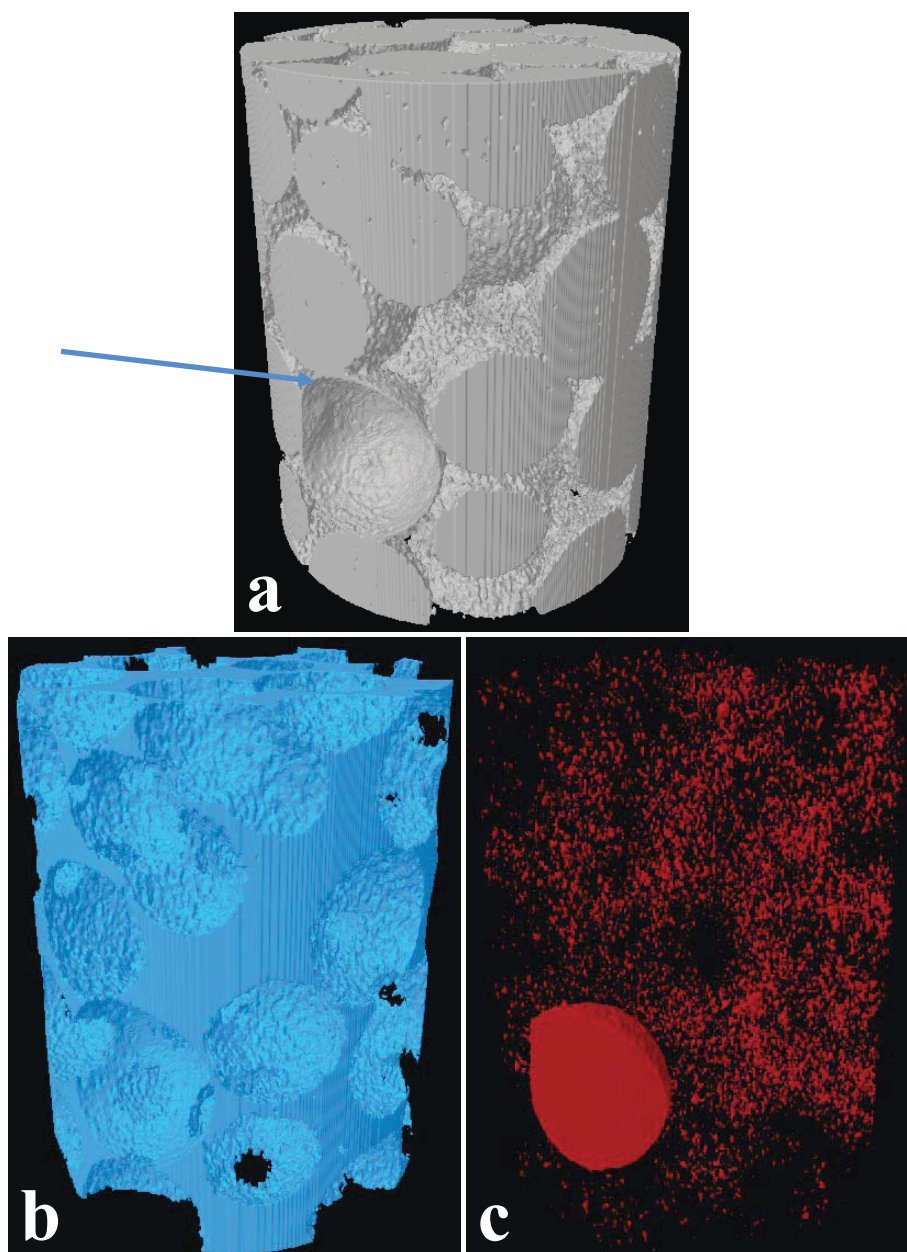


Figura 59. Imagens 3D para a amostra EV3 contendo a solução 3: (a) esferas de vidro, (b) solução e (c) fase porosa. As imagens possuem 2003 μm de diâmetro e 2510 μm de altura.

5.3 Arenito Botucatu

5.3.1 Amostra ARN1

As medidas da amostra ARN1 foram realizadas nos dias 07 e 09 de Dezembro de 2009. A amostra foi medida na condição seca e, posteriormente, infiltrada com solução. Os parâmetros de cada medida são apresentados na Tabela 8. A solução empregada continha a proporção de 70 % de H₂O, 17 % de NaCl e 13 % de KI. Estas medidas foram realizadas no CENPES. Para atingir a resolução selecionada para estas medidas, o equipamento ajustou a distância objeto-fonte em 45,4 mm e câmera-fonte em 215,1 mm. Como a amostra foi acomodada dentro de um porta-amostra cuja parede de alumínio possui espessura de 1,0 mm, não houve a necessidade de emprego de filtro. O número de imagens obtidas foi 817 para ambas as medidas. O tempo total de escaneamento foi de 3 horas e 27 minutos para ambas as medidas.

Tabela 8. Condições da amostra de arenito Botucatu ARN1 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.

Condição	Parâmetros de Aquisição							filtro
	Res. espacial (μm)	tensão/corrente (kV/ μA)	tempo de exposição (ms)	passo angular (graus)	rotação (graus)	média (frames)	grid size (pixels)	
Seca	4,84	80/124	5015	0,25	180	3	1048 x 2000	s/
Solução 1	4,84	80/124	5015	0,25	180	3	1048 x 2000	s/

A Figura 60 (a) apresenta um exemplo de projeção para esta amostra de arenito na condição seca, enquanto (b) apresenta um exemplo para a mesma contendo solução. Pode-se perceber a alteração de contraste que ocorre de uma imagem para outra devido à maior atenuação do feixe de raios X quando a solução está presente na amostra. Um fato interessante é que, quando a projeção é proveniente da medida com a amostra seca, a região localizada na transmissão do feixe pela luva de teflon é escura, enquanto a região da transmissão pela resina (cola) é clara, uma comparada com a outra, como indicado pela base e a ponta da seta clara, respectivamente, em (a). Porém, quando a projeção é proveniente da medida com a amostra infiltrada com a solução, estas regiões têm as tonalidades invertidas,

como indicado pela seta invertida em (b). Isso se deve, possivelmente, a algum tipo de adaptação realizada pelo *software*. As setas vermelhas ainda indicam uma espécie de sombra criada no lado esquerdo das projeções. Esse efeito é um defeito da câmera CCD e, no caso destas medidas, foi mais significativo em (b). Felizmente, tal anomalia não invadiu a região de transmissão do feixe através do arenito.

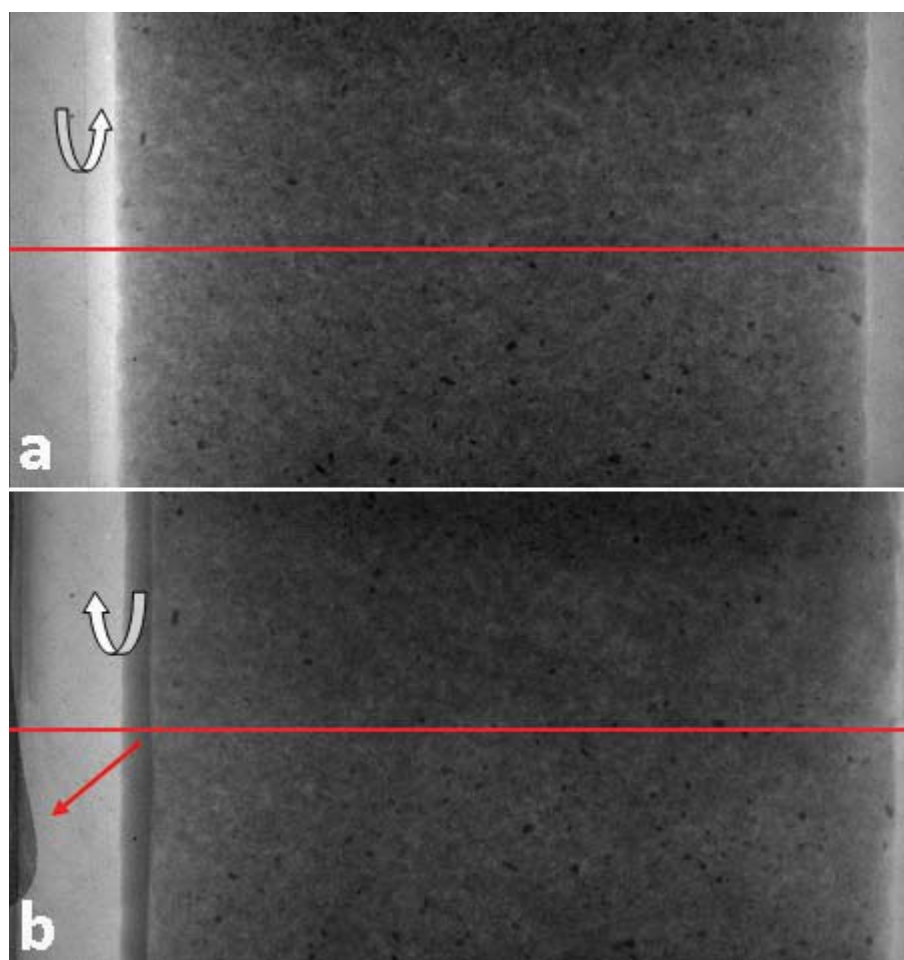


Figura 60. Projeções obtidas para a amostra ARN1 (a) seca e (b) com solução.

A Figura 61 mostra os perfis de níveis de cinza ao longo da linha vermelha das projeções da Figura 60. Em geral, a atenuação foi mais intensa para o caso da amostra contendo a solução que para a amostra seca. Porém, houve ocorrência de valores semelhantes de níveis de cinza para dadas regiões. Isto indica ausência ou pouca solução para estas regiões através da amostra.

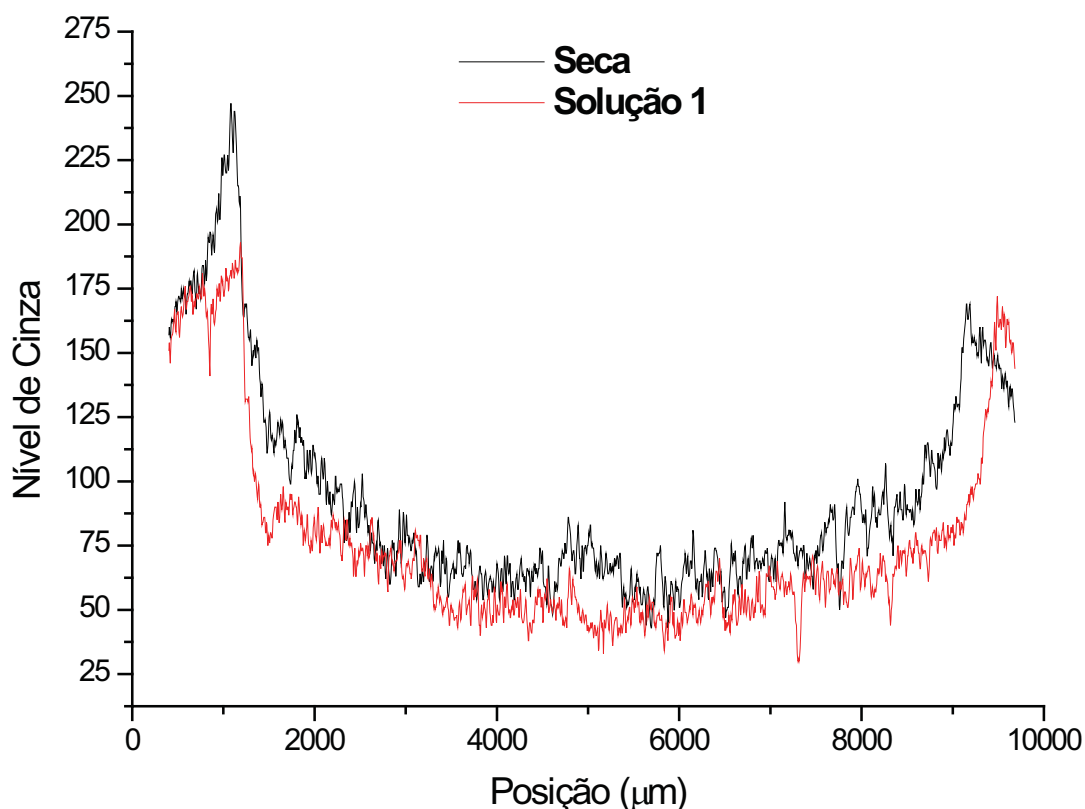


Figura 61. Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN1 seca, em preto, e contendo solução, em vermelho.

A Figura 62 mostra imagens 2D reconstruídas, em escala de cinza, para a amostra ARN1 nas condições (a) seca e (b) infiltrada. Assim como, as mesmas imagens 2D binarizadas com utilização do limiar 83 e 90 para (a') e (b'), respectivamente. Foram obtidas 1000 e 946 imagens para a amostra seca e infiltrada, respectivamente. A comparação entre as imagens (a) e (b) mostra diminuição do ambiente poroso devido à presença da solução, efeito este percebido mais claramente pelas imagens binarizadas. Porém não é possível distinguir, visualmente, um intervalo de tons de cinza característico deste fluido. A impressão é que ocorreu um “inchaço” da fase sólida presente na amostra, fazendo com que os poros tivessem seu tamanho reduzido.

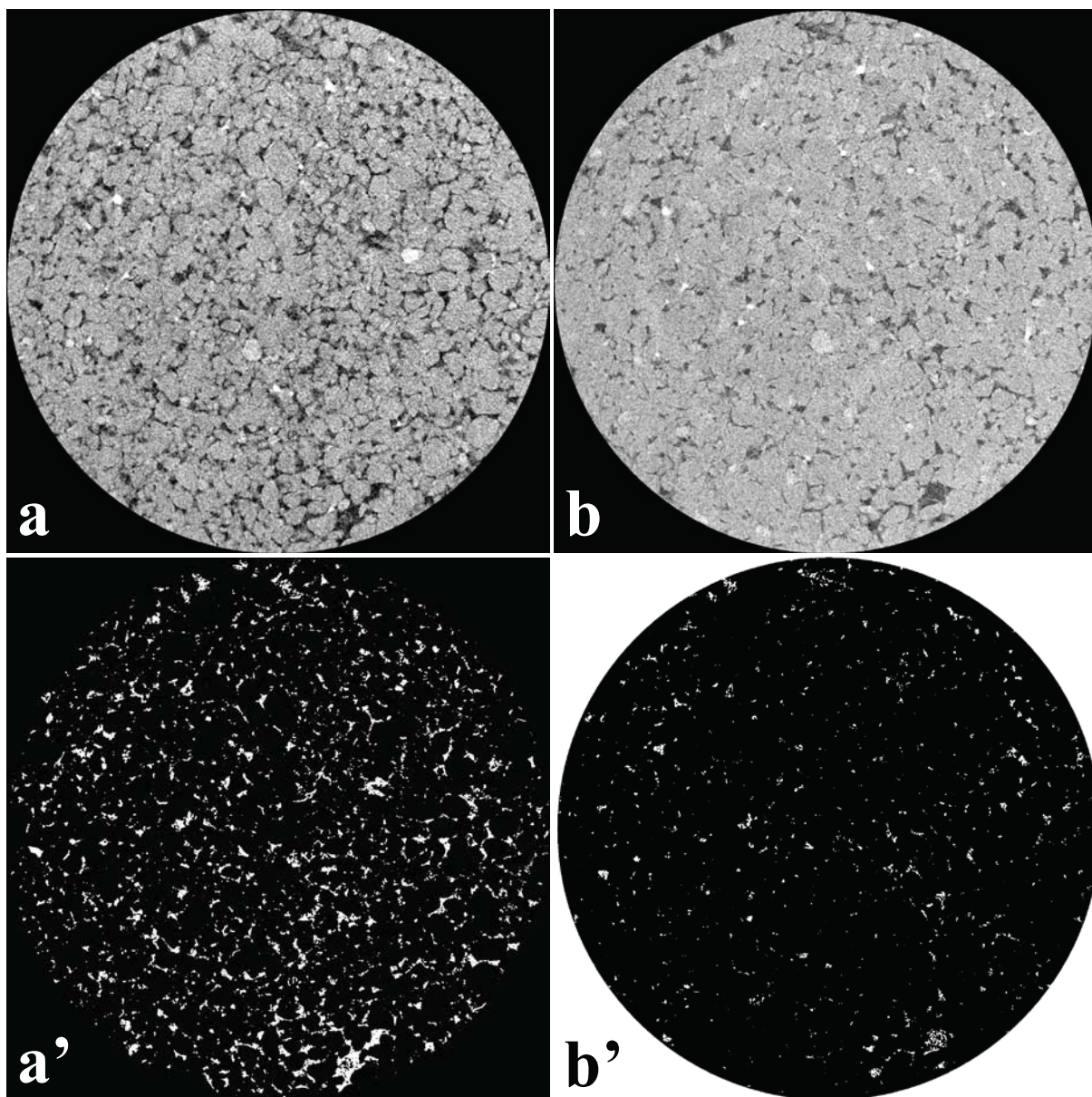


Figura 62. Imagens 2D para a amostra ARN1 (a) imagem 2D 721 seca e (a') 721 seca binarizada e (b) imagem 2D 713 infiltrada e (b') 713 infiltrada binarizada.

A Figura 63 mostra os perfis de porosidade criados com o valor da porosidade média obtido para cada imagem 2D do volume escaneado da amostra ARN1 em ambas as medidas. O perfil representado pela cor vermelha, obtido para a amostra seca, mostra a heterogeneidade encontrada neste tipo de arenito Botucatu. O valor de porosidade total média encontrado para a amostra seca é de $(7,2 \pm 1,0) \%$. O perfil de porosidade

representado em verde corresponde ao intervalo de imagens 2D após presença da solução na amostra. O valor da porosidade total média encontrado é de $(1,7 \pm 0,6) \%$ e corresponde a uma ocupação de 76 % do ambiente poroso e a $(10 \pm 2) \text{ mm}^3$ de intrusão de fluido em um volume analisado de 186 mm^3 . O volume obtido da análise 3D corresponde a $(10 \pm 3) \text{ mm}^3$ de fluido injetado. Ele foi calculado com base nos valores de porosidade total obtidos para a amostra seca e contendo a solução em um volume analisado de 186 mm^3 . A Tabela 9 resume os resultados descritos acima juntamente com os valores de porosidade total obtidos pela análise 3D. Os valores obtidos para a porosidade aberta antes e após a presença da solução na amostra são 2,50 % e 0,07 %, respectivamente.

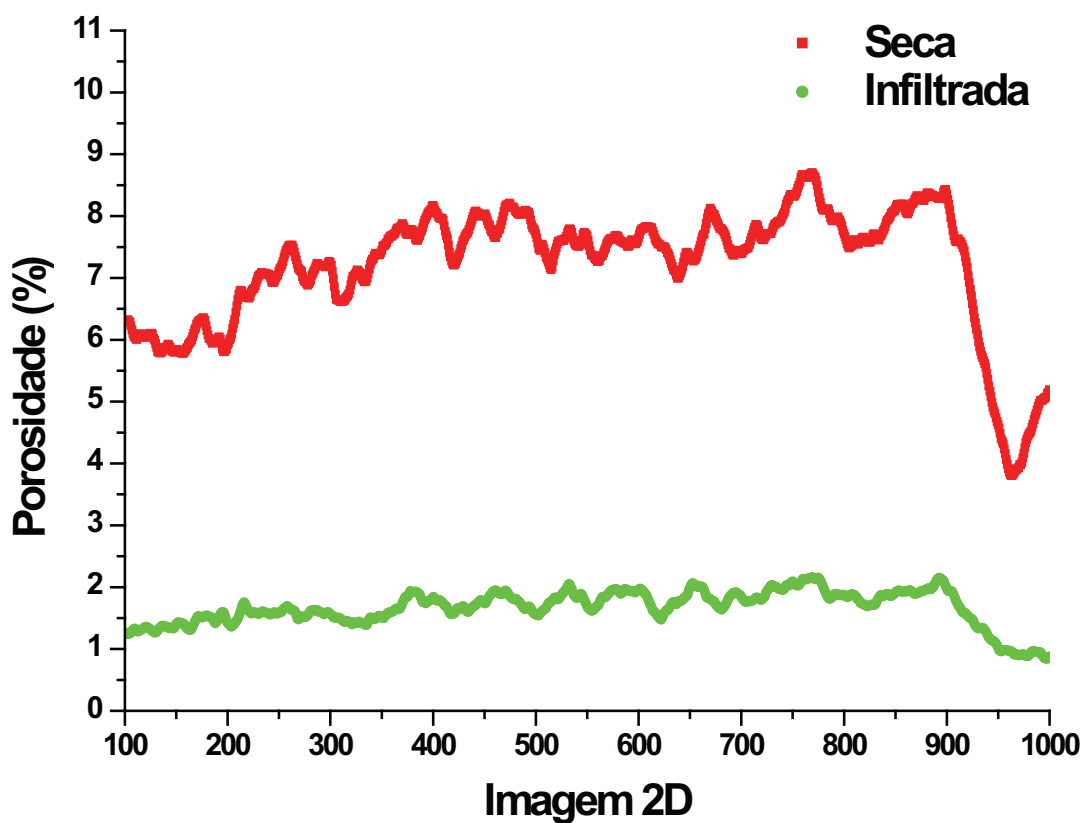


Figura 63. Perfil de porosidade para a amostra ARN1 seca, em vermelho e com a presença da solução, em verde.

Tabela 9. Resultados obtidos através das análises 2D e 3D.

Análise	Seca (%)	Solução (%)	Volume obtido (mm ³)	Volume analisado (mm ³)
2D	7,2 ± 1,0	1,7 ± 0,6	10 ± 2	186
3D	6,4 ± 1,4	1,3 ± 0,4	10 ± 3	

A distribuição de tamanho de poros obtida para a amostra ARN1 é mostrada na Figura 64. Através dela é possível verificar que houve diminuição da frequência relativa de poros com raios maiores que 19,3 μm , da amostra seca para a mesma contendo a solução, o que significa que estes poros foram os principais responsáveis pela percolação do fluido através da amostra. Este efeito é mais acentuado para poros com, aproximadamente, 19,3 μm .

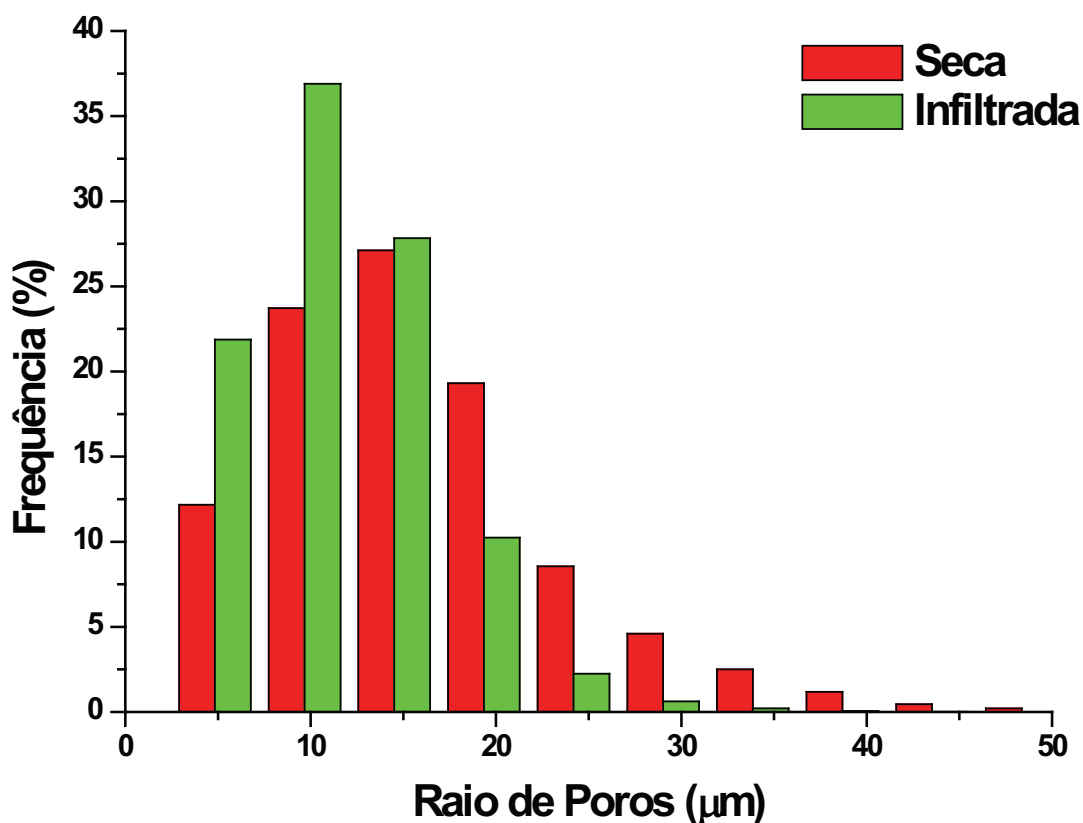


Figura 64. Distribuição de tamanho de poros da amostra ARN1, antes e após presença da solução no espaço poroso.

A Figura 65 mostra reconstruções 3D obtidas por meio das imagens 2D da amostra ARN1. Em (a) a amostra encontrasse seca. A figura é a sobreposição da imagem 3D do ambiente poroso preenchido com ar, representado em vermelho, com a imagem 3D da fase sólida, representada em cinza semitransparente. Da mesma forma, a figura (b) foi reconstruída para a amostra infiltrada e, portanto, tem parte do ambiente poroso preenchido com a solução. Ambas as imagens possuem diâmetro de 1001 μm e foram confeccionadas com base no intervalo de imagens 2D de 450 a 750.

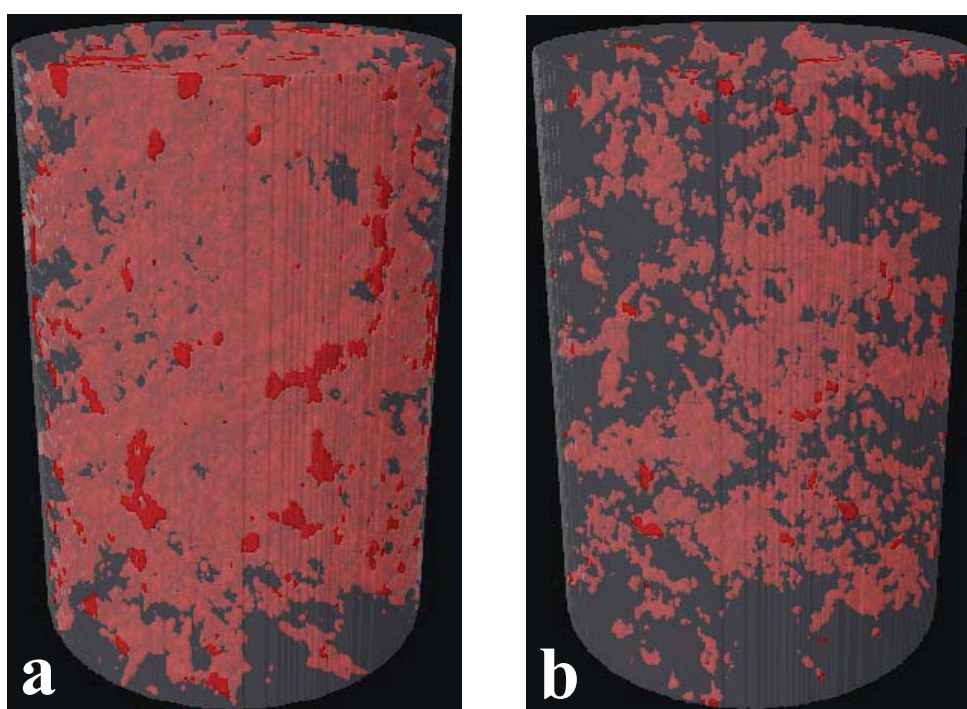


Figura 65. Imagem 3D da amostra ARN1, destacando o ambiente poroso preenchido com ar, (a) seca e (b) infiltrada com a solução pela solução.

5.3.2 Amostra ARN2

As medidas da amostra ARN2 foram realizadas nos dias 22 e 24 de Fevereiro de 2010. As condições e os parâmetros de aquisição utilizados com esta amostra foram os mesmos já utilizados para a amostra ARN1. A Tabela 10 apresenta, novamente, estas informações. O número de projeções obtidas foi de 817 para ambas as medidas. O tempo

total de escaneamento foi de 4 horas e 37 minutos, para cada medida. A diferença de tempo de aquisição, comparado com os da amostra ARN1, não se deve aos parâmetros de aquisição, uma vez que foram os mesmos para todas as medidas dessas duas amostras, e sim a uma atualização do *software* de aquisição que passou a utilizar maior tempo para aquisição das projeções.

Tabela 10. Condições da amostra de arenito Botucatu ARN2 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.

Condição	Parâmetros de Aquisição							filtro
	Res. espacial (μm)	tensão/corrente (kV/ μA)	tempo de exposição (ms)	passo angular (graus)	rotação (graus)	média (frames)	<i>grid size</i> (pixels)	
Seca	4,84	80/124	5015	0,25	180	3	1048 x 2000	s/
Solução 1	4,84	80/124	5015	0,25	180	3	1048 x 2000	s/

A Figura 66 (a) e (b) apresenta exemplos de projeções obtidas para a amostra seca e contendo solução, respectivamente. O contraste é visivelmente afetado para a amostra contendo a solução, tal como ocorrido para a amostra ARN1. Os demais efeitos observados para a amostra ARN1 também estão presentes para esta amostra.

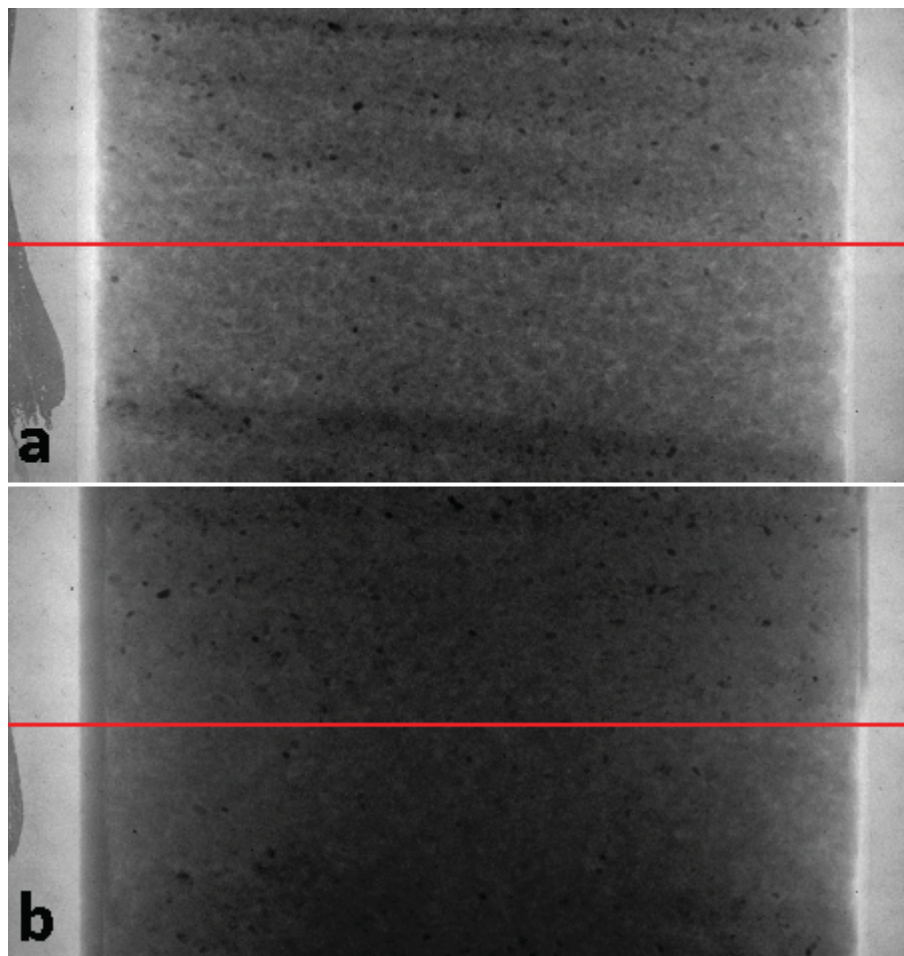


Figura 66. Projeções obtidas para a amostra ARN2 (a) seca e (b) com solução.

A Figura 67 mostra os perfis de níveis de cinza ao longo da linha vermelha das projeções da Figura 66. Para toda a região através da amostra, a atenuação foi mais intensa para o caso da amostra contendo a solução que para a amostra seca. Ao contrário do que aconteceu com a amostra ARN1, não ocorreram valores semelhantes de níveis de cinza. Este fato provem do maior preenchimento do espaço poroso pela solução, que pode ser constatado através das imagens 2D em escala de cinza da Figura 68.

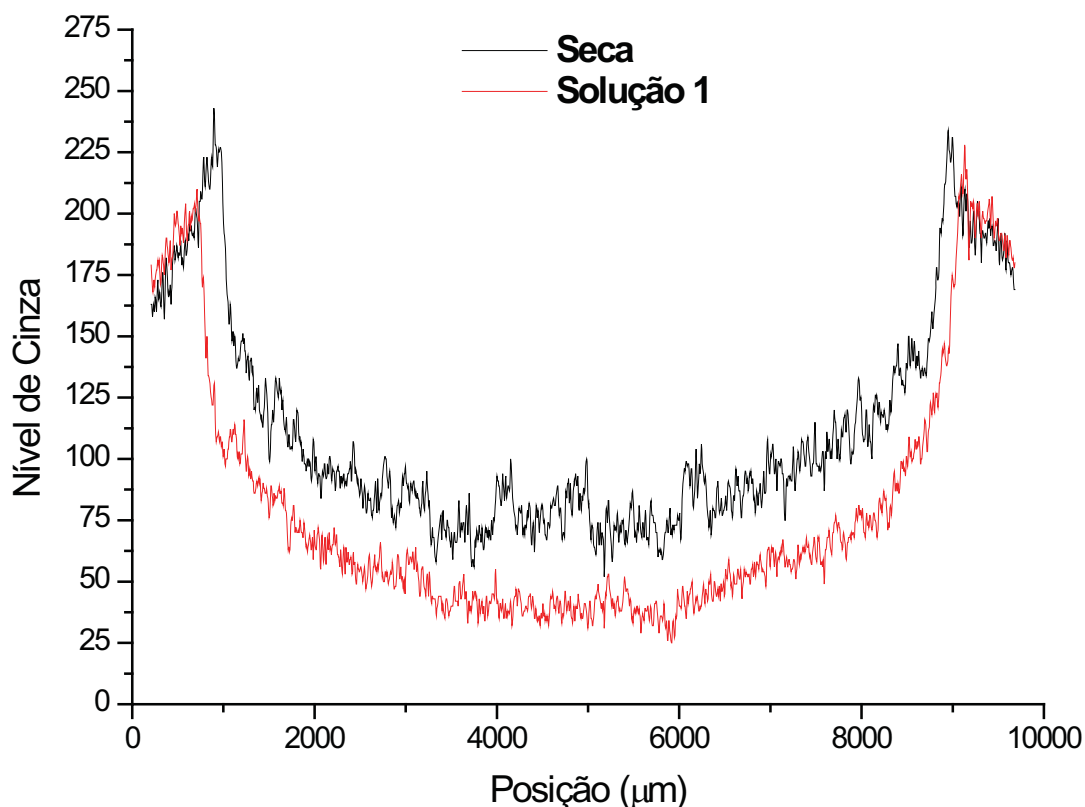


Figura 67. Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN2 seca, em preto, e contendo solução, em vermelho.

A Figura 68 mostra exemplos de imagens 2D obtidas da reconstrução para a amostra ARN2. Um total de 1047 e 1046 imagens foram reconstruídas, respectivamente, para a amostra seca e infiltrada. Tal como ocorrido para a amostra ARN1, não é possível identificar um intervalo de tons de cinza que diferencie a solução da matriz da amostra. Para esta amostra é possível perceber, mais facilmente, o arredondamento das bordas dos poros da imagem (a') para a (b'). Os limiares de tom de cinza utilizados para a binarização da amostra ARN2 foram 96 e 95 para a amostra seca e infiltrada, respectivamente.

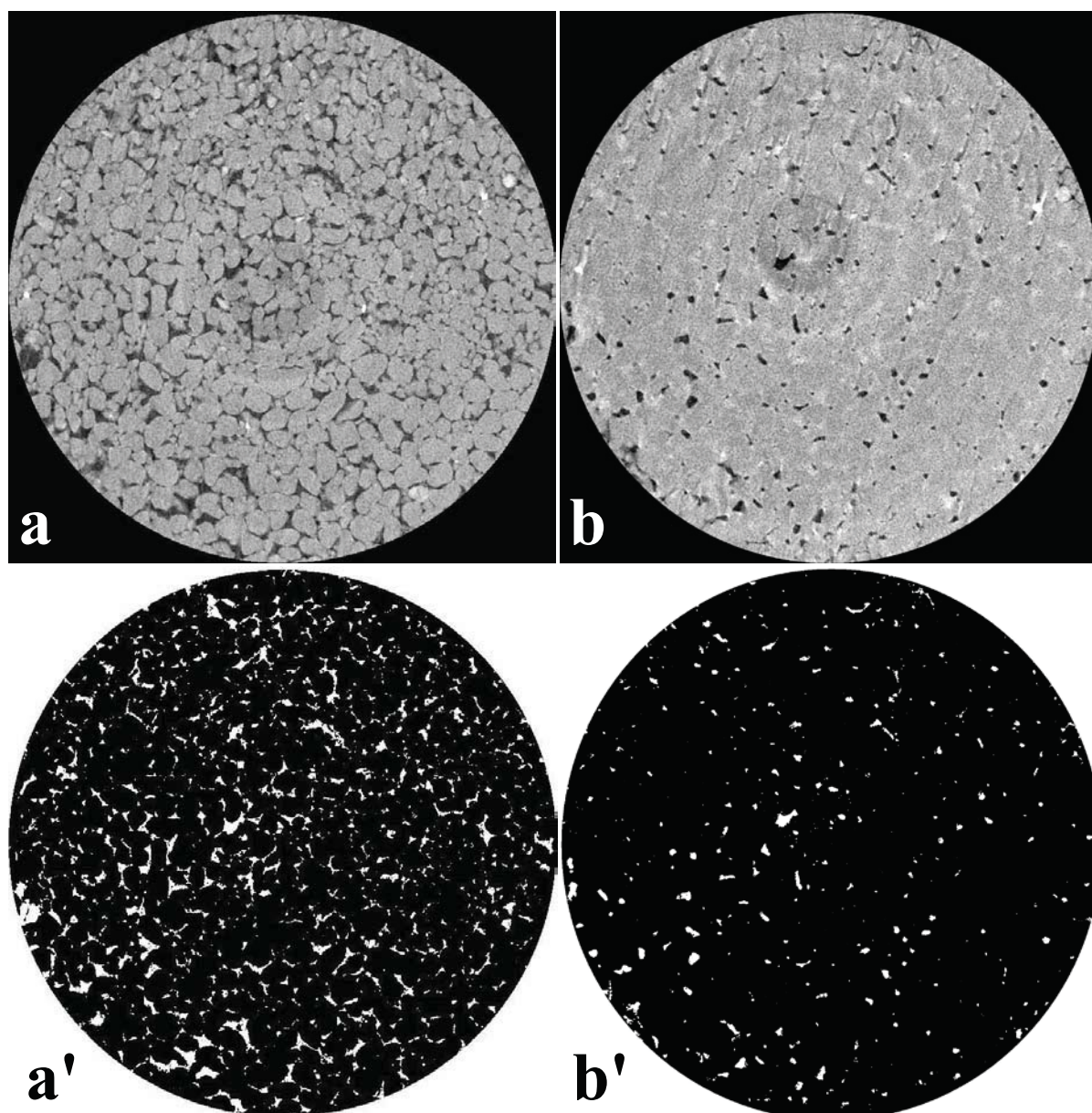


Figura 68. Imagens 2D para a amostra ARN2: (a) imagem 2D 498 seca e (a') 498 seca binarizada e (b) imagem 2D 498 infiltrada e (b') 498 infiltrada binarizada.

A Figura 69 mostra os perfis de porosidade obtidos para a amostra ARN2. Para o volume analisado foram obtidos os valores de $(7,2 \pm 3,1) \%$ e $(2,3 \pm 0,9) \%$, como porosidade total média, antes e depois da presença da solução, respectivamente. Estes valores mostram a ocupação de 68 % do volume do ambiente poroso e a $(9 \pm 3) \text{ mm}^3$ de intrusão de fluido em um volume total analisado de 173 mm^3 . O volume obtido dos valores de porosidade total provenientes das análises 3D corresponde a $(6 \pm 4) \text{ mm}^3$ de fluido injetado no mesmo volume de 173 mm^3 . A Tabela 11 resume os resultados descritos acima juntamente com os

valores de porosidade total obtidos pela análise 3D. Os valores de porosidade aberta obtidos para este volume são 3,74 % e 0,17 % para a amostra seca e infiltrada, respectivamente.

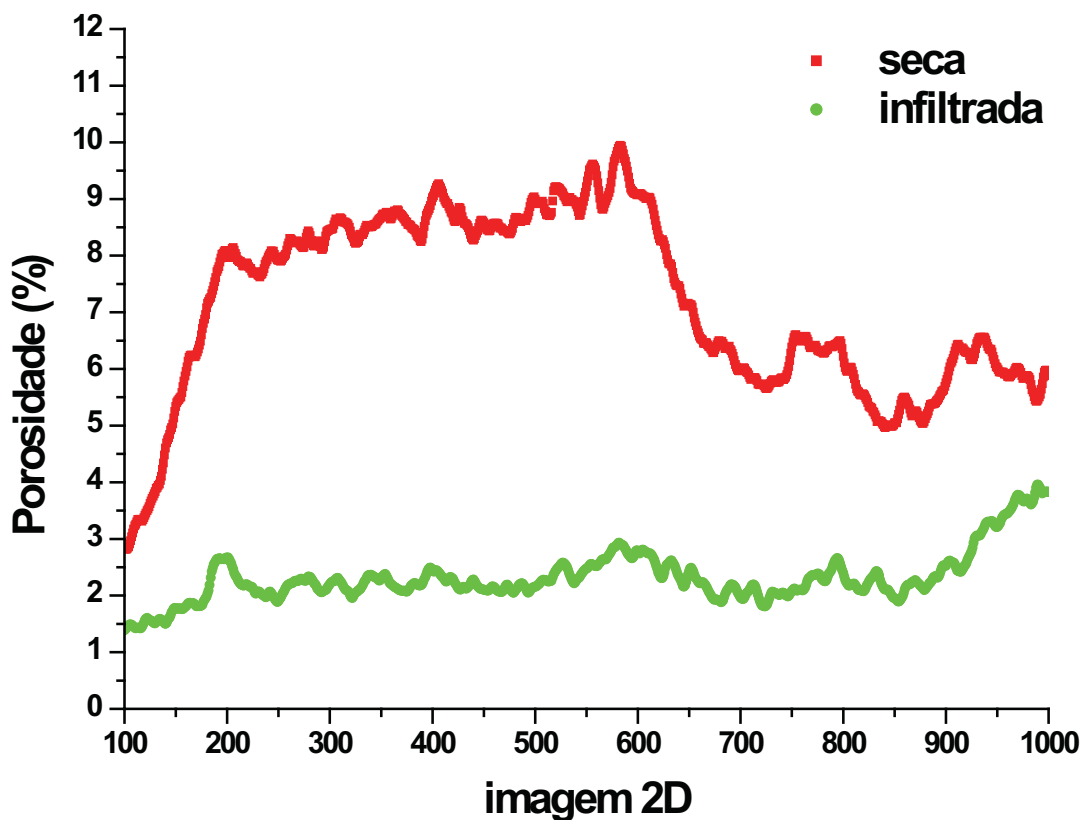


Figura 69. Perfil de porosidade para a amostra ARN2 seca, em vermelho e com a presença da solução, em verde.

Tabela 11. Resultados obtidos através das análises 2D e 3D.

Análise	Seca (%)	Solução (%)	Volume obtido (mm ³)	Volume analisado (mm ³)
2D	7,2 ± 3,1	2,3 ± 0,9	9 ± 3	173
3D	6,3 ± 1,7	2,0 ± 0,2	6 ± 4	

A Figura 70 mostra as distribuições de tamanho de poros obtidas para a amostra ARN2. Neste caso, houve diminuição da frequência relativa de poros com raios menores que 19,3 μm , o que significa que estes poros foram os principais responsáveis pela percolação do fluido através da amostra. Este efeito é mais acentuado para poros com raios de 9,7 a 14,5 μm .

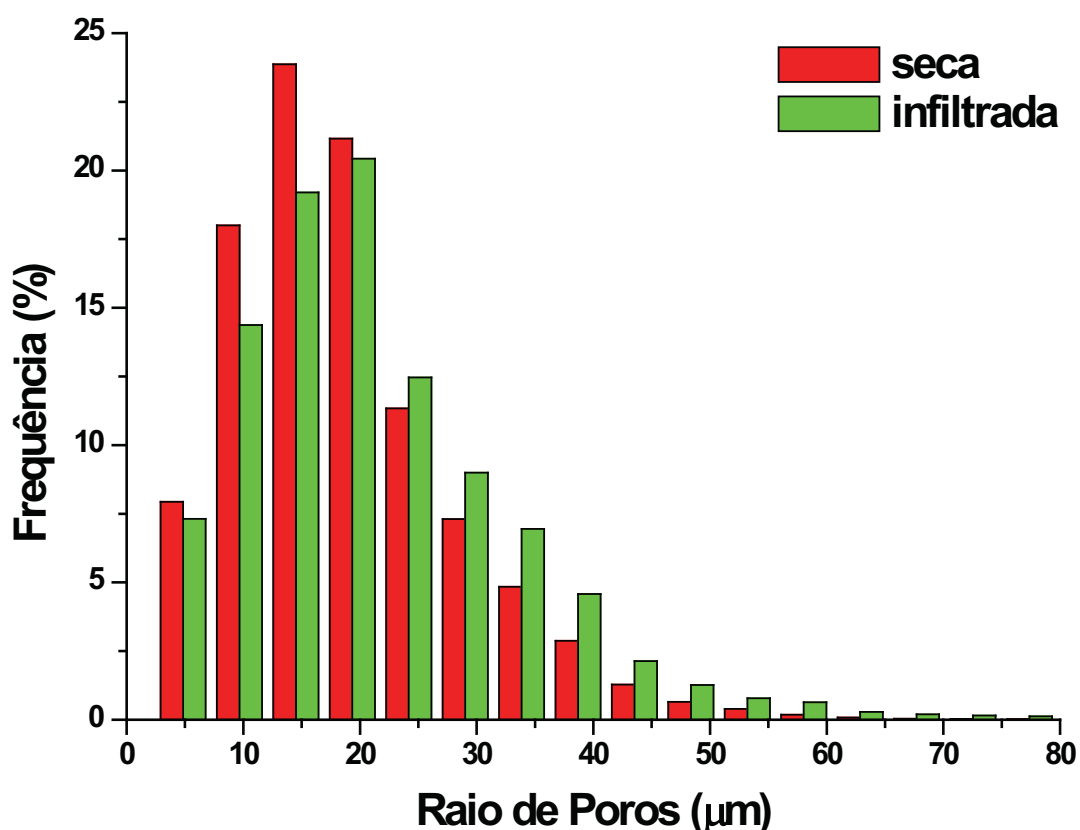


Figura 70. Distribuição de tamanho de poros da amostra ARN2, antes e após presença da solução no espaço poroso.

A Figura 68 mostra as imagens 3D reconstruídas para a amostra ARN2 seca, em (a) e infiltrada com a solução, em (b). Ambas as imagens possuem diâmetro de 1001 μm e foram confeccionadas com base no intervalo de imagens 2D de 450 a 750. Tal como utilizado para as imagens 3D da amostra ARN1, o espaço poroso preenchido com ar é representado em vermelho. Os poros isolados que restam na Figura 71 (b) possuem, realmente, raios grandes

quando comparados com os da Figura 65 (b), confirmando as observações verificadas através das distribuições de tamanho de poro.

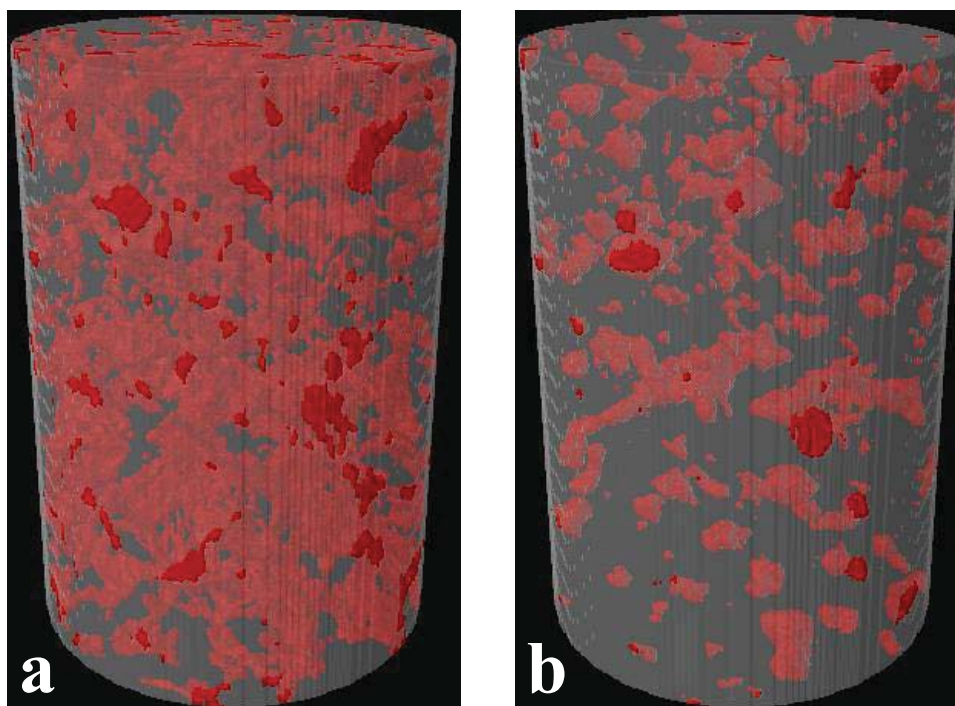


Figura 71. Imagem 3D da amostra ARN2, destacando o ambiente poroso preenchido com ar, (a) seca e (b) infiltrada com a solução.

5.3.3 Amostra ARN3

Esta amostra foi submetida a condições semelhantes às das amostras ARN1 e ARN2. As diferenças estão na proporção utilizada para a solução, 72 % de H₂O, 18 % de NaCl e 10 % de KI e no fato de seu escaneamento ter sido realizado no LAMIR. As medidas foram realizadas nos dias 03 e 06 de Agosto de 2010 com a amostra nas condições seca e, posteriormente, saturada com solução. Os parâmetros de cada medida são apresentados na Tabela 12. Para atingir a resolução selecionada para estas medidas, o equipamento ajustou a distância objeto-fonte em 59,0 mm e câmera-fonte em 213,3 mm. Não foi utilizado filtro físico durante a medida. Foram obtidas 1440 projeções para cada medida durante o tempo individual de 3 horas e 13 minutos.

Tabela 12. Condições da amostra de arenito Botucatu ARN3 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.

Condição	Parâmetros de Aquisição							filtro
	Res. espacial (μm)	tensão/corrente (kV/ μA)	tempo de exposição (ms)	passo angular (graus)	rotação (graus)	média (frames)	<i>grid size</i> (pixels)	
Seca	4,86	80/124	2000	0,25	360	4	1336 x 2000	s/
Solução 2	4,86	80/124	2000	0,25	360	4	1336 x 2000	s/

A Figura 72 (a) e (b) mostram exemplos de projeções obtidas para a amostra seca e contendo solução, respectivamente. O contraste obtido para a projeção da amostra seca é bom, mas sua qualidade, como esperado, diminui para a amostra com solução. O retângulo azul na figura (a) delimita uma região na qual é possível, através do contraste, identificar grãos que formam o corpo da amostra. Essa região apresenta contraste mais claro, o que indica maior valor de porosidade.

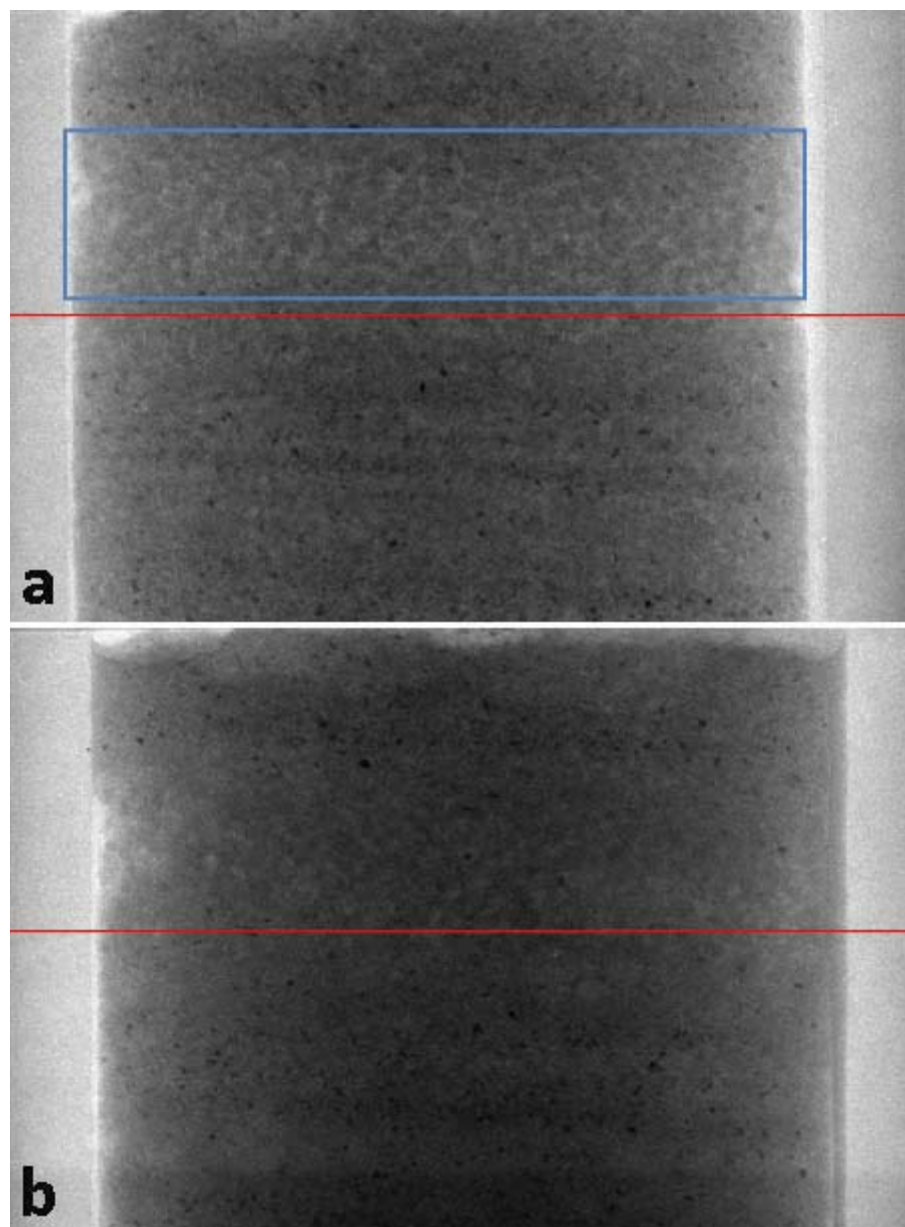


Figura 72. Projeções obtidas para a amostra ARN3 (a) seca e (b) com solução.

A Figura 73 mostra os perfis de níveis de cinza ao longo da linha vermelha das projeções da Figura 72. Como ocorrido para as amostras anteriores de arenito, em geral, a atenuação foi mais intensa para o caso da amostra contendo a solução que para a amostra seca.

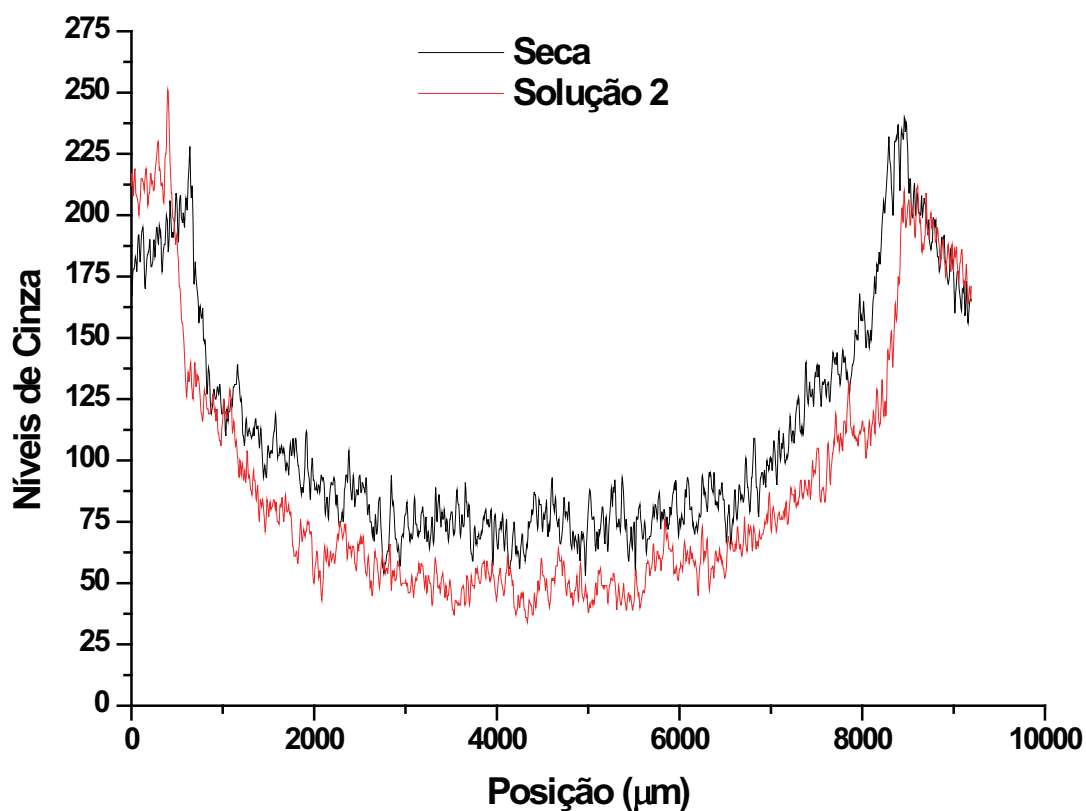


Figura 73. Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN3 seca, em preto, e contendo solução, em vermelho.

A Figura 74 mostra imagens 2D reconstruídas, em escala de cinza, para a amostra ARN3 nas condições (a) seca e (b) infiltrada. Um total de 899 e 1332 imagens foram reconstruídas, respectivamente. A figura também mostra as imagens binarizadas com utilização do limiar 90 para (a') e 95 para (b'), respectivamente. O efeito visualizado no ambiente poroso, com a presença da solução, é o mesmo já observado para as amostras ARN1 e ARN2.

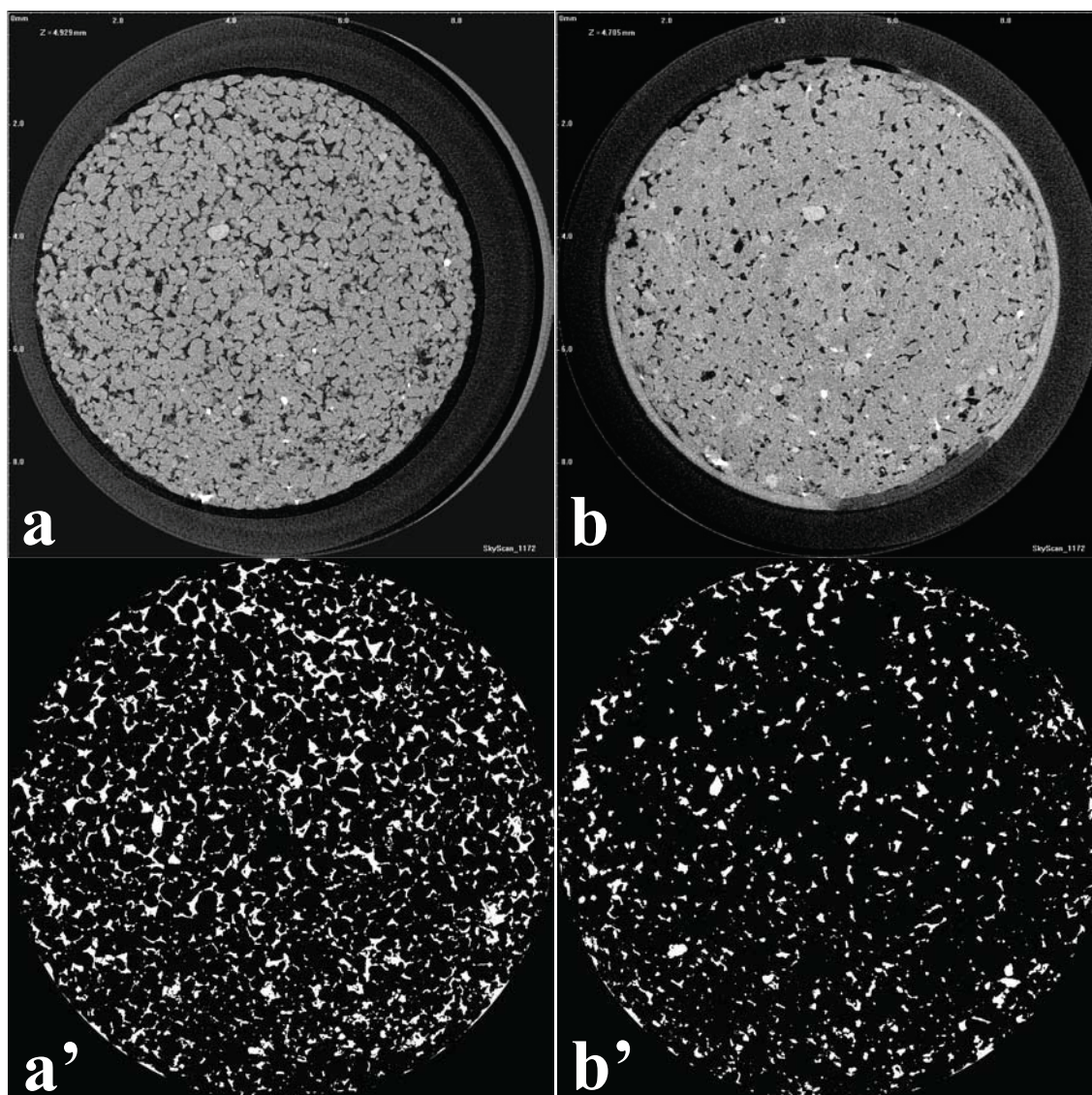


Figura 74. Imagens 2D para a amostra ARN3: (a) imagem 2D 1015 seca e (a') 1015 seca binarizada e (b) imagem 2D 969 infiltrada e (b') 969 infiltrada binarizada.

Os perfis de porosidade, antes e com a presença da solução, são mostrados na Figura 75. O perfil de porosidade representado pela cor verde, para a amostra com a solução, quando comparado com o perfil representado em vermelho, para a amostra seca, indica que o fluido atingiu toda a extensão vertical do volume analisado. Os valores de porosidade total média para estes perfis são de $(14,3 \pm 7,5) \%$ e $(6,0 \pm 2,7) \%$ para a amostra seca e contendo a solução, respectivamente. Estes valores correspondem a ocupação de 58 % do ambiente poroso e equivale a $(11 \pm 2) \text{ mm}^3$ de líquido em um volume analisado de 138 mm^3 . Já o volume de líquido calculado através dos valores de porosidade total provenientes de análises 3D resultou em $(15 \pm 3) \text{ mm}^3$ de solução no mesmo volume analisado. A Tabela

13 resume os resultados descritos acima juntamente com os valores de porosidade total obtidos pela análise 3D. Os valores de porosidade aberta obtidos para esta amostra são de 12 % e 1 %, para a amostra seca e infiltrada, respectivamente.

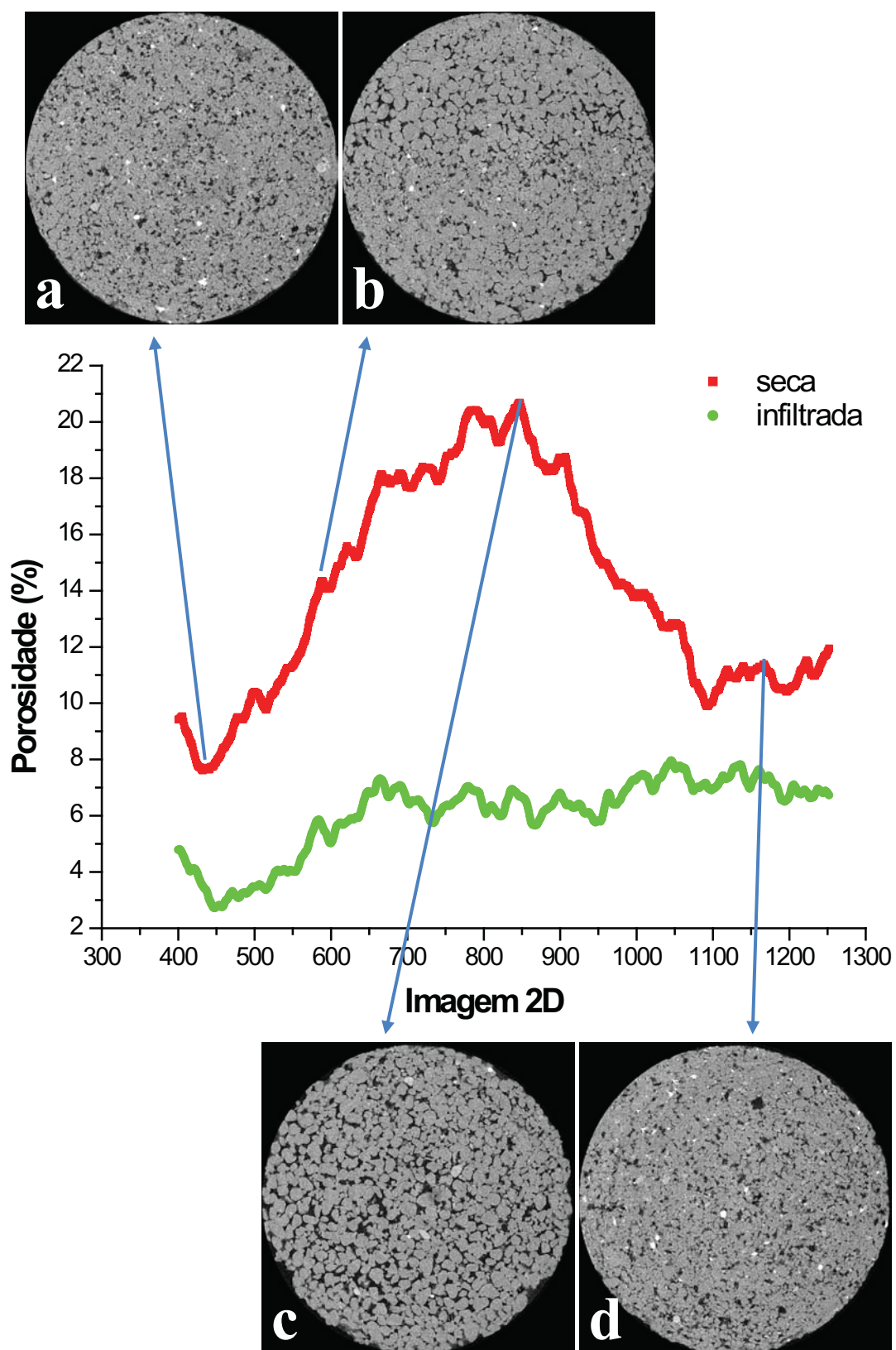


Figura 75. Perfil de porosidade para a amostra ARN3 seca, em vermelho e com a presença da solução, em verde, e imagens 2D (a) imagem 2D 440, (b) imagem 2D 588, (c) imagem 2D 847 e (d) imagem 2D 1067 exemplificando as diferenças de porosidade.

Tabela 13. Resultados obtidos através das análises 2D e 3D.

Análise	Seca (%)	Solução (%)	Volume obtido (mm ³)	Volume analisado (mm ³)
2D	14,3 ± 7,5	6,0 ± 2,7	11 ± 2	138
3D	13,1 ± 2,2	5,5 ± 0,2	15 ± 3	

A Figura 76 mostra as distribuições de tamanho de poros obtidas para a amostra ARN3 antes e após a presença de líquido, em vermelho e verde, respectivamente. Os poros com raios menores que 24,3 μm participaram mais significativamente da percolação da solução no interior da amostra, principalmente, para raios de poro de 9,7 μm à 14,6 μm .

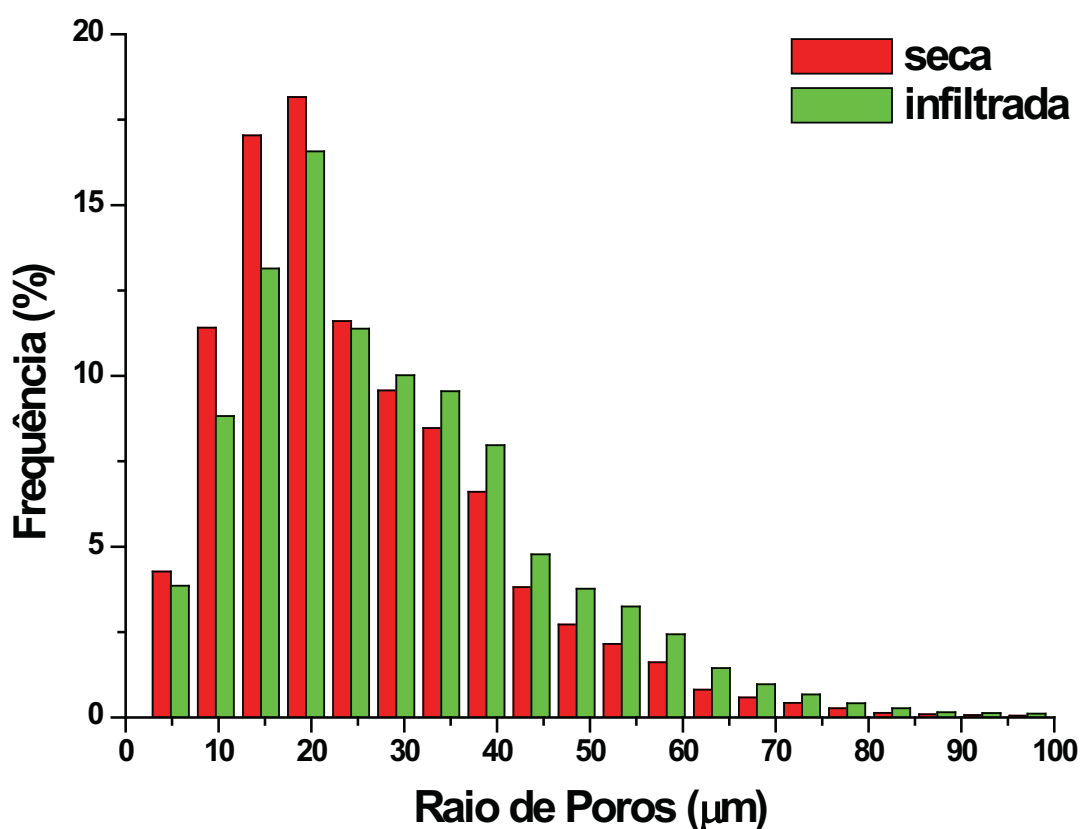


Figura 76. Distribuição de tamanho de poros da amostra ARN3, antes e após presença da solução no espaço poroso.

Imagens 3D para esta amostra são mostradas na Figura 77. A figura (a) mostra, em vermelho, a fase porosa para a amostra seca e a figura (b) mostra a mesma situação após a presença da solução. Ambas as imagens possuem 1200 μm de diâmetro e foram confeccionadas com base no intervalo de imagens 2D de 450 a 750.

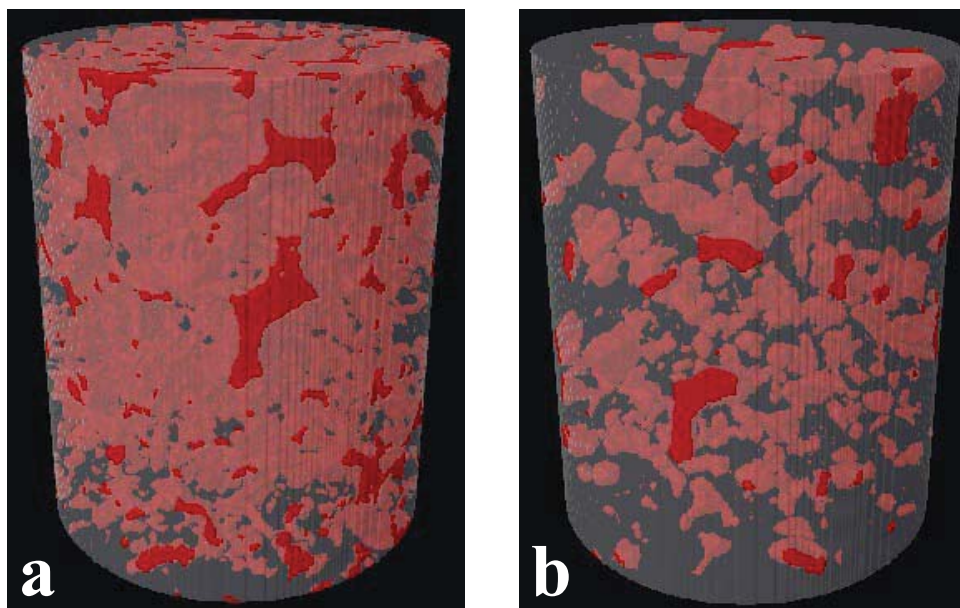


Figura 77. Imagem 3D da amostra ARN3, destacando o ambiente poroso preenchido com ar, (a) seca e (b) infiltrada com a solução.

5.3.4 Amostra ARN4

A amostra ARN4 foi medida nos dias 07 e 09 de Fevereiro de 2012. As condições de aquisição, em cada situação da amostra, são apresentadas na Tabela 14. A solução utilizada continha a mesma proporção de H_2O , NaCl e $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ daquela utilizada com a amostra EV3 de esferas de vidro. A resolução espacial foi obtida com ajuste, automático, das distâncias objeto-fonte em 61 mm e câmera-fonte em 219 mm. O número de projeções obtidas foi de 902 para ambas as medidas. O tempo total de escaneamento foi de 2 horas e 31 minutos para a amostra seca e 3 horas e 17 minutos para a amostra contendo a solução.

Tabela 14. Condições da amostra de arenito Botucatu ARN4 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.

Condição	Parâmetros de Aquisição							filtro
	Res. espacial (μm)	tensão/corrente (kV/ μA)	tempo de exposição (ms)	passo angular (graus)	rotação (graus)	média (frames)	<i>grid size</i> (pixels)	
Seca	4,90	79/125	2000	0,40	360	4	1336 x 2000	s/
Solução 4	4,90	89/112	2600	0,40	360	4	1336 x 2000	s/

A Figura 78 apresenta duas projeções provenientes da aquisição. O contraste obtido para a amostra seca (a) possibilita a identificação de grãos que compõem a amostra. Os mesmos grãos não são facilmente identificados na figura (b), uma vez que a solução aumentou a atenuação do feixe de raios X e, em consequência, afetando o contraste resultante. Os retângulos azuis delimitam duas regiões nitidamente mais claras. Isto sugere regiões em que a solução teve pouco ou nenhum acesso.

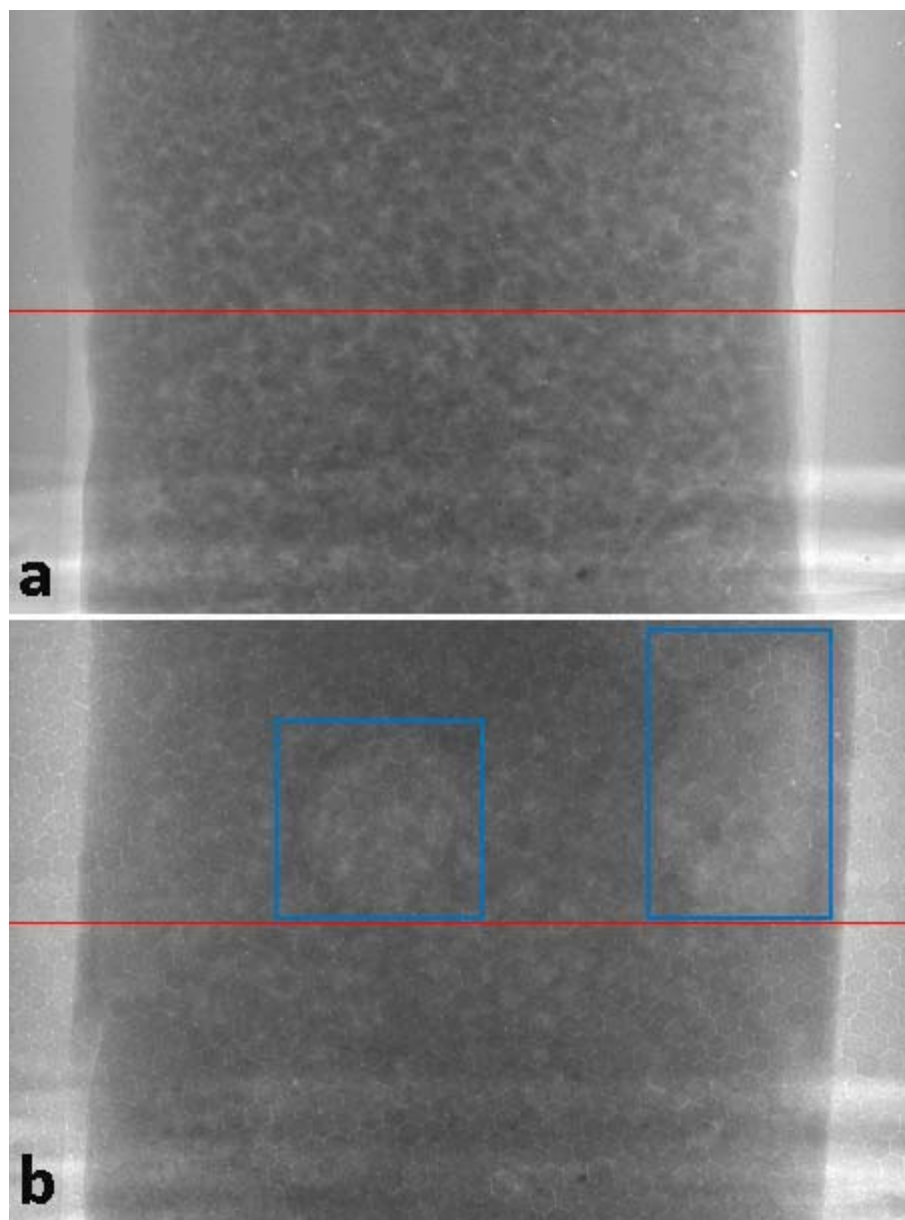


Figura 78. Projeções obtidas para a amostra ARN4 (a) seca e (b) com solução.

A Figura 79 mostra os perfis de níveis de cinza ao longo da linha vermelha das projeções da Figura 78. Os perfis mostram que, mesmo utilizando maior tensão aplicada ao tubo e, portanto, um feixe de raios X contendo fótons mais energéticos, a transmissão pela amostra contendo a solução foi, no máximo, igual ao caso da amostra seca.

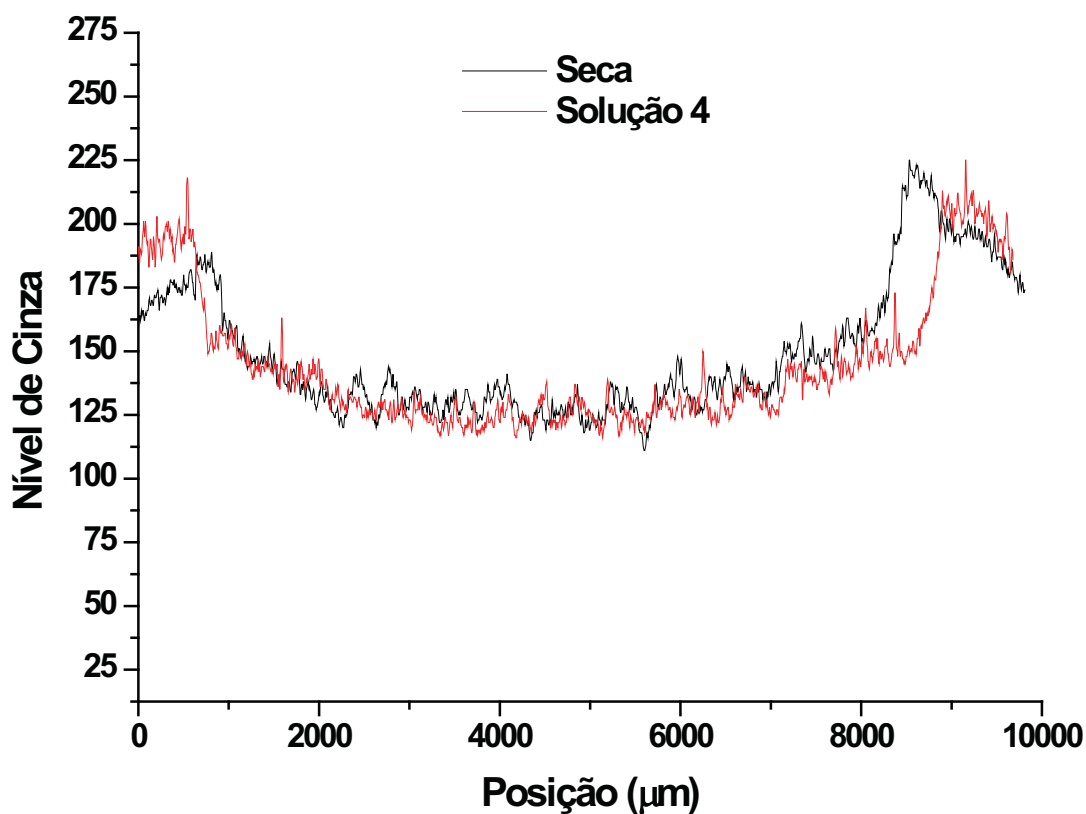


Figura 79. Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN4 seca, em preto, e contendo solução, em vermelho.

Exemplos de imagens 2D são apresentados na Figura 80. As figuras (a) e (b) são exemplos de imagens em escala de cinza para a amostra seca e contendo a solução, respectivamente. As versões binarizadas das mesmas são mostradas nas figuras (a') e (b'). Foram reconstruídas 1011 imagens 2D para cada condição da amostra. Os limiares de tons de cinza utilizados para a binarização foram 82 para (a') e 88 para (b'). O efeito visualizado não é diferente do observado para as amostras de arenito precedentes.

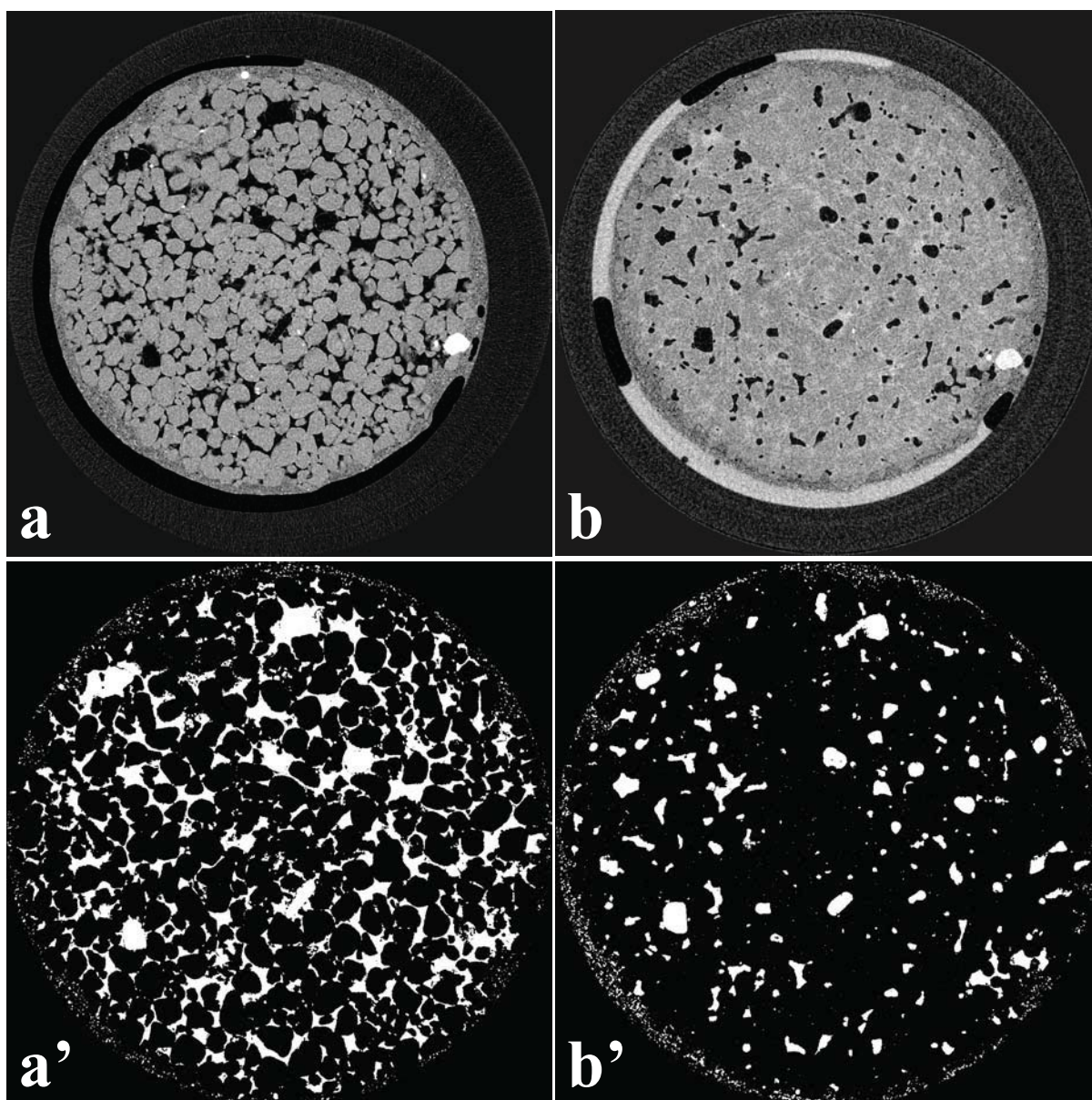


Figura 80. Imagens 2D para a amostra ARN4: (a) imagem 2D 285 seca e (a') 285 seca binarizada e (b) imagem 2D 300 infiltrada e (b') 300 infiltrada binarizada.

A Figura 81 mostra os perfis de porosidade obtidos para a amostra. O perfil obtido para a amostra contendo a solução, em verde, mostra que houve uma tendência de valores de porosidade mais elevados entre as imagens 2D 428 e 1020. Tal fato pode estar relacionado com a não percolação da solução por todo o volume da região escaneada, como já identificado através da projeção mostrada na Figura 78 (b). Para o volume analisado desta amostra (113 mm^3) foram obtidos, como porosidade total média, os valores de $(25,0 \pm 3,0) \%$ e $(9,8 \pm 4,5) \%$ antes e depois da presença da solução, respectivamente. Estes valores mostram

um decréscimo de 61 % e a (17 ± 2) mm³ de intrusão de fluido no volume escaneado. O volume encontrado por meio das análises 3D foi de (17 ± 1) mm³ de líquido para o mesmo volume de 113 mm³. O volume de solução injetado foi de (163 ± 13) mm³ em um total de (765 ± 11) mm³ de amostra. Tanto o percentual obtido através da análise 2D quanto pela 3D diferem em 3% do percentual de volume real de líquido injetado na amostra. As Tabela 15 e Tabela 16 resumem os resultados descritos acima juntamente com os valores de porosidade total obtidos pela análise 3D. Os valores de porosidade aberta são de 25 % e 8 % para a amostra seca e contendo a solução, respectivamente.

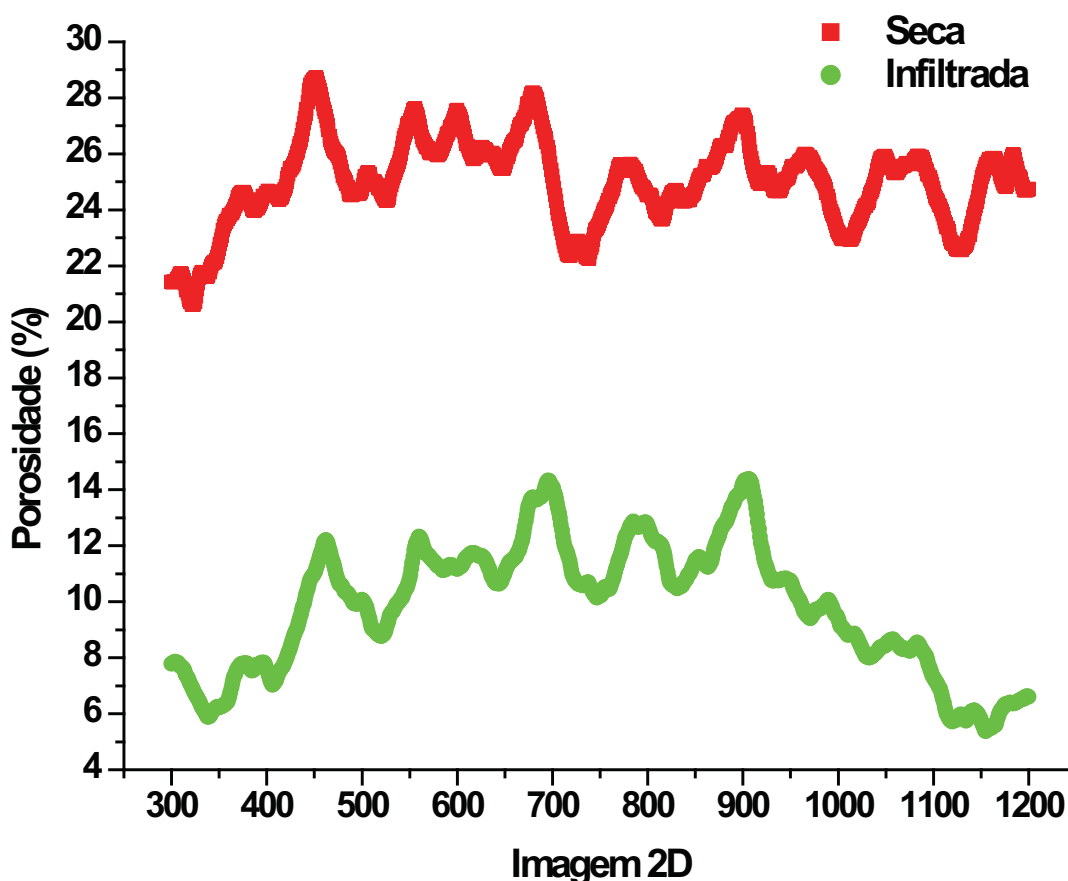


Figura 81. Perfil de porosidade para a amostra ARN4 seca, em vermelho e com a presença da solução, em verde.

Tabela 15. Resultados obtidos através das análises 2D e 3D.

Análise	Seca (%)	Solução (%)	Volume obtido (mm³)	Volume analisado (mm³)	Porcentagem líquido (%)
2D	25,0 ± 3,0	9,8 ± 4,5	17 ± 2	113	16
3D	24,7 ± 0,6	9,6 ± 0,2	17 ± 1		16

Tabela 16. Valores relativos à amostra.

Volume injetado (mm³)	Volume amostra (mm³)	Porcentagem líquido (%)
163 ± 13	765 ± 11	19

A Figura 82 mostra a distribuição de tamanho de poros para esta amostra. A distribuição evidencia que esta amostra possui maior diversidade de tamanho de poros quando comparada com as amostras apresentadas anteriormente. Ela também justifica o valor de porosidade total média que é bem superior ao das amostras anteriores. Ainda através da distribuição de tamanho de poros, é possível perceber que houve diminuição da frequência relativa de poros com raios entre 9,8 μm e 34,3 μm , o que significa que estes poros foram os principais responsáveis pela percolação do fluido através da amostra.

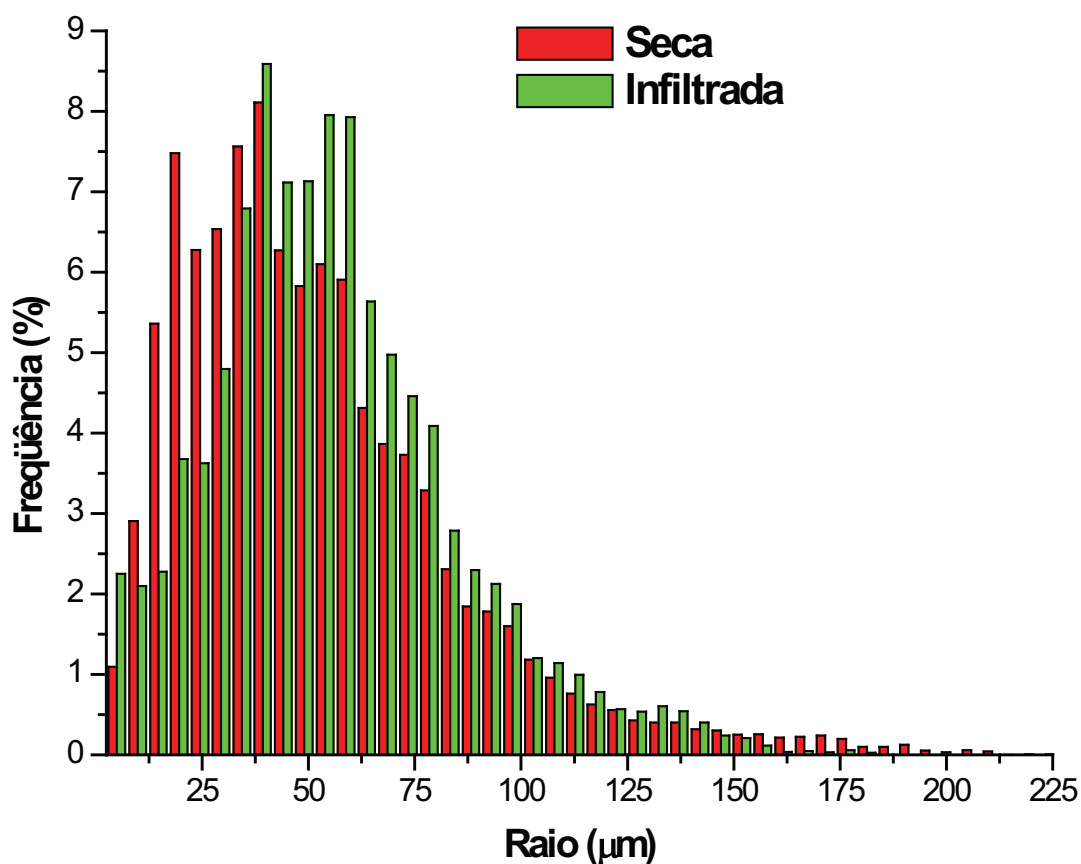


Figura 82. Distribuição de tamanho de poros da amostra ARN4, antes e após presença da solução no espaço poroso.

A Figura 83 mostra as imagens 3D reconstruídas para a amostra ARN4 seca, em (a) e infiltrada com solução, em (b). Ambas as imagens possuem diâmetro de $2000 \mu\text{m}$ e foram confeccionadas com base no intervalo de imagens 2D de 300 a 700. O espaço poroso preenchido com ar encontra-se representado em vermelho. A Figura 83 (b) possui poros visivelmente grandes, fato que confirma as observações verificadas através das distribuições de tamanho de poro.

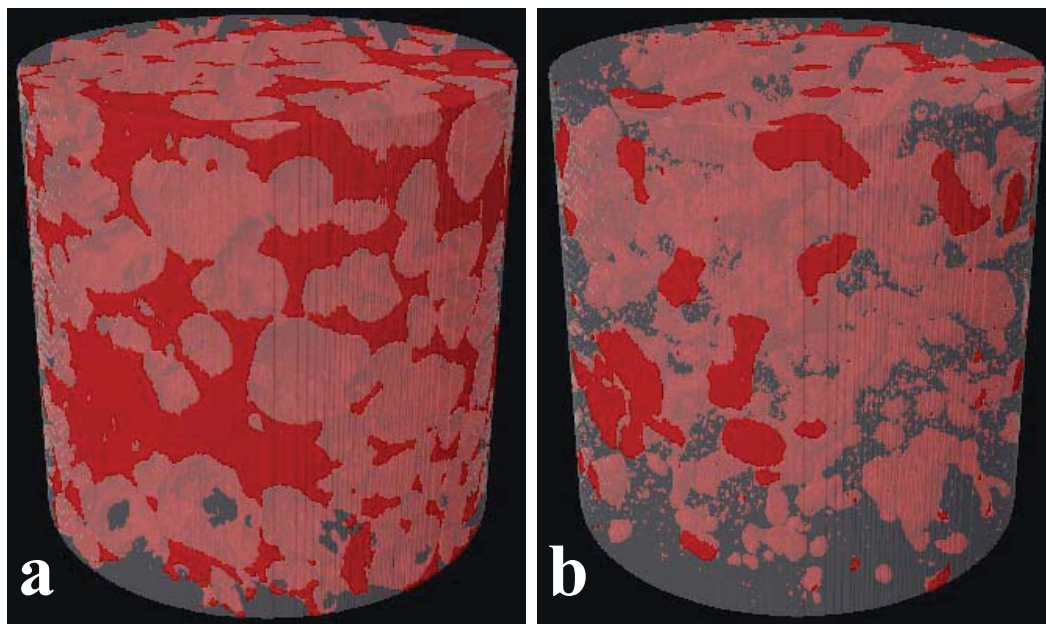


Figura 83. Imagem 3D da amostra ARN4, destacando o ambiente poroso preenchido com ar, (a) seca e (b) infiltrada com a solução.

Os resultados de volume de líquido obtidos através das análises 2D e 3D para as amostras EV3 e ARN4 são resumidos na Tabela 17. Também são apresentados os volumes dos líquidos injetados e o próprio volume de cada amostra. A comparação percentual entre os volumes indica resultados melhores para a amostra de esferas de vidro em comparação com os resultados para a amostra de arenito. Esta diferença está relacionada com o volume de cada amostra. A amostra de esferas de vidro apresenta maior regularidade devido ao próprio tubo de vidro usado para confeccionar tal amostra. Esta característica reflete em maior facilidade quando da medida de suas dimensões. Já a amostra de arenito não possui áreas de base e parede lateral completamente regular, o que dificultou a tomada de suas dimensões. Por outro lado, existe a possibilidade da ocorrência de reações químicas entre a solução 4 e a fase orgânica presente na amostra de arenito (KUMAR et al, 2008). Alguns dos produtos desta reação podem não oferecer atenuação significativa a ponto de aparecerem no histograma de tons de cinza analisado. Conseqüentemente, o volume dos mesmos não seria quantificado.

Tabela 17. Resultados das análises de fluidos para as amostra EV3 e ARN4. Os intervalos estão apresentados com um sigma de desvio.

Amostra	Volume Amostra (mm ³)	Fluido injetado	Volume injetado (mm ³)	Líquido na amostra (%)	Análise	Volume analisado (mm ³)	Volume pela análise (mm ³)	Líquido na amostra (%)	Diferença (%)
EV3	737 – 761	Solução 3	332 – 356	44	2D	145	55 – 59	41	7
					3D		52 – 60	41	7
		Solução 4	335 – 351	44	2D	142	52 – 58	41	7
					3D		57 – 59	42	4
ARN4	754 – 776	Solução 4	150 – 176	19	2D	113	15 – 19	17	10
					3D		16 – 18	16	16

5.3.5 Amostra ARN5

A amostra ARN5 foi submetida às condições semelhantes de intrusão de fluido daquelas saturadas com solução. Porém, neste caso o fluido utilizado foi o óleo comercial produzido e comercializado pela Petrobras Distribuidoras S.A. As medidas realizadas nesta amostra ocorreram no LAMIR. As medidas foram realizadas nos dias 02 e 05 de Agosto de 2010 com a amostra nas condições seca e, posteriormente, saturada com óleo. Os parâmetros de cada medida são apresentados na Tabela 18. Para atingir a resolução selecionada para estas medidas, o equipamento ajustou a distância objeto-fonte em 59,0 mm e câmera-fonte em 213,3 mm. Não foi utilizado filtro físico durante a medida. Foram obtidas 1440 projeções para cada medida durante o tempo individual de 3 horas e 13 minutos.

Tabela 18. Condições da amostra de arenito Botucatu ARN5 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.

Condição	Parâmetros de Aquisição							
	Res. espacial (µm)	tensão/corrente (kV/ µA)	tempo de exposição (ms)	passo angular (graus)	rotação (graus)	média (frames)	grid size (pixels)	filtro
Seca	4,86	80/124	2000	0,25	360	4	1336 x 2000	s/
Óleo	4,86	80/124	2000	0,25	360	4	1336 x 2000	s/
Óleo	4,86	60/167	2000	0,25	360	4	1336 x 2000	s/

A Figura 84 (a), (b) e (c) mostram exemplos de projeções obtidas para a amostra seca, e contendo óleo, medidas a 80 kV, e contendo óleo, medida a 60 kV, respectivamente. O contraste obtido para estas medidas são bons. Contudo, não é possível distinguir diferença significativa de uma para outra projeção que possibilite concluir sobre a presença de óleo no interior da amostra.

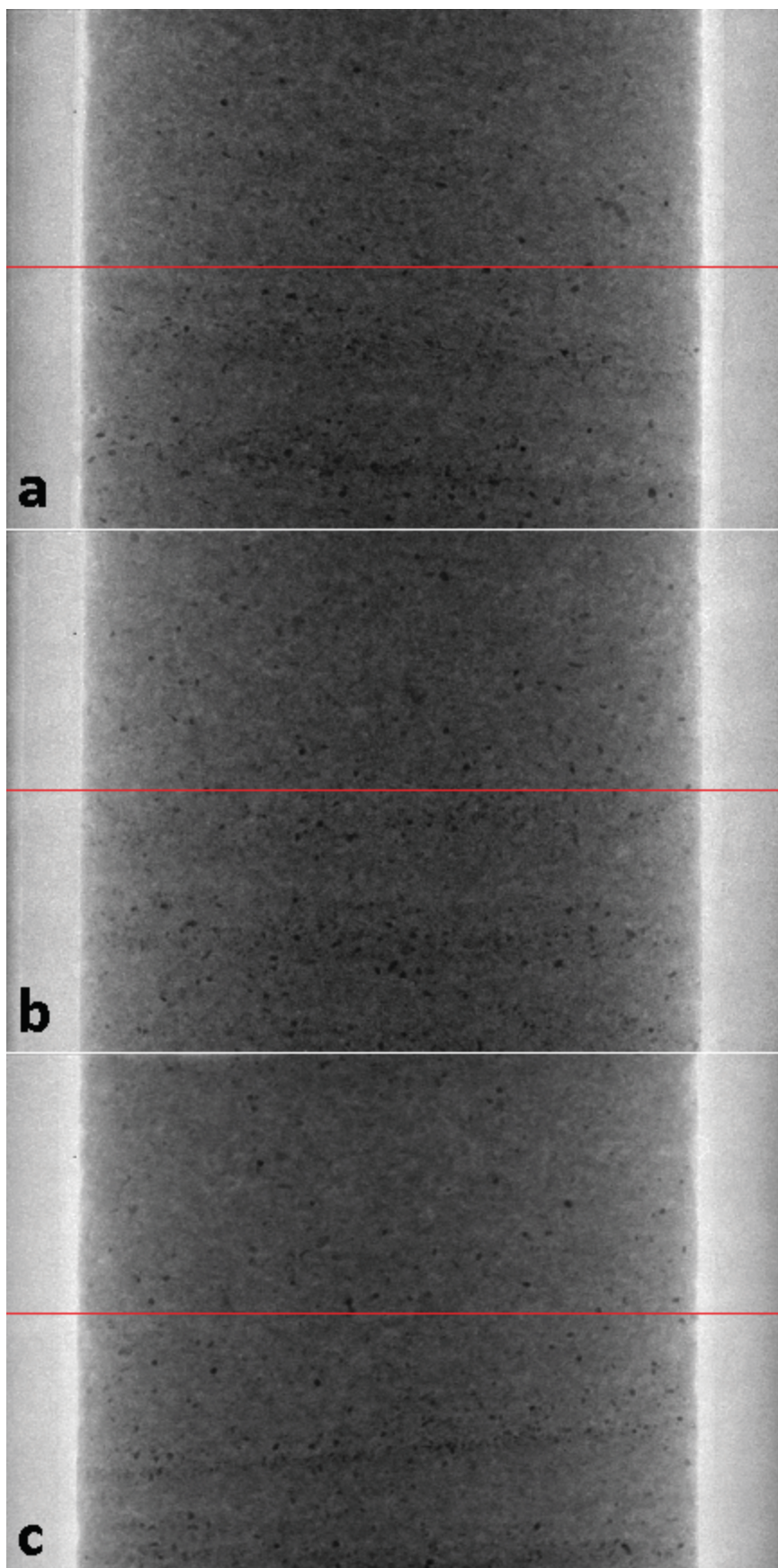


Figura 84. Projeções obtidas para a amostra ARN5 (a) seca e (b) com óleo, medida a 80 kV e (c) com óleo, medida a 60 kV.

A Figura 85 mostra os perfis de níveis de cinza ao longo da linha vermelha das projeções da Figura 84. Assim como observado através da figura anterior, não é possível afirmar que o óleo está presente na região porosa da amostra.

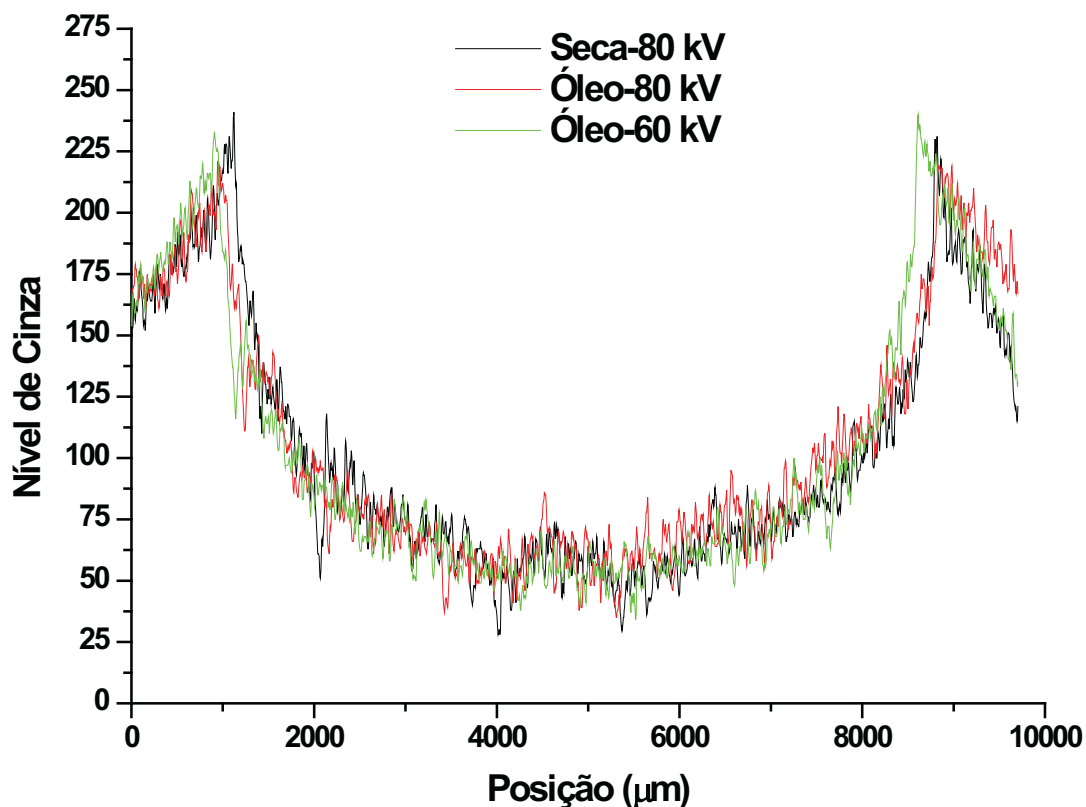


Figura 85. Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN5 seca, em preto, contendo óleo e medida a 80 kV, em vermelho, e contendo óleo e medida a 60 kV, em verde.

A Figura 86 mostra imagens 2D obtidas da reconstrução da amostra ARN5. Foram obtidas 899, 899 e 1334 imagens 2D para as amostras seca, com óleo e medida a 80 kV e com óleo e medida a 60 kV, respectivamente. Não é possível distinguir um intervalo de tons de cinza característico para a fase óleo. Assim como, não é possível afirmar que há óleo presente na amostra.

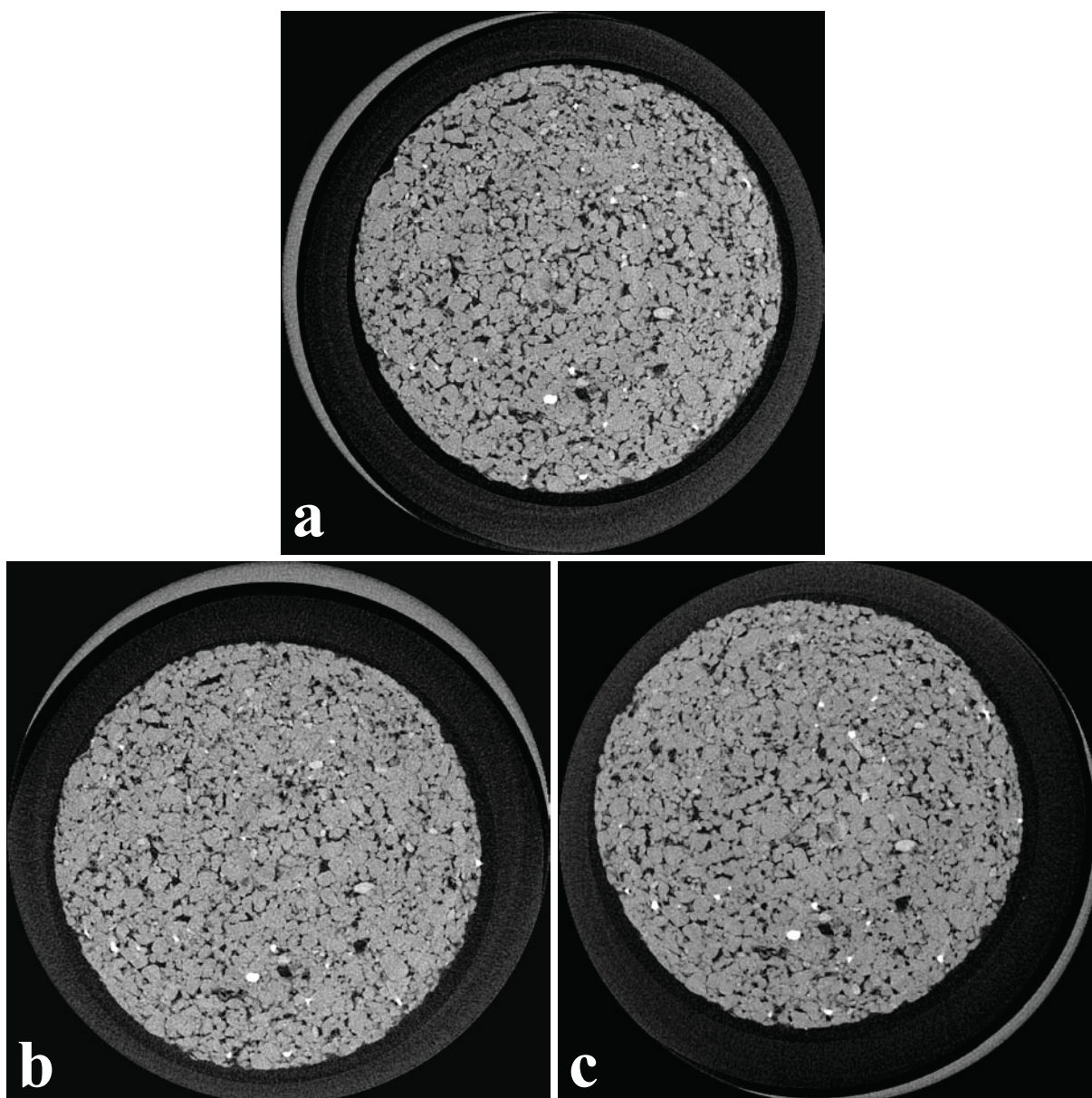


Figura 86. Imagens 2D para a amostra ARN5 (a) imagem 2D 1130 seca e (b) imagem 2D 1242 infiltrada e medida a 80 kV e (c) imagem 2D 1002 infiltrada e medida a 60 kV.

A Figura 87 apresenta seleções de imagens 2D, à esquerda. Nestas imagens é possível perceber que a fase porosa tem seu volume diminuído da amostra seca, figura (a), para a amostra com óleo e medida a 80 kV, figura (b). Os poros maiores têm seu volume diminuído desta última para a amostra com óleo e medida a 60 kV. Nos respectivos histogramas de tons de cinza, mostrados à direita, nota-se que existe um alargamento à esquerda do pico principal. Ele corresponde a artefatos devido a ruídos ocorridos durante a medida. Porém, existe uma tendência de caracterização de um novo pico, no extremo esquerdo do alargamento. Este pico corresponderia à fase óleo presente na região porosa.

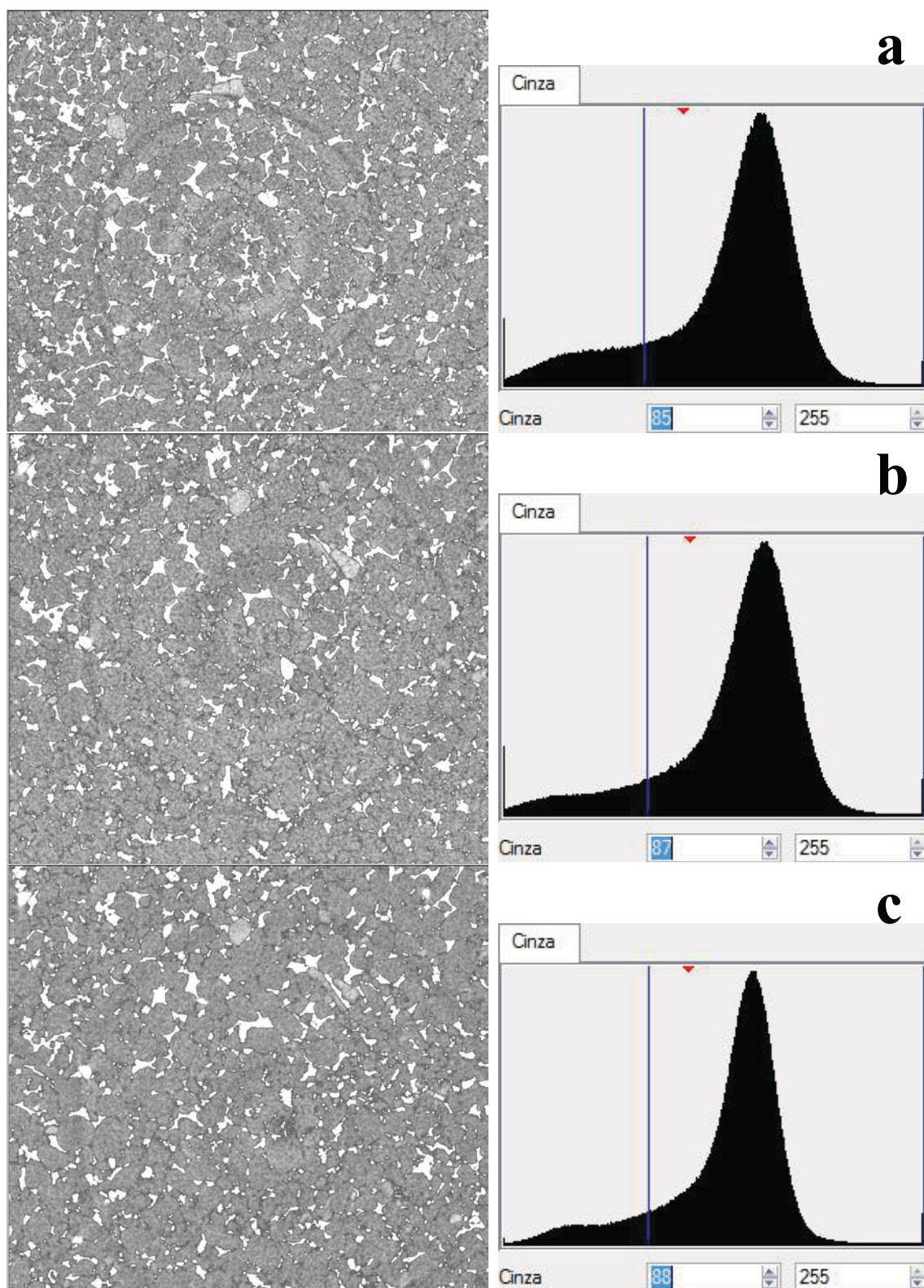


Figura 87. (a) Detalhe da janela de seleção de limiar para binarização e histograma de tons de cinza com os respectivos limiares de binarização escolhidos, do software Imago, para a imagem 2D 1130 com a amostra seca, em (a), 1242 com óleo e medida a 80 kV, em (b), e 1002 com óleo e medida a 60 kV, em (c). Todas as imagens são apresentadas binarizada/mesclada.

A Figura 88 mostra o perfil de porosidade criado com o valor da porosidade média obtido para cada imagem 2D do volume escaneado da amostra ARN5. As cores vermelha, verde e azul representam, respectivamente, os perfis obtidos para a amostra seca, com óleo comercial e medida a 80 kV e com o mesmo óleo comercial, mas medida a 60 kV. As duas últimas medidas foram realizadas consecutivamente. O lado direito da figura mostra os resultados obtidos para o topo da amostra, lado pelo qual foi injetado o fluido. Pode-se perceber que existe coincidência entre valores de porosidade média, para as imagens próximas à base da amostra, das medidas seca e com óleo (80 kV). Esse fato ocorre das imagens 304 (primeira) até, aproximadamente, a 485. Isto significa que o óleo não atingiu a região porosa desta região da amostra. Por outro lado, também ocorre coincidência de valores de porosidade média, para as imagens próximas ao topo da amostra, das duas medidas com a amostra contendo óleo. Neste caso, a coincidência é, aproximadamente, da imagem 901 até a 1064 (última). Isto significa que o óleo continuou realizando percolação durante a segunda medida realizada com a amostra (com óleo e a 80 kV), atingindo a base da amostra durante o último período de medidas (com óleo e a 60 kV). Como o tempo total de cada medida foi de 3 horas e 13 minutos, pode-se dizer que o fluido levou, aproximadamente, 6 horas e 26 minutos para se distribuir por toda a direção vertical da amostra.

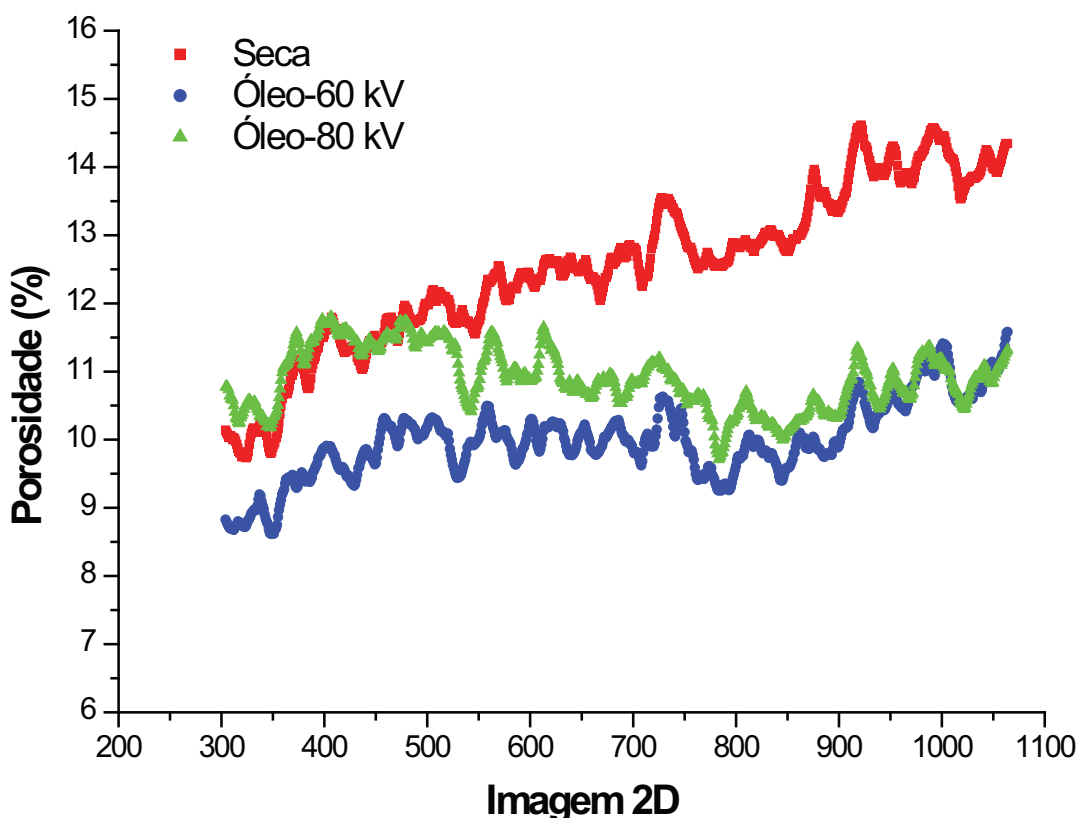


Figura 88. Perfil de porosidade para a amostra ARN5 seca, em vermelho, com a presença de óleo e medida a 80 kV, em verde, e com a presença de óleo e medida a 60 kV.

5.3.6 Amostra ARN6

Esta amostra também foi submetida à intrusão de óleo por meio da aplicação de vácuo na face oposta à deposição do mesmo. O vácuo foi aplicado durante, apenas, 7 minutos. Este intervalo de tempo foi suficiente para que a face oposta apresentasse sinais de molhamento com o óleo. Após este estágio, a amostra foi deixada em repouso durante 15 horas. O óleo utilizado foi o tipo industrial. As medidas realizadas nesta amostra ocorreram no LAMIR, nos dias 07 e 10 de Fevereiro de 2012 com a amostra nas condições seca e, posteriormente, infiltrada com óleo. Os parâmetros de cada medida são apresentados na Tabela 19. Para atingir a resolução selecionada para estas medidas, o equipamento ajustou a distância objeto-fonte em 61,2 mm e câmera-fonte em 218,8 mm. Não foi utilizado filtro

físico durante a medida. Foram obtidas 902 projeções para cada medida durante o tempo de 2 horas e 31 minutos, para a amostra seca, e 3 horas e 02 minutos, para a amostra contendo óleo.

Tabela 19. Condições da amostra de arenito Botucatu ARN6 e parâmetros utilizados em cada aquisição desta.

Condição	Parâmetros de Aquisição							filtro
	Res. espacial (μm)	tensão/corrente (kV/ μA)	tempo de exposição (ms)	passo angular (graus)	rotação (graus)	média (frames)	<i>grid size</i> (pixels)	
Seca	4,90	80/124	2000	0,40	360	4	1336 x 2000	s/
Óleo	4,90	80/124	2400	0,40	360	4	1336 x 2000	s/

A Figura 89, (a) e (b), mostram exemplos de projeções obtidas para a amostra seca, e contendo óleo, respectivamente. Neste caso de amostra infiltrada com óleo, pode-se notar pequena alteração de contraste na projeção da amostra seca para a da amostra contendo óleo, o que indica sinais da presença de óleo, no ambiente poroso da amostra, após o processo de percolação.

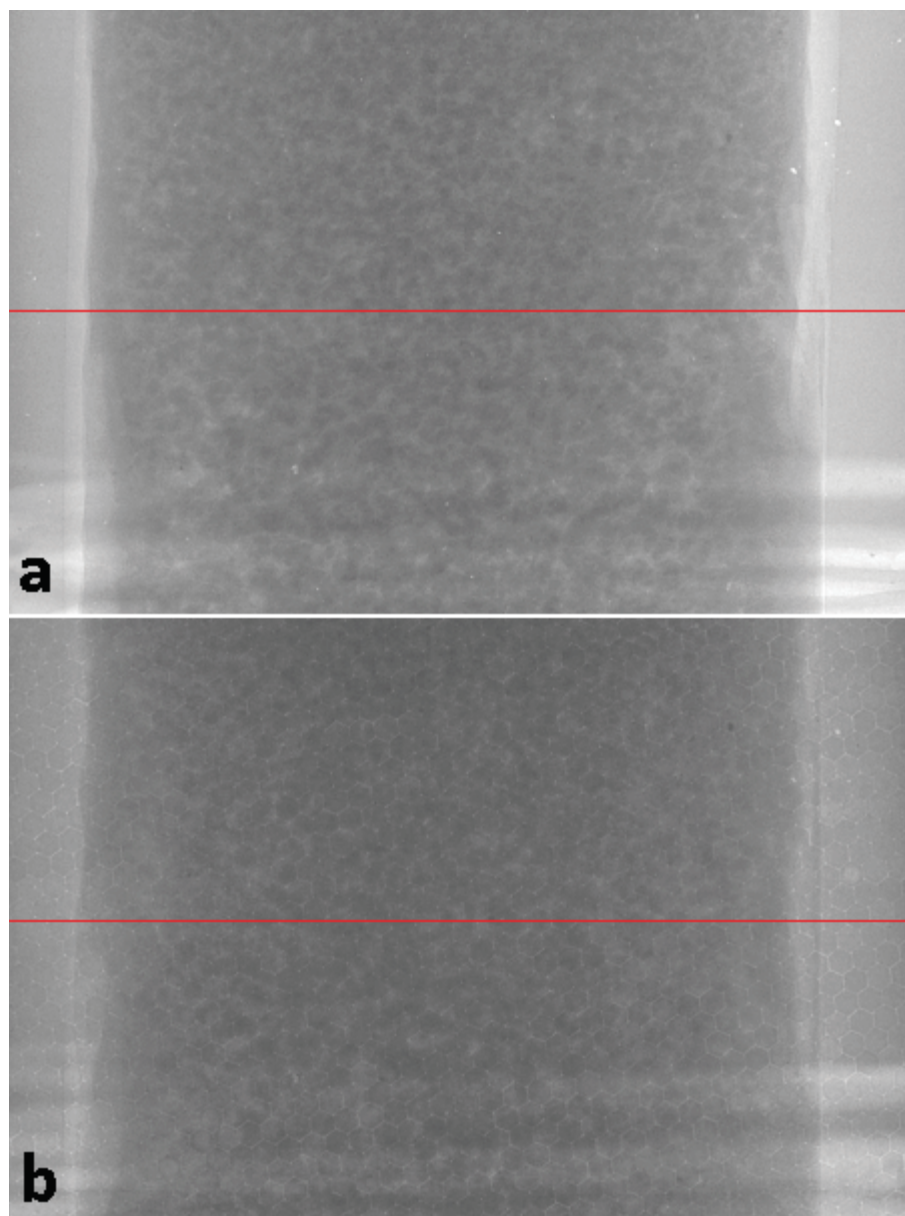


Figura 89. Projeções obtidas para a amostra ARN6 (a) seca e (b) com óleo, medidas a 80 kV.

Os perfis de níveis de cinza apresentados na Figura 90 seguem no sentido de confirmar a presença de óleo na amostra. Isso porque a grande maioria dos níveis de cinza para a amostra infiltrada possui valores inferiores aqueles da amostra seca. Estes perfis encontram-se representados em vermelho e preto, respectivamente.

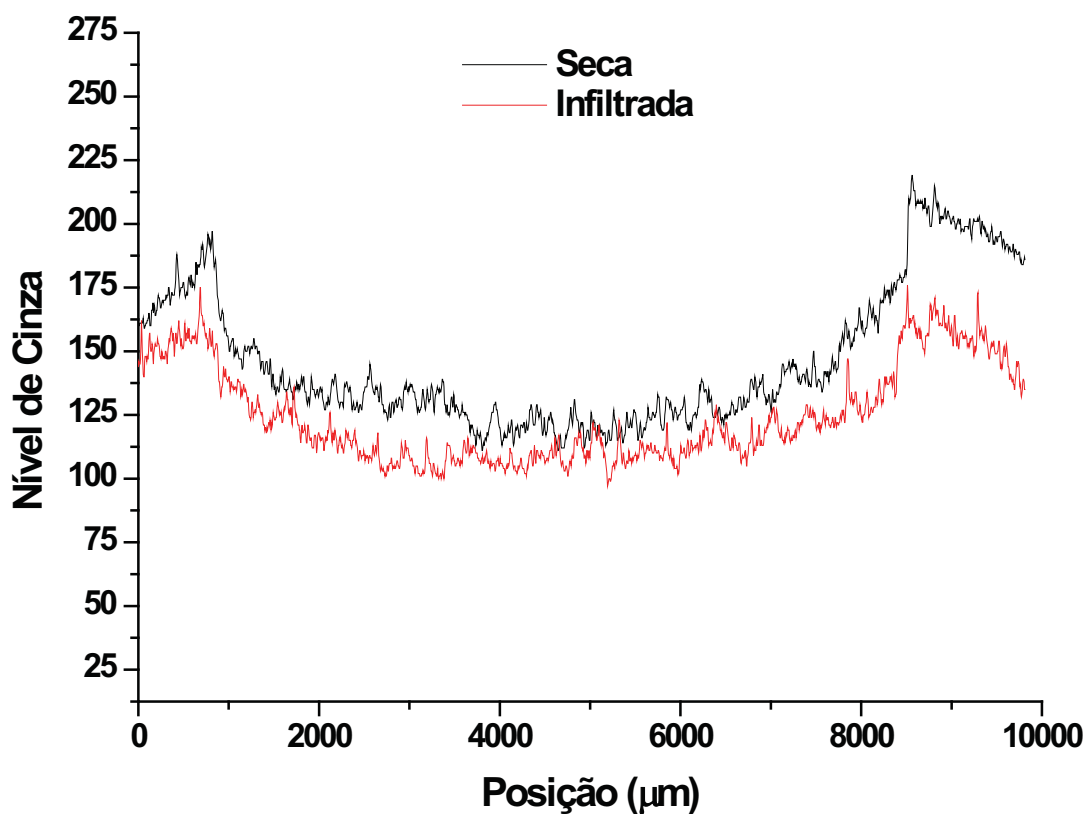


Figura 90. Perfil de níveis de cinza em uma linha da amostra ARN6 seca, em preto, e contendo óleo, em vermelho.

As imagens 2D mostradas na Figura 91 correspondem, aproximadamente, a uma mesma posição na amostra, e demonstram alteração sutil no contraste correspondente ao ambiente poroso da amostra contendo óleo, figura (b), em comparação da amostra seca, figura (a). Apesar de não ser possível perceber, visualmente, um intervalo de tons de cinza característico para esta fase, é possível afirmar que ela está presente em tal ambiente poroso. Foram obtidas 1031 imagens 2D em cada reconstrução.

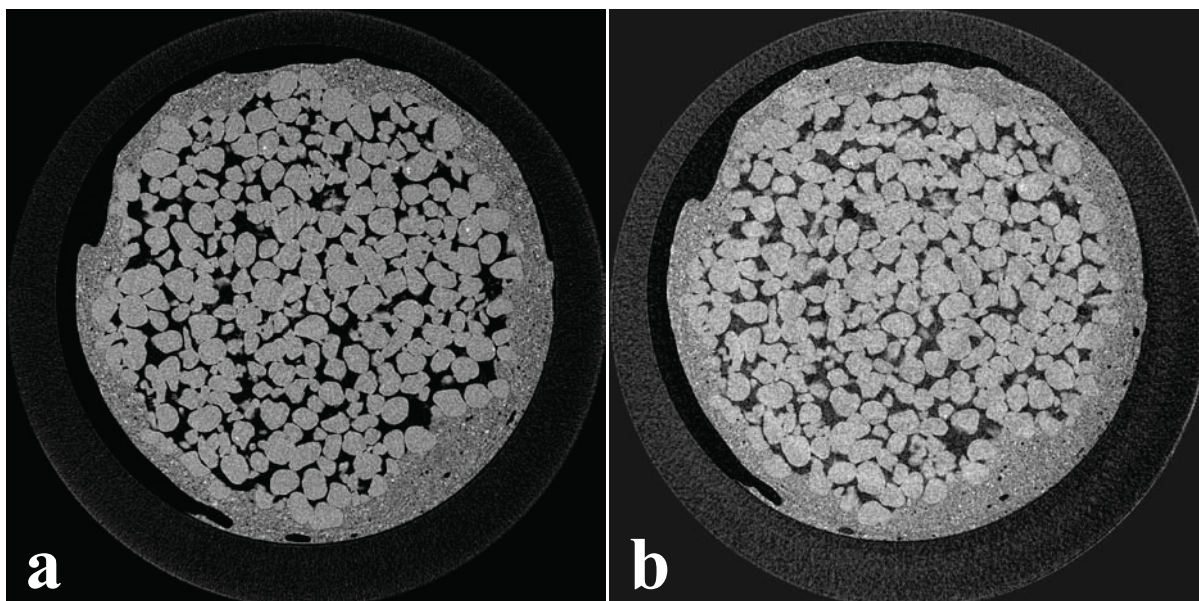


Figura 91. Imagens 2D para a amostra ARN6 (a) imagem 2D 255 seca e (b) imagem 2D 275 infiltrada.

A Figura 92 apresenta detalhes das imagens 2D da Figura 91, à esquerda. As imagens ampliadas possibilitam maior facilidade para afirmar quanto à presença de óleo após a intrusão, principalmente, devido à ocorrência de bolhas de ar, como as exemplificadas por meio das setas na figura. Um fato curioso e não verificado anteriormente é a melhor definição, no histograma da figura (b), do pico correspondente aos tons de cinza representantes da fase sólida. O limiar de tons de cinza para a amostra contendo óleo (41) foi escolhido de modo a identificar o contorno das bolhas de ar. Nitidamente, existem tons de cinza compartilhados pela fase óleo e também por ruídos inerentes à medida.

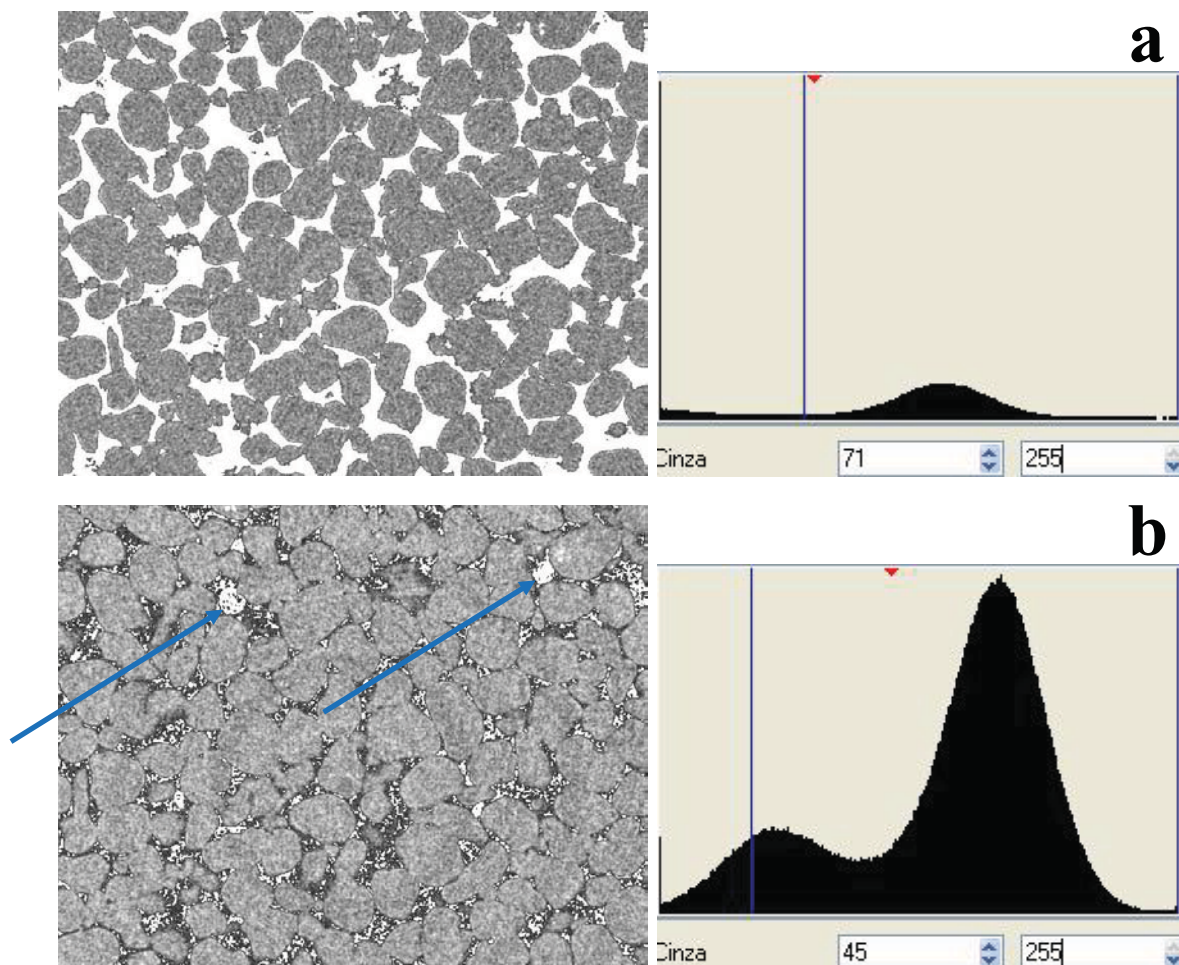


Figura 92. a) Detalhe da janela de seleção de limiar para binarização e histograma de tons de cinza com os respectivos limiares de binarização escolhidos, do software Imago, para a imagem 2D 255 com a amostra seca, em (a), e (b) 275 com a amostra contendo óleo, em (b).

Todas as imagens são apresentadas binarizada/mesclada.

Os perfis de porosidade para esta amostra são apresentados na Figura 93. Os valores de porosidade diminuem bruscamente em todo volume da amostra, mesmo não havendo perfeita definição da fase óleo.

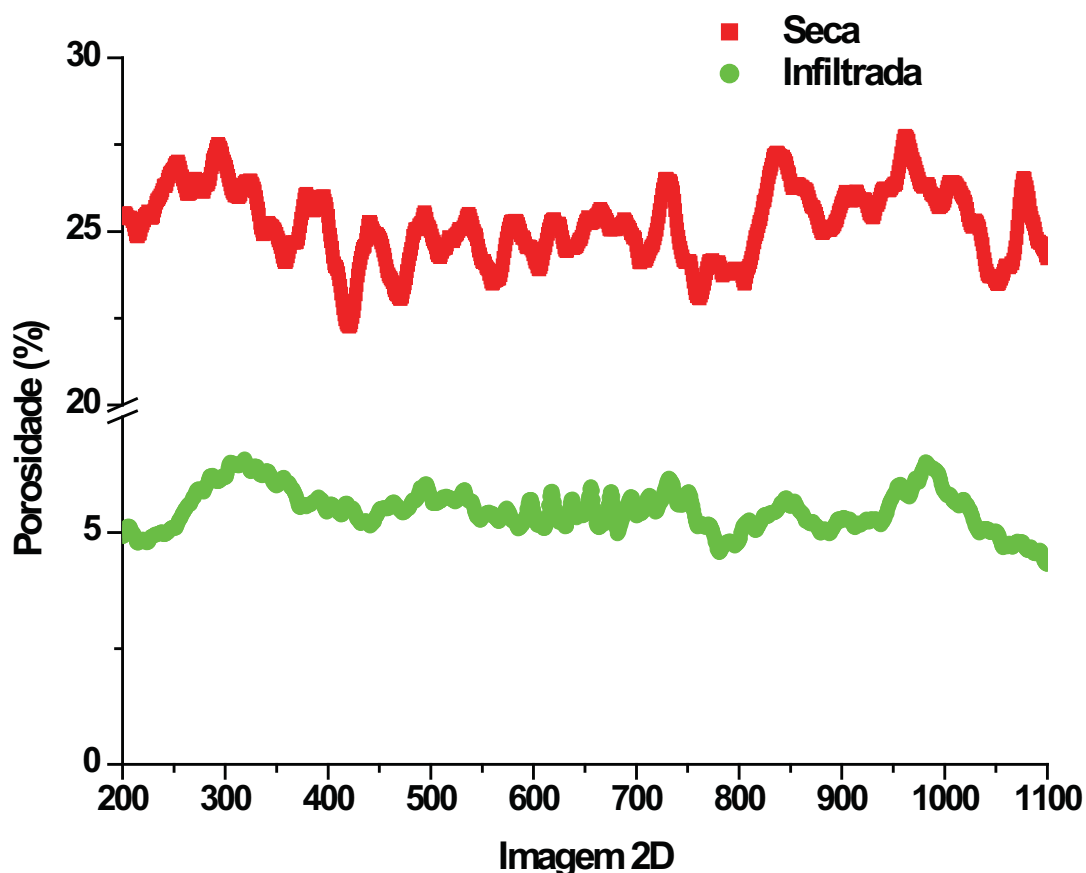


Figura 93. Perfil de porosidade para a amostra ARN6 seca, em vermelho, e com a presença de óleo, em verde.

A Figura 94 mostra quatro reconstruções da amostra ARN6. Todas elas foram geradas, utilizando-se as imagens 2D de números 200 a 600. A figura (a) foi construída com a sobreposição da imagem 3D da fase sólida, intervalo de tons de cinza de 72 a 255, com a imagem 3D da fase porosa, intervalo de tons de cinza de 0 a 71, ambas provenientes das imagens 2D obtidas da medida com a amostra seca. As imagens (b), (c) e (d) foram confeccionadas com base nas imagens 2D provenientes da medida com a amostra contendo o óleo. A imagem (b) apresenta um modelo da fase sólida e corresponde ao intervalo de tons de cinza de 75 a 255. A imagem (c) mostra a sobreposição do modelo anterior com o modelo da fase porosa cujo intervalo de tons de cinza corresponde aos valores de 0 a 41. Por último, a imagem (d) corresponde à sobreposição dos dois modelos utilizados na imagem (c) com o modelo da fase óleo cujo intervalo de tons de cinza corresponde aos valores de 42 a 74.

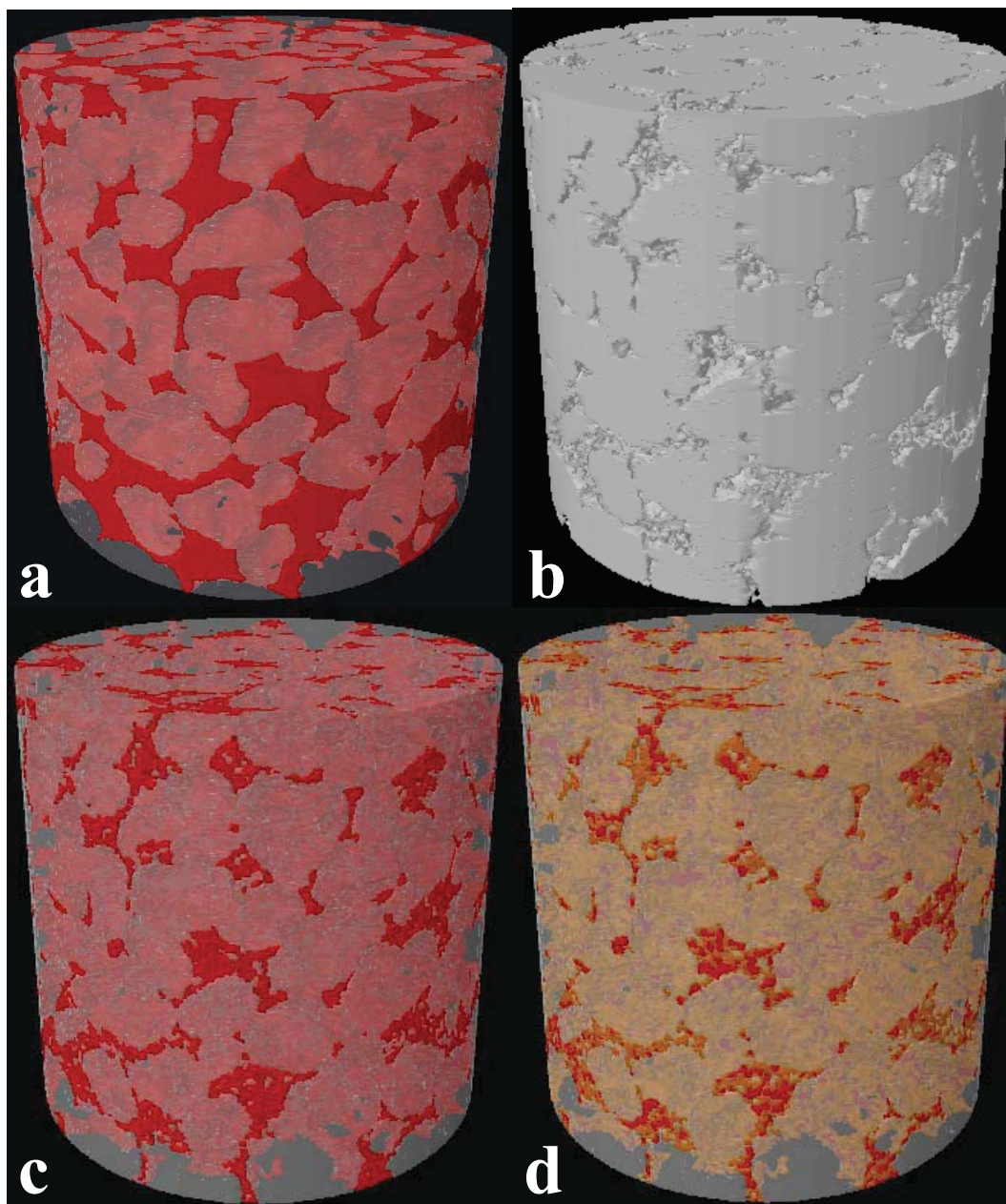


Figura 94. Imagens 3D para a amostra ARN6: (a) poros da amostra seca, (b) fase sólida para a amostra infiltrada, (c) poros para a amostra infiltrada e (d) poros e óleo para a amostra infiltrada. As imagens possuem 2000 μm de diâmetro e 1965 μm de altura.

Em geral, os resultados encontrados na literatura sempre mostram a utilização de um tipo de dopante responsável por aumentar o contraste do fluido a ser injetado na amostra, tal como realizado neste trabalho.

Os autores de um dos trabalhos da revisão da literatura empregaram óleo, além de uma solução com dopante, (WILDENSCHILD, CULLIGAN & CRISTENSEN 2004) como fluido, porém este não aparece nas imagens 2D. Mesmo assim, o óleo foi quantificado

saturando-se a amostra com o mesmo e, posteriormente, expulsando-o por meio da injeção da solução. Toda a porção de volume invadido pela solução pode ser visualizada, restando apenas a porção, visualmente vazia, admitida como óleo. Em outro trabalho que faz uso de óleo (VINEGAR & WELLINGTON, 1986) foi necessário dopar o óleo de modo a obter um contraste que possibilitasse a identificação desta fase em imagens longitudinais da amostra de arenito Berea. Neste trabalho foi possível visualizar e quantificar diretamente a fase óleo, através das imagens 2D, nas amostras de esferas de vidro. Além disso, foi possível verificar alterações do perfil de porosidade da amostra ARN5 de arenito Botucatu depois da injeção de óleo comercial na mesma. Para a amostra ARN6 foi possível verificar o início de um intervalo de tons de cinza característico para o óleo industrial presente nesta amostra.

O porta-amostras projetado para evitar que o fluido vazasse ou evaporasse da amostra para o interior do microtomógrafo foi confeccionado na oficina de mecânica fina do Departamento de Física da Universidade Estadual de Londrina.

Um total de 26 medidas contribuiu efetivamente para a elaboração desta Tese. Três dessas medidas não foram apresentadas neste trabalho. Elas foram realizadas com amostra contendo solução água/sal, sem dopante, em medidas de verificação da capacidade do equipamento/metodologia em fornecer intervalos de tons de cinza para as diferentes fases presentes na amostra. Os resultados das mesmas forneceram subsídios para as 22 medidas seguintes. Além das medidas descritas houve ainda mais uma utilizada para verificação da metodologia. O tempo total destas medidas foi de aproximadamente 85 horas. Para tomada destas medidas foram realizadas 8 viagens com duração de 5 dias cada. Além delas, 2 viagens foram desperdiçadas devido a problemas com o microtomógrafo e 2 foram realizadas para treinamentos com os softwares utilizados neste trabalho. O tempo computacional para reconstrução das 23 medidas apresentadas foi de, aproximadamente, 41 horas. Antes de cada reconstrução foi necessário, aproximadamente, meia hora para escolha dos parâmetros a serem utilizados pelo software de reconstrução. As análises com o software Imago ocuparam três períodos para cada amostra. As análises com o CTan duraram seis períodos para cada amostra. Ainda houve o tempo utilizado para adequação das figuras das imagens 3D no software CTvol, um período para cada amostra.

Além de todas as dificuldades inerentes a qualquer trabalho, este também apresentou problemas adicionais que devem ser relatados. Praticamente todas as medidas ocorreram no CENPES ou no LAMIR. Portanto, elas ocorriam apenas quando da

disponibilidade do equipamento e estavam relacionadas com a realização de viagens e limitação de tempo.

O microtomógrafo da Universidade Estadual de Londrina foi instalado apenas no início de Março deste ano. Apenas a última medida (amostra EV3 de esferas de vidro contendo a solução 3) foi microtomografada com este equipamento.

Felizmente, os resultados obtidos possuem boa qualidade, mesmo com todas as dificuldades mencionadas.

6. CONCLUSÕES

6.1 Gerais

A metodologia de microtomografia de raios X foi utilizada para a visualização e quantificação de diferentes fases de fluido dividindo a região porosa de amostras de esferas de vidro e de arenito Botucatu, submetidas à invasão forçada de líquidos. As escolhas experimentais empregadas foram capazes de fornecer imagens 2D e 3D, com nível suficiente de resolução espacial de modo a possibilitar análises das diferentes fases componentes da amostra.

Pode-se dizer, a partir dos resultados obtidos, que a utilização desta metodologia, neste tipo de trabalho, requer escolha ou tratamento de amostras e/ou dopagem dos líquidos empregados para obtenção de imagens 2D e 3D ideais para análises de quantificação. A resolução espacial utilizada (aproximadamente 5 μm) pode ter influenciado negativamente no contraste obtido para os líquidos utilizados. Hipoteticamente, o emprego de uma resolução espacial mais pobre (20 μm , por exemplo) poderia melhorar o contraste para estas fases. O que acontece é que o software de aquisição realiza uma normalização do histograma de tons de cinza obtido para cada condição da amostra e para cada conjunto de parâmetros de aquisição selecionados. Este processo influencia na resolução de contraste de cada fase presente na amostra. No entanto, era necessário o uso de uma resolução da ordem de 5 μm em função da estrutura das amostras em questão.

A medida da amostra de linhas de nylon confeccionada para verificação da metodologia foi bem sucedida, proporcionando valores concordantes entre a porosidade medida e o valor calculado geometricamente.

Os resultados obtidos neste trabalho indicam que o Skyscan 1172 é um equipamento confiável quando utilizado na investigação e quantificação de fases fluidas em amostras porosas, mesmo se tratando de um microtomógrafo de bancada. Portanto, torna-se vantajoso aperfeiçoar metodologias para utilização deste equipamento no estudo de percolação de fluidos.

O volume de líquido injetado foi medido para a solução 3 e solução 4 na amostra EV3 e para a solução 4 na amostra ARN4. Este volume foi calculado através da densidade de cada líquido utilizado e da diferença de massa da amostra antes e após a

presença dos mesmos. Em todos os casos, os percentuais de volumes de líquido em relação aos volumes totais obtidos através das análises de imagem foram inferiores aos percentuais de volume injetado em relação aos volumes totais de cada amostra. Para a amostra EV3, a menor e a maior diferença entre estes volumes foi de 4 % e 7 %, respectivamente. Já para a amostra ARN4, a menor e a maior diferença foi de 10 % e 16 %, respectivamente. Essa diferença entre os valores pode ter decorrido da dificuldade em se obter o volume total preciso de cada amostra.

6.2 Esferas de Vidro

Os dopantes escolhidos (KI ou $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) e adicionados às soluções água/sal introduzida na região porosa destas amostras possibilitaram a distinção visual de um intervalo de tons de cinza característico de tais soluções.

O caso mais próximo do ideal no sentido da melhor separação, por meio do histograma de tons de cinza, entre a fase vidro e a solução utilizada ocorreu para o caso de maior porcentagem de dopante (20 % de KI) na solução água/sal. O $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, cuja solubilidade é inferior à do KI, não possibilitou tamanha concentração do mesmo na solução. Entretanto, a clara binarização entre as fases ar e solução/vidro para a amostra EV3, no caso em que a mesma continha a solução dopada com $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, possibilitou a obtenção do volume da fase líquida para o volume analisado desta amostra.

A utilização de menor energia (60 kV ao invés de 70 kV) e menor tempo de exposição (1800 ms ao invés de 3540 ms), utilizados como medida alternativa da amostra EV1, sugeriram melhora na qualidade de visualização da fase óleo. Porém, não o suficiente a ponto de compensar o artefato central gerado em decorrência dessas escolhas.

A identificação da presença de óleo nas imagens é um resultado valioso visto que não houve a adição de dopantes nesta fase.

As imagens obtidas para a amostra EV2, em comparação com aquelas obtidas para a amostra EV1, mostram que o óleo industrial é mais adequado que o óleo comercial para utilização em experimentos de percolação de fluido quando da não utilização de dopantes adicionados a esta fase.

6.3 Arenito Botucatu

A presença da solução nas amostras ARN1, 2, 3 e 4 pode ser identificada já nas imagens 2D, uma vez que houve aparentes alterações na região porosa destas amostras. Dessa forma, a não ocorrência de um intervalo de tons de cinza característico para este fluido é um indicativo da ocorrência de algum tipo de reação química entre este e a fase orgânica presente no arenito (KUMAR et al, 2008). Essa possível reação química corroboraria na diferença encontrada entre o percentual de volume obtido através das análises e aquele injetado para a amostra de ARN4.

Um resultado muito satisfatório obtido para amostras de arenito é mostrado pela distribuição de tamanho de poros antes e após a presença da solução na amostra. Estes gráficos indicaram o intervalo de raios de poros mais relevante para a condutividade do fluido através da amostra. Em geral, raios de poros menores participaram da percolação. Esta tendência mostrou-se invertida apenas para a amostra ARN1, a qual apresenta valor de porosidade aberta muito inferior às demais, (apenas 10 % da porosidade aberta da amostra ARN4, a mais porosa). Possivelmente, a maioria dos poros com raios menores, para a resolução espacial utilizada, são poros fechados e, portanto, não participaram da percolação do fluido.

Os perfis de porosidade obtidos para as amostras ARN5 e 6 mostram que há presença da fase óleo na região porosa destas amostras, mesmo sem ser utilizado dopante em adição a este fluido. O óleo industrial mostrou-se mais atenuante que o óleo comercial, tal como ocorreu para o caso das esferas de vidro.

6.4 Futuros Desenvolvimentos

Dentre todas as ideias originais e aquelas que surgiram da leitura dos artigos da revisão da literatura e durante o próprio desenvolvimento dos experimentos, apenas uma não foi concretizada. Pretendia-se realizar uma sequência de injeções sucessivas, com controle de pressão, de solução e óleo em uma única amostra de esferas de vidro. A amostra

seria escaneada seca e ao final de cada injeção de um dos líquidos. Isso totalizaria, ao menos, treze medidas. Os dados obtidos seriam utilizados para levantamento das curvas de molhamento e saturação residual para ambos os líquidos utilizados. Porém, problemas técnicos ocorreram e inviabilizaram a realização desses experimentos. As instituições onde havia um microtomógrafo não possuíam um porosímetro ou o mesmo encontrava-se quebrado. Similarmente, onde havia um porosímetro, não havia um microtomógrafo ou o mesmo encontrava-se quebrado.

A Universidade Estadual de Londrina, a qual possui um microtomógrafo, recém-instalado, está adquirindo um porosímetro. Dessa forma, a sequência de medidas descrita acima poderá ser realizada.

A viabilidade dos desenvolvimentos descritos nos parágrafos acima tornará possível a realização de experimentos relacionados com a frente de molhamento. Pretende-se realizar a injeção de fluido, à pressão controlada, durante um breve período de tempo e resfriar rapidamente o conjunto amostra/fluido de modo a obter uma condição de estática de fluido capaz de proporcionar o acompanhamento da frente de molhamento.

REFERÊNCIAS

ALVARO, F. E., GRADER, A. S., KARACAN, O. & HALLECK, P. M. Visualization of three phases in porous media using micro computed tomography, SCA2003-21, 2003 Society of Core Analysts , 2003.

APPOLONI, C. R., CESÁREIO, R. Microscanning and microtomography with X-ray tubes. Università Degli Studi di Roma “La Sapienza” – Centro Interdipartimentale de Ricerca per L’Análise dei Modelli e Dell’Informazione Nei Sistemi Biomedici, Roma/IT, 83p., 1994.

APPOLONI, C. R.; MELQUIADES, F. L. Interação da Radiação Eletromagnética com a Matéria – Texto Experimental para a Disciplina de Física Nuclear – Universidade Estadual de Londrina PR, 1997.

BASTOS, R. O, Radioatividade de Rochas Provenientes das Formações Geológicas Pertencentes à Bacia Hidrográfica do Rio Tibagi. Tese de Doutorado, Dep. de Física, LFNA/UEL – Universidade Estadual de Londrina, PR, 197 p., 2008.

BUENO, A. D. Curso de Análise de Imagens Aplicado ao Estudo de Materiais (apostila) – Lab. de Engenharia de Exploração e Produção de Petróleo, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Macaé –RJ, p. 315, 2008.

BURCHAM, W. E. Física nuclear – Editora Reverté S. A. Barcelona, Bogotá, Buenos Aires, Caracas, México, 1974.

CULLIGAN, K. A., WILDENSCHILD, D., CHRISTENSEN, B. S. B., GRAY, W. G. & RIVERS, M. L. Pore-scale characteristics of multiphase flow in porous media: A comparison of air-water and oil-water experiments, *Advances in Water Resources*, v. 29, p. 227-238, 2006.

EISBERG, R. e RESNICK R.:Física Quântica, Ed. Campus Ltda, Rio de Janeiro, 1979.

FERNANDES, J. S., Caracterização Microestrutural do Espaço Poroso de Rochas Reservatório da Bacia do Rio Tibagi por Microtomografia de Raios X. Tese de Doutorado, Dep. de Física, LFNA/UEL – Universidade Estadual de Londrina, PR, 199 p., 2009.

GOLDSTEIN, L., PRASHER, S. O. & GHOSHAL, S – Three-dimensional visualization and quantification of non-aqueous phase liquid volumes in natural porous media using a medical X-ray Computed Tomography scanner – *Journal of Contaminant Hydrology*, doi: 10.1016/j.jconhyd.2007.01.013, 2007.

HUBBELL, J.H., GIMM., H.A., & OVERBO, I. Pair, triplet and total atomic cross sections (and mass attenuation coefficients) for 1MeV-100GeV photons in elements $Z=1$ to 100 - *J. Phys. Chem. Ref. Data* 9, p. 1023-1147, 1980.

IMAGO Versão 2.1.4. ESSS – Engineering Simulation and Scientific Software Ltda. Copyright © 2002.

KAK, A. & SLANEY, M. Principles of computerized tomographic imaging - *IEEE Press*. Electronic Copy (c) 1999.

KAPLAN, I. Física nuclear – *Editora Guanabara Dois S.A.* Rio de Janeiro RJ, 1978.

KETCHAM, R. A. & CARLSON, W. D. Acquisition, optimization and interpretation of X-ray computed tomographic imagery: applications to the geosciences – Department of Geological Sciences, University of Texas at Austin, Austin, *Computers & Geosciences* 27, 381 – 400, 2001.

KOHOUT, M., GROF, Z & STEPÁNEK, F. Pore-scale modeling and tomographic visualisation of drying in granular media – *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 299, p. 342-351, 2006.

KUMAR, M., SENDEN, T., KNACKSTEDT, M., LATHAM, S., PINCZEWSKI, V., SOK, R. M., SHEPPARD, A. P. & TURNER. Imaging of pore scale distribution of fluids and Wettability, SCA2008-16, 2008 Society of Core Analysts , 2008.

LANDRY, C. J., KARPYN, Z. T. & PIRI, M. Pore-scale analysis of trapped immiscible fluid structures and fluid interfacial areas in oil-wet and water-wet bead packs, *Geobluids*, v. 11, p. 209-227, 2011.

LEO, W. R. Technique for nuclear and particle physics experiments – Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1993.

LIGANG, Z. R., FERNANDES, C. P., MAGNANI, F. S., PHILIPPI, P. C., A reconstruction technique for three-dimensional porous media using image analysis and Fourier transforms – *Journal of Petroleum Science and Engineering*, v. 21, p. 273 – 283, 1998.

MOREIRA, A. C. Métodos para segmentação binária para imagens em tons de cinza. LFNATEC: Publicação técnica do laboratório de Física Nuclear Aplicada, v. 15, n. 02, 24 p., 2011.

MOREIRA, A. C., APPOLONI, C. R., MANTOVANI, I. F., FERNANDES, J. S., MARQUES, L. C., NAGATA, R. & FERNANDES, C. P. Effects of manual threshold setting on image analysis results of a sandstone sample structural characterization by X-ray microtomography – *Applied Radiation and Isotopes*, v. 70, p. 937-941, 2012.

MUDAHAR, G. S., Optimal thickness of soil between source and detector for different gamma-ray energies, *Journal of Hidrology*, v. 80, p. 265-269, 1985.

NAIME, J, M, Um novo método para estudos dinâmicos, in situ, da infiltração da água na região não saturada do solo. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, São Carlos – SP, 2001.

NOIRIEL, C., BERNARD, D., GOUZE, PH. & THIBAUT, X. Hydraulic properties and microgeometry evolution accompanying limestone dissolution by acidic water, *Oil & Gas Science Technology*, v. 60, n. 1, p. 177-192, 2005.

PETROBRAS. Tecnologia e Pesquisa. Disponível em: <http://www.petrobras.com.br/pt/energia-e-tecnologia/tecnologia-e-pesquisa/>. Acesso em: 25 de julho 2011.

PHILLIPS, D. H. & LANNUTTI, J. J. Measuring physical density with X-ray computed tomography – *NDT&E International*. v. 30, n. 6, p. 339-350, 1997.

RATTANASAK, U & KENDALL, K. Pore structure of cement/pozzolan composites by X-ray microtomography – *Cement and Concrete Research* 35 (637 – 640), 2005.

SCHNAAR, G. & BRUSSEAU, M. L. Pore-scale characterization of organic immiscible-liquid morfologi in natural porous media using synchrotron X-ray microtomography – *Environmental Science & Tecnology* v. 39, no. 21, 2005.

SKYSCAN 1172. Desktop X-ray mirotomograph, Instruction manual – SkyScan N. V., Vluchtenburgstraat 3C, Belgium, 2005

TESEI, L., CASSELER, F., DREOSSI, D., MANCINI, L., TROMBA, G., ZANINI, F. Contrast-enhanced X-ray microtomography of the bone structure adjacent to oral implants - *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*. V. 548, p. 257–263, 2005.

VINEGAR, H. J. & WELLINGTON, S. L. - Tomographic Imaging of Three-Phase Flow Experiments - *Rev. Sci. Instrum.* - v. 58 - no 1, p. 96 – 107, 1987.

WILDENSCHILD, D., CULLIGAN, K. A. & CHRISTENSEN, B. S. B. Application of x-ray microtomography to environmental fluid flow. The International Society for Optical Engineering: Develpoment in X-Ray IV. 2004. Denver, CO, USA. SPIE Digital Library, vol. 5535. Julho 2004.

WILDENSCHILD, D., HOPMANS, J. W., & KENT, A. J. R. – Quantitative Analysis of Flow Process in a Sand Using Synchrotron-Based X-ray Microtomography – *Vadose Zone Journal*, v. 4, p. 112-126, 2005.