



ESTUDO DE ACIDIFICAÇÃO EM ROCHAS CARBONÁTICAS UTILIZANDO
MICROTOMOGRAFIA POR TRANSMISSÃO DE RAIOS X

Alessandra de Castro Machado

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Nuclear, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutora em Engenharia Nuclear.

Orientadora: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Rio de Janeiro
Março de 2016

ESTUDO DE ACIDIFICAÇÃO EM ROCHAS CARBONÁTICAS UTILIZANDO
MICROTOMOGRAFIA POR TRANSMISSÃO DE RAIOS X

Alessandra de Castro Machado

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA
DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS
NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTORA EM CIÊNCIAS EM
ENGENHARIA NUCLEAR.

Examinada por:

Profa. Inayá Corrêa Barbosa Lima, D.Sc.

Profa. Gabriela Ribeiro Pereira, D.Sc.

Prof. Edgar Francisco Oliveira de Jesus, D.Sc.

Prof. Alfredo Victor Bellido Bernedo, D.Sc.

Dra. Fabiana Magalhães Teixeira Mendes, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

MARÇO DE 2016

Machado, Alessandra de Castro

Estudo de acidificação em rochas carbonáticas utilizando microtomografia por transmissão de raios X / Alessandra de Castro Machado. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2016.

IX, 113 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Nuclear, 2016.

Referências Bibliográficas: p. 90 - 96.

1. Microtomografia. 2. Rochas-reservatório. 3. Acidificação. I. Lima, Inaya Correa Barbosa. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Nuclear. III. Título.

“No fim do jogo, peões e reis voltam para a mesma caixa.”

- *Provérbio Italiano*

AGRADECIMENTOS

À Deus, por me dar forças e iluminar meus caminhos.

Aos meus pais, Ozório Rodrigues Machado e Neuzely Sales de Castro Machado e às minhas irmãs Carolina de Castro Machado e Pollyanna Sampaio pelo apoio e encorajamento que sempre me deram. Ao meu noivo Dimitri Rubim Fernandes de Souza que consegue diariamente renovar minhas forças, sendo peça fundamental para que esse trabalho fosse concluído.

A minha orientadora, prof.^a Inayá Corrêa Barbosa Lima que me orientou e me deu os ensinamentos necessários. Ao prof. Ricardo Tadeu Lopes que me deu todo o suporte para a para a realização deste trabalho.

Aos amigos do LIN, em especial, Alessandra Silveira Machado, Atila de Paiva Teles e Thais Maria Pires dos Santos que dividiram o dia-a-dia de trabalho comigo, tornando possível a realização dessa pesquisa.

Ao CENPES/PETROBRAS, à ANP, ao CNPq e à FAPERJ que fomentaram essa pesquisa.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutora em Ciências (D.Sc.)

ESTUDO DE ACIDIFICAÇÃO EM ROCHAS CARBONÁTICAS UTILIZANDO
MICROTOMOGRÁFIA POR TRANSMISSÃO DE RAIOS X

Alessandra de Castro Machado

Março/2016

Orientador: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Programa: Engenharia Nuclear

Os combustíveis fósseis, como por exemplo, o petróleo e o gás natural são alguns dos recursos energéticos mais utilizados hoje. Para uma exploração eficiente destes combustíveis existem alguns recursos que podem maximizar a produtividade de um reservatório. O processo de acidificação de rochas é um desses recursos que aumentam a permeabilidade da rocha reservatório criando canais de escoamento, chamados *wormholes*. Nesse contexto, o objetivo principal deste trabalho é utilização da técnica não-destrutiva de micro-CT para a caracterização dos *wormholes* formados em amostras carbonáticas (plugues provenientes de poços semelhantes ao “pré-sal”) antes e após o processo de acidificação por HCl. A técnica de microCT é apropriada e muito eficaz para a análise deste tipo de amostra, pois garante a integridade da amostra fornecendo resultados de parâmetros petrofísicos valiosos. Os resultados mostram que a microtomografia é uma técnica adequada para a caracterização de rochas carbonáticas e também do canal criado através da acidificação, concluindo que, dentre todos os processos estudados o mais eficiente foi o da amostra com menor vazão de injeção do ácido.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

ACIDIFICATION STUDY ON CARBONATE ROCKS USING MICROTOMOGRAPHY
BY X-RAY TRANSMISSION

Alessandra de Castro Machado

March/2016

Advisor: Inayá Correa Barbosa Lima

Department: Nuclear Engineering

Currently, some of the most used energy sources are fossil fuels such as oil and gas. For efficient exploration of these fuels, there are some features, which can maximize the productivity of a reservoir. The acid treatment is one of those features that increases the permeability of the carbonate reservoirs by creating preferential channels, called wormholes. In this context, the main objective of this work is the use of technical non-destructive micro-CT for the characterization of wormholes formed in carbonate samples (plugs from similar wells to "pre-salt") before and after the process of acidification by HCl. The microCT technique is appropriate and efficient for the analysis of this type of sample, it ensures sample integrity by providing valuable results of petrophysical parameter settings. The results show that microtomography is a suitable technique for the characterization of carbonate rocks and wormhole created by acidification, concluding that, among all the processes studied the most efficient was the sample with lower flow acid injection.

ÍNDICE

| | |
|------------------------------------------------|-----|
| Capítulo 1 – Introdução..... | 1 |
| Capítulo 2 – Revisão bibliográfica..... | 6 |
| Capítulo 3 – Fundamentos Teóricos..... | 18 |
| 3.1 MicroCT..... | 18 |
| 3.1.1 Aquisição..... | 18 |
| 3.1.2 Reconstrução..... | 21 |
| 3.1.3 Visualização..... | 25 |
| 3.2 Processamento de Imagem..... | 25 |
| 3.3 Rochas Carbonáticas | 30 |
| 3.3.1 Porosidade..... | 31 |
| 3.3.2 Índice de Fragmentação..... | 32 |
| 3.3.3 Anisotropia..... | 33 |
| 3.3.4 Conectividade..... | 35 |
| 3.3.5 Tortuosidade..... | 36 |
| 3.4 Acidificação | 37 |
| 3.4.1 Ácido Clorídrico..... | 38 |
| 3.4.2 Matriz de acidificação - Carbonatos..... | 39 |
| Capítulo 4 – Metodologia..... | 42 |
| 4.1 Descrição das amostras..... | 42 |
| 4.2 Ensaio de Acidificação..... | 43 |
| 4.3 MicroCT..... | 45 |
| 4.3.1 Aquisição..... | 45 |
| 4.3.2 Reconstrução..... | 49 |
| 4.3.3 Visualização..... | 50 |
| 4.3.4 Processamento das Imagens..... | 50 |
| 4.3.4.1 Avaliação da porosidade..... | 52 |
| 4.3.4.2 Avaliação do canal principal..... | 56 |
| 4.3.4.3 Avaliação da tortuosidade..... | 60 |
| Capítulo 5 – Resultados e Discussão..... | 61 |
| 5.1 Resultados da amostra A..... | 68 |
| 5.2 Resultados da amostra B..... | 71 |
| 5.3 Resultados da amostra C..... | 74 |
| 5.4 Resultados da amostra D..... | 77 |
| 5.5 Resultados da amostra E..... | 80 |
| 5.6 Resultados da amostra F..... | 83 |
| 5.7 Discussão geral..... | 86 |
| Capítulo 6 – Conclusão..... | 89 |
| Referências Bibliográficas..... | 90 |
| Apêndice..... | 97 |
| Anexo..... | 100 |

Lista de Símbolos

Micro-CT – Microtomografia Computadorizada de raios X

2D, 3D – duas dimensões, três dimensões

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

DRX – Difração de raios X

FRX - Fluorescência de raios X

HCl – Ácido Clorídrico

EDTA - ácido etileno diamino tetraacético

ROI – Região de interesse

VOI – Volume de interesse

TH – *Thresholding* / limiar

Φ - Porosidade

TV – Volume total

Obj.V. – Volume do objeto

Fr.I. – Índice de fragmentação

τ – Tortuosidade

DA – Grau de Anisotropia

E1, E2, E3 – Autovalor 1, Autovalor 2, Autovalor 3

Conn.Dn. – Densidade de conectividade

L - Comprimento do canal

Capítulo 1

Introdução

A estimativa para o consumo de petróleo nos próximos anos está entre 80 e 100 milhões de barris diários e a expectativa de que novas descobertas não sejam capazes de suprir essa demanda é uma crescente no cenário mundial (XAVIER, 2013). Assim, a necessidade de aperfeiçoamento da exploração de reservatórios de combustíveis fósseis, como óleo e gás, torna a sua caracterização uma ferramenta essencial para a identificação do potencial do poço e também para maximizar sua produtividade.

As principais tecnologias e métodos utilizados hoje na caracterização de reservatórios são a sísmica (2D, 3D e 4D), os esquemas de controle e automação na coleta de dados (pressão, corte de água, RGO) de forma continuada, ou não, em poços (cabos de fibra ótica, sensores, telecomunicação), perfis convencionais ou especiais e a coleta de amostras de rochas e fluidos dos poços para uma posterior análise petrofísica e sedimentológica (XAVIER, 2013).

No campo da petrofísica, no qual o estudo é voltado para aspectos teóricos e experimentais referentes à determinação das propriedades físicas das rochas, é possível realizar a análise de parâmetros, tais como: porosidade, distribuição de tamanho de poros, e conectividade de uma rocha reservatório, que são fundamentais para caracterizar o armazenamento e a transmissão de fluidos. A porosidade é uma das características físicas mais importantes das rochas sedimentares, cuja definição matemática é a percentagem de volume vazio em relação ao volume total da rocha. Dessa forma, são nos espaços vazios no interior das rochas (nos poros) que ficam armazenados os hidrocarbonetos a serem explorados.

Os parâmetros citados anteriormente são essenciais para o gerenciamento e previsão do desempenho do reservatório, contribuindo para uma interpretação realista dos dados geofísicos registrados no campo (XAVIER, 2011).

Após a caracterização de um reservatório, é possível avaliar se existem condições de melhoria para o aumento de sua produção. Um método utilizado para esta finalidade é o processo de estimulação de reservatórios através da injeção de ácidos. Esse processo é normalmente utilizado em campos de baixa permeabilidade ou para restauração de danos, como incrustações e precipitações, que causam uma queda na permeabilidade e redução do potencial do reservatório. Por exemplo, quando uma

solução ácida é injetada em uma formação, ela dissolve parte dos minerais presentes aumentando ou recuperando a permeabilidade ao redor do poço. Esse procedimento cria canais de escoamento chamados *wormholes*, que aumentam a permeabilidade e, conseqüentemente, a produtividade do reservatório (FREDD & FOGLER, 1998a).

O conhecimento dos materiais disponíveis, das reações químicas possíveis no tratamento das condições do poço, das propriedades do reservatório e das características do tipo de rocha presente na formação é essencial para se projetar um tratamento eficaz e uma acidificação eficiente. O procedimento de injeção do ácido é uma operação de alta complexidade, pois além de diferentes tipos de ácidos fornecerem diferentes resultados para cada tipo de mineralogia da formação, as condições de operação também têm influência direta no tipo de *wormhole* criado. Um erro no procedimento de acidificação pode causar danos severos ao poço.

Embora existam muitas formulações disponíveis, apenas quatro tipos de ácido têm encontrado extensa aplicação em tratamentos de poços: clorídrico (HCl), fluorídrico (HF), acético (CH₃CO)₂O e fórmico (CH₂O₂). Em geral, para rochas carbonáticas, objeto de desse estudo, as soluções aquosas de HCl são as mais utilizadas devido ao seu baixo custo e por sua reação com a calcita e a dolomita não deixarem produtos insolúveis (BRADLEY, 1987).

A morfologia estrutural do *wormhole* criado depende de algumas condições de operação do procedimento de acidificação, tais como: tipo do ácido, temperatura, pH, concentração, pressão e taxa de injeção. Essa última condição é extremamente importante para que se mantenha o controle da reação ácido-rocha, pois esse controle permite um melhor desempenho do ácido, fazendo com que ele atinja a maior distância radial do poço possível, favorecendo assim a formação dos *wormholes*. O controle dessa reação é num dos pontos mais críticos da operação de acidificação (BRADLEY, 1987). Sendo assim, o estudo das condições de operação de um tratamento de acidificação para que o mesmo seja eficaz e não danifique o poço relacionando-se com a porosidade total da rocha pode ampliar o escopo de caracterização de um reservatório.

Hoje uma grande parte dos estudos para a caracterização de reservatórios utiliza técnicas convencionais de petrofísica tais como, lâmina delgada, microscopia eletrônica de varredura (MEV), saturação em água e injeção de mercúrio ou gás para a determinação da porosidade e observação da estrutura interna das rochas. Entretanto, os referidos ensaios não oferecem informações quantitativas da forma e da distribuição dos poros (OLIVEIRA, 2012). Assim, a utilização da técnica de microtomografia

computadorizada de raios X (micro-CT) revoluciona a análise de amostras de rochas-reservatório, pois ela fornece imagens tridimensionais de todo espaço, inclusive o poroso, possibilitando uma avaliação qualitativa e quantitativa do volume, tamanho, forma, distribuição e conectividade das estruturas internas das rochas, entre outros, numa escala de micrométrica.

A micro-CT produz imagens fidedignas a cortes seriados ao longo do objeto estudado. Imagens sequenciais contíguas são compiladas para criar representações tridimensionais que podem ser processadas digitalmente para executar eficientemente uma grande disposição de medições e visualizações.

O princípio físico da micro-CT baseia-se na atenuação dos raios X quando o mesmo interage com o objeto inspecionado. A intensidade dos fótons que passam através do objeto depende do número de átomos por unidade de volume e do tipo de átomos ao longo do caminho do feixe. Do lado oposto à fonte, um detector registra a intensidade dos raios X atenuados no objeto que por sua vez é rotacionado a passos angulares constantes, gerando uma série de imagens radiográficas (MACHADO *et al.*, 2012). Após esse processo, as radiografias são reconstruídas através de um processamento matemático que em sua maioria utiliza um método de retroprojeção filtrada que é baseado nos trabalhos de Feldkamp (FELDKAMP *et al.*, 1984), gerando imagens de cortes seriados do objeto estudado. Este procedimento de reconstrução permite que vários parâmetros sejam avaliados e modificados para que possam ser realizadas correções de ruído na imagem de modo a obtê-la com uma melhor qualidade final (MACHADO, 2012).

Essas imagens obtidas através da micro-CT podem ser processadas digitalmente a fim de extrair informações morfológicas geométricas da estrutura interna do objeto estudado. Esse processo é chamado renderização. Como resultado, é gerada uma nova imagem, um gráfico ou tabelas com informações específicas, dependendo da aplicação desejada (FILHO & NETO, 1999).

Pode-se definir o processamento de imagem digital como a submissão de uma representação numérica de um objeto (imagem digital) a uma série de operações, de modo a obter um resultado desejado, como por exemplo, remoção de ruído, melhora do contraste da imagem, remoção de artefatos causados durante a aquisição da imagem, correção de distorções geométricas e quantificação de parâmetros morfológicos do objeto em estudo (FILHO & NETO, 1999). A qualidade da imagem final e dos resultados quantitativos de todo esse processo é extremamente dependente da resolução espacial da imagem, pois ela tem influência direta na interpretação final dos dados. Quanto

melhor for a resolução espacial da imagem, melhor será a visualização de pequenos detalhes e mais precisos serão os resultados quantitativos (MACHADO *et al.*, 2013).

Nesse contexto, o objetivo principal deste trabalho é utilização da técnica não-destrutiva de micro-CT para a caracterização dos *wormholes* formados em amostras carbonáticas (plugues provenientes de poços do Pré-sal) antes e após o processo de acidificação por HCl. A técnica de micro-CT é apropriada e muito eficaz para a análise deste tipo de amostra, pois garante a integridade da mesma fornecendo resultados de parâmetros petrofísicos valiosos. Faz parte desse estudo o levantamento da porosidade total, a investigação do comportamento 3D do maior canal conectado (volume, índice de fragmentação, tortuosidade, comprimento do canal e a variação de espessura desse canal ao longo da amostra), a quantificação do volume de poros, a distribuição do tamanho dos poros, antes e após o processo de acidificação por HCl, além da conectividade e anisotropia dos plugues das rochas reservatório.

O presente trabalho está organizado em capítulos de 1 a 6, iniciando-se pelo presente capítulo que apresentou uma pequena introdução referente ao tema em questão, assim como os objetivos e as justificativas referentes ao desenvolvimento desse trabalho.

A seguir, é apresentado o capítulo 2 com uma revisão bibliográfica de alguns trabalhos importantes relacionados com este trabalho.

O capítulo 3 contém os fundamentos teóricos referentes aos princípios físicos da micro-CT estudados para a realização deste trabalho.

Já o capítulo 4 elucida a metodologia utilizada nesta pesquisa de tese de doutorado; explica por alto (*en passant*) o processo de acidificação uma vez que o mesmo foi realizado diretamente no CENPES/PETROBRAS. Entrento, aclara detalhadamente toda a parte da micro-CT desde do processo de aquisição das imagens até o processamento das imagens, passando pela reconstrução das mesmas.

O capítulo 5 apresenta os resultados encontrados e a discussão dos resultados e o capítulo 6 a conclusão.

A tese é finalizada com a apresentação das referências bibliográficas utilizadas durante os quatro anos desta pesquisa. Por fim, fez-se necessário criar um apêndice com dados de caracterização das amostras fornecidos pelo CENPES/PETROBRAS e um anexo em que estão expostos todos os artigos científicos publicados sobre o tema dessa pesquisa de tese, que por sua vez foram publicados na revista *Applied Radiation*

and Isotopes em 2016 e 2015. Além desses descritos são também expostos o resumo do trabalho apresentado no *Colloquium Spectroscopicum Inernationale* realizado em Figueira da Foz, Portugal em 2015 e os Proceedings referentes ao trabalho apresentado no 13º Congresso Internacional da Sociedade Brasileira de Geofísica, realizado no Rio de Janeiro em agosto de 2013.

Capítulo 2

Revisão Bibliográfica

Um dos principais estudos do processo de acidificação foi feito por Christopher FREDD & FOGLER, 1998a, cujo objetivo foi de prever a influência da reação sobre a estrutura dos *wormholes*. Uma investigação experimental e teórica, com uma variedade de sistemas de fluidos, incluindo ácidos fortes, ácidos fracos, e agentes quelantes, proporcionou uma ampla gama de condições para estudar a formação do *wormhole*. Foi feita uma descrição generalizada do fenômeno de dissolução e também foi demonstrada uma dependência comum do número *Damköhler*, que é uma relação entre a velocidade da reação e a taxa de fenômenos de transporte que ocorrem em um sistema (essa relação é muito usada na Engenharia Química). Além disso, foi encontrado um valor ótimo para a formação de *wormholes*, sendo de aproximadamente 0,29 para todos os sistemas de fluidos investigados. Os resultados mostram imagens de neutrografia dos vários tipos de *wormholes* formados, apresentando que os modelos de rede 2D e 3D concordam com os resultados experimentais e fundamentam a existência de um número *Damköhler* ótimo.

Em outro estudo (FREDD & FOGLER, 1998b), foi investigada a influência de agentes quelantes de cálcio na dissolução da calcita para um intervalo de pH entre 3,3 e 12. Os resultados mostram que a taxa de dissolução é significativamente aumentada pela presença de agentes quelantes, tais como, ácido ciclohexileno dinitrilo tetracético (CDTA), ácido dietileno triamino pentacético (DTPA) e ácido etileno diamino tetracético (EDTA), e é também influenciada pela cinética das reações de quelação, variando consideravelmente com o pH e o tipo de agente. Concluiu-se que a taxa de dissolução é reforçada pela influência do ataque de íons de hidrogênio a um pH baixo. Além disso, as diversas formas iônicas dos agentes quelantes reagirem com a superfície de calcita em taxas diferentes dependem do número de íons de hidrogênio associados às espécies. Assim, a velocidade de dissolução aumenta com o aumento da protonação.

SIDDIQI *et al.* (2006) fizeram um estudo analisando formas alternativas para avaliar o desempenho de ácidos emulsionados usando tomografia computadorizada (CT). Foi possível examinar padrões de dissolução criados por ácidos emulsionados em diferentes condições de operação em três plugues verticais (U1V, U2V e U3V) de um reservatório da Arábia Saudita. O ácido usado foi o HCl emulsionado. As imagens dos plugues foram feitas durante as experiências de injeção de ácido, utilizando o CT-

scanner HD-350 CT-scanner em dupla energia (140kV, 100mA / 80 kV, 200mA) com tamanho de pixel igual a 0,5mm. Notou-se que a presença de canais naturais (vugs, estilólitos, etc.) e concentrações mais elevadas de calcita podem ajudar a iniciação mais rápida do *wormhole*. Os resultados mostram que a taxa de injeção parece ser o fator mais importante que afeta o desempenho de ácido emulsionado em termos de iniciação e crescimento do canal preferencial. O caminho do *wormhole* na amostra U2V (taxa mais lenta de injeção) é o mais linear e passa pelo centro do plugue. O caminho na amostra U3V (taxa de injeção mediana) também é linear, mas passa bem perto da borda da amostra, possivelmente ajudada pela forte presença de *stylolite*/VUG nessa seção. O caminho do *wormhole* na amostra U1V (taxa de injeção rápida) é o mais amplo e tortuoso.

NOIRIEL *et al.* (2009) realizou um estudo para avaliar a dinâmica da porosidade e as mudanças da área da superfície reativa durante a dissolução da calcita por água rica em CO₂. Foram utilizadas as concentrações de Sr e Ca na rocha e na solução de saída para avaliar as mudanças da área da superfície reativa de dois tipos de rochas formadoras de calcita, grãos de micrite e cristais de esparite. Utilizando a instrumentação do *European Synchrotron Radiation Facility* (Grenoble, France), através da micro-CT constatou-se que a área da superfície reativa aumenta continuamente com a porosidade (de 20,3% para 30,2%), mas as mudanças são diferentes para os dois tipos de calcita: as mudanças da área de superfície reativa na micrite são parabólicas, enquanto a área de superfície reativa da esparite aumenta consideravelmente. Após o experimento, uma modelagem numérica (HYTEC) foi utilizada e o modelo geométrico que mais se aproximou dos resultados experimentais foi o *sugar-lump*, que descreve o meio poroso como um aglomerado de partículas que se dissociam quando a dissolução progride, como um pedaço de açúcar numa xícara de café, daí vem o nome *sugar-lump*.

Um conjunto de experiências (LUQUOT & GOUZE, 2009) permitiu descrever os processos de transferência de massa na vizinhança do poço onde a pressão de injeção de CO₂ (P_{CO2}) é máxima e a dissolução não é uniforme, em locais distantes, onde a dissolução se torna mais uniforme, até um ponto em que a precipitação é observada. A experiência realizada com P_{CO2} perto da pressão total P_{CO2} = 10 MPa, mostra a formação de condutores de longa distância e canais de fluxo correlacionados, associados com uma dissolução de transporte controlado. Para valores intermediários de P_{CO2} (6 MPa), a transferência de massa muda de transporte controlado para reação controlada de dissolução. A dissolução uniforme é obtida para uma pressão igual a 2,5 MPa. Finalmente, para P_{CO2} = 0,7 MPa, observou-se uma diminuição da porosidade. No entanto, a taxa de diminuição da permeabilidade aumenta acentuadamente indicando

um entupimento provável do meio. Antes e depois de cada experimento, foram feitas micro-CT para caracterizar a geometria do poro. As imagens foram feitas *European Synchrotron Radiation Facility*, na França, com uma resolução de 5,06 μm e energia de 40 keV. Este estudo experimental fornece indicações sobre os comportamentos que podem ocorrer em larga escala durante a injeção de CO_2 em reservatórios carbonáticos, não sendo possível ainda parametrizar a permeabilidade em função das mudanças de porosidade diretamente.

McDUFF *et al.* (2010) desenvolveram um novo método que integra experimentos de acidificação em amostras de rochas carbonáticas de até 14ft³ em volume, imagens de alta resolução, análise e modelagem computacional para estender os resultados de experimentos para aplicações de campo. Plugues de diferentes tipos de rocha foram caracterizados por difração de raios X (DRX) e CT antes da acidificação, e ainda foi feita uma análise de lâminas petrofísicas. Entre as muitas variáveis investigadas, destacam-se a taxa de injeção do ácido e o tipo de rocha. O sistema de CT utilizado nesta aplicação é o TIC 2500. A fonte de raiosX neste sistema é um VarianLinatron L6000/HRO fonte que gera 15 MeV e 12.700 rad/min, a uma distância de 1m. As imagens geradas permitiram a visualização do *wormhole* e de suas ramificações em 3D formadas nestas experiências. Após bombeamento de aproximadamente de 2,5 L de HCl a 15%, um buraco rompeu a parede lateral do bloco e o bombeamento foi interrompido. A conclusão foi que compreender a tendência deste tipo de propagação *wormhole* 3D em rochas carbonáticas é importante para maximizar a produtividade e evitar assim a estimulação de zonas não desejadas em aplicações de campo.

IZGEC *et al.* (2010) apresentam uma metodologia para caracterizar amostras de carbonato antes e após a acidificação. A abordagem usada consiste na caracterização em escala fina (milímetros) das heterogeneidades por meio de CT e geoestatística, e os de maior escala (milímetro a centímetros) usando um algoritmo de rotulagem. Depois da caracterização em multiescala das amostras, experimentos de inundação de ácido foram realizados com amostras de 4 polegadas de diâmetro e 20 polegadas de comprimento. As imagens de CT foram feitas com uma fatia de espessura igual a 2 mm e separação entre elas também foi de 2 mm. As amostras foram tomografadas para caracterizar a correlação espacial dos *vuggys* (grandes poros) com o *wormhole* formado. Os resultados foram então comparados com o caminho *wormhole* real visualizado após a injeção de ácido na amostra e os resultados de três experiências ilustram como o *wormhole* é criado ao longo do caminho de fluxo mais vugular nestas amostras. Notou-se também que o HCl segue não somente os caminhos de elevada permeabilidade, mas também os espacialmente correlacionados. Assim, concluiu-se

que o ácido injetado em carbonatos segue um caminho preferencial guiado pela rede *vugular*. Este caminho pode ser previsto a partir da distribuição de *vugs* nas amostras, através da CT.

GOUZE e LUQUOT (2011) realizaram um estudo para prever mudanças nas propriedades petrofísicas das rochas desencadeadas por injeção de CO₂ no reservatório utilizando micro-CT. Foram investigadas as ligações entre os mecanismos de dissolução que controlam as mudanças de porosidade e as mudanças relacionadas com a área de superfície reativa e com a permeabilidade. Para isso foram feitas microtomografias antes e depois da injeção em amostras de calcita. Investigaram-se também a distribuição espacial do raio hidráulico e a eficácia da tortuosidade, dois parâmetros estruturais que controlam a permeabilidade, a fim de explicar as diferentes relações de porosidade e permeabilidade observadas para regimes de dissolução heterogêneos e homogêneos. Os resultados mostraram que o aumento de permeabilidade é devido à diminuição da tortuosidade para dissolução homogênea, enquanto para a dissolução heterogênea têm-se a diminuição da tortuosidade combinada com o aumento do raio hidráulico. Para o regime de dissolução intermediária, identificado como sendo o regime ideal para aumentar a permeabilidade com pequenas alterações na porosidade, o aumento de permeabilidade é resultado de um grande aumento do raio hidráulico médio efetivo da amostra.

Recentemente QAJAR *et al.* (2012) utilizaram micro-CT para caracterizar as mudanças na porosidade de rochas carbonáticas que ocorrem durante o processo de dissolução química. O microtomógrafo utilizado foi o *ANU Micro-CT Facility*, com uma resolução de 4,49µm. Foram feitas microtomografias antes e depois da injeção de uma solução de EDTA. Uma segmentação trifásica e histogramas de intensidade 2D foram usados para comparar imagens de pré e pós dissolução em escala de cinza, possibilitando investigar a evolução da porosidade, incluindo a migração de grãos finos, quantificando assim, com precisão, a porosidade local. Os resultados mostram uma diminuição inicial da permeabilidade que foi relacionada ao entupimento dos poros, induzido pela entrada de partículas finas. Depois o aumento da permeabilidade foi o resultado da dissolução de grãos e do desentupimento dos poros, obtendo assim um aumento da conectividade dos poros.

MOREIRA *et al.* (2012) realizaram um estudo sobre as variações na quantificação de parâmetros físicos de meios porosos, como por exemplo a porosidade e distribuição de tamanho de poros, para diferentes níveis de thresholding. O trabalho, intitulado "*Effectsof manual thresholding setting on image analysis results of a sandstone*

sample structural characterization by X-ray microtomography", analisou uma amostra de arenito em duas resoluções espaciais diferentes. Com a intenção de escolher um limiar ideal, diferentes métodos matemáticos (algoritmos Otsu e Concavity), e a decisão pessoal de 5 operadores foram avaliadas. Os resultados mostram que o algoritmo Otsu obteve os melhores resultados e que a resolução espacial tem influência direta na quantificação dos parâmetros físicos. Então este estudo concluiu que uma decisão do limiar manual, com base no valor de fornecido pelo algoritmo Otsu, poderia ser uma boa escolha para a configuração do limite.

Em 2012, BAKER *et al.*, forneceram uma introdução aos princípios e técnicas de microtomografia de raios X para o estudo das texturas rochas ígneas com o intuito de encorajar mais geocientistas a aplicarem a microtomografia de raios X em suas pesquisas. Uma parte deste artigo de revisão foi dedicada a segmentação das imagens, onde ele fala sobre os métodos mais utilizados para este procedimento, como por exemplo, o global que pode ser aplicável a todos os voxels com limites localmente adaptativos, ou métodos de região de crescimento ou ainda o agrupamento por métodos iterativos. Os parâmetros quantitativos que podem ser calculados a partir deste procedimento de segmentação é de grande importância para caracterizar os processos profundos e ligá-los com as condições físicas em que as rochas ígneas se desenvolveram.

Em 2014, BECKERS *et al.*, realizou um estudo para testar um novo método de binarização baseado na porosidade detectável por MicroCT para amostras de solo. Para avaliar a performance do método baseado em porosidade, ele foi comparado com outros quatro métodos, o método global de Otsu e três métodos locais (Schlüter, Hapca e Houston). Eles concluíram que o método usado para comparar o desempenho dos métodos de segmentação é interessante e consistente com outros, e também facilita a escolha da melhor técnica para representar o comportamento hidrodinâmico do solo, considerando tempo e fatores de qualidade. Como consequência, o método de segmentação baseado em porosidade testado fornece resultados são quase tão bons quanto os de métodos locais, que são mais exigentes em termos de tempo e recursos computacionais.

A análise de textura de rochas vulcânicas e a orientação preferencial de seus constituintes pode fornecer informações úteis para a interpretação dos processos envolvidos em sua formação, por isso VOLTOLINI *et al.* (2011), apresentaram uma nova técnica de análise de dados, com base em medições de microtomografia de raios-X. A

análise realizada diretamente em três dimensões (3D) supera os problemas que geralmente ocorrem quando do emprego de métodos de estereologia para a análise das imagens obtidas através de microscopia. Para a análise destes dados o método de segmentação utilizado foi o global onde valores de limiares foram escolhidos por inspeção visual, pois os conjuntos de dados binários obtidos com tais níveis eram mais confiáveis do que os obtidos utilizando algoritmos de limiarização automáticos.

Um artigo de revisão sobre microtomografia por radiação síncrotron para os estudos de rochas foi publicado por FUSSEIS *et al.* (2014). Eles fazem uma abordagem geral para a aquisição de dados, pós-processamento, bem como a análise de imagens microtomográficas, como objetivo de proporcionar um ponto de partida para o leitor interessado. Um tópico foi destinado à segmentação das imagens. Este tópico explica que a escolha do processo de segmentação mais adequada em uma análise depende do número de fases que devem ser isoladas, da sua separabilidade, do tamanho dos objetos individuais e do seu arranjo espacial e formas. Cita também os métodos mais utilizados, como o global e os métodos automáticos, como o adaptativo, por exemplo. No fim sugere alguns pacotes de softwares livres e comerciais.

BIDGOLI e JING (2014) investigaram sistematicamente a anisotropia da resistência e da deformabilidade de rochas fraturadas usando um método de modelagem numérica, devido à impossibilidade prática atual de testes de laboratório com amostras de grandes volumes contendo muitas fraturas, e a dificuldade para controlar as condições iniciais e de contorno confiáveis em grande escala em ensaios *in situ*. Os parâmetros identificados para demonstrar anisotropia da deformabilidade são o módulo de Young equivalente e o coeficiente de Poisson. Os resultados numéricos mostraram que parâmetros de resistência e capacidade de deformação elástica dos modelos numéricos testados são significativamente anisotrópicos, e variam com a mudança de carga axial e pressões confinadas. Estes resultados fornecem uma importante compreensão conceitual da faixa de variação de anisotropia da rocha fraturada em questão e as principais razões que causam essas variações.

ZENG *et al.* (2008), realizaram experimentos mecânicos uniaxiais e triaxiais e emissões acústicas em rochas para pesquisar o impacto da anisotropia da rocha no desenvolvimento de fraturas em diferentes direções, tomando como exemplo uma amostra de um reservatório arenítico de permeabilidade ultra-baixa. As fraturas na Formação Yanchang dentro da bacia de Ordos são fraturas principalmente de cisalhamento que se formaram sob duas ações tectônicas. Teoricamente, nessa

formação, quatro conjuntos de fraturas de cisalhamento deveriam ter se desenvolvidas, mas, devido ao efeito de uma forte anisotropia da rocha, em cada período um conjunto de fraturas sobretudo foi desenvolvida. Os resultados experimentais provam a existência de anisotropia nas propriedades mecânicas da rocha nas diferentes direções no plano, que é a principal razão para os impactos sobre o desenvolvimento de diferentes conjuntos de fraturas nos períodos geológicos. A diferença nas texturas e estruturas da rocha, que foram dominadas pela sedimentação e diagenesis, dá aos reservatórios areníticos uma permeabilidade ultra-baixa e uma anisotropia aparente das propriedades mecânicas de uma rocha nas diferentes direções, formando um fator importante que afeta o desenvolvimento das fraturas.

YUN *et al.* (2013) apresentaram uma avaliação da anisotropia da rocha por agrupamento sistemático e planar dos valores de atenuação de raios-X tridimensionais e análise estatística associada na base de que os números de CT de raios-X que representam diretamente a densidade interna da matriz da rocha. Variação de valores de voxel através do plano de corte de uma determinada orientação permite a identificação de uma orientação única de anisotropia da rocha. O conceito proposto foi validado usando uma estrutura virtual 3D e foi aplicado em quatro tipos diferentes de rocha. A sensibilidade de características anisotrópicas e o efeito dos ruído das imagem foram explorados para destacar a robustez do método proposto para avaliar a anisotropia das rochas. A presença de orientação de anisotropia nas rochas foi avaliada usando imagens de tomografia computadorizada 3D de raios X e realizada uma avaliação estatística dos valores de atenuação. Ao contrário das aplicações CT existentes para materiais rochosos, este método utiliza os valores de atenuação dos raios X originais sem tratamento de imagem adicional, como segmentação fase ou geometria montagem.

Uma das finalidades principais da engenharia de tecido ósseo é o desenvolvimento de novos biomateriais que possam estimular próprio mecanismo regenerativo do organismo para recuperação anatômica e funcional do paciente. Para desenvolver estes biomateriais RENGHINI *et al.* 2013, realizaram um estudo com vidros bioativos, devido às suas propriedades versáteis, são excelentes candidatos para fabricar arquiteturas porosas 3-D para substituição óssea. Para isso é preciso conhecer detalhadamente toda a estrutura interna do osso e suas principais características. Eles utilizaram tomografia Sincrotron de raios-X para estudar a arquitetura 3D das amostras e caracterizar o espaço poroso. Essa técnica possibilitou a quantificação do tamanho dos poros, a forma, a distribuição e a interconexão deles através do número de Euler e

da densidade de conectividade. Outro parâmetro importante nessa caracterização foi a anisotropia do espaço poroso.

Com o objetivo de examinar de perto o progresso das mudanças estruturais em pacientes com osteoartrite CHIBA *et al.*, em 2011 utilizou a tomografia computadorizada para quantificar parâmetros morfológicos dos ossos desses pacientes. Os parâmetros investigados foram a fração de volume do osso, a espessura, número e separação trabecular, o modelo de indexação estrutural, o número de Euler e o grau de anisotropia. Com a diminuição do espaço articular, a espessura trabecular e a fração de volume de osso aumentaram, e a separação e o número trabecular, além do modelo de indexação estrutural e do grau de anisotropia diminuíram significativamente. As microestruturas foram significativamente diferentes entre os grupos do início da osteoartrite, os grupos avançados e os grupos normal e displasia; não houve diferença significativa entre a normal e grupos de displasia.

MACHADO *et al.* (2015) caracterizou amostras de microbialitos carbonáticos recentes oriundos de uma lagoa costeira do estado do Rio de Janeiro (Brasil), pois a caracterização do espaço poroso dessas rochas são um grande desafio para o desenvolvimento de campos de petróleo devido ao alto grau de sua heterogeneidade. Este estudo compreende a avaliação estrutural, caracterização mineralógica e distribuição da porosidade utilizando a micotomografia. O microtomógrafo utilizado foi o SkyScan/Bruker, modelo 1173. Os resultados mostraram que a micro-CT é uma técnica adequada para a caracterização de microbialitos carbonáticos, proporcionando imagens 3D de alta resolução excelentes, que permitiram distinguir diferentes mineralogias e distribuição da porosidade além de sua a estrutura interna.

LOUIS *et al.* (2003), enfatizaram o fato de que a combinação de vários tipos de medições é de grande ajuda em capturar a natureza do comportamento anisotrópica de rochas porosas. Eles realizaram uma análise sistemática dos comportamentos anisotrópicos dos arenitos Bentheim e Rothbach utilizando velocidade de onda ultrassom, condutividade elétrica e medidas de susceptibilidade magnética. Para cada arenito, os dados foram obtidos a partir de três amostras do núcleo perfurado perpendicularmente uma à outra e testado em seco e condições de saturação de água. Os resultados mostraram que o arenito Bentheim, que apareceu homogêneo em escala macroscópica, possui uma anisotropia elástica e elétrica mais forte do que o arenito Rothbach em que laminações cruzadas foram claramente identificadas. Além disso eles concluíram que por comparação entre as propriedades elétricas e acústicas no arenito

Bentheim, a natureza do comportamento anisotrópico está ligada à anisotropia de forma poros. Porém, as propriedades acústicas, elétricas e magnéticas indicam que a anisotropia observada no arenito Rothbach pode ser atribuído à matriz, e mais especificamente para a cimentação.

MAYO *et al.*, em 2015 descreveu a utilização de um *sychronton* com o método *subtraction K-edge*, utilizando um agente de contraste de gás xenônio para sondar porosidade na escala micrométrica de uma variedade de tipos de rochas. O Xenônio é um agente de contraste atraente para investigar a porosidade em pequena escala em amostras não adsorventes. O método *subtraction K-edge* possibilita a separação precisa do sinal da matriz da rocha e do gás xenônio. O método foi aplicado para micro-CT em uma gama de geomateriais incluindo carbonatos, arenitos, folhelhos e carvão. O método permite resultados quantitativos precisos. Para tal foi utilizado o *Australian Synchrotron's Imaging and Medical beamline* com uma energia de 35 KeV e tamanho de pixel efetivo de 3,2 µm. Eles concluíram que método sugerido neste trabalho prevê uma ótima estimativa de ambas as porosidades (conectadas e isoladas) e pode ser utilizado como padrão para a indústria.

TELES *et al.*, em 2016 desenvolveu uma metodologia para gerar imagens baseadas em densidade a partir de duas aquisições de microtomografia de raios x com energias diferentes. As imagens obtidas foram quantificadas em 256 níveis de cinza, em que o valor mais baixo (zero) correspondeu a espaços vazios e o valor mais elevado (255) correspondeu às regiões mais densas mapeadas. A partir das imagens de densidade e das imagens feitas com uma única energia, a porosidade foi avaliada e comparada com valores de porosidade obtidos pelo método de injeção de hélio (He). Para isso, três amostras de rochas homogêneas foram digitalizadas em um sistema de microCT de bancada (SkyScan/Bruker 1173) em duas energias diferentes (80 kV e 130 kV), e suas imagens foram reconstruídas com base na densidade da amostra. Os resultados indicam que as imagens de densidade apresentam melhores resultados do que as imagens feitas com uma única energia. Concluíram também que as imagens adquiridas em dupla energia mostram boa concordância com os valores de densidade reais da amostra.

MORSY *et al.*, em 2015 relatou as respostas dos experimentos acidificação para vários tipos de rochas, contrastando litologias que vão desde uma amostra de calcita de *Eagle Ford*, à amostras de afloramentos de *Mancos*, *Barnett*, e *Marcellus*. Respostas mineralógicas, mecânicas e físicas foram avaliadas e também os efeitos sobre seus

fatores de recuperação. Para a análise mineralógica foi usada a técnica de difração de raios x. A maior parte da perda de massa foi atribuída a dissolução de carbonato. A análise de pós-ácido das amostras tratadas mostram aumentos de porosidade em relação aos materiais pré-ácido mas, o aumento na porosidade não está necessariamente correlacionado com a força do ácido. Imagens de amostras pós-ácido demonstram o desenvolvimento de rachaduras e fraturas em amostras de *Mancos*, *Barnett* e *Marcellus*. Em contraste, as amostras de *Eagle Ford* mostram uma diminuição distribuída de forma homogênea da densidade que, com base na composição mineralógica, é atribuída dissolução uniforme de calcita. Com isso, os autores recomendam que se utilize baixas concentrações de ácido HCl (até 2% em peso).

Em 2016, MARTÍNEZ-MARTÍNEZ *et al.*, estudaram o processo de fraturamento de rochas com baixa porosidade durante os testes de compressão uniaxial considerando os defeitos originais e as novas rachaduras mecânicas no material. Neste estudo foram avaliados cinco tipos diferentes de carbonatos com uma baixa porosidade (inferior a 2%), todos eles são extraídos e comercializados como pedras ornamentais e de construção. A caracterização dos danos é realizada por meio de três técnicas diferentes: ultra-sons, porosimetria de mercúrio e tomografia computadorizada por raios X. A metodologia proposta permite quantificar a evolução do sistema poroso, bem como estudar a localização de novas fissuras nas amostras de rocha. Concluíram que a porosidade intercrystalina (raio < 1 μm) desaparece rapidamente a partir das curvas de porosimetria. Concluíram também que a observação 3D das fraturas, a partir da tomografia, mostra que sob o carregamento uniaxial a população de fendas resultante consiste de um número relativamente pequeno de longas fissuras. No entanto, o crescimento fratura é completamente independente no que diz respeito aos defeitos de pré-existentes. Além disso observaram que a análise de ultra-sons de frequência revela um espectro contendo dois picos principais: baixo (~ 20 kHz) e alto (~ 35 kHz) picos de frequência. Quando as fraturas aparecem, a amplitude do pico de alta frequência diminui, enquanto aumenta a amplitude dos picos de baixa frequência, devido à interação onda ultra-sônica com defeitos pontuais.

RÖTTING *et al.*, investigaram em 2015 a evolução conjunta de parâmetros de transporte de rochas carbonáticas após reação com ácido diluído (HCl). Em primeiro lugar, caracterizaram a condutividade hidráulica inicial, a porosidade e curva de retenção de água. A porosidade das rochas foi calculada a partir do peso da amostra de água saturada e o peso seco após secagem em estufa a 40 ° C durante 48 horas. As

curvas de retenção de água foram medidas usando uma centrífuga Rotina®420R, utilizando 6 incrementos de velocidade até 4500 rpm. Em seguida, atacaram quatro amostras de rochas, duas calcitas, C1 e C2 e duas dolomitas, D1 e D2 por permeação com HCl (pH 3,5 ou 4,1) e caracterizaram novamente após a dissolução parcial. Vários ciclos de dissolução-caracterização foram realizados em cada amostra, a fim de estudar a evolução e interação dos diferentes parâmetros. Nas amostras de calcita C1 e C2, com alta permeabilidade inicial, a dissolução significativa ocorreu apenas em poros com diâmetros superiores a 0,022 mm. Permeabilidade aumentou muito pouco, apesar de a porosidade ter aumentado 2,6-5,8%. Nas amostras de dolomita, a dissolução afetou uma gama mais ampla de tamanhos de poros, até 0,001 mm em D1 (pH 3,5), e 0,0066 mm em D2 (pH 4,1). Um *wormhole* rompeu em D1 depois da percolação de apenas 5,000 volumes de poros de ácido. Concluíram que a resposta esperada para todos os parâmetros de fluxo mudaram após à dissolução.

Em 2015, LAI *et al.*, utilizou imagens 3D obtidas usando microtomografia de raios X para caracterizar a heterogeneidade na área de superfície em uma amostra de arenito e cinco amostras de rochas carbonáticas. Foram feitas observações com a técnica de difração de raios X (DRX) para identificar os principais minerais presentes na espectrometria das amostras e a técnica de fluorescência de raios X (FRX) foi utilizada para deduzir frações minerais aproximadas a partir da composição química em grandes quantidades. A quantificação de área de superfície a partir de imagens micro CT foi comparada com observações paralelas sobre as mesmas amostras utilizando o método de *Brunauer-Emmett-Teller* (BET). Medidas de área superficial média de imagens de raios X foram 1-2 ordens de magnitude mais baixas do que as medições pelo método BET de nitrogênio. Um fator de rugosidade, definido como a relação da área de superfície por BET e da área de superfície por micro-CT, foi correlacionado com a presença de argila ou microporosidades. Além disso, imagens co-registrados de Berea a partir de micro-CT e a partir de espectroscopia de energia dispersiva foram utilizadas para orientar a identificação de quartzo, K-feldspato, dolomita, calcita e argilas nas imagens de raios X. A partir desse estudo, Lai *et al.*, concluíram que a não correlação da área de superfície com o volume do poro pode levar a resultados irreais destes parâmetros.

Após toda essa revisão bibliográfica exposta, nota-se que existe uma grande importância no estudo da caracterização de rochas carbonáticas, pois as mesmas são completamente heterogêneas. E são esse tipo de rocha que encontramos no Pré-sal brasileiro.

A grande parte dos estudos realizados até o momento em relação às propriedades petrofísicas e em relação ao histórico da vida produtiva do reservatório de petróleo e gás associado à acidificação ou não são apreciações exaustivamente realizadas para rochas homogêneas, como por exemplo os arenitos. Sendo assim, por óbvio, estudar e esmiuçar o conhecimento do comportamento de rochas heterogêneas, tais como as do Pré-sal é de extrema importância para a exploração dos hidrocarbonetos contidos nelas.

Salienta-se ainda que associado a esse conhecimento está atrelada uma potente técnica 3D não-destrutiva, a micro-CT, capaz de informar, modelar e caracterizar todas as estruturas internas da rocha contribuindo significativamente para a análise de escoamento de fluidos em meios porosos. Não se pode esquecer que a aplicação principal desta pesquisa de tese de doutorado é a acidificação, cuja principal característica é de aumentar a produtividade dos poços para garantir a atividade econômica do campo.

Capítulo 3

Fundamentos Teóricos

3.1 Micro-CT

A micro-CT é uma técnica não destrutiva, que produz imagens correspondentes à estrutura interna do objeto inspecionado com resolução espacial da ordem de micrômetros. O principal contribuidor para tal ordem de grandeza na obtenção das imagens de micro-CT é o tamanho do foco do tubo de raios X. O diâmetro do foco do tubo de raios X é limitado pela quantidade de calor gerada no alvo do tubo. Devido ao pequeno diâmetro do foco de raios X, a potência térmica específica para a área no foco de raios X é muito alta, o que obriga estabelecer limites à capacidade de carga do alvo. Caso essa limitação não ocorra, o metal do alvo pode sofrer vaporização. Um bom material do alvo é aquele que possui uma alta temperatura de fusão e uma boa condutibilidade e exemplos desses materiais são tungstênio (W), molibdênio (Mo) e o Titânio (Ti), sendo o W o elemento que suporta maiores cargas. O produto da potência específica da superfície do tubo e do seu diâmetro é constante, com isso quanto menor for o diâmetro do foco, tanto menor será a potência máxima permitida.

Na micro-CT, imagens contíguas sequenciais são compiladas para criar representações em 3D que podem ser processadas digitalmente a fim de obter relevantes parâmetros quantitativos geométricos e/ou morfológicos, dependendo do interesse da investigação (KETCHAM & CARLSON, 2001). Ela pode ser dividida em três etapas: Aquisição, Reconstrução e Visualização.

3.1.1 Aquisição

O princípio físico da micro-CT se baseia na atenuação dos raios X quando o mesmo interage com o objeto. A intensidade dos fótons que passam através do objeto depende do número de átomos por unidade de volume (densidade) e do tipo de átomos ao longo do caminho do feixe. Essa relação pode ser matematicamente expressa de acordo com a equação 3.1 e está representada na figura 3.1. Para um feixe monocromático, I e I_0 são as intensidades do feixe após e antes a sua interação com o material, respectivamente, μ é o coeficiente de atenuação linear (1/unidade de

comprimento) do objeto digitalizado e x é a espessura do objeto (unidade de comprimento) (LANDIS & KEANE, 2010).

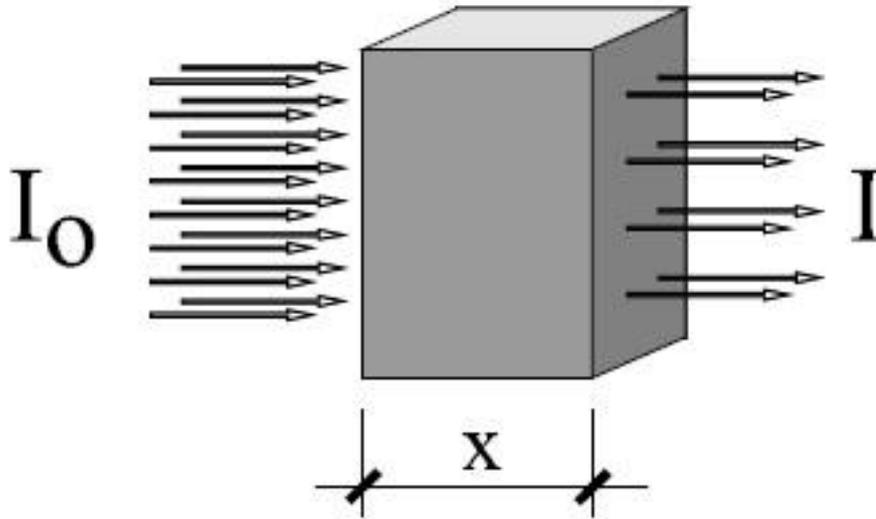


Figura 3.1: Atenuação de um feixe de fótons por um objeto (SILVA, 2009).

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (\text{eq. 3.1})$$

Se uma fonte policromática é usada (como é o caso do tubo de raios X utilizado no microtomógrafo), deve ser levado em conta o fato de que o coeficiente de atenuação é uma função altamente dependente da energia dos raios X. Nesse caso, o coeficiente de atenuação linear dependerá do espectro de energia dos raios X e das diferentes densidades dentro do material, de forma que a equação 3.1 pode ser reescrita na forma apresentada na equação 3.2 (eq.3.2).

$$I = \int_0^{E_{\text{máx}}} I_0 e^{[-\int \mu(x,y,E) dl]} dE \quad (\text{eq. 3.2})$$

Na eq. 3.2, $\mu(x, y, E)$ é a atenuação linear para misturas ou substâncias químicas compostas, com E representando a energia dos raios X. A solução completa da eq. 3.2 pode ser reescrita, como apresentada na equação 3.3 (eq.3.3).

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = \oint \mu(x, y, E) dl \quad (\text{eq. 3.3})$$

Na eq.3.3 o termo do lado esquerdo é a soma do coeficiente de atenuação linear ao longo do caminho do feixe de raios X. Este termo, chamado de raio soma, é uma função tanto do espectro de energia dos raios X quanto das propriedades do objeto inspecionado. Se há um conjunto de raios, em um dado ângulo, no plano paralelo ao feixe de radiação, tem-se o termo projeção (LIMA, 2006).

Devido a natureza polienergética do feixe do tubo de raios X, ocorre a manifestação prioritária dos fótons de baixa energia. Esse efeito, que é conhecido como *beam hardening*, é um fator de degradação da imagem produzida, podendo ser minimizado com a utilização de filtros metálicos alocados na saída no tubo de raios X. Com isso, ocorre a eliminação dos fótons de baixa energia da radiação incidente. A escolha de qual material utilizar, dependerá da natureza da amostra e da energia do feixe. Por exemplo, para amostra de rocha, é comum inserir uma combinação de dois filtros metálicos, tais como o alumínio e o cobre (MULLER *et al.*, 2010).

Para que se possa obter a imagem de uma seção do objeto analisado é necessário que se obtenham várias projeções, em passos angulares constantes. Cada projeção de um passo angular, que é registrada no detector, é adquirida a partir de vários quadros, melhorando assim a relação sinal-ruído na projeção. A figura 3.2 mostra um esquema do princípio de aquisição das projeções.

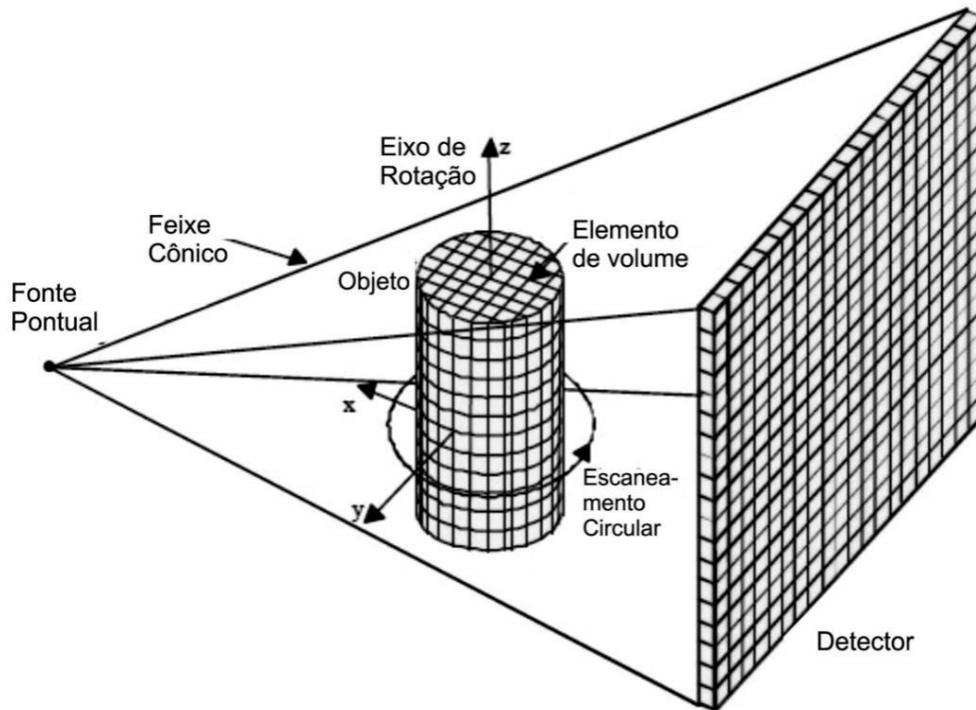


Figura 3.2: Princípio da formação da imagem tomográfica (ANDREUCCI, 2003).

3.1.2 Reconstrução

Uma vez obtido o conjunto das projeções do sistema, dá-se então a necessidade de sua reconstrução para se obter as seções do objeto analisado. Os métodos de reconstrução de imagens podem ser divididos basicamente em duas classes: métodos iterativos e métodos analíticos. Os algoritmos de reconstrução estão baseados nas diversas geometrias dos feixes de raios X (COSTA & ARAUJO, 2010). O algoritmo mais utilizado é o de Feldkamp que será descrito a seguir (FELDKAMP *et al.*, 1984).

A projeção bidimensional é obtida através do objeto tridimensional $f(x,y,z)$. Assim a projeção $P(\theta,a,b)$ para um feixe paralelo é determinada pela equação 3.4.

$$P(\theta,a,b)=P(\theta, a(x,y,\theta), b(x,y,\theta))= \oint f(x,y,z) dl \quad (\text{eq. 3.4})$$

Na eq. 3.4, a e b são, respectivamente, as coordenadas horizontais e verticais do detector, L é o caminho efetuado pelo raio entre a fonte e o detector e θ é o ângulo de projeção. Assim, as coordenadas a e b do detector se relacionam com x , y , z e θ , através das equações 3.5 e 3.6, em que R é a distância entre a fonte e detector.

$$a(x,y,\theta) = R \frac{-x \sin \theta + \cos \theta}{R + x \cos \theta + y \sin \theta} \quad (\text{eq. 3.5})$$

$$b(x,y,z,\theta) = z \frac{R}{R + x \cos \theta + y \sin \theta} \quad (\text{eq. 3.6})$$

Para o caso de um feixe cônico (figura 3.3), é possível reconstruir vários cortes de um objeto em uma única varredura. Nesta configuração passa-se a considerar a geometria cônica do feixe de raios X, de modo que a radiação atenuada pelo objeto a ser reconstruído atinja todo o detector. Sua vantagem é que ele permite a reconstrução de um espaço 3D diretamente através dos dados de projeção 2D, sem a necessidade de reconstruir cada fatia até a formação do volume. Para reconstruir o volume tridimensional, é necessário o uso de um algoritmo (VIDAL, 2011).

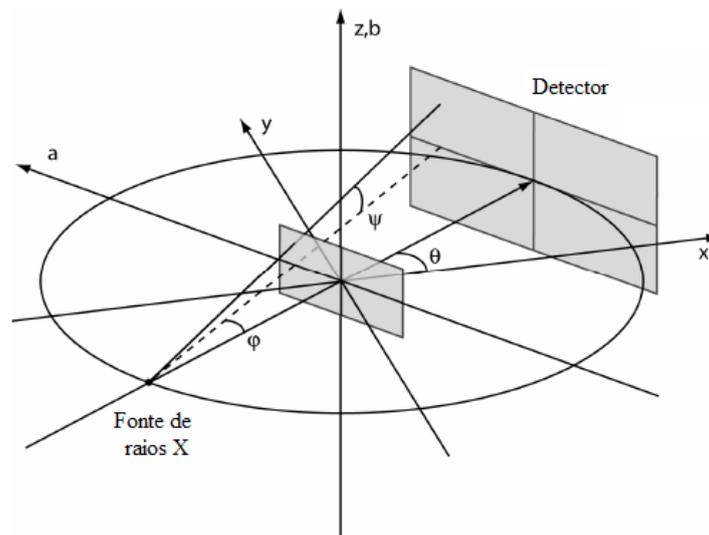


Figura 3.3: Representação do feixe cônico (FORSBERG, 2008).

A realização da reconstrução para um feixe cônico é praticamente feita do mesmo modo que a do feixe paralelo, mas, com o aumento da complexidade geométrica, um número de fatores a ponderar se faz necessário o algoritmo de reconstrução. Nesse caso, para realizar a reconstrução, a equação 3.7 pode ser utilizada (FELDKAMP *et al.*, 1984).

$$\tilde{P}(\theta, a, b) = \left(\frac{R}{\sqrt{R^2 + a^2 + b^2}} P(\theta, a, b) \right) * g(a) \quad (\text{eq. 3.7})$$

Na eq.3.7, * denota a convolução entre a projeção $P(\theta, a, b)$ e $g(a)$, que é o filtro rampa. O fator na frente da projeção $P(\theta, a, b)$ é chamado pré-fator de peso e pode ser relacionado com a geometria do feixe através da relação dada na equação 3.8, em que ϕ e ψ são os ângulos leque e cônico, respectivamente.

$$\frac{R}{\sqrt{R^2 + a^2 + b^2}} = \cos \phi \cos \psi \quad (\text{eq. 3.8})$$

O pré-fator de peso e a projeção filtrada ($\tilde{P}(\theta, a, b)$) são finalmente retroprojetadas no espaço tridimensional do objeto $f(x, y, z)$, dado pela equação 3.9, de forma que o algoritmo de Feldkamp é do tipo retroprojeção filtrada.

$$f(x, y, z) = \int_0^{2\pi} \frac{R^2}{(R + x \cos \theta + y \sin \theta)^2} \tilde{P}(\theta, a(x, y, \theta), b(x, y, \theta)) d\theta \quad (\text{eq.3.9})$$

Nesta etapa também é possível fazer correções na imagem de modo a criar uma imagem de melhor qualidade. A escolha de parâmetros, como a utilização de filtros,

correções de artefatos em anel e de artefatos de endurecimento de feixe são essenciais para uma imagem final de qualidade.

A utilização do filtro matemático tem a finalidade de reduzir ruídos na imagem, encontrando um nível adequado de suavização, sem interferir na resolução da imagem. Artefatos em anel aparecem como círculos totais ou parciais centrados no eixo de rotação, sendo causados por diferenças na eficiência ou defeitos na saída de detectores individuais ou conjuntos de detectores. A correção de artefato de endurecimento de feixe também pode ser feita nesta etapa, pois a filtragem do feixe na aquisição através da introdução de filtros metálicos pode não ser suficiente para eliminar esse artefato totalmente.

Uma vez já reconstruída, a imagem é mostrada em forma de uma matriz digital $N \times M$ "pixels", onde N representa o número de "pixels" existentes na vertical e M os da horizontal. Para cada valor do "pixel" designa-se um valor de cinza que é proporcional a $\mu(x, y)$, ponto a ponto. Assim, tem-se que a região mais densa aparece mais clara e consequentemente a região menos densa aparece mais escura. Dos 256 níveis de cinza (o máximo para tais), a escala é realizada da seguinte forma: 0 para o preto e 255 para o branco e os valores que são intermediários a estes equivalem aos níveis de cinza propriamente dito (LIMA, 2006).

O resultado desta etapa são as seções transversais do objeto analisado, comumente chamadas de fatias (ou *slíces*, em inglês). Um exemplo dessas seções reconstruídas está representado na figura 3.4.

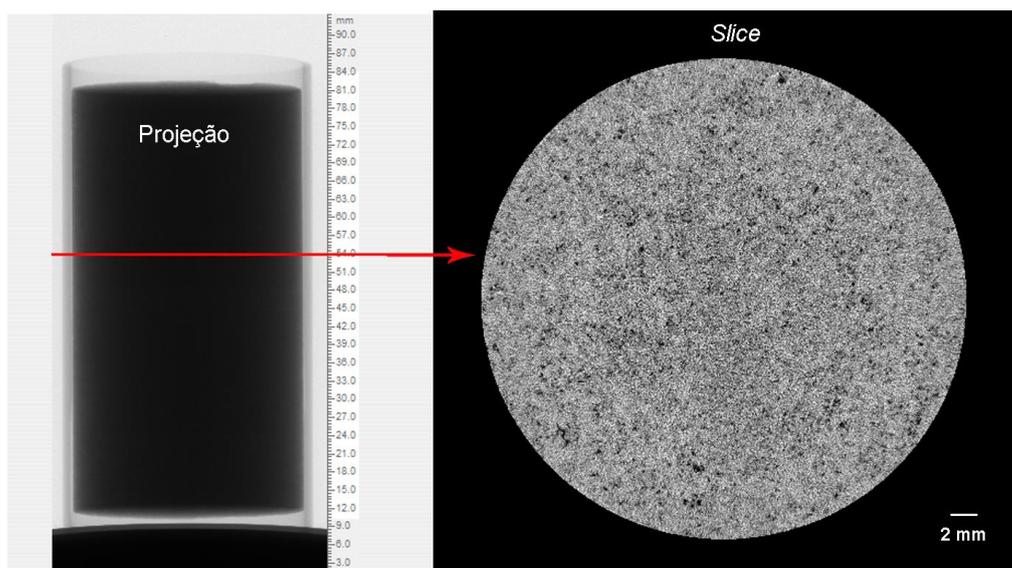


Figura 3.4: Representação da projeção e de um corte (ou *slice*) transversal reconstruído.

3.1.3 Visualização

Após a aquisição e reconstrução, a próxima etapa da micro-CT é a visualização do objeto inspecionado. A partir dos *slices* reconstruídos, a visualização pode ser feita tanto em 3D, quanto em 2D (seções transversais, coronais e sagitais). Um exemplo pode ser visto na figura 3.5a que contem os três cortes em 2D e um modelo 3D pode ser visto na figura 3.5b. A medida e visualização do volume 3D é baseada no modelo de volume "Marching Cubes" que é um algoritmo de construção de superfície com base em um modelo explícito de um voxel hexaedro desenvolvido por Lorensen e Cline em 1987 (SKYSCAN, 2013a).

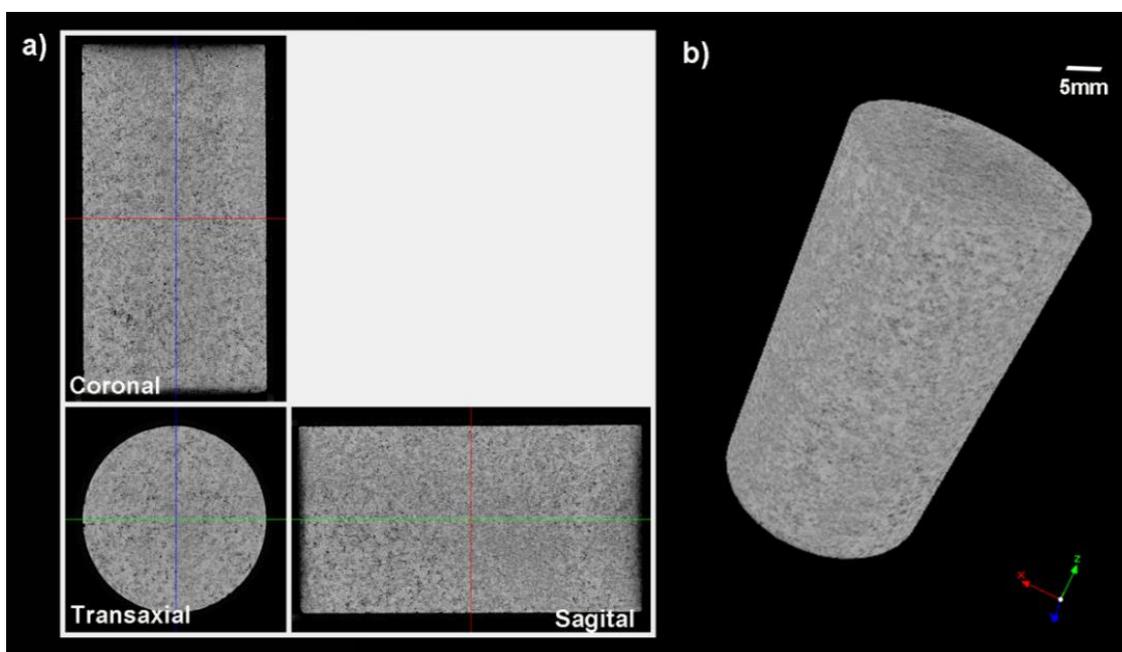


Figura 3.5: Visualização das (a) seções transversal, coronal e sagital e do (b) modelo 3D da matriz de uma rocha carbonática.

3.2 Processamento de Imagem Digital

Uma imagem 2D pode ser definida como uma função bidimensional, $f(x, y)$, em que x e y são as coordenadas espaciais (plano), e a amplitude de f em qualquer par de coordenadas (x, y) é a intensidade ou o chamado nível de cinza da imagem nesse ponto. Quando x , y e os valores de amplitude de f são todos finitos, ou seja, são quantidades discretas, se tem uma imagem dita digital. Note que uma imagem digital é constituída

por um número finito de elementos, cada um dos quais tem um determinado local e valor. Estes elementos são conhecidos como elementos de imagem ou *pixels*. *Pixel* é o termo amplamente utilizado para denotar os elementos de uma imagem digital. De maneira mais simples, o *pixel* é o menor elemento num dispositivo de exibição, de forma que o conjunto de *pixels* forma a imagem inteira e cada elemento é representado por um valor numérico em um tom de cinza. (GONZALEZ & WOODS, 2001). A equação 3.10 relaciona o valor do pixel $f(x, y)$ nas coordenadas (x, y) .

$$f(x, y) = i(x, y)t(x, y) \quad (\text{eq. 3.10})$$

Na eq. 3.10, $0 \leq i(x, y) \leq I_{\text{Max}}$ é a intensidade de fótons incidentes no detector, I_{Max} é a intensidade máxima da fonte de radiação e $0 \leq t(x, y) \leq 1$ é a transmitância da fonte radial. O número de níveis de cinza da imagem $f(x, y)$ é normalmente dado por $L=2^b$, em que L é o número de tons de cinza da imagem e b é chamado de profundidade da imagem.

No domínio 3D a amostragem e quantização são representadas em coordenadas (x, y, z) , onde x, y e z correspondem ao espaço. Nesse caso a imagem é ser representada como uma sequencia de imagens 2D ao longo do eixo espacial z e o menor elemento agora é o chamado *voxel*. Os voxels podem representar pontos de amostragem de fenômenos físicos e são usados para reconstruir no computador a forma ou função das estruturas 3D.

O passo angular e o número de quadros, como já visto anteriormente, são fatores que contribuem veementemente para a qualidade da imagem final. Um outro fator igualmente importante é a resolução espacial. Esse parâmetro fornece o quanto um sistema é capaz de distinguir duas estruturas adjacentes, sendo altamente dependente do tamanho do pixel utilizado na construção da imagem. Dessa forma, quanto melhor for a resolução espacial das imagens melhor será a focalização e, portanto a visualização de pequenos detalhes. Logo, a resolução espacial tem influência direta na quantificação dos parâmetros estruturais obtidos através da micro-CT, podendo afetar a interpretação final de dados (KIM et al., 2004, STOCK, 2008).

É possível manipular sinais multidimensionais com sistemas que vão desde circuitos digitais simples até *clusters* avançados, com o objetivo de processar, analisar e entender as imagens produzidas. No processamento de imagens os dados de entrada

são imagens brutas e os dados de saída são as imagens modificadas de acordo com o objetivo do processamento. Já na parte da análise, os dados de entrada continuam sendo as imagens brutas, mas os dados de saída são medições ou quantificações de alguns parâmetros, ou ainda identificações de objetos individuais dentro da imagem. A última categoria exerce uma função cognitiva, uma interpretação de toda e qualquer informação que uma imagem digital pode fornecer (YOUNG *et al.*, 1998). As informações quantitativas e qualitativas que podem ser obtidas através das imagens de micro-CT passam por todos os passos descritos anteriormente no último parágrafo. A extração de informações geométricas 2D/3D em imagens digitais pode ser feita por um processo chamado renderização. Como resultado é gerada uma nova imagem, um gráfico ou tabelas com informações específicas, dependendo da aplicação desejada (FILHO & NETO, 1999).

Regiões de interesse (ROI) é um termo comumente utilizado em processamento de imagem e por vezes está relacionado como subimagens pertencentes a imagem original, de forma a possibilitar a aplicação de operações específicas apenas nas regiões selecionadas. Esse procedimento por muitas vezes é muito vantajoso, pois dependendo do tamanho da matriz da imagem digital, torna o processamento de imagem bastante eficaz em termos de tempo despendido.

As amplitudes de uma determinada imagem quase sempre são números reais ou números inteiros. O último é geralmente um resultado de um processo de quantização que converte uma faixa contínua (por exemplo, entre 0 e 100%) para um número discreto de níveis. Em certos processos de formação de imagem, no entanto, o sinal pode envolver contagem de fótons o que implica que a amplitude seria inerentemente quantizada. Embora possam existir diversas maneiras de obter imagens digitais, o objetivo em todas é o mesmo, isto é, gerar imagens digitais a partir de dados sensorizados. A saída da maioria dos sensores é uma forma de onda de tensão contínua, cuja amplitude e comportamento espacial estão relacionados com o fenômeno físico que está sendo percebido. Dessa forma, para criar uma imagem digital é preciso converter os dados de tensão contínua em formato digital, que envolve os processos de amostragem e de quantização (GONZALEZ & WOODS, 2001). Na conversão para o formato digital, ocorre o teste da função em ambas as coordenadas e em amplitude. A digitalização dos valores das coordenadas x e y é chamada de amostragem e a digitalização dos valores de amplitude é chamada quantização. Um exemplo está representado na figura. 3.6.

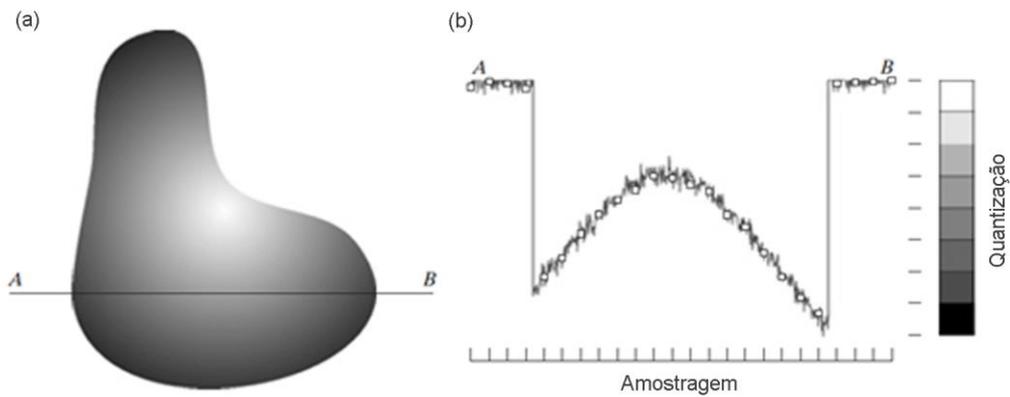


Figura 3.6: Imagem contínua (a) e Amostragem e Quantização (b) (GONZALEZ & WOODS, 2001).

A amostragem é o principal fator que determina a resolução espacial de uma imagem. Em linhas gerais, a resolução espacial pode ser descrita sendo o menor detalhe discernível em uma imagem (GONZALEZ & WOODS, 2001). Segue um exemplo na figura 3.7.

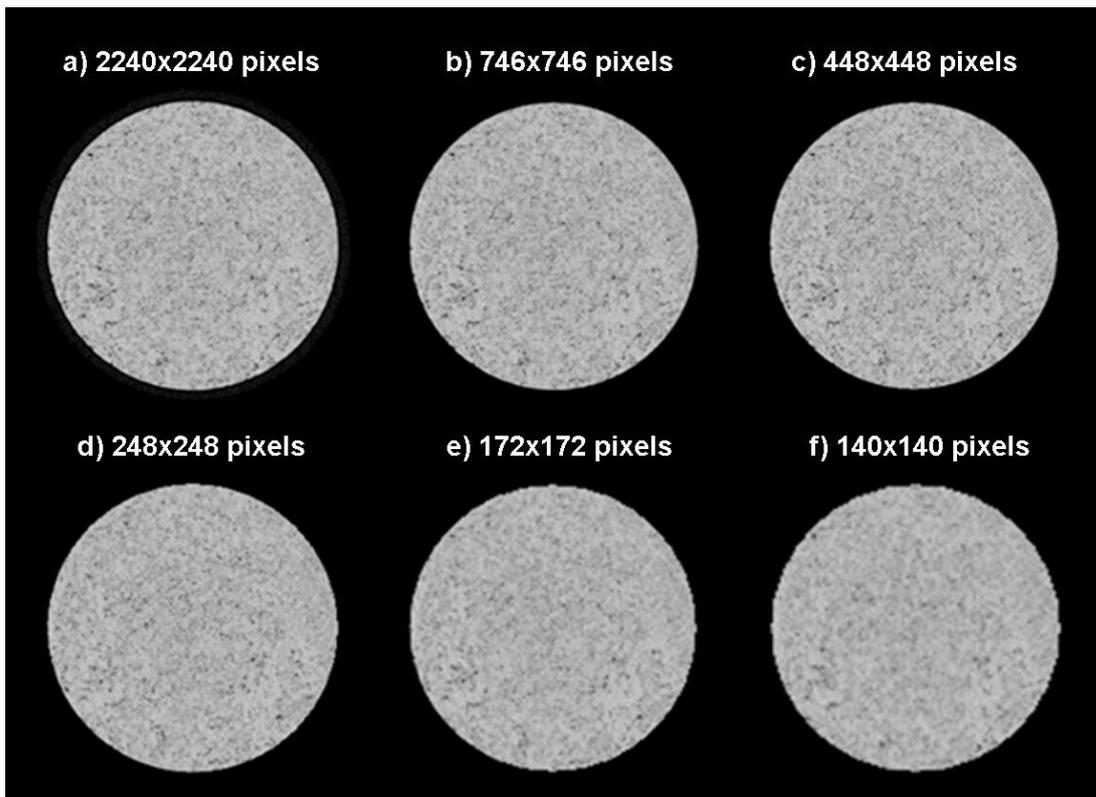


Figura 3.7: Exemplo de um slice reconstruído de uma rocha carbonática com diferentes resoluções espaciais: (a) tem uma resolução de 2240 x 2240 pixels, a (b) 746 x 746 pixels, a figura (c) 448 x 448 pixels, a (d) 248 x 248 pixels, (e) 172 x 172 pixels e a última (f) tem resolução de 140 x 140 pixels.

Como dito anteriormente, o objetivo principal do processamento de uma imagem é processar uma imagem de modo que o resultado seja mais adequado do que a imagem original para uma aplicação específica. Existem inúmeras operações matemáticas que podem ser aplicadas em uma imagem digital com diferentes finalidades, como por exemplo, filtros, segmentação e operações morfológicas.

No processo de renderização, a segmentação é almejada para que ocorra a identificação, localização e separação de certos atributos na imagem. Ela é uma operação fundamental que consiste na subdivisão de uma imagem em regiões distintas, levando-se em consideração a descontinuidade e a similaridade, ambas as propriedades básicas das imagens em tons de cinza. O nível em que a separação é realizada depende do problema e/ou atributo desejados, ou seja, a segmentação deve atingir um valor limiar quando o objeto de interesse tiver sido isolado. Esse limiar é conhecido na literatura científica como *threshold* (TH). A escolha do TH é uma das tarefas mais difíceis no processamento de imagem, de forma que a precisão do processo determina o eventual sucesso ou fracasso das quantificações obtidas em micro-CT. Diversas dificuldades podem ser encontradas na segmentação, como por exemplo, as decorrentes das limitações no processo de aquisição de imagens, tais como ruído e o efeito dos volumes parciais causados pela baixa resolução espacial.

Existem várias formas possíveis de segmentação, e a Limiarização é um exemplo. Nesse caso ele classifica os pixels de uma imagem de acordo com as especificações de um ou mais valores (TH) definidos pelo usuário. Um exemplo disso é a binarização, em que a imagem final é rotulada binariamente, possuindo apenas dois valores de intensidade, 0 (preto) ou 1 (branco). Logo, na etapa de binarização é escolhido um limiar TH, acima do qual, todos os pixels foram considerados como sendo o objeto de interesse (branco), e abaixo do qual, todos os pixels foram considerados objetos não pertencentes ao objeto de interesse (preto). Em casos onde a utilização de um único limiar (TH) não produz bons resultados na segmentação da imagem, a limiarização local adaptativa pode ser uma melhor alternativa. Uma forma de realizar a limiarização adaptativa é analisar as intensidades de tons de cinza dentro de uma janela local sobre a imagem para determinar limiares locais (GONZALEZ & WOODS, 2000).

3.3 Rochas Carbonáticas

As rochas carbonáticas ocupam, numa visão global, um expressivo volume da crosta terrestre. De maneira geral, pode-se dizer que essas rochas estão presentes nas diversas unidades litoestratigráficas que compõem a história geológica da Terra, registrando episódios de sedimentação (litogênese) química e bioquímica acontecidos desde os tempos mais antigos até os mais novos. Apresentam como componentes mineralógicos essenciais a calcita e a dolomita, ocorrendo em diferentes proporções e promovendo a classificação de calcários (carbonatos > 50%), onde há predomínio da calcita (CaCO_3) e dolomitos, onde há predominância da dolomita [$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$] (SOUZA & VIDAL, 2005).

As rochas carbonáticas constituem importantes reservatórios de fluidos, chamados hidrocarbonetos ou combustíveis fósseis mas, para se ter esses reservatórios, algumas condições geológicas são necessárias nessa localidade (GLOVER, 2011):

- Deve haver uma rocha de origem que contenha os restos orgânicos para originar os hidrocarbonetos;
- Pressão e temperatura adequadas para converter os resíduos orgânicos em óleo e gás;
- Deve haver uma rocha-reservatório porosa e permeável onde o hidrocarboneto pode se acumular;
- Um caminho de migração da rocha de origem à rocha reservatório de hidrocarbonetos deve existir;
- Uma armadilha adequada para manter os hidrocarbonetos na rocha reservatório, até a exploração.

Para explorar esses combustíveis fósseis é essencial conhecer as características das rochas reservatório. Informações sobre as propriedades das rochas, a exemplo das propriedades dos fluidos, constituem-se em fatores decisivos para o estudo de comportamento de reservatórios de petróleo e, portanto, a sua coleta e sua interpretação devem merecer uma atenção especial, através de um trabalho exaustivo e meticuloso (ROSA & XAVIER, 2006).

As propriedades físicas têm um papel importante na caracterização de rochas, pois fornecem uma estimativa do comportamento potencial geotécnico da massa de rocha. Para a determinação das proporções de cada mineral existente na rocha e das suas propriedades físicas é necessário realizar ensaios experimentais para se obter conhecimento de algumas propriedades, tais como, densidade, porosidade, teor de umidade, velocidade de propagação de onda, permeabilidade, durabilidade e resistência (BUCHELI, 2005). Para a caracterização de um reservatório de hidrocarbonetos o estudo é voltado para a determinação das propriedades físicas das rochas, avaliando parâmetros, como a porosidade, a distribuição de tamanho de poros e a sua conectividade, permeabilidade, molhabilidade e a saturação de fluidos de uma rocha reservatório. Parâmetros esses fundamentais para caracterizar o armazenamento e transmissão de fluidos na rocha.

3.3.1 Porosidade

A porosidade pode ser vista como uma medida do volume dos espaços vazios em relação ao volume total da rocha, como dado na equação 3.11, composta principalmente por microfissuras, poros e fraturas, abertas provavelmente pela variação de tensões (PALCHIK & HATZOR, 2002). Dessa forma, pode-se dizer que a porosidade mede a capacidade de armazenamento de fluidos (ROSA & XAVIER, 2006).

$$\phi[\%] = \frac{V_v}{V_t} \quad (\text{eq. 3.11})$$

Na eq.3.11, ϕ é a porosidade medida em porcentagem, V_v o volume de vazios e V_t o volume total (ROSA & XAVIER, 2006).

Uma variedade de tipos de porosidades são reconhecidas e utilizadas na indústria de hidrocarbonetos. Para rochas, os tipos são (GLOVER, 2011):

- i. Porosidade total: proporção entre o volume de poro e o volume total.
- ii. Porosidade efetiva ou conectada: proporção entre o volume de poro conectado e o volume total.
- iii. Porosidade primária: resultante da sua estrutura de deposição inicial.

- iv. Porosidade secundária: resultante da diagênese.
- v. Microporosidade: residente em pequenos poros (< 2 mm), comumente associados com argilas detríticas e autogênicas.
- vi. Porosidade intergranular: volume de poro entre os grãos de rocha.
- vii. Porosidade intragranular: volume de poro dentro dos grãos de rocha.
- viii. Porosidade de dissolução: resultante da dissolução dos grãos de rocha.
- ix. Porosidade de fratura: resultante de fraturas na rocha (várias escalas).
- x. Porosidade intercristalina: microporos nas fronteiras intercristalinas.
- xi. Porosidade de moldes: Um tipo de porosidade de dissolução, resultando em moldes originais de grãos ou restos fósseis.
- xii. Porosidade fenestral: normalmente associadas com esteiras de algas.
- xiii. Porosidade vulgular: porosidade associada à *vugs*.

Deve-se notar que a porosidade não gera qualquer informação sobre os tamanhos dos poros, a sua distribuição e o seu grau de conectividade. Assim, rochas de mesma porosidade podem ter propriedades físicas muito diferentes. Um exemplo disso poderia ser uma rocha carbonática e um arenito. O arenito é basicamente uma areia consolidada, com grãos cimentados resultados do soterramento de antigos areais. Já as rochas calcárias resultam, geralmente, mas não exclusivamente, do carbonato de cálcio secretado por seres vivos. Cada uma das duas rochas pode ter uma porosidade igual a 0,2 %, mas os poros das rochas carbonáticas são frequentemente muito mais desconectados, resultando em uma permeabilidade muito mais baixa que a do arenito (GLOVER, 2011).

3.3.2 Índice de Fragmentação

O índice de fragmentação é o inverso do desenvolvimento da conectividade. Ele calcula um índice de convexidade relativa ou concavidade da superfície total do material, no princípio de que concavidade indica a conectividade (presença de "nós") e convexidade indica estruturas desconexas isoladas. Assim, esse índice conduz a valores baixos no caso de elementos estruturais bem conectados, ao passo que uma série de elementos isolados resulta em altos valores do índice de fragmentação, sendo um bom fator de comparação entre diferentes estruturas (SKYSCAN, 2013b).

O índice de fragmentação é calculado em 3D comparando o volume e a superfície do objeto binarizado antes e depois da dilatação de um único voxel da imagem. É definido matematicamente na equação 3.12:

$$Fr.I. = \left(\frac{S_1 - S_2}{V_1 - V_2} \right) \quad (\text{eq. 3.12})$$

Onde S e V são a superfície e o volume do objeto, e os índices 1 e 2 indicam antes e depois da dilatação da imagem (SKYSCAN, 2013b).

3.3.3. Anisotropia

Anisotropia é a característica que uma substância possui em que uma certa propriedade física varia com a direção. Uma isotropia perfeita é geralmente difícil de encontrar nas rochas. A disposição dos minerais constituintes, resultante da formação da rocha, a textura da rocha resultante de processos geológicos posteriores à gênese da rocha, o estado de fissuração e a existência de planos de descontinuidade contribuem para a anisotropia das rochas, em relação à sua deformabilidade e à sua resistência mecânica.

A natureza anisotrópica da matriz rochosa e das estruturas internas desempenham um papel significativo no fluxo de fluido, a transferência de calor, e comportamento geomecânico de uma rocha (BIDGOLI & JING, 2014).

WHITEHOUSE (1974) descreveu a medida da anisotropia microestrutural utilizando uma técnica de contagem de interseções. Ele expressou anisotropia através da medida do comprimento de interseção médio (*mean intercept length*, MIL). O princípio da MIL é a contagem de interseções entre uma grade de linhas paralelas e a estrutura analisada. O MIL é o comprimento médio entre duas interseções sendo calculado pela razão entre o número de interseções em uma dada direção da grade ($I\theta$), e o comprimento total da grade (L).

Ao construir diagramas polares com os pontos ($I\theta/L$, θ), WHITEHOUSE constatou que estes pontos podem ser interpolados de forma precisa e representados por uma elipse. A generalização do conceito de anisotropia estrutural para três

dimensões gera um elipsóide. A equação desse elipsóide pode ser escrita de acordo com a equação 3.13:

$$[n_1 \quad n_2 \quad n_3] \cdot \begin{bmatrix} A & D & E \\ D & B & F \\ E & F & C \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} n_1 \\ n_2 \\ n_3 \end{bmatrix} = \frac{1}{L^2(\theta)} \quad (\text{eq. 3.13})$$

Onde M é um tensor de segunda ordem, positivo definido, expresso pela matriz 3x3 da equação, e n é um versor que define a direção sobre a qual se infere o valor de L(θ).

O tensor M, tensor de anisotropia, caracteriza o arranjo geométrico da microestrutura do meio poroso. Os autovetores de M fornecem as direções principais do elipsóide, as quais são as orientações preferenciais da estrutura.

HARIGAN (1984) propôs uma técnica experimental de medida de L(θ) em uma direção arbitrária e do MIL em três dimensões. A técnica consiste em obter elipses sobre três planos mutuamente ortogonais da amostra, as quais são as projeções ortogonais de um elipsóide sobre estes planos, como mostrado na figura 3.9.

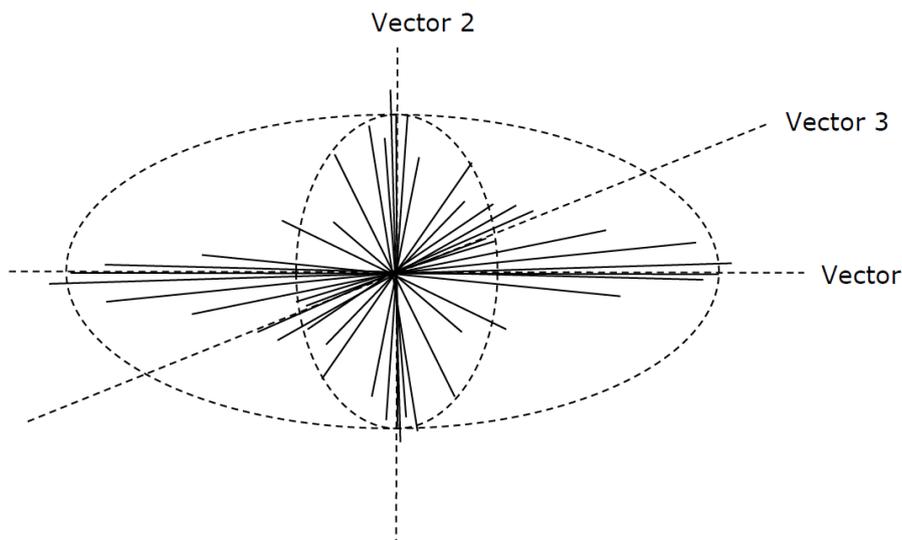


Figura 3.9: Este elipsóide está montado estatisticamente e tem 3 vetores que são ortogonais (perpendicularmente uns aos outros). Um tensor (matriz) de 9 (3x3) autovetores descreve as direções dos três vetores (SKYSCAN, 2013b).

A partir dessas elipses, o grau de anisotropia (DA) é definido matematicamente conforme a equação 3.12, utilizando-se os autovalores mínimos e máximos da matriz do tensor M. Os valores para o grau de anisotropia podem variar de 0 (indicando que a estrutura é completamente isotrópica) à 1 (indicando que a estrutura é completamente anisotrópica) a partir da equação 3.14.

$$DA = \left(1 - \left[\frac{\text{autovalor min}}{\text{autovalor max}} \right] \right) \quad (\text{eq. 3.14})$$

3.3.4. Conectividade

Se porções do espaço de um meio são interconectadas a outras porções, este espaço é denominado espaço efetivo. Dizemos ainda que este espaço, sendo vazio, constitui-se dos poros do meio podendo haver, em geral, vários caminhos de conexão. O grau de conectividade desses poros, a quantidade e a geometria deles controlam a permeabilidade desse meio. Tornando assim esse parâmetro importante para a definição da produção de um reservatório. Conectividade é um número escalar e não pode depender da orientação (ODGAARD, 1997).

Um simples indicador do grau de conectividade de um meio poroso é o Número de Euler. Os componentes do número de Euler são três números: β_0 é o número de objetos, β_1 a conectividade, e β_2 o número de cavidades fechadas (ODGAARD, 1997). A fórmula de Euler-Poincaré para um objeto X 3D é dada na equação 3.15:

$$\chi(X) = \beta_0 - \beta_1 + \beta_2 \quad (\text{eq. 3.15})$$

O número de Euler é utilizado para a quantificação de outro indicador de conectividade, a chamada densidade de conectividade que é o número de ligações redundantes entre estruturas por unidade de volume analisado. É uma simples medida global que fornece valores mais altos para estruturas melhores conectadas e valores

mais baixos para estruturas menos conectadas (RENGHINI et al., 2013). Ela é calculada baseada no valor de β_1 que pode ser definida como o número máximo de ramificações que podem ser cortadas sem separar a estrutura em 3D. Este valor dividido pelo volume analisado fornece a densidade de conectividade (ODGAARD, 1997).

3.3.5 Tortuosidade

Tortuosidade é a variação do caminho formado através do centroide de cada plano da imagem 3D binarizada ao longo do eixo z (VISILOG, 2012). Ela pode ser definida matematicamente como mostra a equação 3.16.

$$\tau = \frac{L}{H} \quad (\text{eq. 3.16})$$

Onde, τ é a tortuosidade, L é o comprimento e H a altura. A figura 3.10 ilustra como é feito o cálculo da tortuosidade.

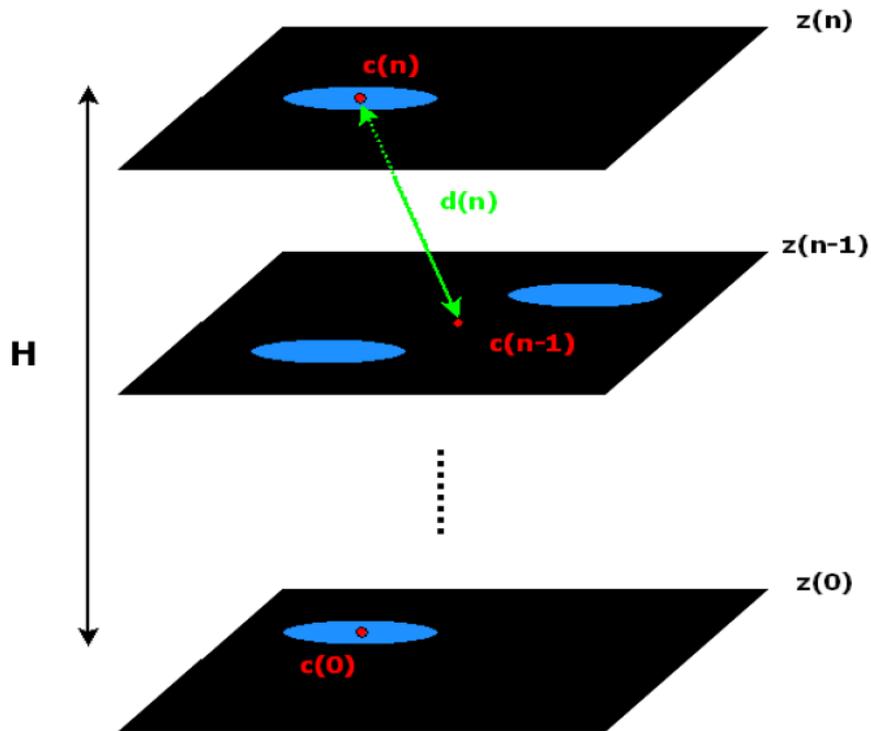


Figura 3.10: Ilustração do cálculo da tortuosidade (VISILOG, 2012).

3.4 Acidificação

O uso de ácidos para estimular ou melhorar a produção de óleo em reservatório carbonático foi testado pela primeira vez em 1895. Patentes para o uso de HCl e ácido sulfúrico (H_2SO_4) foram emitidos nessa época. Embora vários tratamentos tenham sido conduzidos, o processo de acidificação não conseguiu despertar interesse do mercado, pois causava a corrosão dos equipamentos.

Nos anos que se seguiram, o tratamento de acidificação foi largamente utilizado, sendo desenvolvidas novas tecnologias e inovações para melhorar a eficácia dos tratamentos. Devido às novas técnicas de aplicação e desenvolvimento de aditivos que alteram as características dos ácidos, a acidificação tornou-se altamente especializada. Assim, conhecer os materiais disponíveis, as reações químicas que ocorrem durante o tratamento nas condições do poço e as características físicas e mineralógicas do reservatório são imprescindíveis para uma acidificação eficiente (BRADLEY, 1987).

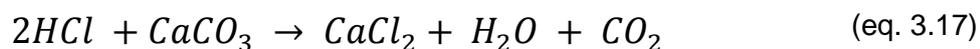
Existem dois tipos básicos de acidificação que são caracterizados através da taxa de injeção e da pressão. Para taxas de injeção abaixo da pressão de fraturamento

tratamento é chamado matriz de acidificação. Para taxas acima da pressão de fraturamento, é chamado fratura de acidificação (XAVIER *et al.*, 2013).

O objetivo principal de qualquer tratamento de acidificação é dissolver a rocha de formação ou materiais, naturais ou induzidos, no interior do espaço poroso da rocha reservatório. Existem dois requisitos principais que um ácido deve cumprir para ser aceitável como um fluido de tratamento: (1) deve reagir com os carbonatos ou outros minerais para formar produtos solúveis, e (2) deve ser capaz de ser inibido a fim de prevenir uma reação excessiva com produtos metálicos dentro do poço. Outras considerações importantes são a disponibilidade, custo e segurança no manuseio. Embora existam muitas formulações disponíveis, apenas quatro tipos de ácidos têm encontrado extensa aplicação em tratamento de poços: HCl, HF, (CH₃CO)₂O e CH₂O₂ (BRADLEY, 1987). Foram realizadas algumas caracterizações com outros ácidos, como por exemplo o EDTA (MACHADO *et. al.*, 2013b), porém este trabalho contém apenas amostras acidificadas com HCl.

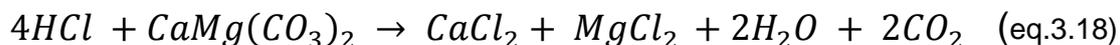
3.4.1 Ácido Clorídrico - HCl

Uma solução aquosa de HCl é mais comumente usada para tratamentos de acidificação, por razões de economia e porque teoricamente não deixa nenhum produto de reação insolúvel. Quando o HCl é bombeado para uma formação de calcita, uma reação química ocorre, produzindo o cloreto de cálcio (CaCl₂), CO₂, e água. Esta reação é representada pela seguinte equação 3.17 (XAVIER *et al.*, 2013).



Reações semelhantes ocorrem quando a dolomita é tratada com HCl. A dolomita contém uma grande percentagem de magnésio e, embora a reação ocorra mais lentamente, este mineral também se dissolve em HCl, e o cloreto de magnésio (MgCl₂) resultante é solúvel no ácido gasto. Outras impurezas que ocorrem em calcita e dolomita são muitas vezes insolúveis em meio ácido, e se percentagens consideráveis de tais impurezas estiverem presentes, aditivos especiais devem ser incluídos na solução do ácido para garantir a sua remoção.

Quando a dolomita reage com o HCl, acontece a reação apresentada na equação 3.18 (XAVIER *et al.*, 2013):



O conhecimento dos fatores que afetam a velocidade da reação dos ácidos é importante por várias razões. Em primeiro lugar, estes fatores, correlacionados com características de reservatório e da formação, formam um guia para a seleção do tipo e do volume de ácido para um determinado tratamento. Muitos fatores regulam a taxa de reação de um ácido, tais como, a pressão, a temperatura, a velocidade de fluxo, a concentração de ácido, os produtos de reação, a viscosidade, o tipo de ácido, a razão área/volume e a composição da formação (física e química).

3.4.2 Matriz de acidificação - Carbonatos

Matriz de acidificação em carbonatos normalmente é usada para remover danos. Entupimentos podem ser removidos e a permeabilidade é restaurada de duas maneiras: (1) através da dissolução do material que é prejudicial em si, ou (2) dissolvendo parte da rocha na qual o dano existe. O HCl comumente é usado em tratamento de carbonatos mas, o $(CH_3CO)_2O$ e o CH_2O_2 podem ser considerados para poços com temperaturas de 250 a 300°F.

Devido a diferenças na forma e tamanho dos poros, a penetração do ácido em uma rocha carbonática está longe de ser uniforme. Anomalias na porosidade podem resultar em *vugs*, fissuras capilares ou capilaridades tortuosas, tal como os poros. Devido a essas heterogeneidades, canais preferenciais se formam com a maioria das formulações ácidas. O efeito resultante é a obtenção de uma penetração muito maior da matriz do ácido do que o esperado (BRADLEY, 1987). Porém um erro no procedimento de acidificação pode causar danos severos ao poço.

O tratamento de cada uma das formações possui diversas características distintas. Os fenômenos relevantes em cada uma delas são diferentes ao ponto de tornar a análise dos processos consideravelmente diferente. Devido à alta taxa de

dissolução nos carbonatos, o ácido tende a criar caminhos preferenciais seguindo variações locais de permeabilidade ao invés de passar pelo meio poroso como uma frente de avanço uniforme, como ocorre com os arenitos (ECONOMIDES & NOLT, 2000; WILLIAMS *et al.*, 1979).

Ao longo da operação esses canais tendem a aumentar de tamanho e comprimento até que praticamente todo ácido flui através deles. Levar em conta a existência desses canais (wormholes) é de extrema importância para correta avaliação da interação ácido-rocha e dimensionamento do tratamento.

A estrutura dos wormholes depende de uma série de fatores (SHECHTER, 1992):

- Geometria do escoamento
- Vazão de tratamento
- Cinética de reação
- Taxa de transferência de massa

Devido à geração de wormholes, apenas uma pequena parte da matriz porosa é dissolvida. A consequência mais direta disso é uma maior penetração do tratamento para o mesmo volume de ácido, comparando-se com arenitos. A estrutura dos wormholes pode variar imensamente, dependendo do tipo da rocha, tipo do ácido, vazão e temperatura (ECONOMIDES *et al.*, 1994).

A figura 3.11 mostra os tipos de wormholes que podem se formar no processo de acidificação de carbonatos a partir de neutrongrafia. Na figura 3.11 (a) é um exemplo do tipo dissolução facial, a 3.11 (b) mostra um *wormhole* tipo cônico, a 3.11 (c) mostra um *wormhole* tipo dominante, a 3.11 (d) mostra um *wormhole* tipo ramificado e a 3.11 (e) mostra um exemplo de dissolução uniforme (SANTOS & FERREIRA, 2015).

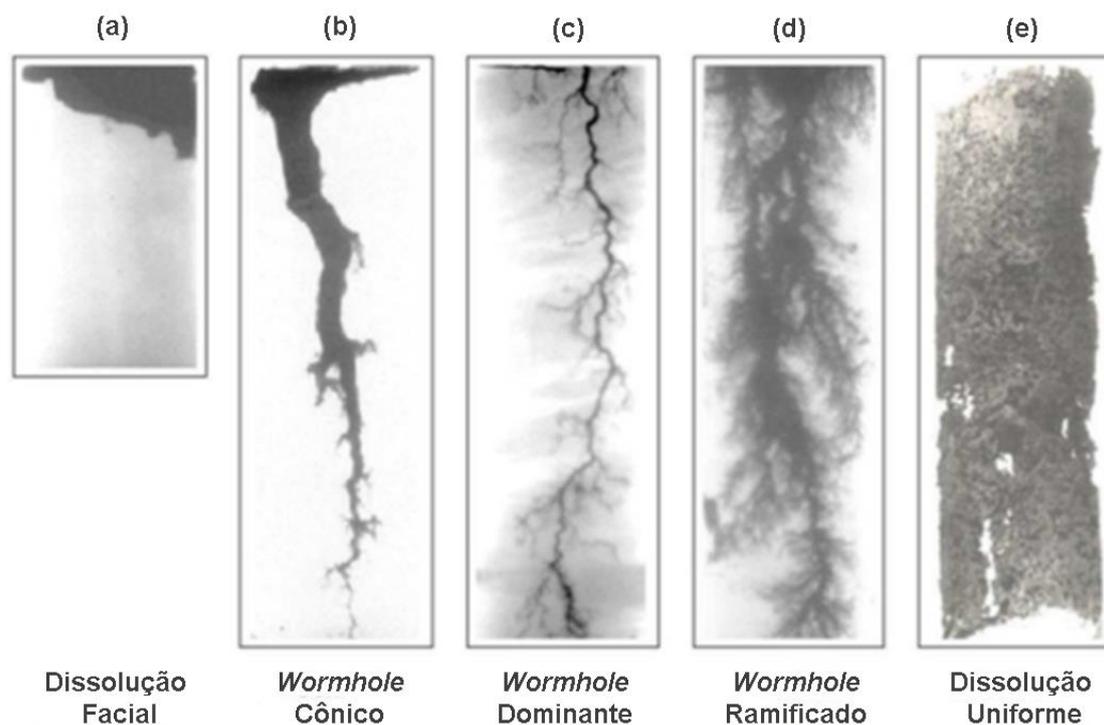


Figura 3.11: Tipos de wormholes visualizados através da técnica de neutrongrafia: (a) tipo dissolução facial, (b) *wormhole* tipo cônico, (c) *wormhole* tipo dominante, (d) *wormhole* tipo ramificado e (e) tipo dissolução uniforme (SANTOS & FERREIRA, 2015).

A partir dessas informações foi possível gerar o protocolo de avaliação dos wormholes através da micro-CT.

Capítulo 4

Materiais e Métodos

4.1 Descrição das amostras

As amostras utilizadas neste trabalho são rochas carbonáticas provenientes do Projeto PEN 14.839 da Petrobrás com a Fundação COPPETEC/UFRJ. Essas amostras são provenientes do Pre-Sal, porém devido ao contrato de sigilo elas não estão completamente identificadas aqui neste trabalho de doutorado e foram nomeadas como amostras A, B, C, D, E e F. Os supracitados corpos de prova foram analisados antes e depois do processo de acidificação que foi realizado no CENPES/PETROBRAS no departamento de Interação Rocha Fluido. A figura 4.1 ilustra as fotografias de cada um dos plugues utilizados e analisados. A Tabela 4.1 apresenta as dimensões físicas dos materiais estudados.

Tabela 4.1: Dimensões físicas dos Plugues provenientes do Pre-Sal - Projeto PEN 14.839

| Nomeação dos Plugues | Diâmetro (mm) | Altura (mm) |
|----------------------|---------------|--------------|
| A | 37,81 ± 0,05 | 80,90 ± 0,05 |
| B | 37,80 ± 0,05 | 89,18 ± 0,05 |
| C | 37,82 ± 0,05 | 86,29 ± 0,05 |
| D | 38,33 ± 0,05 | 65,92 ± 0,05 |
| E | 38,21 ± 0,05 | 75,93 ± 0,05 |
| F | 38,28 ± 0,05 | 70,36 ± 0,05 |

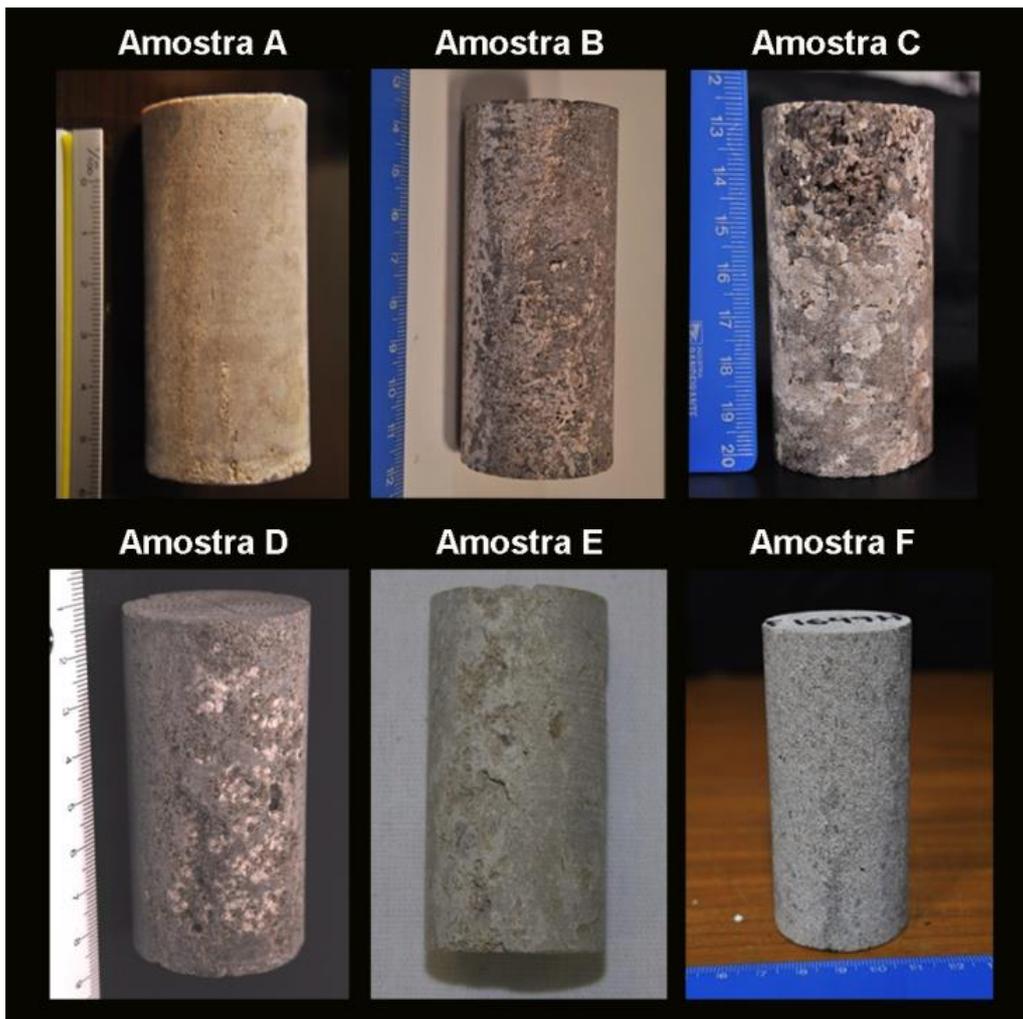


Figura 4.1: Fotografias dos Plugues provenientes do Pre-Sal - Projeto PEN 14.839

4.2 Ensaio de acidificação

O processo de acidificação das amostras foi realizado no departamento de Interação Rocha-Fluido do CENPES/Petrobrás. Parte do processo foi acompanhado e o mesmo está descrito a seguir.

A primeira etapa de preparação da amostra é a saturação do plugue, que ocorreu com a utilização de uma salmoura (KCl 2%) auxiliado por uma bomba a vácuo. Na segunda etapa são feitos experimentos para a medição de porosidade e permeabilidade com Hélio e Nitrogênio, respectivamente. Essas medições são absolutas, e servem de base para o cálculo de parâmetros no momento da acidificação. Depois disso, o plugue é introduzido em uma camisa de *viton* e encaixado dentro de um *holder* (figura 4.2), no

qual haverá um espaço entre a camisa e a parede da célula para que o óleo possa simular a pressão de confinamento sofrido pelo plugue no poço.

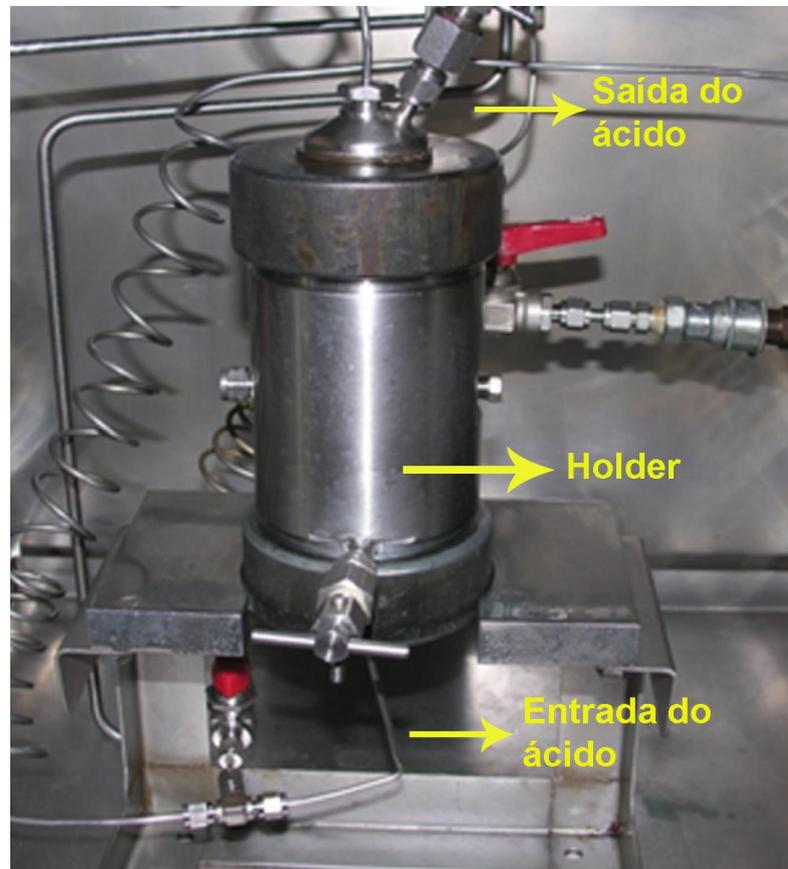


Figura 4.2: Aparato experimental utilizado para o ensaio de acidificação.

Encaixado na parte inferior e superior da camisa estarão os difusores, responsáveis pela distribuição do fluxo de fluido na face do meio poroso. Para estes ensaios podem ser usados plugues cilíndricos de 25,4 mm ou 38,1 mm de diâmetro e até 76,2 mm de comprimento limitados pelo tamanho do *holder*.

A partir de então, inicia-se o ensaio fazendo as medidas de permeabilidade inicial (K_1) com a salmoura de KCl 2% em vazão pré-definida no dois sentidos (de injeção e produção). Em seguida, injeta-se o sistema ácido. Esse ácido já está a uma determinada pressão, de acordo com a contrapressão que ele enfrentaria no poço. Essa pressão faz com que o ácido rompa a primeira barreira e mantém o CO_2 produzido pela reação aquoso. A injeção de ácido é mantida até que ocorra o *breakthrough* (indicado pela significativa redução do diferencial de pressão assim que o ácido atravessa a amostra).

O diferencial de pressão é registrado continuamente durante o ensaio. Baseado nele é que se decide encerrar a injeção do ácido. Para finalizar o ensaio, retorna-se com a salmoura de KCl 2% para medir a permeabilidade final (K_2), nos dois sentidos.

As amostras desse trabalho foram acidificadas com uma solução de HCl com concentração igual a 0,5 M. As condições de operação dos ensaios de acidificação, fornecidas pela empresa, estão descritas na tabela 4.2.

Tabela 4.2: Condições experimentais do ensaio de acidificação (HCl).

| Amostra | Vazão (cc/min) | Volume (ml) | Tempo de Injeção (min) | Pressão de Injeção (psi) | Temperatura (°C) |
|----------------|-----------------------|--------------------|-------------------------------|---------------------------------|-------------------------|
| A | 1 | 230 | 230 | 60 | 25 |
| B | 1 | 110 | 110 | 170 | 45 |
| C | 1 | 60 | 60 | 150 | 30 |
| D | 1 | 50 | 50 | 6 | 45 |
| E | 1 | 240 | 240 | 1 | 45 |
| F | 0,5 | 120 | 240 | 50 | 45 |

4.3 Micro-CT

Todas as amostras do presente trabalho foram investigadas por micro-CT antes e depois do processo de acidificação, de acordo com a metodologia descrita a seguir.

4.3.1 Aquisição

Os plugues foram colocados em porta amostras feitos de acrílico (espessura de parede igual 0,1 mm) de forma que foram posicionados dentro do sistema de micro-CT garantindo a sua não movimentação durante todo o procedimento de aquisição, evitando assim o aparecimento de artefatos de movimento na imagem.

O aparelho utilizado foi um micro-CT da marca SkyScan/Bruker, modelo 1173, pertencente ao Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) do Departamento de Engenharia Nuclear (PEN) pertencente a Coordenação dos Programas De Pós-

Graduação e Pesquisa em Engenharia (COPPE) da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ).

Este equipamento possui um tubo de raios X microfocado com anodo de tungstênio (W), ponto focal menor que 5 μm e potência de 8 W, que pode ser operado com energia variando entre 40 e 130 kV. Este microtomógrafo utiliza um detector do tipo “flat panel” com matriz 2240 X 2240 pixels, tamanho de pixel de 50 μm e 12 bits de range dinâmico, com aquisição de objetos com até 140 mm de diâmetro e 200 mm de comprimento. Este sistema produz um feixe cônico para aquisição das imagens transmitidas do objeto em diferentes posições angulares. Durante a aquisição dos dados, o objeto pode rotacionar 180° ou 360° com um passo angular fixo, e a cada passo uma imagem transmitida é registrada, sendo salva como arquivos 16 bits, extensão em *.TIFF. A tabela 4.3 mostra a especificação completa do equipamento utilizado nesse trabalho e a figura 4.3 mostra uma ilustração deste equipamento.

Tabela 4.3: Especificações técnicas do Microtomógrafo SkyScan 1173 (SKYSCAN, 2011a).

| | |
|------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Fonte de Raios X | 40 - 130 kV, 8W, <5 μm tamanho local |
| Detector de Raios X | Sensor <i>Flat Panel</i> livre distorção 2240x2240 pixels, 12 bits. |
| Tamanho máx. do objeto | 140 mm de diâmetro, 200 mm de comprimento (100-140 comprimento de escaneamento). |
| Resolução Espacial | <4 - 5 μm de detectabilidade de detalhes, 7 - 8 μm de resolução de baixo contraste. |
| Reconstrução | PC único ou reconstrução volumétrica de <i>cluster</i> . |
| Segurança radiológica | <1 $\mu\text{Sv/h}$ em qualquer ponto da superfície do instrumento. |



Figura 4.3: Ilustração do microtomógrafo da SkyScan/Bruker, modelo 1173.

A partir da figura 4.3 é possível identificar que o tubo de raios X se localiza na parte esquerda do equipamento, visto de frente, emitindo um feixe cônico que, por sua vez, interage com a amostra localizada no centro, e chega ao detector, posicionado no lado oposto ao tubo.

As amostras foram escaneadas com uma tensão igual a 130kV, corrente de $61\mu\text{A}$, e uma combinação de filtros de alumínio (com 1,0mm de espessura) e cobre (0,3mm de espessura), afim de minimizar o efeito de endurecimento de feixe. O tamanho de pixel usado foi igual a $20\mu\text{m}$ e cada projeção foi adquirida com passo de $0,3^\circ$ em 360° .

A relação das condições de aquisição utilizada nessa metodologia está relacionada na tabela 4.4, em que a exposição é o tempo total de exposição de cada quadro, a rotação é a graduação em que a amostra gira e a média de quadros é o número de quadros que se faz para uma projeção.

Tabela 4.4: Condições de Aquisição das imagens.

| Condições de aquisição | |
|--------------------------------|----------------------|
| Tensão da Fonte (kV) | 130 |
| Corrente da Fonte (μ A) | 61 |
| Tamanho do pixel (μ m) | 20,17 |
| Distância Fonte-Detector (mm) | 364 |
| Filtro | Al 1,0mm + Cu 0,15mm |
| Extensão da Imagem | TIFF |
| Exposição (ms) | 800 |
| Rotação (graus) | 0,3 |
| Média de Frames | ON (3) |
| Usar Rotação 360 | SIM |
| Número de escaneamentos | 3 |
| Tempo de cada escaneamento (h) | 00:49:10 |

De acordo com a teoria explicitada no capítulo 3 seção 3.1, as imagens geradas na aquisição são projeções da amostra em cada passo angular, como mostrado na figura 4.4, onde é possível visualizar a rocha e o porta amostra.



Figura 4.4: Imagem de uma projeção de uma rocha carbonática gerada na micro-CT.

4.3.2 Reconstrução

As reconstruções das projeções foram feitas utilizando-se o programa NRecon da SkyScan (versão 1.6.8.0) / InstaRecon (versão 1.3.9.2), pertencente ao Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) do Programa de Engenharia Nuclear da COPPE/UFRJ. O pacote NRecon da SkyScan foi usado para reconstruir seções transversais de imagens a partir de imagens de projeções da microtomografia, principalmente as projeções de feixe cônico de raios X. Os dados brutos são reconhecidos automaticamente. O pacote do software de reconstrução consiste de dois programas: o NRecon que é o programa de interface e o InstaRecon que é o mecanismo de reconstrução. Após o processo de aquisição, a imagem capturada é reconstruída usando um algoritmo de reconstrução Feldkamp (FELDKAMP *et al.*, 1984).

Alguns parâmetros podem ser ajustados manualmente durante a reconstrução usando a função de visualização. A função “fine tuning” do NRecon é projetada para fazer estes ajustes com o lançamento de uma série de “previews”. Um parâmetro de cada vez pode ser ajustado, mantendo todos os outros parâmetros fixos. Quatro parâmetros podem ser ajustados: pós-alinhamento, correção de endurecimento de feixe, correção de artefatos em anel e filtros de suavização (SKYSCAN, 2011b). Os ajustes podem ser feitos em diferentes graus. O filtro de suavização varia de 1 a 10, a redução dos artefatos em anel varia de 1 a 20 e a correção do endurecimento de feixe vai de 1% a 100%. Nesse trabalho, foi utilizado um filtro de suavização do tipo Gaussiano com grau 3, uma redução de artefato em anel com grau 6 e uma correção do artefato de endurecimento de feixe com grau 15%. O filtro de suavização tipo Gaussiano kernel é caracterizado como um *smoothing* aplicado às projeções. Esse filtro suaviza cada pixel com uma vizinhança $M \times N$, onde M é a dimensão horizontal e N é a dimensão vertical, reduz o ruído e procura um nível adequado de suavização. A redução dos artefatos em anéis também é aplicada às projeções, antes do pré-processamento das imagens, de forma que a projeção média é usada para esse propósito. A correção do artefato de endurecimento de feixe pode ser feita através de uma transformação linear e a profundidade de correção pode ser escolhida de acordo com a densidade do material. Uma alta ordem na função polinomial também pode ser usada para esse propósito.

4.3.3 Visualização

Para visualização da imagem reconstruída foi utilizado o programa "Data Viewer". Um exemplo da imagem 2D de uma amostra reconstruída está na figura 4.5. A figura 4.5a mostra três cortes da imagem (coronal, transaxial e sagital) antes do processo de acidificação, e a 4.5b mostra os três cortes depois da acidificação, onde é possível ver com clareza o wormhole formado pelo ácido.

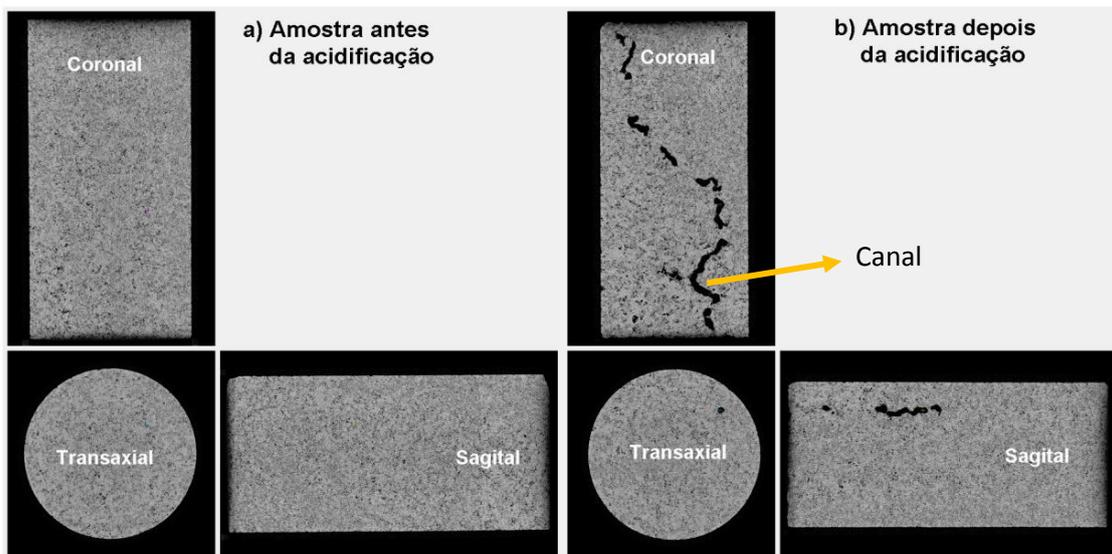


Figura 4.5: Visualização das seções coronais, transaxiais e sagitais de uma rocha carbonática (a) antes e (b) depois de um ensaio de acidificação.

4.3.4 Processamento de Imagem

O processamento das imagens foi realizado no software CT-Analyser (versão 1.13.5.1) com o objetivo de quantificar a porosidade das rochas antes e depois do processo de acidificação e também caracterizar o canal formado pelo ácido. O CT-Analyser representa um ambiente abrangente para a obtenção de imagens do modelo 3D e de dados quantitativos a partir de conjuntos de dados do escaneamento da micro-CT. Todos os cálculos são realizados a partir da especificação do ROI e do TH.

A seleção consistente e precisa das regiões de interesse é fundamentalmente importante para a obtenção de dados precisos e significativos. O ROI irá referir-se à

região selecionada de uma imagem única e transversal. A análise 2D é realizada dentro de um ROI.

O "volume de interesse", ou VOI, refere-se à soma coletiva de todos os ROIs de um conjunto contíguo de fatias de imagens transversais, o que representa um volume selecionado 3D. A análise morfométrica em 3D é realizada em um VOI. Note no entanto, que a análise do tipo 2D também pode ser realizada em um VOI, integrando ou somando os resultados das análises 2D sobre muitas fatias (SKYSCAN, 2013b). A determinação do VOI utilizado neste trabalho esta descrita no ítem I e II abaixo.

Todos os objetos binarizados, dentro de uma região de interesse (ROI), são analisados em conjunto e os resultados integrados são calculados, como por exemplo, o volume total de poros.

Após a reconstrução dos dados, o processamento das imagens pode ser descrito da seguinte forma:

- I. Determinação da altura da amostra a ser quantificada: nessa etapa foi escolhida a quantidade total de *slices* utilizados, de forma que o ruído presentes nos *slices* do topo e da base não fossem levados em consideração, o que prejudicaria a análise de dados (MACHADO, 2012);
- II. Determinação do ROI: como base na geometria cilíndrica do plugue, foi escolhido um ROI circular de mesmo diâmetro da amostra, situado no centro da mesma. Esse procedimento de escolha de diâmetro igual ao do plugue foi utilizado apenas na quantificação da porosidade antes e depois do ensaio de acidificação. Para a análise do canal foi utilizado um ROI envolvendo apenas a região do canal. Sendo assim, o VOI do cilindro foi definido com base na altura (número de *slices* selecionados) e ROI total;
- III. Escolha do TH: com base no histograma da imagem (curva que relaciona os tons de cinza da imagem ao longo do objeto) se define uma região apropriada para a separação da imagem em duas fases (poro/objetos restantes). A partir de então, se inicia a escolha do TH que melhor se adéqua ao objetivo do estudo. É importante ressaltar que o *software* dispõe de métodos de separação automáticos que não foram utilizados, pois em uma avaliação de um processo antes e depois é necessário

garantir que os mesmos tons de cinza representem a mesma fase (poro/objeto) antes e depois. Por isso utilizou-se o método Global, garantindo assim que, quando o objetivo foi a obtenção da porosidade do plugue, antes e/ou depois da acidificação, o TH escolhido foi o mesmo. Já para o canal, os valores de TH escolhidos foram aqueles que melhor se adequavam as estruturas quantificadas dentro do VOI escolhido para cada um;

- IV. Pré-Processamento: execução de uma lista de tarefas de pré-processamento com o intuito de obter as imagens finais para a quantificação. Após a definição do VOI e do TH, uma lista de operações pode ser realizada. Esta lista é chamada *TaskList*. Para as caracterizações requeridas, duas *tasklists* foram feitas. “*TaskList 1*” que corresponde a obtenção da porosidade do plugue antes e depois do ensaio de acidificação, e “*TaskList 2*” referente a caracterização do canal preferencial formado.

4.3.4.1 Avaliação de Porosidade

A primeira operação a fazer parte do “Tasklist 1” foi a aplicação de um filtro do tipo uniforme, que é um filtro linear, usado para reduzir ruídos na imagem que aparecem no momento da aquisição, devido a diferença de eficiência dos detectores ou pela natureza policromática do feixe, além de preparar as imagens para outras operações de processamento, como por exemplo, a segmentação (YOUNG *et al.*, 1998). Logo a seguir, foi realizada a segmentação das imagens, utilizando um TH global em cada amostra analisada. Na tabela 4.5 podem ser visualizados os valores de TH escolhidos para cada amostra. A Figura 4.6 ilustra os histogramas correspondentes. Dessa forma, os pixels brancos correspondem aos poros e os pixels pretos a matriz da rocha, como mostra a Figura 4.7. Esta figura é um exemplo de um *slice* binarizado com os poros brancos e a matriz da rocha preta. A partir desse momento, as quantificações 3D relativas ao espaço poroso da rocha podem ser realizadas.

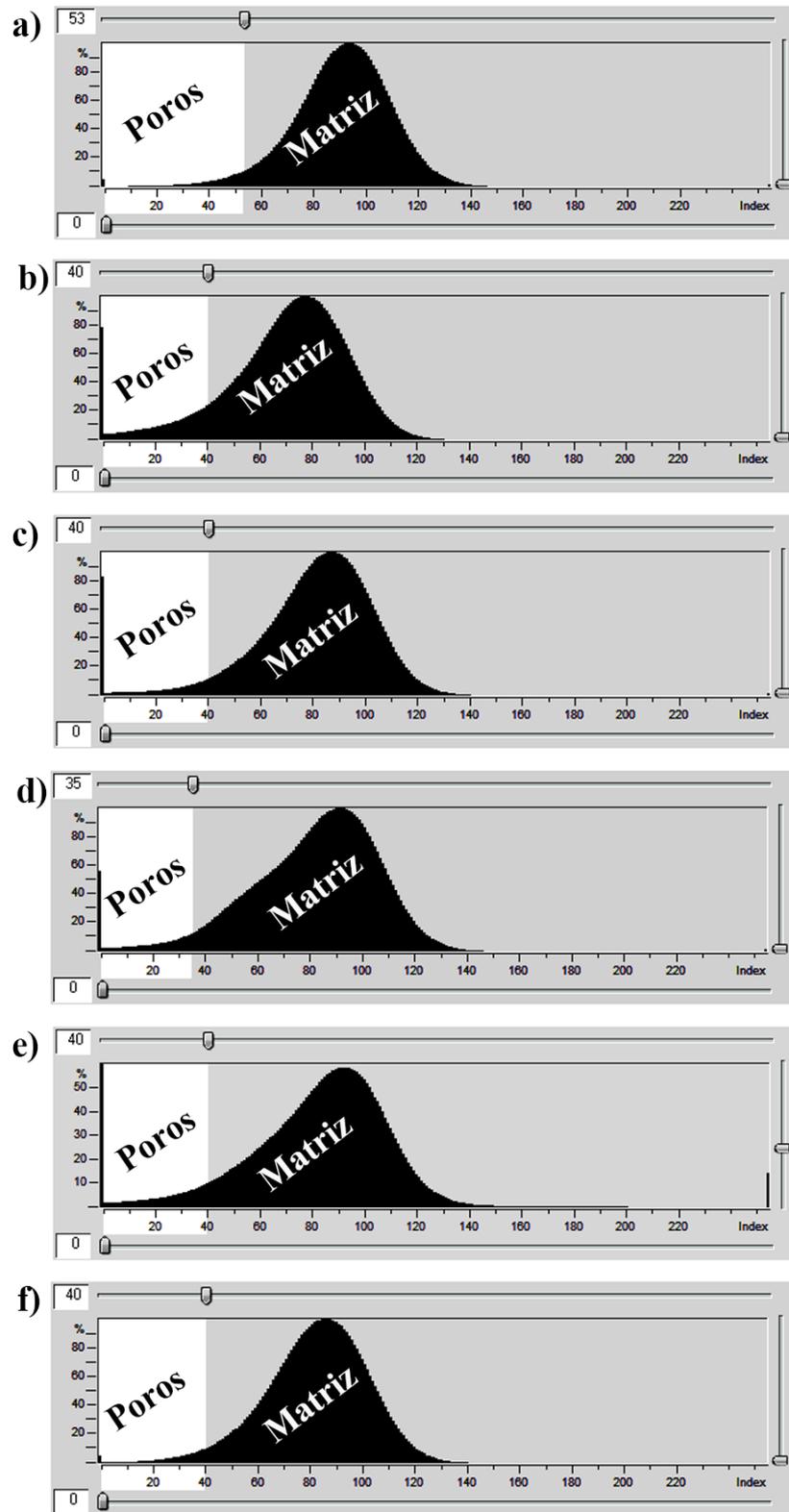


Figura 4.6: Histogramas referentes ao VOI, utilizados para a escolha do TH (a) da amostra A, (b) da amostra B, (c) da amostra C, (d) da amostra D, (e) da amostra E e (f) da amostra F.

Tabela 4.5: Valores de limiar do TH utilizados para cada amostra no “TaskList1”.

| Amostra | Valor do TH |
|---------|-------------|
| A | 53 |
| B | 40 |
| C | 40 |
| D | 35 |
| E | 40 |
| F | 40 |

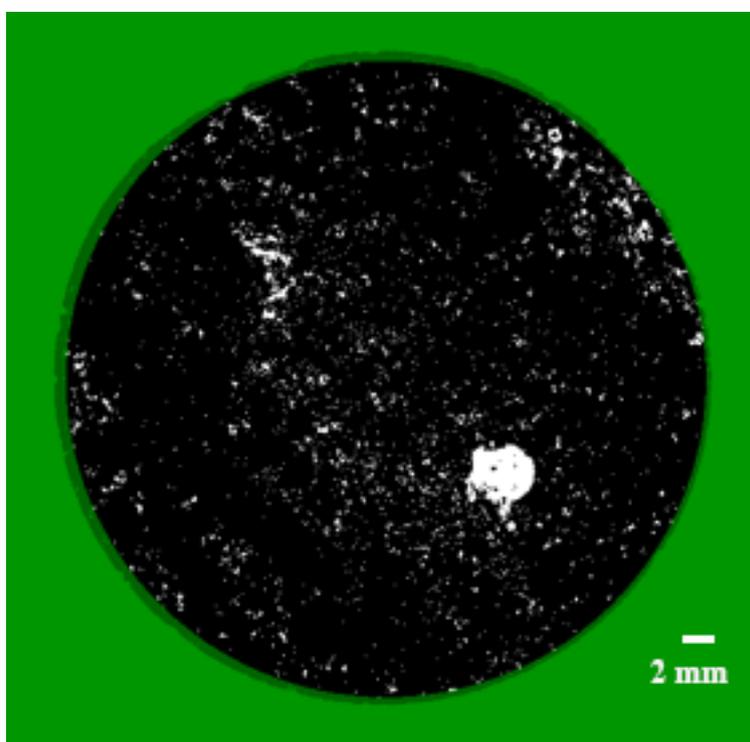


Figura 4.7: Exemplo de binarização da amostra, com a matriz da rocha na cor preta, os poros na cor branca e a área verde representa a região for a do ROI.

Os parâmetros morfométricos são calculados pelo CT-Analyser, seja em 3D diretamente ou em 2D, a partir de imagens individuais de seções transversais binarizadas.

Os parâmetros calculados neste trabalho foram:

- i. **Volume total contido no VOI (TV, mm³):** Volume total do volume de interesse (VOI);
- ii. **Volume total de objetos binarizados no VOI (Obj.V, mm³):** Volume total de objetos binarizados (poros) dentro do VOI;
- iii. **Percentual de VOI ocupado pelos objetos binarizados (Obj.V/TV, %):** A proporção do VOI ocupada por objetos sólidos binarizados (poros). Este parâmetro só é relevante se o volume estudado é totalmente contido dentro de uma região bem definida bifásica de sólidos e do espaço. O significado do volume medido em percentagem depende dos critérios aplicados na escolha do volume de interesse;
- iv. **Índice de Fragmentação (Fr.I., mm⁻¹):** é o inverso do desenvolvimento da conectividade. Assim, esse índice conduz a valores baixos no caso de elementos estruturais bem conectados, ao passo que uma série de elementos isolados resulta em altos valores do índice de fragmentação, sendo um bom fator de comparação entre diferentes estruturas.
- v. **Grau de Anisotropia (D.A.):** é definido através da medida do comprimento de interseção médio (*mean intercept length*, MIL), como descrito no ítem 3.3.3. Os valores para o grau de anisotropia podem variar de 0 (indicando que a estrutura é completamente isotrópica) à 1 (indicando que a estrutura é completamente anisotrópica).
- vi. **Autovalores (E1, E2 e E3):** São os autovalores utilizados no cálculo do grau de anisotropia. Eles são ortogonais entre si.
- vii. **Densidade de Conectividade (Conn.Dn., mm⁻³):** indica o número de ligações redundantes entre estruturas por unidade de volume.

Também foi realizada uma análise 2D para a obtenção da distribuição do tamanho de poros ao longo da amostra antes do ensaio de acidificação. Essa quantificação é feita *slice por slice*, de acordo com o TH e o ROI escolhido.

4.3.4.2 Avaliação do canal principal

Nessa etapa, os dois primeiros procedimentos descritos em 4.3.4.1 foram mantidos. O ROI utilizado na avaliação do canal envolveu apenas a região do canal devido a presença de outros poros da mesma dimensão ou maiores que o canal em alguns *slices*, o que dificultaria a separação do canal. A figura 4.8 ilustra um exemplo deste ROI. A tabela 4.6 mostra os valores de TH escolhidos para cada wormhole de cada amostra e a Figura 4.9 ilustra seus histogramas correspondentes. Logo, todo o espaço poroso (wormhole + porosidade total da rocha) é representado pelos pixels brancos enquanto a matriz da rocha é representada pelos pixels pretos.

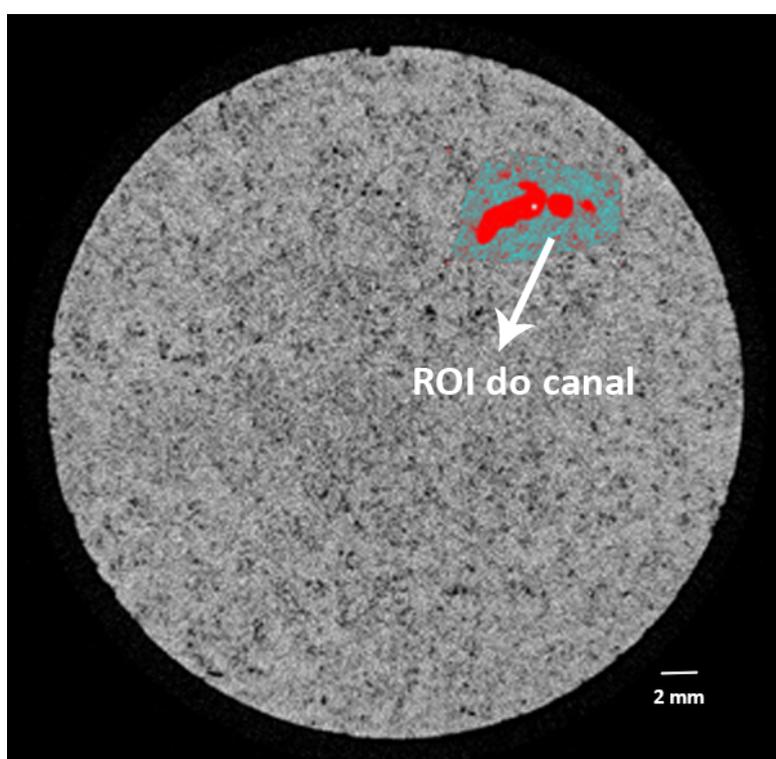


Figura 4.8: Exemplo do ROI envolvendo apenas o canal em um *slice*, onde apenas o canal e os poros mais próximos estão dentro do ROI na cor vermelha.

Tabela 4.6: Valores de limiar do TH utilizados para cada amostra no *TaskList2*.

| Amostra | Valor do TH |
|---------|-------------|
| A | 18 |
| B | 16 |
| C | 18 |
| D | 18 |
| E | 10 |
| F | 18 |

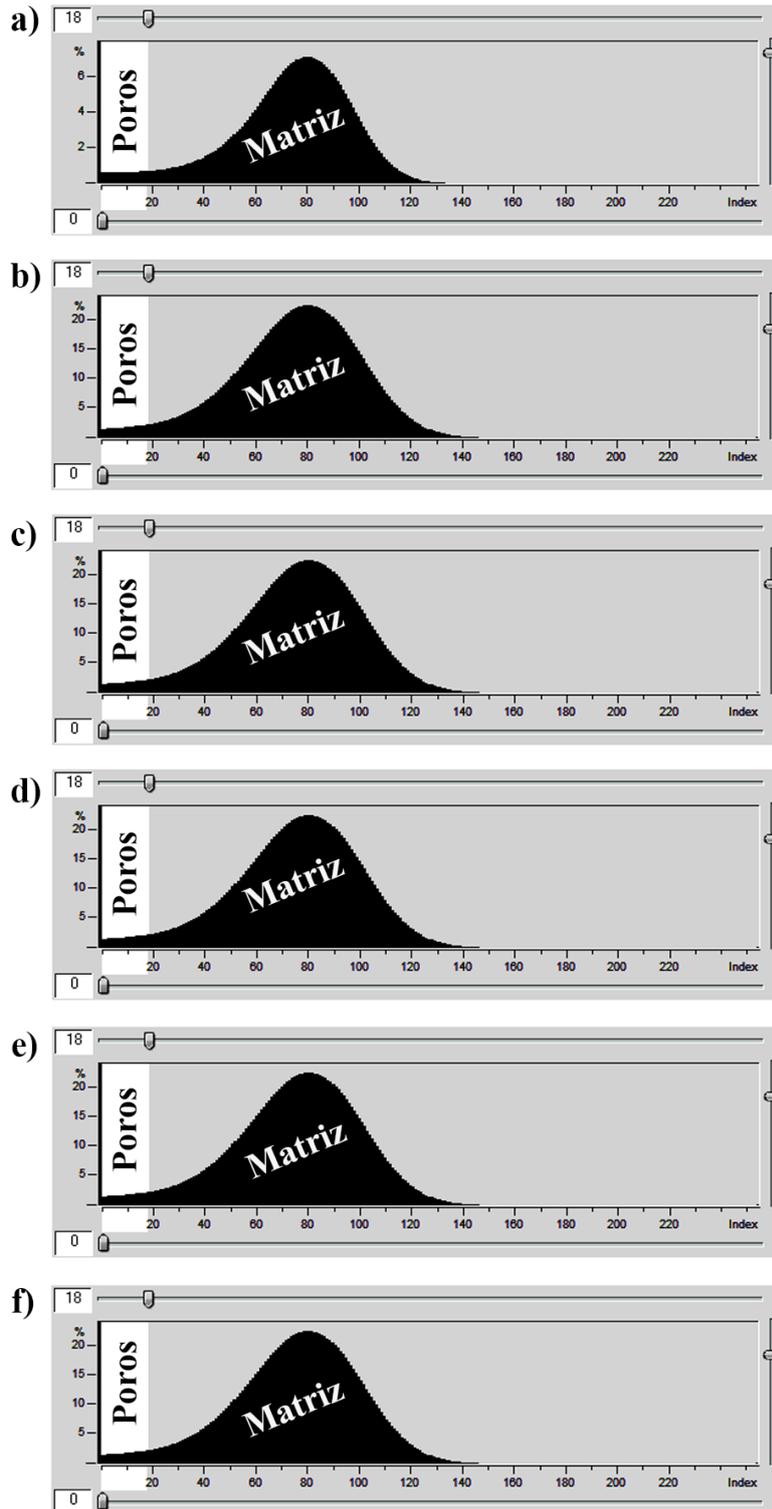


Figura 4.9: Histogramas referentes ao VOI, utilizados para a escolha do TH do canal (a) da amostra A, (b) da amostra B, (c) da amostra C, (d) da amostra D, (e) da amostra E e (f) da amostra F.

Nessa parte, como o objetivo é isolar o canal preferencial formado pela acidificação e caracterizá-lo, foi necessário utilizar operadores morfológicos, tais como, o *opening* e *closing by reconstruction*. A operação *opening* separa objetos que estão conectados por uma junção estreita (erosão seguida de dilatação). Na erosão têm-se na imagem de saída os pixels de um elemento estruturante fazendo parte do objeto quando todos os pontos do elemento estruturante tocam o objeto na imagem original, assim a erosão tende a criar objetos menores ou até eliminá-los por remoção de pixels. Já na dilatação têm-se na imagem de saída os pixels de um elemento estruturante fazendo parte do objeto quando qualquer um dos pontos do elemento estruturante toca o objeto na imagem original, assim a dilatação tende a fechar buracos na imagem original, criando objetos maiores por adição de pixels. Dessa forma, na operação *opening*, poros que não estavam bem conectados com o canal são desconectados. A figura 4.12 mostra um exemplo da aplicação deste operador em uma imagem. Essa operação foi aplicada diretamente em 3D (FILHO & NETO, 1999).

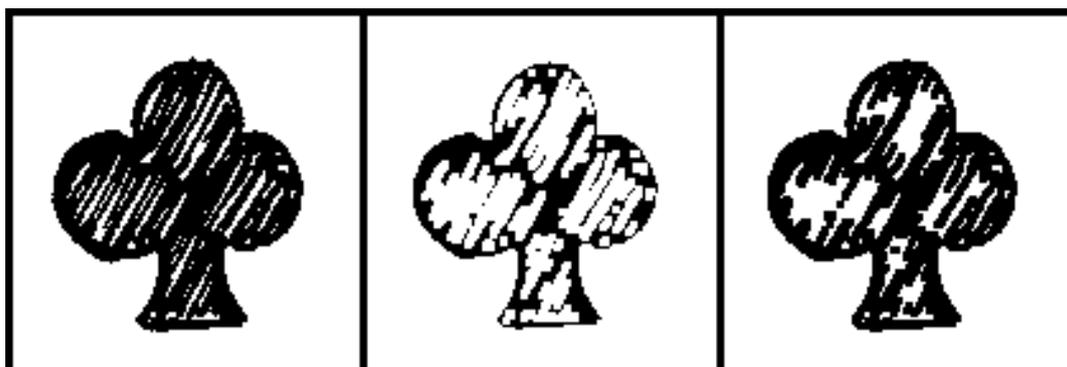


Figura 4.12: Exemplo da aplicação da operação morfológica *opening*.

A operação *closing by reconstruction* aplica uma dilatação e depois, uma série de erosões condicionais na segunda imagem de entrada utilizando a imagem original como condição. A figura 4.13 mostra um exemplo da aplicação desse operador morfológico em uma imagem. Essa operação remove características menores do que o elemento estruturante, sem alterar o formato do objeto (FILHO & NETO, 1999).

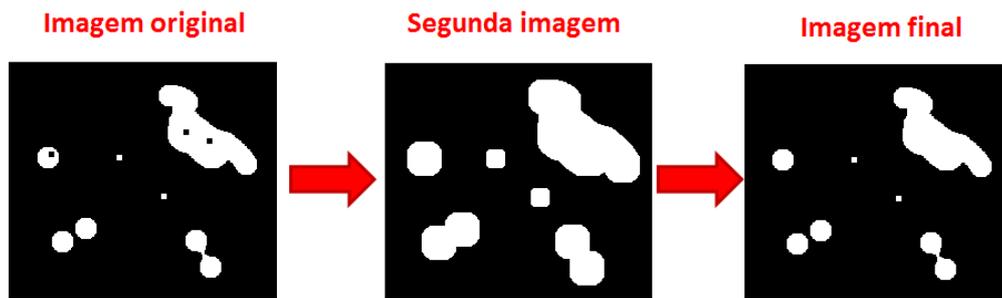


Figura 4.13: Exemplo da aplicação da operação morfológica *closing by reconstruction*.

Mesmo após o isolamento do wormhole, ainda foi preciso remover todos os poros restantes que não faziam parte do canal preferencial. A figura 4.14 mostra um *slice* com o canal binarizado com pequenos poros ao redor, após a aplicação dos operadores morfológicos. Para tal, uma nova etapa de processamento de imagem se mostrou necessária. Primeiramente foi efetuada a remoção de pixels ou voxels pretos/brancos acima ou abaixo de um determinado valor e em seguida foi identificado apenas o maior objeto binarizado 3D (SKYSCAN, 2013a). Essa identificação é baseada no volume de todos os objetos dentro do VOI.

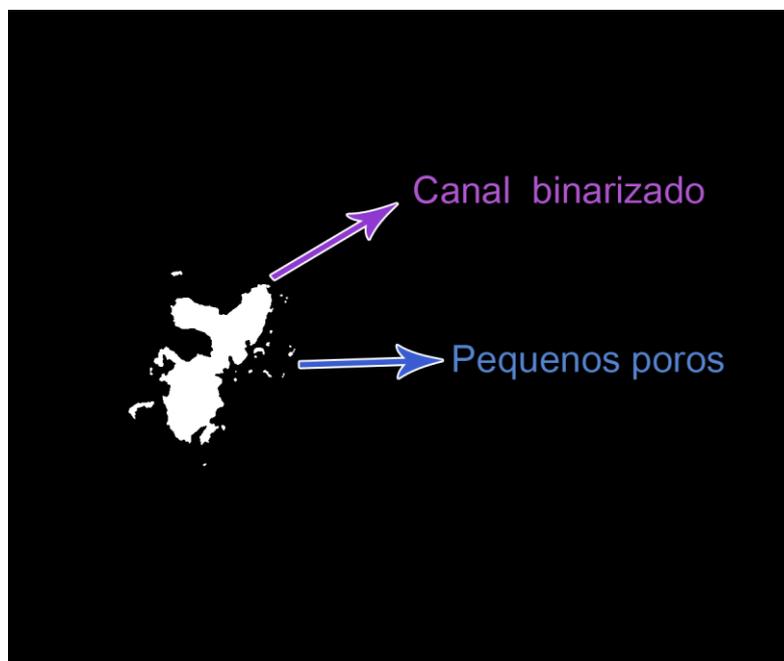


Figura 4.14: Exemplo de um *slice* com o canal binarizado e pequenos poros ao redor.

A partir de então, se inicia a análise 3D para a quantificação dos mesmos parâmetros analisados no "*TaskList1*". Além da análise 3D, também foi feita uma análise 2D em relação a distribuição da sua espessura do canal ao longo do plugue.

4.3.4.3 Avaliação de tortuosidade

Com o intuito de melhor caracterizar os wormholes das rochas carbonáticas a avaliação do comprimento total do canal é de grande importância. Para isso foi necessário avaliar a tortuosidade do canal e a partir do resultado da tortuosidade foi possível calcular o comprimento total de cada canal. Essa relação entre a tortuosidade e o comprimento do canal está descrita na seção 3.3.5. Para tal foi utilizado o software *AvizoFire* (versão 7.1). Nessa etapa, os dados de entrada foram as imagens já binarizadas que correspondem ao wormhole. O comando tortuosidade do referido software computa a tortuosidade de um caminho formado através do centróide de cada plano da imagem 3D binarizada ao longo do eixo z (VISILOG,2012).

Capítulo 5

Resultados e Discussão

As quantificações de micro-CT realizadas antes e depois do ensaio de acidificação com HCl em rochas carbonáticas sob diferentes condições experimentais se encontram no presente capítulo. O espaço poroso bem como os parâmetros necessários para a caracterização do maior canal conectado 3D de todas as amostras estão apresentados nas tabelas 5.1, 5.2 e 5.3 e bem como nas figuras 5.1 e 5.2, as quais ilustram a distribuição do tamanho de poro antes e depois do ensaio de acidificação e a distribuição da espessura do canal ao longo dos plugues. As figuras 5.4 a 5.15 apresentam as visualizações 2D das seções coronais, transaxiais e sagitais de cada uma das amostras e os modelos 3D dos poros antes e depois da acidificação, dos canais formados em cada uma das amostras e da rocha mais o canal ramificado.

As amostras carbonáticas que foram estudadas nesse trabalho são compostas principalmente por calcita, dolomita e quartzo, como foi visto nos resultados de XRD e μ XRF mostrados no Apêndice. A Figura 5.1, mostra os histogramas de tamanho de poros de cada uma das amostras, e pode-se notar que a maioria dos poros está concentrada nos menores intervalos de tamanho (0,00 a 0,04 mm e 0,04 a 0,08 mm), tanto antes, quanto depois do processo de acidificação. Este fato também pode ser visto em APOLONI (2007) em que a maioria dos poros está concentrada no intervalo de 0,00 a 0,08 mm. Entretanto, é importante salientar que as micro-CT's foram adquiridas com um tamanho de pixel igual a 20 μ m, o que corresponde a uma resolução espacial próxima de 40 μ m (MACHADO et al., 2013b; LIMA, 2002). Portanto, é esperado que o histograma do tamanho de poro tenha seu menor intervalo entre 0 e 40 μ m, fato que pode ser visto na figura 5.1. A avaliação de tamanho de poro separou os poros de cada amostra em 10 intervalos de tamanho (0,00 a 0,04 mm; 0,04 a 0,08 mm; 0,08 a 0,16 mm; 0,16 a 0,32 mm; 0,32 a 0,65 mm; 0,65 a 1,29 mm; 1,29 a 2,58 mm; 2,58 a 5,16 mm; 5,16 a 10,33 mm; 10,33 a 20,66 mm). Nas amostras A, C, D e E houve um crescimento do tamanho dos poros após a acidificação, principalmente nos 3 últimos intervalos (2,58 a 5,16 mm; 5,16 a 10,33 mm; 10,33 a 20,66 mm). Na amostra B e F o percentual de poros foi mantido para a maioria dos intervalos de tamanho.

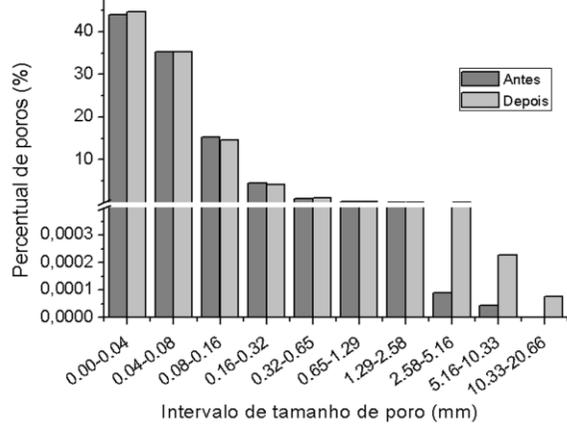
A tabela 5.1 apresenta os resultados de volume de poros (Obj.V), de percentual de volume de poros em relação ao VOI (Obj.V/TV), do índice de fragmentação (Fr.I.), da tortuosidade do canal (τ) e dos comprimentos dos canais (L) de todas as amostras.

A figura 5.2 apresenta as espessuras dos canais formados em cada uma das amostras. Os canais obtiveram valores entre 0,1 mm e 1,4 mm, aproximadamente. As amostras B e F apresentaram uma menor flutuação na espessura do formado ao longo do seu comprimento.

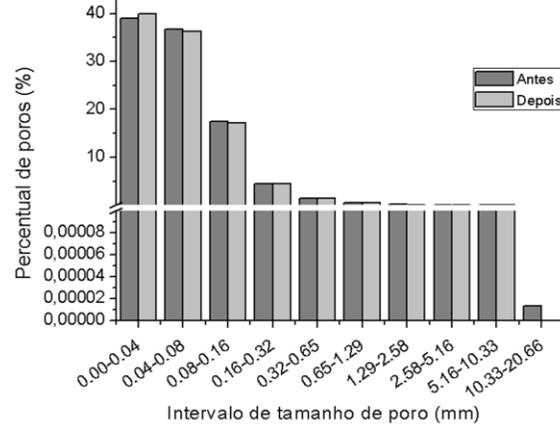
A tabela 5.2 apresenta os resultados do grau de anisotropia e de seus autovalores ortogonais entre si (E_1 , E_2 , E_3) antes do processo de acidificação. Os valores para o grau de anisotropia (DA) podem variar de 0 (indicando que a estrutura é completamente isotrópica) à 1 (indicando que a estrutura é completamente anisotrópica). Considerando a heterogeneidade das rochas estudadas, foi obtida uma variação muito pequena do grau de anisotropia, sendo o menor deles para a amostra C (0,28) e o maior para a amostra A (0,37).

As orientações preferenciais da estrutura, dependem da quantidade de autovalores distintos que são obtidos na análise. Se todos os autovalores de M forem distintos, o MIL é representado por um elipsóide com os três eixos principais com tamanhos diferentes e o material poroso apresenta uma simetria ortotrópica. Se dois destes valores forem iguais entre si, o MIL é representado por um elipsóide com dois eixos principais com tamanhos iguais e o material poroso apresenta uma simetria transversalmente isotrópica. Se todos os autovalores de M forem iguais entre si, o MIL é representado por uma esfera e o material poroso apresenta uma simetria isotrópica (ODGAARD, 1997). Então podemos observar que as amostras B, C e E apresentam o mesmo comportamento na magnitude dos autovalores ($E_1=E_2=E_3$). Neste caso, o meio poroso tem uma simetria isotrópica. Entretanto, as amostras A, D e F apresentam dois dos três autovalores iguais. Neste caso, o meio poroso tem uma simetria transversalmente isotrópica. Ainda nesse contexto, os autovalores das amostras A, B, C, D, e E ficaram num intervalo entre 0,1 e 0,4, o que não ocorreu na amostra F que apresentou autovalores de maior intensidade ($E_1=0,5$, $E_2=0,7$, $E_3=0,7$). E foi nesta amostra que o melhor canal após o processo de acidificação foi obtido. A distribuição do espaço poroso pode ser anisotrópica por causa do processo de sedimentação controlado por gravidade, que muitas vezes resultam em formações rochosas transversalmente isotrópicas e em fraturas orientadas preferencialmente dentro ou entre os minerais (LOUIS *et al.*, 2003).

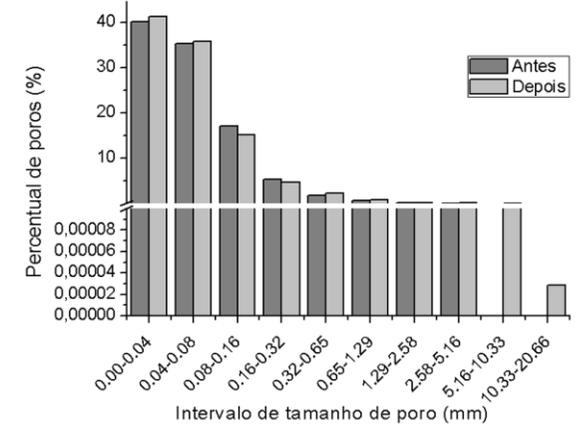
A) Histograma de tamanho de poro - Amostra A



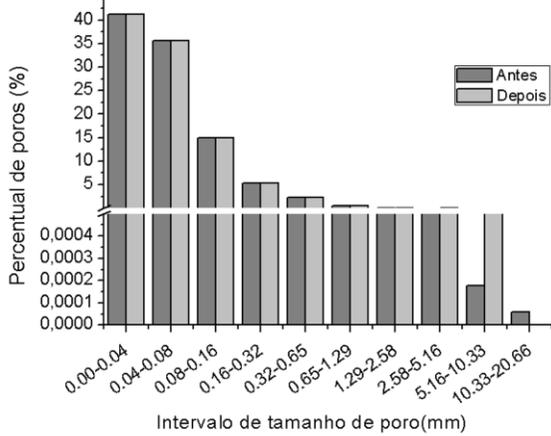
B) Histograma de tamanho de poro - Amostra B



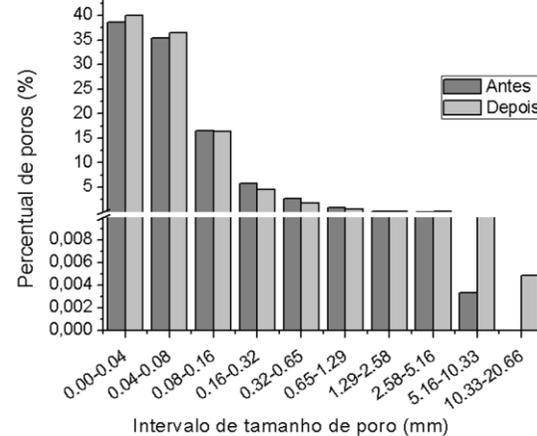
C) Histograma de tamanho de poro - Amostra C



D) Histograma de tamanho de poro - Amostra D



E) Histograma de tamanho de poro - Amostra E



F) Histograma de tamanho de poro - Amostra F

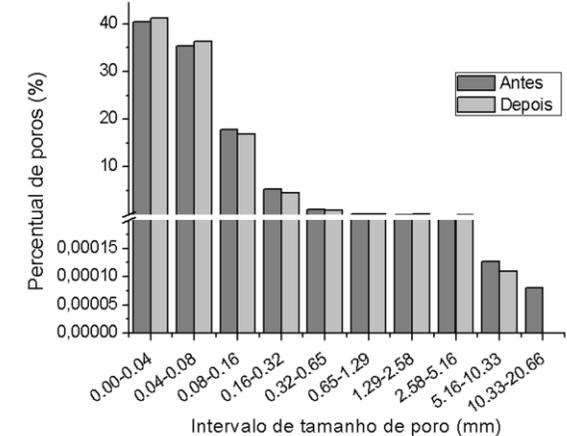


Figura 5.1: Histogramas de tamanho de poro antes e depois da acidificação de todas amostras.

Tabela 5.1: Resultados das quantificações de todas as amostras estudadas.

| Amostra A | | Obj.V(mm³) | Obj.V/TV(%) | Frl (mm⁻¹) | τ | L(mm) |
|---------------------------------------|--------------------|-------------------------------------------|--------------------|------------------------------|----------|--------------|
| 1cc/min, 230 mL, 230min, 60psi, 25 °C | | | | | | |
| Antes | Poros = branco | 2211,3 | 2,7 | - | - | - |
| Depois | Poros+Canal=branco | 3922,5 | 4,7 | - | - | - |
| | Canal 3D principal | 510,8 | 0,6 | 0,3 | 1,4 | 106,9 |
| Amostra B | | 1cc/min, 110 mL, 110 min, 60psi, 25 °C | | | | |
| Antes | Poros = branco | 7617,5 | 9,7 | - | - | - |
| Depois | Poros+Canal=branco | 9697,5 | 12,3 | - | - | - |
| | Canal 3D principal | 737,3 | 0,9 | 0,4 | 1,6 | 118,5 |
| Amostra C | | 1cc/min, 60mL, 60 min, 150 psi, 30 °C | | | | |
| Antes | Poros = branco | 4153,8 | 5,2 | - | - | - |
| Depois | Poros+Canal=branco | 4843,6 | 6,0 | - | - | - |
| | Canal 3D principal | 459,3 | 0,6 | -0,1 | 2,1 | 157,2 |
| Amostra D | | 1cc/min, 50 mL, 50 min, 6 psi, 45 °C | | | | |
| Antes | Poros = branco | 3334,5 | 4,1 | - | - | - |
| Depois | Poros+Canal=branco | 4126,1 | 5,1 | - | - | - |
| | Canal 3D principal | 312,3 | 0,4 | 2,0 | 1,7 | 121,5 |
| Amostra E | | 1cc/min, 240 mL, 240min, 1 psi, 45 °C | | | | |
| Antes | Poros = branco | 5562,7 | 8,6 | - | - | - |
| Depois | Poros+Canal=branco | 9304,4 | 13,5 | - | - | - |
| | Canal 3D principal | 1399,4 | 2 | -0,4 | 2,5 | 154,0 |
| Amostra F | | 0,5 cc/min, 120 mL, 240 min, 50psi, 45 °C | | | | |
| Antes | Poros = branco | 1695,4 | 2,3 | - | - | - |
| Depois | Poros+Canal=branco | 3271,2 | 4,4 | - | - | - |
| | Canal 3D principal | 574,3 | 0,8 | -1,2 | 1,8 | 123,2 |

Distribuição de espessura do maior canal conectado 3D ao longo da amostra

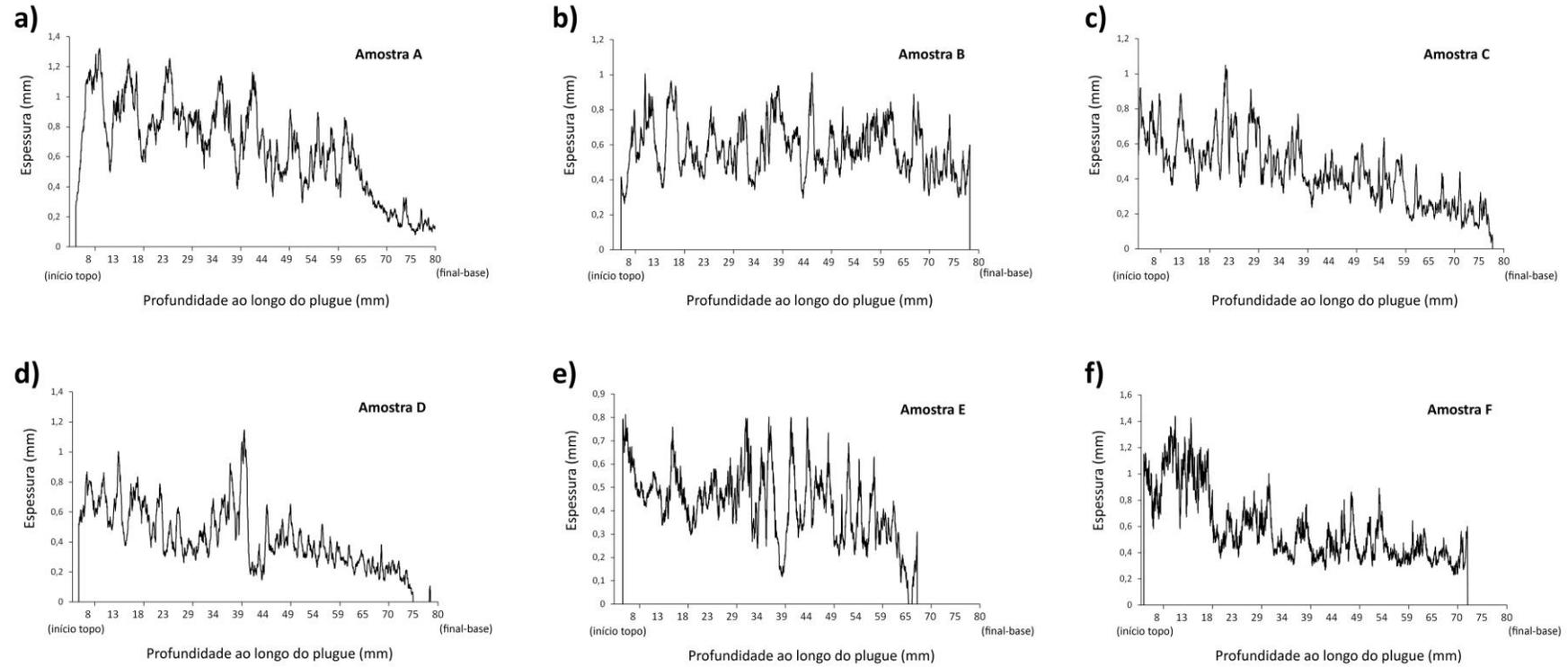


Figura 5.2: Distribuição da espessura dos canais ao longo da (a) amostra A, (b) amostra B, (c) amostra C, (d) amostra D, (e) amostra E e (f) amostra F

Tabela 5.2: Resultados das quantificações de anisotropia do espaço poroso das rochas carbonáticas antes do processo de acidificação.

| Amostra | DA | E1 | E2 | E3 |
|---------|------|-----|-----|-----|
| A | 0,37 | 0,2 | 0,4 | 0,4 |
| B | 0,35 | 0,1 | 0,1 | 0,1 |
| C | 0,28 | 0,1 | 0,1 | 0,1 |
| D | 0,32 | 0,1 | 0,2 | 0,2 |
| E | 0,32 | 0,1 | 0,2 | 0,2 |
| F | 0,34 | 0,5 | 0,7 | 0,7 |

A tabela 5.3 mostra os resultados da densidade de conectividade de todas as amostras antes do processo de acidificação. Essa quantificação foi feita nos 1000 *slices* centrais de cada amostra devido ao tempo de processamento para obtê-los, o que não aconteceu na quantificação dos parâmetros das tabelas 5.1 e 5.2 e da figura 5.1, onde o VOI incluiu a amostra inteira. A figura 5.3 mostra a diferença do VOI utilizado na quantificação da Conn.Dn. e dos demais parâmetros. A figura 5.3(a) mostra a altura quantificada na Conn.Dn. a 5.3(b) mostra o ROI utilizado nas quantificações das tabelas 5.1, 5.2 e 5.3 e da figura 5.1 e a 5.3(c) a altura quantificada nos demais parâmetros. Esses 1000 *slices* centrais representam aproximadamente 30% das amostras.

Os resultados de Conn.Dn. ficaram em um intervalo entre 2,28 e 4,87 para todas as amostras, exceto para a amostra B que apresentou uma maior densidade de conectividade (8,99 mm⁻³). Dessa forma, é possível afirmar que a amostra B é a amostra com a rede de poros melhor conectada antes do ensaio de acidificação.

Tabela 5.3: Resultados das quantificações de conectividade das amostras estudadas antes do processo de acidificação.

| Amostra | Conn. Dn. (mm ⁻³) |
|---------|-------------------------------|
| A | 3,39 |
| B | 8,99 |
| C | 2,28 |
| D | 3,12 |
| E | 4,87 |
| F | 2,31 |

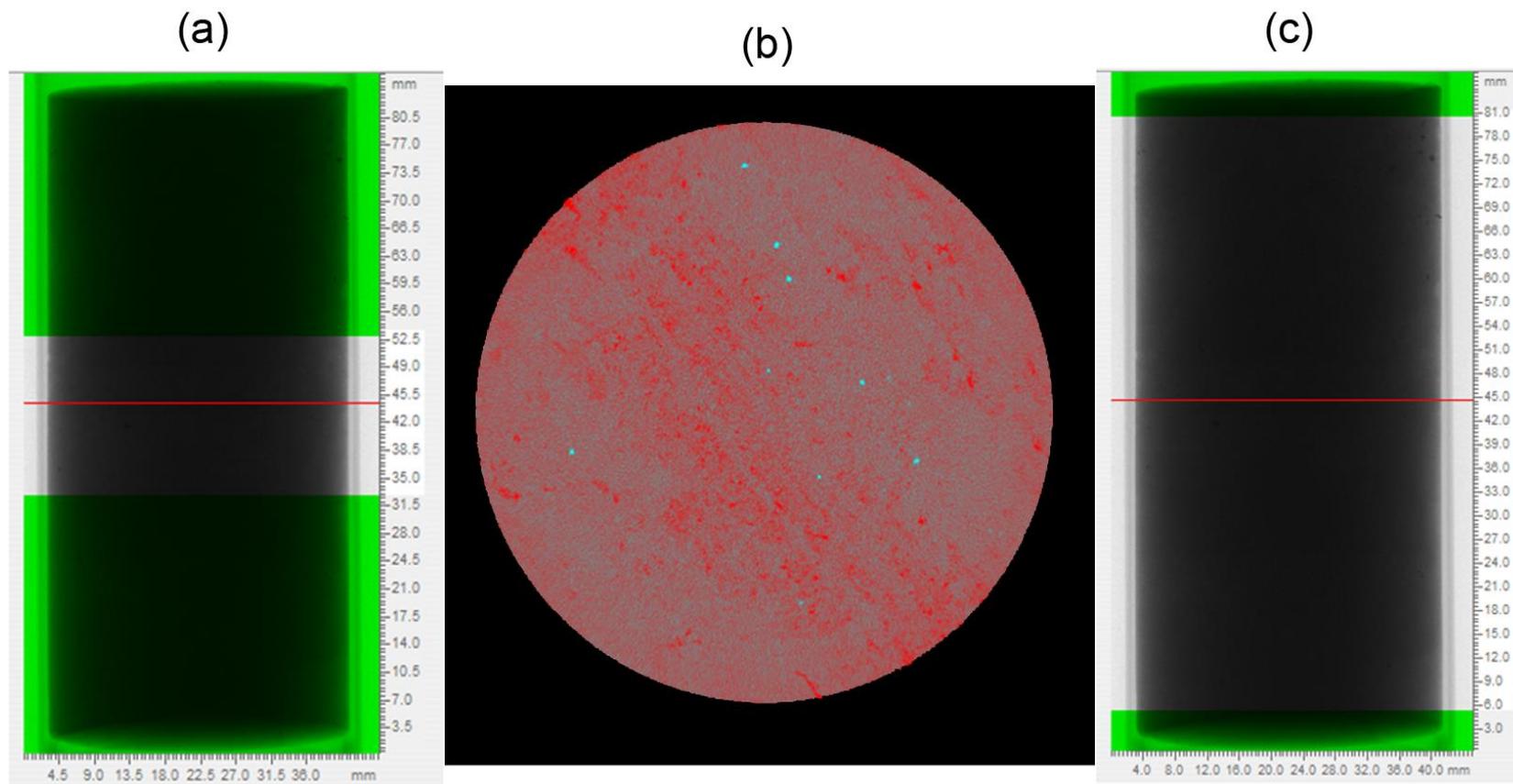


Figura 5.3: Exemplo do VOI quantificado. (a) Altura do VOI na quantificação da Conn.Dn. (b) ROI utilizado nas quantificações das tabelas 5.1, 5.2 e 5.3 e da figura 5.1, (c) altura do VOI utilizado na quantificações dos demais parâmetros.

Uma análise mais detalhada de cada amostra será apresentada a partir da seção 5.1.

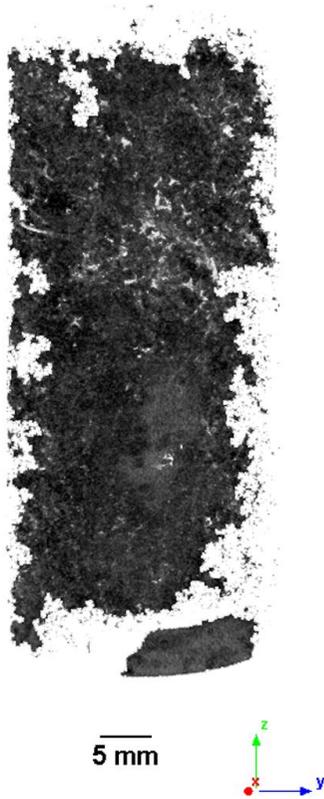
5.1 Amostra A

A amostra A possui 37,81 mm de diâmetro e 80,90 mm de altura. Com base na Tabela 5.1, nota-se que antes do ensaio de acidificação existe um volume poroso quantificado de aproximadamente 2211,0 mm³, o qual, após a injeção de HCl aumenta para 3922,54 mm³, considerando todas as ramificações obtidas, ou seja, maior canal 3D conectado e possíveis canais radiais conectados bidimensionalmente. Destes 3922,54 mm³, 510,80 mm³, ou seja, 13% do volume de poros, pertencem apenas ao maior canal conectado 3D.

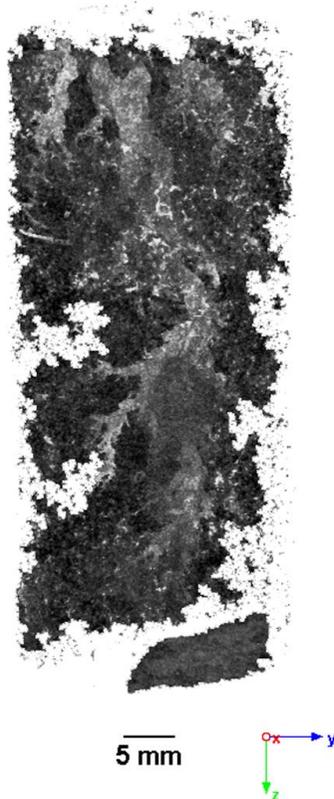
A combinação de um grande volume de ácido injetado (230 ml) com uma pressão de 60 psi foi aplicada na amostra A, obtendo o maior aumento da porosidade dentre as cinco primeiras amostras, sendo aproximadamente de 77%, porém o canal formado varia consideravelmente sua espessura ao longo da amostra. É possível verificar esse fato na figura 5.2, ressaltando que o canal vai afinando na parte final, próximo à face de saída do ácido, o que também pode ser corroborado com as visualizações 2D's da rocha (*slice 3855*) na figura 5.5 e com os modelos 3D's apresentadas na Figura 5.4.

Os resultados de Fr.I., τ , L, mostrados na tabela 5.1, caracterizam o canal formado. Com um Fr.I igual a 0,3, o canal da amostra A é o terceiro mais fragmentado entre as amostras estudadas. A tortuosidade foi a menor entre todos os canais estudados neste trabalho (1,4) e o comprimento total também foi o menor, igual a 106,9 mm. Assim, as condições de operação do ensaio de acidificação da amostra A formaram um canal linear, de comprimento pequeno em relação aos outros deste trabalho, porém é um canal bem fragmentado com uma variação considerável de espessura, variando de 0,1 mm a 1,3 mm.

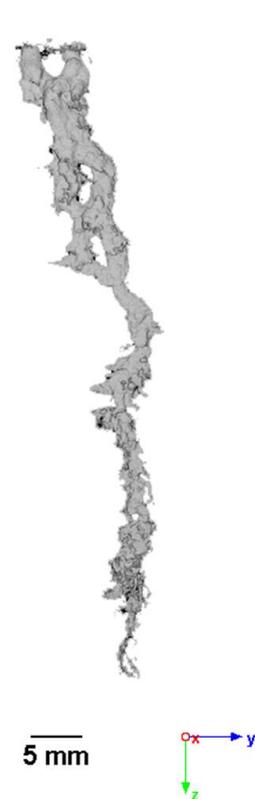
a) Poros antes



b) Poros depois



c) Canal principal



d) Rocha + Canal

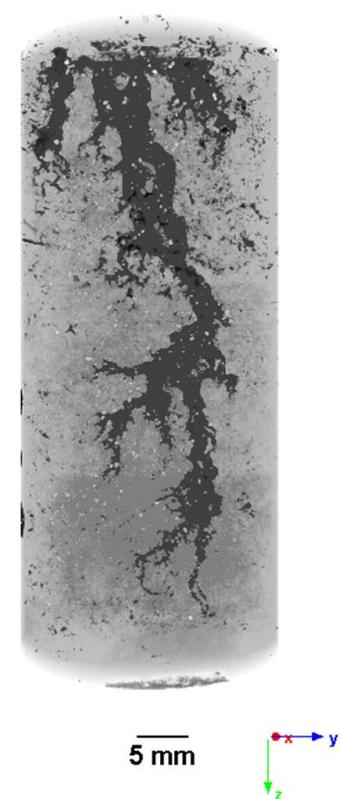


Figura 5.4: Modelos 3D dos poros (a) antes e (b) depois do ensaio, (c) do canal principal da amostra A e (d) da rocha mais o canal ramificado.

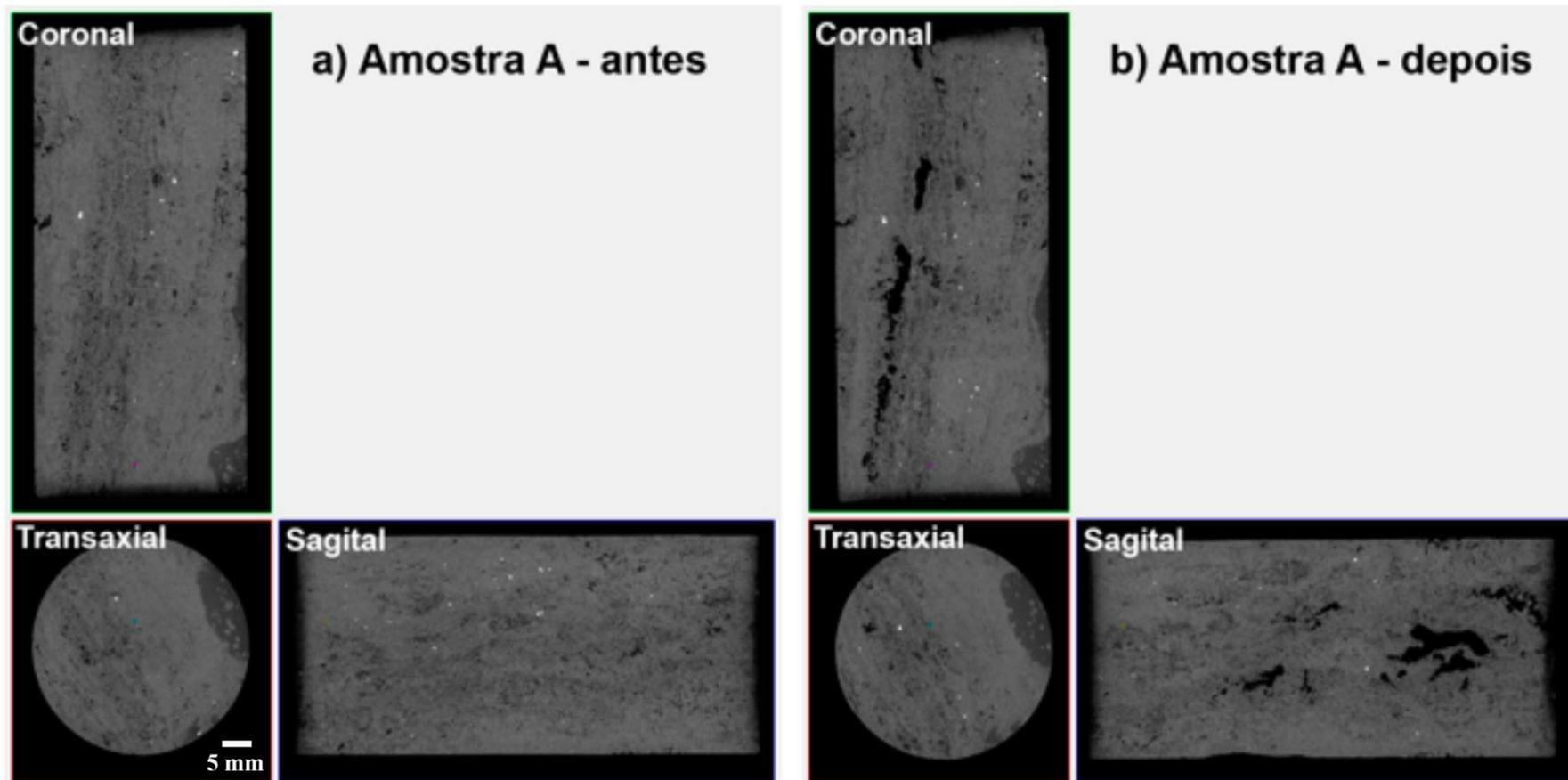


Figura 5.5: Visualizações 2D das seções coronal, transaxial e sagital da amostra A antes e depois do processo de acidificação.

5.2 Amostra B

A mesma analogia feita com os resultados apresentados na seção anterior em relação a amostra A serão realizados para os demais corpos de prova. Sendo assim, a amostra B, que tem 37,80 mm de diâmetro e 89,18 mm de altura, tem o volume de todos os poros antes da injeção do ácido igual a 7617,53 mm³ (tabela 5.1). Após a acidificação o volume aumentou para 9697,55 mm³, esse volume representa a soma dos poros, do canal formado e também de suas ramificações. Destes 9697,55 mm³, 737,32 mm³ pertencem ao maior canal conectado 3D. Este volume do canal representa 7,6% do espaço poroso.

Já na amostra B, foi injetado um volume de ácido igual a 110 ml, a uma alta pressão de 170 psi. Nesse ensaio, o aumento da porosidade foi de 27% aproximadamente. Este protocolo gerou um canal mais linear e com uma variação de espessura menor do que na amostra A. As seções 2D (*slice* 1747) desta amostra são apresentadas nas figuras 5.7. A distribuição de espessura do canal principal (Figura 5.2 e Figura 5.6) apresenta um canal que mantém um intervalo de espessura constante desde de a face de injeção até a face de saída do ácido. Lembrando que essa amostra teve a maior densidade de conectividade entre todas as amostras estudadas e apresentou um espaço poroso com simetria isotrópica antes da acidificação.

A caracterização do canal feita através da tabela 5.1, com os parâmetros Fr.I., τ e L, mostram que o canal da amostra B segue os padrões do canal formado na amostra A. Seu índice de fragmentação indica um canal bem fragmentado (0,4 mm⁻¹), pouco tortuoso em relação aos outros (1,6) e é o segundo menor canal formado entre as amostras estudadas (118,5 mm). Porém a figura 5.2 mostra que sua espessura não tem uma variação considerável, dessa forma, têm-se um canal bem fragmentado, pequeno e linear em relação aos demais canais com uma espessura constante.

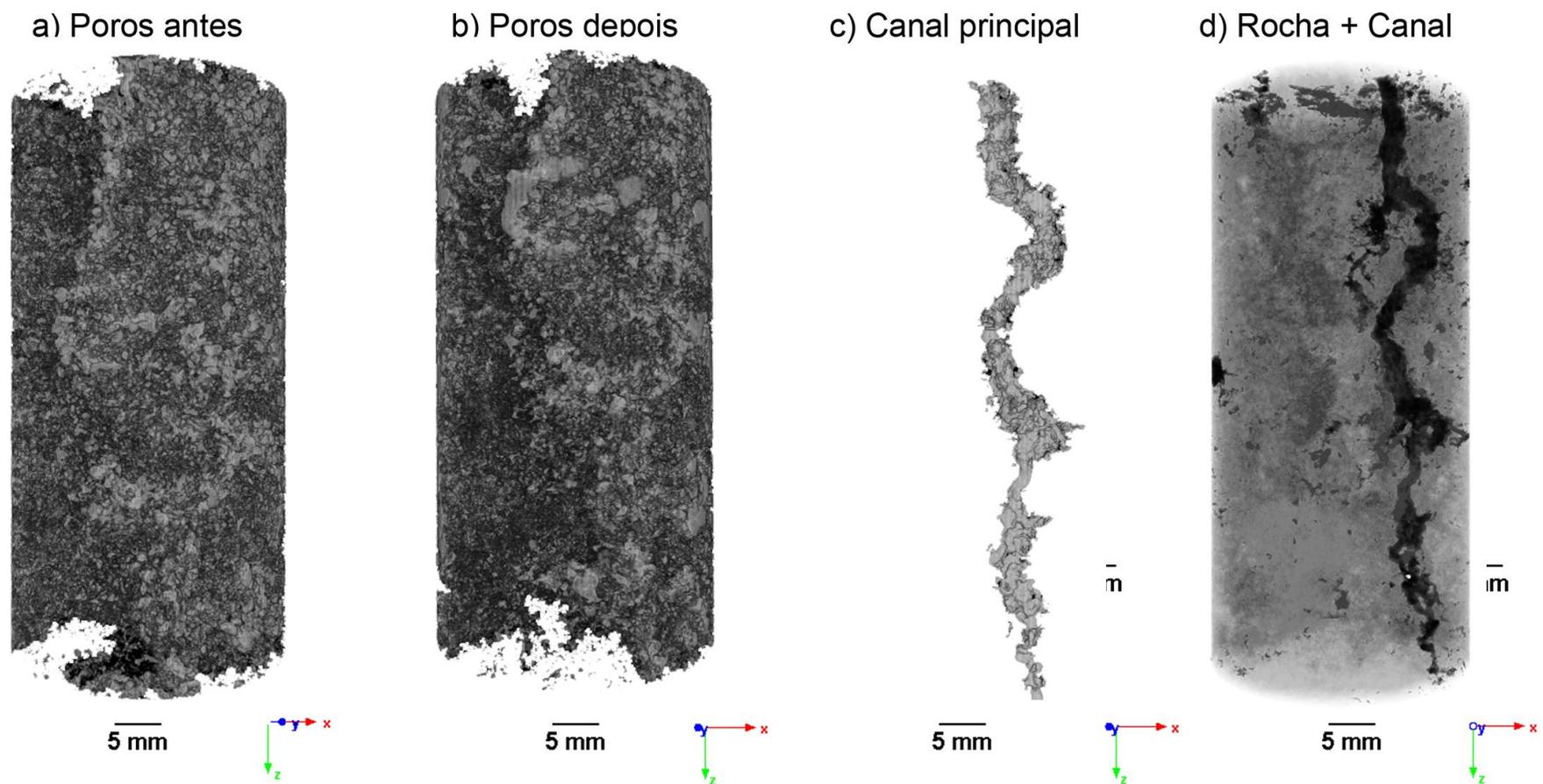


Figura 5.6: Modelos 3D dos poros (a) antes e (b) depois do ensaio, do (c) canal principal da amostra B e (d) da rocha mais o canal ramificado.

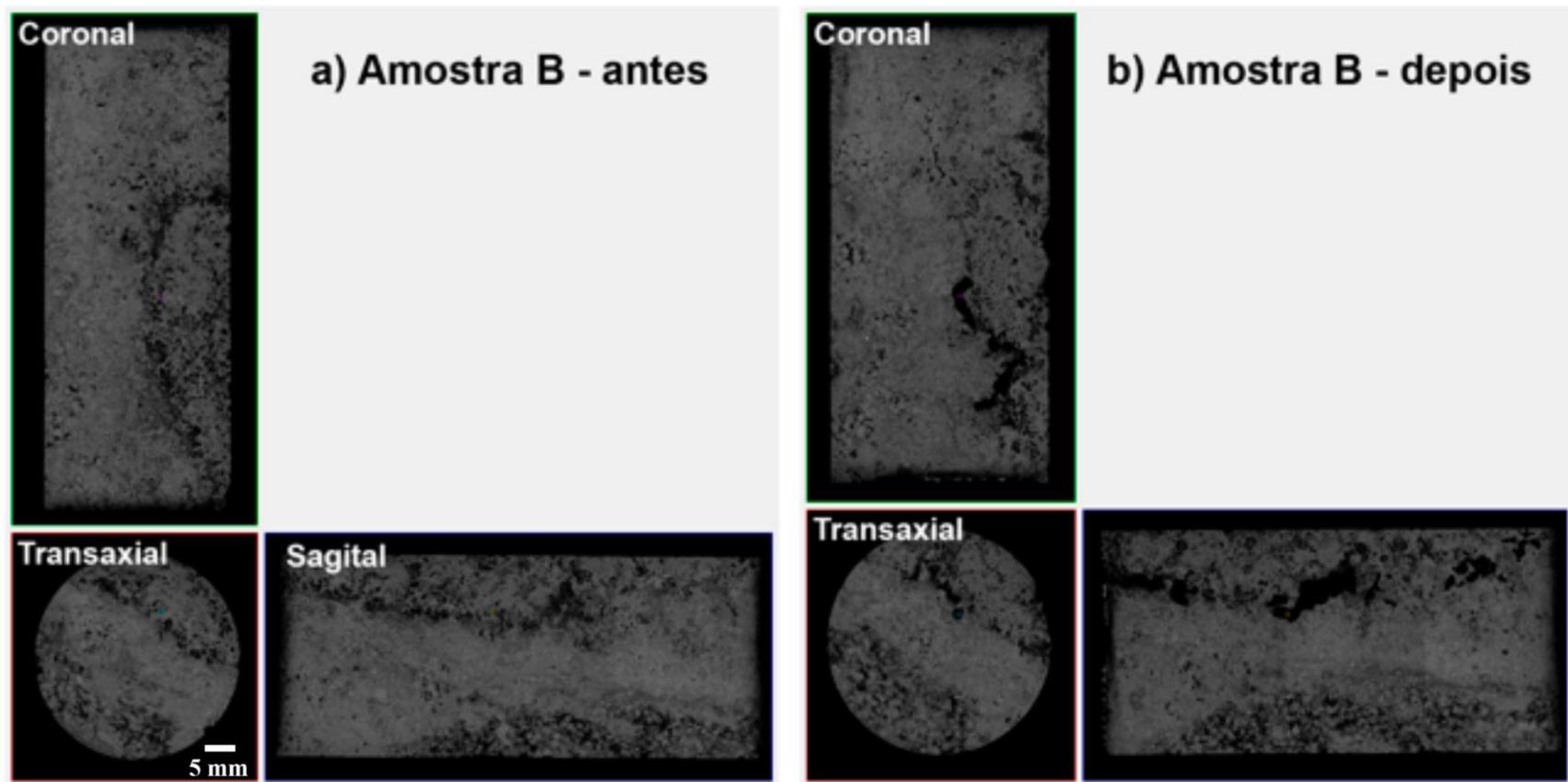


Figura 5.7: Visualizações 2D das seções coronal, transaxial e sagital da amostra B antes e depois do processo de acidificação.

5.3 Amostra C

A amostra C, antes do ensaio de acidificação, apresentou um volume de poros igual à $4153,82\text{mm}^3$ que, com a injeção de HCl passou a $4843,59\text{mm}^3$, sendo que $459,32\text{mm}^3$ pertencem apenas ao canal formado, que representa 9,4% do espaço poroso após o ensaio de acidificação.

No ensaio experimental de acidificação dessa amostra foram injetados 60 ml de HCl a uma alta pressão de 150 psi. Esse ensaio obteve o menor aumento de porosidade dentre todos os ensaios realizados, sendo de apenas 17%, o menor grau de anisotropia e a menor densidade de conectividade antes da acidificação entre todas as amostras. O canal criado teve uma variação relevante de sua espessura começando com uma dimensão de aproximadamente 1 mm e afunilando no final (Figura 5.2). A figura 5.8 mostra os modelos 3D dos poros antes e depois do ensaio de acidificação, o canal principal formado isoladamente e a rocha com o canal ramificado. As seções 2D coronal, transaxial e sagital desta amostra antes e depois da acidificação (*slice* 1591) se encontram na figura 5.9.

O canal gerado no protocolo de acidificação da amostra C, tem um Fr.I. relativamente baixo ($-0,1\text{ mm}^{-1}$), que corresponde a um canal um pouco menos fragmentado que os canais das amostras A e B. Em contra partida este canal é o segundo canal mais tortuoso (2,1) e o maior canal formado entre todas as amostras (157,2 mm). Lembrando que, além de ser muito tortuoso em relação aos outros canais e ter o maior comprimento deste estudo, a espessura deste canal variou bastante ao longo da amostra, como pode ser visto na figura 5.2.

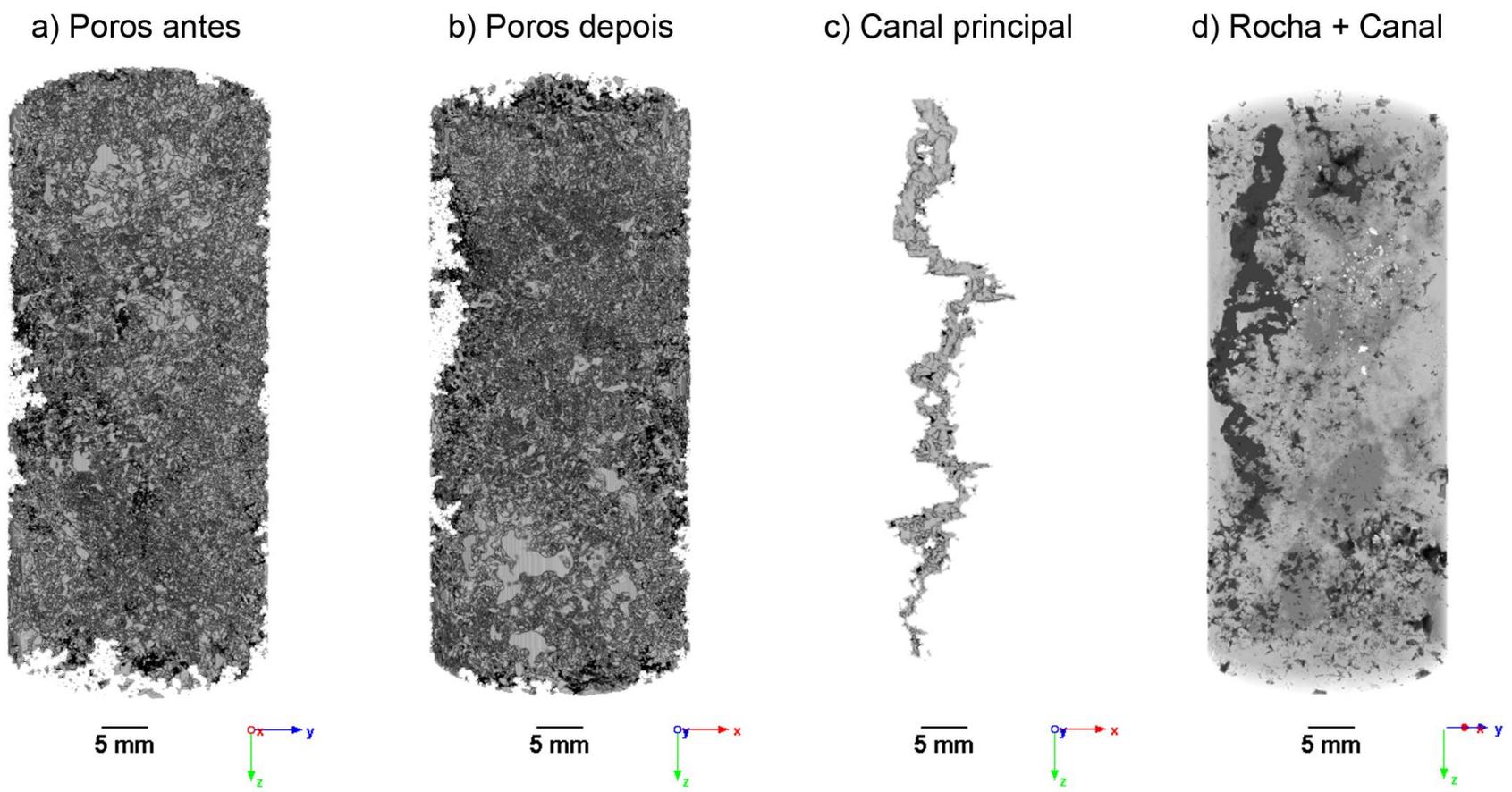


Figura 5.8: Modelos 3D dos poros (a) antes e (b) depois do ensaio, do (c) canal principal da amostra C e (d) da rocha mais o canal ramificado.

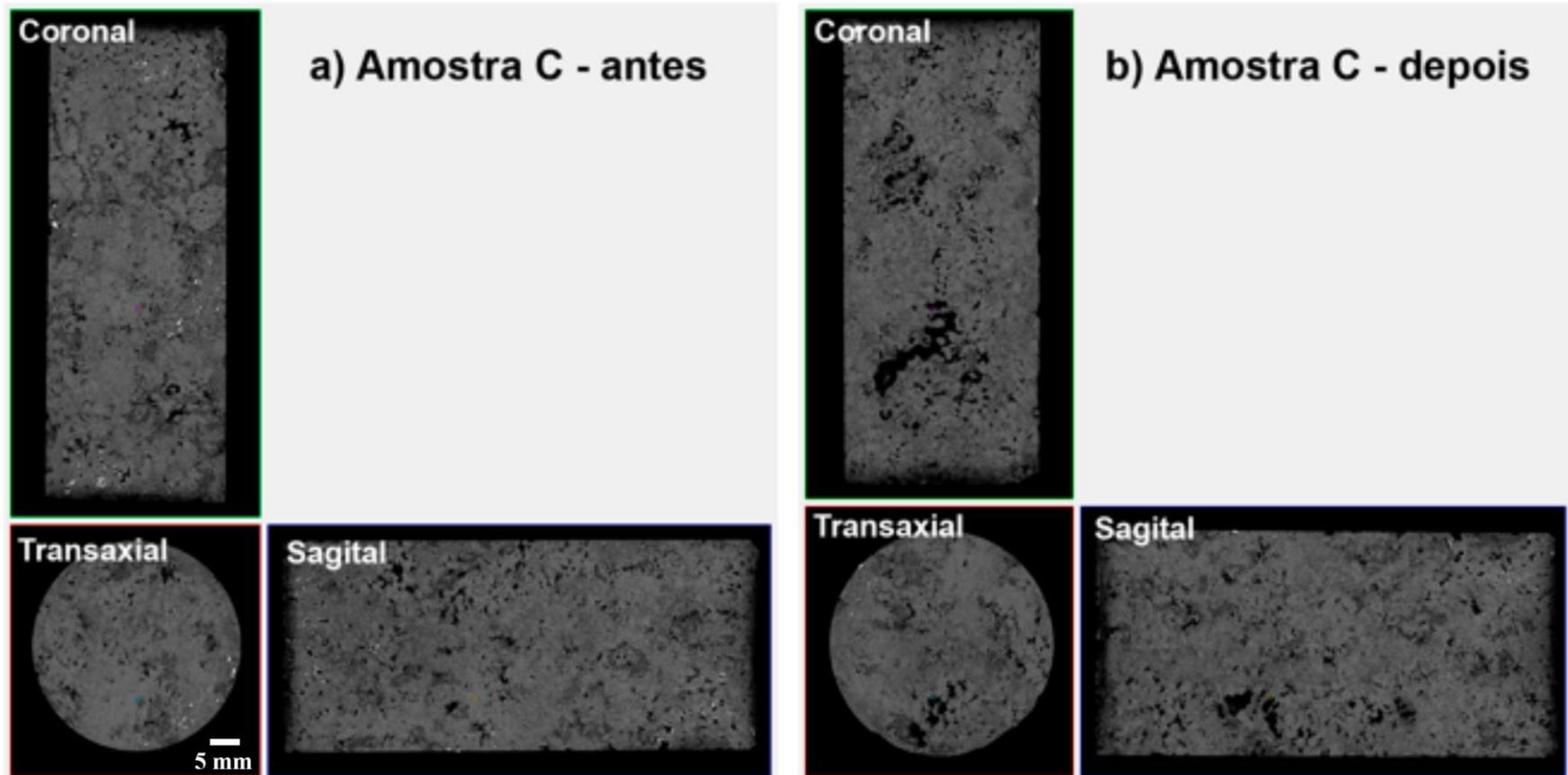


Figura 5.9: Visualizações 2D das seções coronal, transaxial e sagital da amostra C antes e depois do processo de acidificação.

5.4 Amostra D

Para a amostra D, o volume de poros passou de 3334,50 mm³ para 4126,14mm³. O maior canal conectado 3D que se formou com a injeção de HCl tem um volume igual à 312,27mm³. Este volume do canal representa 7,5% do espaço poroso após o ensaio de acidificação.

Essa amostra, tal como a amostra C teve um baixo volume de ácido injetado, apenas 50 ml, a uma pressão de 6 psi. O aumento de porosidade obtido foi de 24%, mas devido às condições de operação utilizadas, o canal não chegou a atravessar a amostra, como pode ser notado na Figura 5.2. A espessura deste canal tem uma dimensão de aproximadamente 0,8 mm em seu início (face de entrada do ácido), porém da metade da amostra em diante, a espessura decai consideravelmente, até se anular, o que indica que o canal principal não atravessou todo o plugue. Mesmo esta rocha apresentando caminhos preferenciais, como pode ser visto nas figuras 5.11 que mostra as seções 2D na altura do *slice* 1234, onde é possível notar duas regiões de concentração de poros, o ácido não conseguiu atravessar a amostra.

O canal formado foi o mais fragmentado entre todos os canais analisados ($Fr.I.= 2,0 \text{ mm}^{-1}$), concluindo assim que este protocolo não foi eficiente para formar um wormhole que aumentasse a permeabilidade dessa amostra, facilitando o fluxo de fluido através dela. A figura 5.10 ilustra esse comportamento 3D. Apesar de ser o mais fragmentado, esse canal é pouco tortuoso em relação aos outros, com uma tortuosidade igual a 1,7 e com isso seu comprimento está entre os três menores deste estudo (121,5 mm).

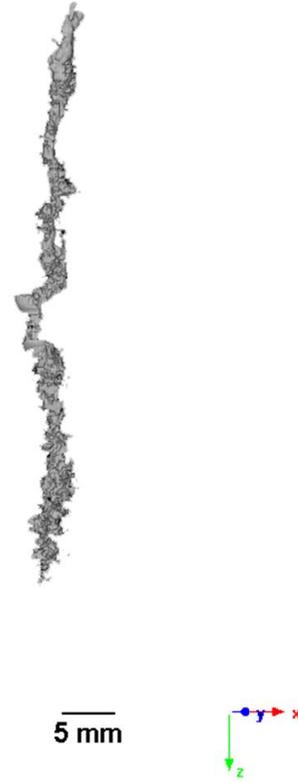
a) Poros antes



b) Poros depois



c) Canal principal



d) Rocha + Canal

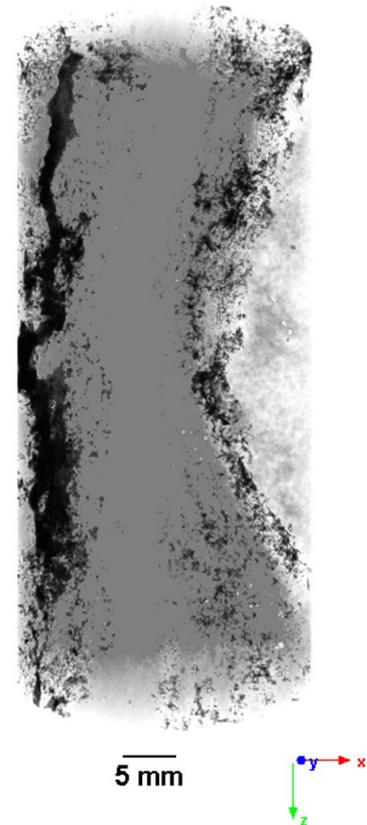


Figura 5.10: Modelos 3D dos poros (a) antes e (b) depois do ensaio, do (c) canal principal da amostra D e (d) da rocha mais o canal ramificado.

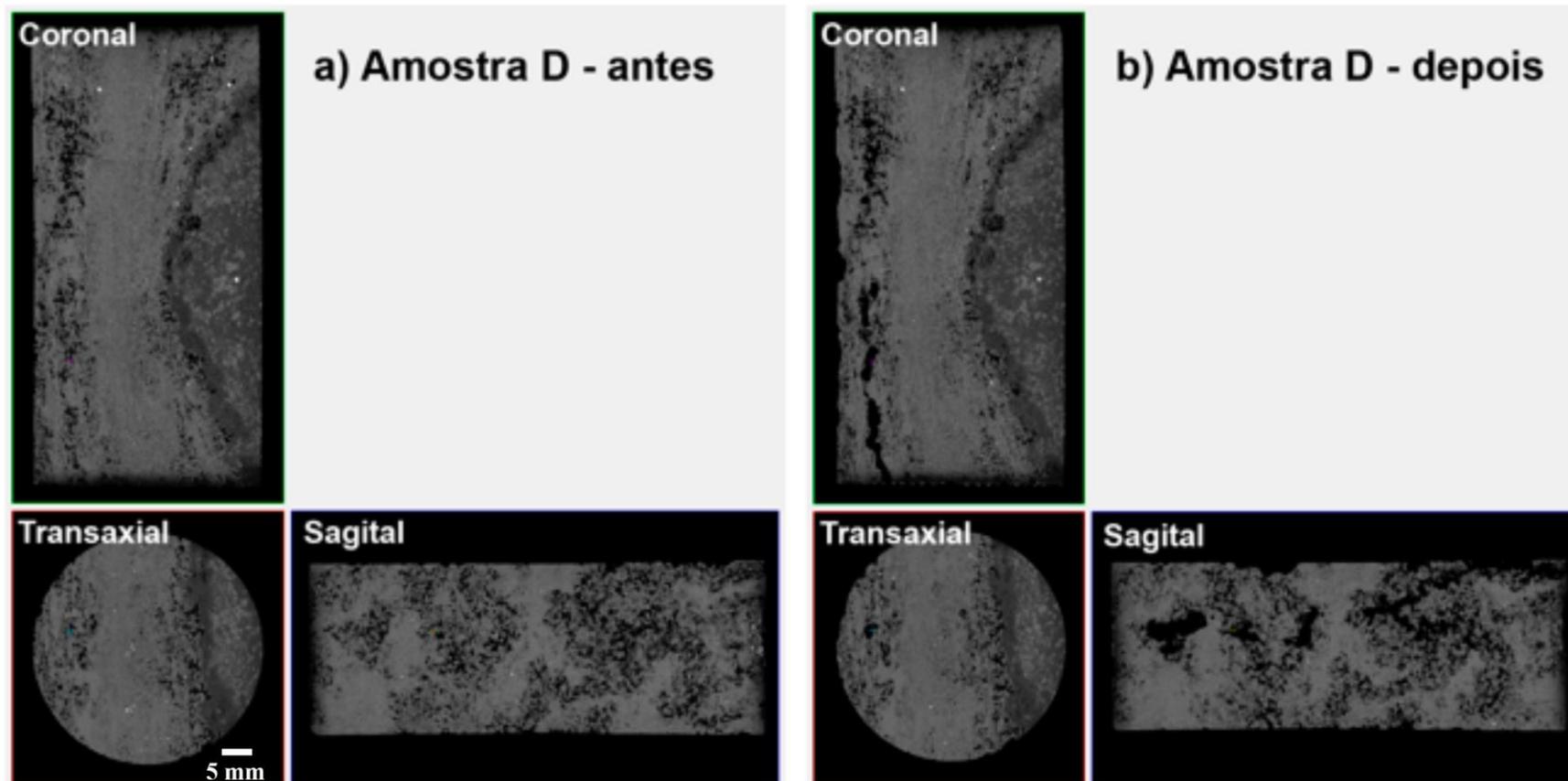


Figura 5.11: Visualizações 2D das seções coronal, transaxial e sagital da amostra D antes e depois do processo de acidificação.

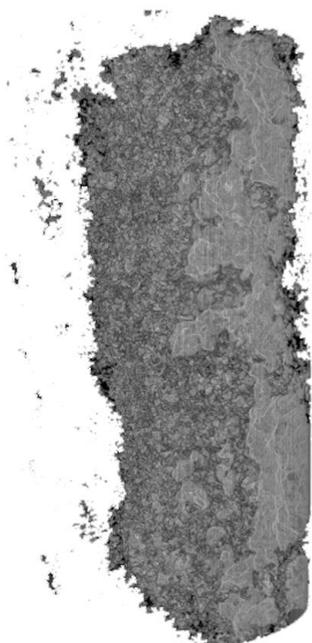
5.5 Amostra E

A porosidade da amostra E aumentou com a injeção de HCl, isto é, foi de 5562,72mm³ para 9304,41mm³. Destes 9304,41mm³, 1399,43mm³ representam o maior canal conectado 3D. Este volume do canal equivale à 15% do espaço poroso da rocha após a acidificação.

O protocolo utilizado na amostra E tem um grande volume de ácido (240 ml) e uma pressão de injeção muito baixa, igual a 1 psi, a menor entre todos os ensaios. O aumento da porosidade foi significativo (57 % aproximadamente), porém o canal formado é muito volumoso na face de entrada do ácido e bem estreito na face de saída (Figura 5.12). Isso ocorre porque a maior parte do ácido foi consumida no início do ensaio.

Este ensaio gerou o canal mais tortuoso ($\tau = 2,5$) e conseqüentemente um dos maiores canais formados (154,0 mm). O índice de fragmentação foi um dos menores encontrados ($-0,4 \text{ mm}^{-1}$). Uma característica importante dessa amostra é a concentração da maioria dos poros na faixa central da amostra, isso fica bem claro nas seções 2D antes da acidificação mostradas na figura 5.13a e também no modelo 3D da figura 5.12a. Como esperado o ácido seguiu este caminho e o canal se formou exatamente nessa região (Figura 5.13b, na altura do *slice* 1821). Como resultado, foi obtido um canal com grande variação de espessura (figura 5.2) e muito tortuoso.

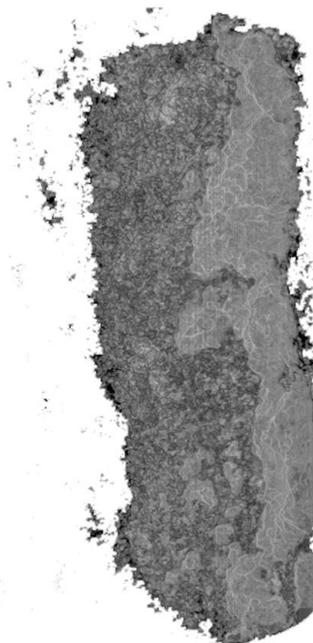
a) Poros antes



5 mm



b) Poros depois



5 mm



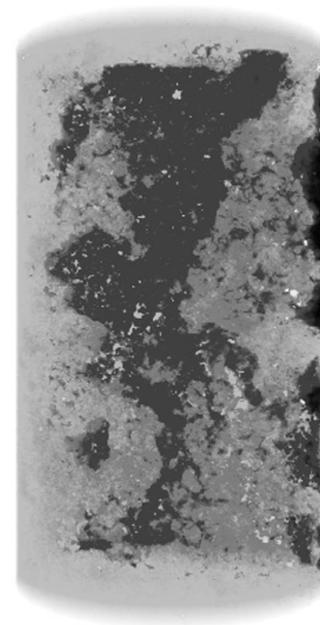
c) Canal principal



5 mm



d) Rocha + Canal



5 mm



Figura 5.12: Modelos 3D dos poros (a) antes e (b) depois do ensaio, do (c) canal principal da amostra E e (d) da rocha mais o canal ramificado.

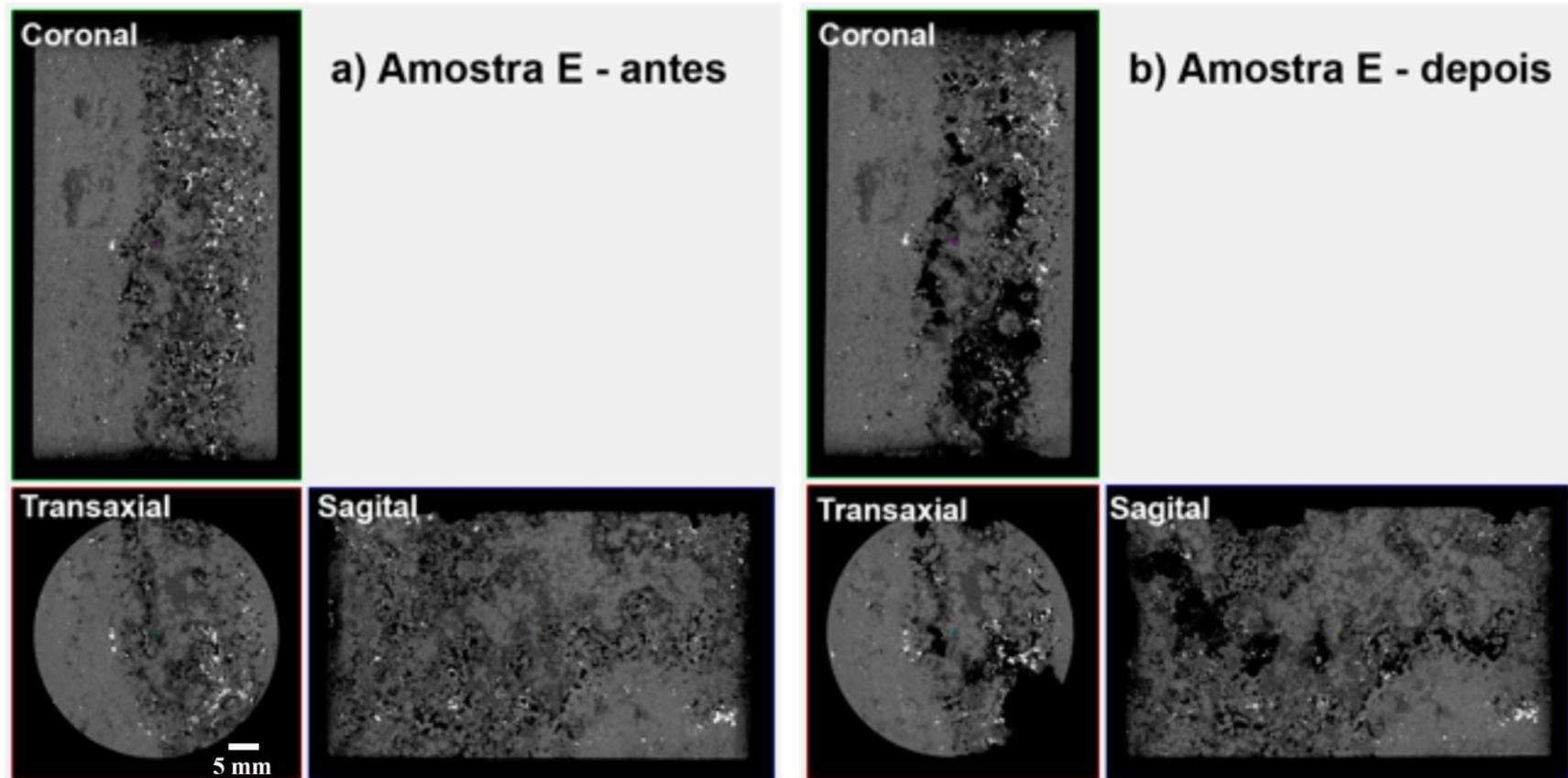


Figura 5.13: Visualizações 2D das seções coronal, transaxial e sagital da amostra E antes e depois do processo de acidificação.

5.6 Amostra F

O resultado do processo de acidificação da amostra F foi surpreendente quando comparado aos demais resultados. O volume de poros que era de $1695,36\text{mm}^3$, passou para $3271,23\text{mm}^3$, ou seja, quase o dobro. Destes $3271,23\text{mm}^3$, $574,27\text{mm}^3$ representam apenas o maior canal conectado 3D. Este valor equivale à 17% do espaço poroso da rocha após a injeção de ácido.

O ensaio da amostra F foi o único com uma vazão de injeção igual a $0,5\text{ cc/min}$. Os valores de volume e pressão escolhidos foram, 120 ml e 50 psi , respectivamente. Esse ensaio gerou o maior aumento de porosidade entre as seis amostras estudadas, sendo de 98% aproximadamente. É possível analisar as seções 2D desta amostra antes e depois da acidificação, na altura do *slice* 1812, na figura 5.15.

O canal criado tem uma espessura maior apenas nos primeiros 14 mm e depois sua espessura diminui e se mantém linear até o final (Figura 5.2 e 5.14) sem afunilar na face de saída do ácido. Foi o canal mais linear, ou menos fragmentado, e com autovalores do grau de anisotropia com maior intensidade antes do processo de acidificação.

Foi o terceiro canal mais tortuoso, com uma tortuosidade igual a $1,8$ e também o terceiro maior canal formado ($L= 123,2\text{ mm}$). Com isso, concluímos que este ensaio gerou o melhor canal entre todos os ensaios analisados neste trabalho.

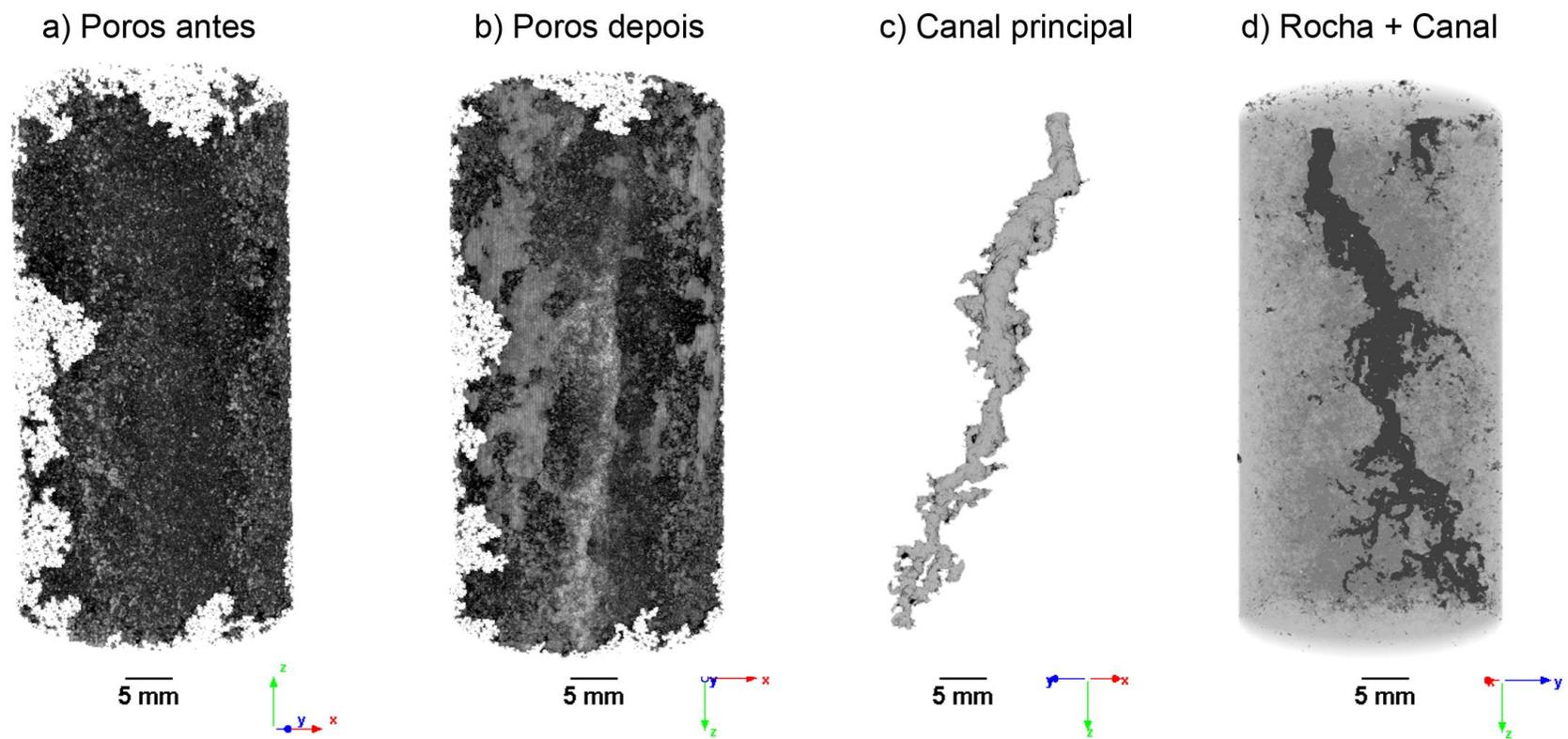


Figura 5.14: Modelos 3D dos poros (a) antes e (b) depois do ensaio, do (c) canal principal da amostra Fe (d) da rocha mais o canal ramificado.

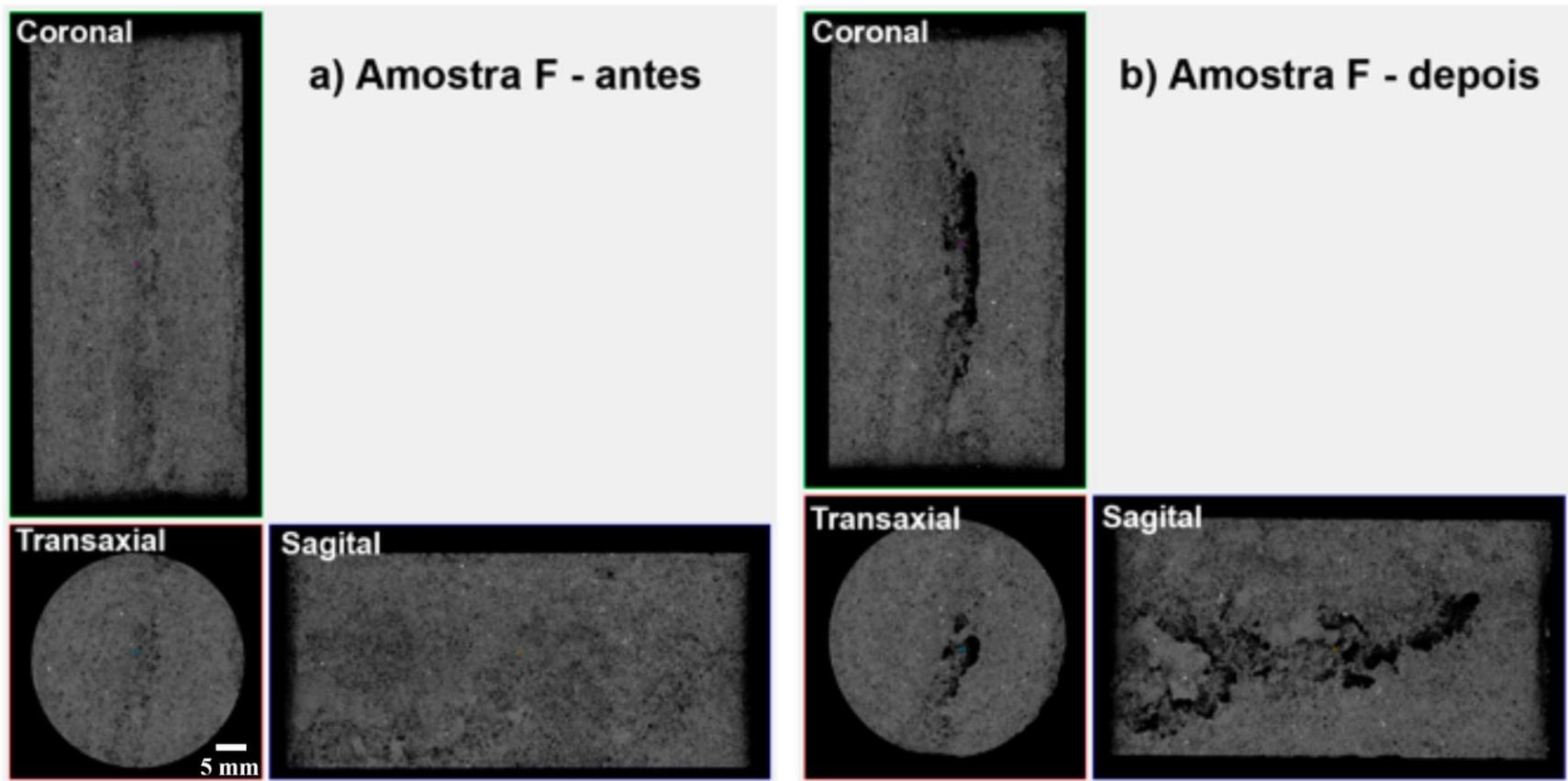


Figura 5.15: Visualizações 2D das seções coronal, transaxial e sagital da amostra A antes e depois do processo de acidificação.

5.7 Discussão geral

Ao acidificar os plugues de rochas carbonáticas provenientes do Pre-sal com HCl sendo os mesmos caracterizados através da micro-CT 3D verificou-se um aumento da porosidade total dos corpos de prova e, em todos os casos os canais de escoamento, chamados wormholes, foram criados, mostrando assim que esse aumento da porosidade também pode significar um aumento da conectividade dos poros, como mostrou QAJAR *et al.*, (2012).

A micro-CT avaliou não destrutivamente a porosidade total dos plugues carbonáticos de forma 3D. A avaliação das amostras antes do ensaio de acidificação mostra que entre todas as amostras estudadas o maior valor de porosidade total antes do ensaio de acidificação é o da amostra B (9,7%). Em segundo lugar está a amostra E com 8,6%, em terceiro a amostra C (5,2%), em quarto a amostra D (4,1%), em quinto a amostra A com 2,7% e a menor porosidade total encontrada antes da acidificação foi na amostra F com 2,3%. A avaliação depois do ensaio mostrou um aumento considerável da porosidade em todas as amostras (A = 77%, B = 27%, C = 17%, D = 24%, E = 57% e F = 98%), com destaque para o aumento da amostra F em que a porosidade quase dobrou de valor. Com esses resultados, pode-se sugerir que a acidificação com HCl aumentou a porosidade dos plugues estudados, criando canais principais e secundários o que insinua um possível aumento na eficiência do escoamento de fluidos nesses corpos de provas experimentados nas condições de laboratórios já explicitadas nos capítulos anteriores. Com exceção do protocolo experimental de acidificação da denominada amostra D, que teve o volume de ácido injetado igual à 50 ml e uma pressão de injeção de 6 psi, neste caso o ensaio de acidificação não foi eficiente ao ponto de fazer o ácido atravessar toda amostra.

Em todos os ensaios realizados nesse trabalho de tese de doutorado houve um aumento de porosidade total considerável, sendo o menor deles igual a 17% referido a amostra denominada B (com volume de ácido injetado igual à 110 ml e pressão de injeção de 170 psi) e o maior de 98% na amostra F (com volume de ácido injetado igual à 120 ml e pressão de injeção de 50 psi). A maioria dos canais formados segue a tendência de se afunilar perto da face de saída do ácido. Isso não aconteceu apenas na amostra B e na F, em que a espessura do canal se manteve linear até o final, sugerindo que as condições de operação de acidificação destas duas amostras podem atingir uma penetração muito maior nessas rochas do que os demais casos estudados, pelo menos nas condições experimentais laboratoriais em que os ensaios de acidificação foram realizados no CENPES/PETROBRAS (departamento de Interação Rocha Fluido).

Os modelos 3D dos poros dos plugues das rochas carbonáticas provenientes do Pre-Sal apresentados nas figuras 5.4, 5.6, 5.8, 5.10, 5.12 e 5.14, mostram claramente uma distribuição espacial heterogênea, havendo regiões de grandes aglomerações de porosidade, como por exemplo, nas laterais da amostra D (figura 5.10) ou no centro da amostra E (figura 5.12). Essa característica pode ser atribuída à natureza desse tipo de rocha carbonática que tem uma rede de poros e composição mineralógica heterogênea (SIDDIQUI *et al.*, 2006).

De posse dos resultados de micro-CT, principalmente através das imagens 3Ds foi possível demonstrar a tendência do ácido sempre seguir a região de maior porosidade já prevista por IZGEC *et al.* (2010), pois todos os canais criados nestes ensaios seguiram esse padrão. Essa característica também é claramente mostrada nas visualizações 2D das seções coronal, transaxial e sagital das amostras de rochas carbonáticas do Pre-sal (Figuras 5.5, 5.7, 5.9, 5.11, 5.13 e 5.15). Nas amostras D (com volume de ácido injetado igual à 50 ml e pressão de injeção de 6 psi) e E (com volume de ácido injetado igual à 240 ml e pressão de injeção de 1 psi) é possível notar regiões de concentração dos poros, indicando um caminho preferencial para o ácido HCl injetado nos plugues.

As amostras A, B, C, D e E tiveram a mesma vazão de injeção de 1cc/min e os parâmetros que variaram nesses cinco ensaios foram o volume de ácido injetado e a pressão de injeção. Estes dois parâmetros tiveram influência direta no tipo de canal formado, que nas amostras A, C, D e E foram do tipo cônico, e na amostras B o wormhole se formou linearmente, ou seja, sem afunilar no final o que se refere a um canal tipo dominante (SANTOS & FERREIRA, 2015). Apenas a amostra F teve uma vazão de injeção diferente (0,5 cc/min) que gerou um canal linear do tipo dominante, obtendo o melhor resultado entre todas as amostras analisadas. Duas características que se destacam nas amostras B e F antes do processo de acidificação, em que foram obtidos os canais mais lineares, são a intensidade dos autovalores do grau de anisotropia para a amostra F e a densidade de conectividade para a amostra B. A densidade de conectividade da amostra B é a maior ($8,99 \text{ mm}^{-3}$), e com uma diferença considerável em relação as outras amostras, e a intensidade do autovalores da amostra F difere bastante das outras amostras, que têm intensidades muito próximas. Essas características podem ter influenciado diretamente o tipo de canal formado. Por isso, é possível pensar em ampliar este estudo avaliando também esses parâmetros geométricos para matriz da rocha, pois como mostrado por LOUIS *et al.* (2003), características, como por exemplo a anisotropia, podem depender da rede de poros ou da disposição e cimentação da matriz da rocha. Então caracterizar os grãos pode

proporcionar o entendimento completo do comportamento do reservatório em relação à fluxo de fluidos através da rocha.

Para ARZILLI *et al.* (2015), a porosidade e a conectividade dos poros são propriedades fundamentais de uma rocha, e precisam ser caracterizadas para avaliar quantitativamente o comportamento hidráulico de um meio poroso. Por isso a caracterização do meio poroso de rochas reservatório é tão importante antes e depois do processo de acidificação, pois através de cada um dos parâmetros analisados é possível aumentar a produção desse poço.

Capítulo 6

Conclusão

A micro-CT se mostrou uma potencial técnica não destrutiva altamente adequada para o estudo do espaço poroso de rochas carbonáticas, que por natureza são altamente heterogêneas. A possibilidade de obtenção da morfologia estrutural do comportamento 3D dos canais internos formadores nos plugues submetidos a ensaios químicos, tal como o ensaio de acidificação com utilização de HCl se mostrou um sucesso, inclusive evidenciou o maior canal conectado dentro das condições experimentais de laboratório que foram ensaiadas. A grande limitação encontrada nessa investigação diz respeito ao limite do tamanho de pixel a ser utilizado nos plugues estudados, uma vez que o mesmo está diretamente relacionado à dimensão das amostras (aproximadamente 80 mm de altura e 38 mm de diâmetro), o que influencia diretamente na resolução espacial utilizada.

Referências

- ANDREUCCI, R., 2003. *Apostila de Radiologia Industrial*. Fonte: <http://www.infosolda.com.br/andreucci>.
- APPOLONI C. R., FERNANDES, C.P., RODRIGUES, C.R.O., 2007, "X-ray microtomography study of a sandstone reservoir rock", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, v. A 580, pp. 629–632.
- ARZILLI, F., CILONA, A., MANCINI, L., TONDI, E., 2015, "Using synchrotron X-ray microtomography to characterize the pore network of reservoir rocks: A case study on carbonates". *Advances in Water Resources*, <http://dx.doi.org/10.1016/j.advwatres.2015.07.016>
- BAKER, D.R., MANCINI, L., POLACCI, M., HIGGINS, M.D., GUALDA, G.A.R., HILL, R.J., RIVERS, M.L., 2012, "An introduction to the application of X-ray microtomography to the three-dimensional study of igneous rocks", *Lithos*, v. 148, pp. 262-276.
- BECKERS, E., PLOUGONVEN, E., ROISIN, C., HAPCA, S., LÉONARD, A., DEGRÉ, A., 2014, "X-ray microtomography: A porosity-based thresholding method to improve soil pore network characterization?", *Geoderma*, v. 219-220, pp. 145-154.
- BIDGOLI, M.N., JING, L., 2014, "Anisotropy of strength and deformability of fractured rocks", *Engineering Geology*, v. 169, pp. 80–90.
- BRADLEY, H. B., 1987, *Petroleum Engineering Handbook*. Texas, Society of Petroleum Engineers Richardson.
- BUCHELI, A. J., 2005, *Estudo de Propriedades e Comportamento Geomecânico de Rochas-Reservatório*. Dissertação de M.Sc, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- COSTA, P. R., ARAUJO, E. C. A., 2010, "Aplicação do algoritmo FDK para reconstrução de imagens tomográficas multicortes", *Revista Brasileira de Engenharia Biomédica*, v. 26, n. 2 (Ago), pp. 105-120.
- CHIBA, K., ITO, M., OSAKI, M., UETANI, M., SHINDO, H., 2011, "In vivo structural analysis of subchondral trabecular bone in osteoarthritis of the hip using multi-detector row CT", *Osteoarthritis and Cartilage*, v. 19, pp.180-185.

ECONOMIDES, J. M., HILL, D. A., EHLING-ECONOMIDES, C., 1994, *Petroleum Production Systems*. Prentice-Hall PTR, Prentice Hall. Inc, New Jersey 07458, ISBN 0-13-658683-X.

ECONOMIDES, M., NOLTE, K., 2000, *Reservoir Stimulation*. 3rd edition, John Wiley & Sons, Ltd, New York.

EPSTEIN, N., 1989, "On tortuosity and the tortuosity factor in flow and diffusion through porous media", *Chemical Engineering Science Journal*, v. 44(3), pp. 777– 779.

FARRELL N.J.C., HEALY D., TAYLOR C.W., 2014, "Anisotropy of permeability in faulted porous sandstones", *Journal of Structural Geology*, v. 63, pp. 50-67.

FELDKAMP, L., DAVIS, L., & KRESS, J., 1984, "Practical Cone-beam Algorithm", *Journal of the Optical Society American*, v. 1, n. 6, pp. 612-619.

FILHO, O. M., NETO, H. V., 1999, *Processamento Digital de Imagens*. Rio de Janeiro, Brasport. ISBN 8574520098.

FORSBERG, F., 2008, *X ray Microtomography and Digital Volume Correlation for Internal Deformation and Strain Analysis*. Doctoral Thesis. Lulea University of Technology, Luleå, Norrbotten, Suécia.

FREDD, C. N., FOGLER, H. S., 1998a, "Influence of transport and reaction on wormhole formation in porous media", *American Institute of Chemical Engineers Journal*, v. 44, n 9 (Sep), pp. 1933-1949.

FREDD, C. N., FOGLER, H. S., 1998b, "The influence of chelating agents on the kinetics of calcite dissolution", *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 204, pp. 187-197.

FUSSEIS, F., XIAO, X., SCHRANK, C., DE CARLO, F., 2014, "A brief guide to synchrotron radiation-based microtomography in (structural) geology and rock mechanics", *Journal of Structural Geology*, vol. 65, pp. 1-16.

GLOVER, P., 2011, *Petrophysics MSc Petroleum Geology*. London: Imperial College.

GONZALEZ, R. C.; WOODS, R. E., 2000, *Processamento de Imagens Digitais*, Edgard Blucher.

GONZALEZ, R., WOODS, R., 2001, *Digital Images Processing*. New Jersey: Prentice Hall.

- GOUZE, P., LUQUOT, L., 2011, "X-ray microtomography characterization of porosity, permeability and reactive surface changes during dissolution", *Journal of Contaminant Hydrology*, v. 120, pp. 45-55.
- HARIGAN, T., MANN, R.W., 1984, "Characterization of microstructural anisotropy in orthotropic materials using a second rank tensor", *Journal of Materials Science*, v. 19, pp. 761-767.
- IZGEC, O., ZHU, D., HILL, A. D., 2010, "Numerical and experimental investigation of acid wormholing during acidizing of vuggy carbonate rocks", *Journal of Petroleum Science and Engineering*, v. 74, pp. 51-66.
- KETCHAM, R., CARLSON, W., 2001, "Acquisition, optimization and interpretation of x ray computed tomographic imagery: applications to the geosciences", *Computers & Geoscience*, v. 27(4), pp. 381-400.
- KIM, D. G., CHRISTOPHERSON, G. T., DONG, X. N., FYHRIE D. P., YENI Y. N., 2004, "The effect of microcomputed tomography scanning and reconstruction voxel size on the accuracy of stereological measurements in human cancellous bone", *Bone*, v. 35, pp. 1375–1382.
- LAI, P., MOULTON, K., KREVOR, S., 2015, "Pore-scale heterogeneity in the mineral distribution and reactive surface area of porous rocks", *Chemical Geology*, v. 411, pp. 260–273.
- LANDIS, E. N., KEANE, D. T., 2010, "X-ray microtomography", *Materials Characterization*, v. 61, pp. 1305-1316.
- LIMA, I. C. B., 2002, *Quantificação histomorfométrica 2d a partir de tomografia computadorizada 3d*. Dissertação de M.Sc, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- LIMA, I. C. B., 2006, *Caracterização de estruturas internas ósseas através das técnicas de microtomografia computadorizada tridimensional e fluorescência de raios x*. Tese de D.Sc, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- LOUIS, L., DAVID, C., ROBION, P., 2003, "Comparison of the anisotropic behaviour of undeformed sandstones under dry and saturated conditions", *Tectonophysics*, v. 370, pp. 193– 212.

LUQUOT, L., GOUZE, P., 2009, "Experimental determination of porosity and permeability changes induced by injection of CO₂ into carbonate rocks", *Chemical Geology*, v. 265, pp. 148-159.

MACHADO, A. C., 2012, *Estudo de Parâmetros Microestruturais de Rochas-Reservatório para diferentes Resoluções utilizando Microtomografia Computadorizada 3D*. Dissertação de M.Sc, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

MACHADO, A. C., LIMA, I., LOPES, R. T., 2012, "Reservoir rock microstructure evaluation by x-ray microtomography". In: *The Sixth International Conference on Quantum, Nano and Micro Technologies*. Roma, Itália, pp. 65-68, ISBN: 978-1-61208-214-1.

MACHADO, A. C., LIMA, I., LOPES, R. T., 2013a, "Effect of 3D computed microtomography resolution on reservoir rocks", *Radiation Physics and Chemistry*, v. 95, pp. 405-407.

MACHADO, A. C., OLIVEIRA, T. J. L., BITTENCOURT, F., LOPES, R. T., LIMA, I., 2013b, "3D wormhole visualization after carbonate matrix acidizing with EDTA ". In: *Thirteenth International Congress of the Brazilian Geophysical Society*. Rio de Janeiro, Brasil.

MACHADO, A. S., MACHADO, A. C., Lima, I., Lopes, R.T., H. Alves, 2013, *Characterization and quantification of a microtomographic system*. In: ICXRNO 2013: International conference on x-ray and neutron optics, 2013, Noruega. World academy of Science, Engineering and Technology, International Science Index, 2013. v. 79. p. 1715-1721.

MACHADO, A. S., DAL BÓ, P.F.F., LIMA, I., BORGHI, L., LOPES, R., 2015, "X-ray microtomography characterization of carbonate microbialites from a hypersaline coastal lagoon in the Rio de Janeiro State - Brazil", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, v. 784, pp. 574–580.

MARTÍNEZ-MARTÍNEZ, J., FUSI, N., GALIANA-MERINO, J. J., BENAVENTE, D., CROSTA, G.B., 2016, "Ultrasonic and X-ray computed tomography characterization of progressive fracture damage in low-porous carbonate rocks", *Engineering Geology*, v.200, pp.47–57.

MAYO, S., JOSH, M., NESTERETS, Y., ESTEBAN, L., PERVUKHINA, M., CLENNELL, M. B., MAKSIMENKO, A., HALL, C., 2015, "Quantitative micro-porosity characterization

using synchrotron micro-CT and xenon K-edge subtraction in sandstones, carbonates, shales and coal", *Fuel*, v. 154, pp. 167–173.

McDUFF, D. R., SHUCHART, C. E., JACKSON, S. K., POSTL, D., BROWN, J. S., 2010, "Understanding wormholes in carbonates: unprecedented experimental scale and 3D visualization". In: SPE Annual Technical Conference and Exhibition, pp. 1-9, Florence, Set.

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

MORSY, S., HETHERINGTON, C. J., SHENG, J. J., 2015, "Effect of low-concentration HCl on the mineralogy, physical and mechanical properties, and recovery factors of some shales", *Journal of Unconventional Oil and Gas Resources*, v. 9, pp. 94–102.

MULLER R., KOLLER, B., HILDEBRAND, T., LAIB A., GIANOLINI S., RÜEGSEGGER P., 1996, "Resolution dependency of microstructural properties of cancellous bone based on three-dimensional tomography", *Technol Health Care*, v. 4, pp. 113–119.

NOIRIEL, C., LUQUOT, L., MADÉ, B., *et al.*, 2009, "Changes in reactive surface area during limestone dissolution: An experimental and modeling study", *ChemicalGeology*, v. 265, pp. 160-170.

ODGAARD, A., 1997, "Three-dimensional methods for quantification of cancellous bone architecture", *Bone*, v. 20, pp. 315-328.

OLIVEIRA, M. F. S., 2012, *Avaliação de meios geológicos porosos por técnicas atômicas e nucleares*. Dissertação de M.Sc, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

PALCHIK, V., HATZOR, Y., 2002, "Crack damage stress as a composite function of porosity and elastic matrix stiffness in dolomites and limestones", *Engineering Geology*, v. 63, pp. 233-245.

QAJAR, J., FRANCOIS, N., ARNS, C. H., 2012, "Micro-tomographic characterization of dissolution-induced local porosity changes including fines migration in carbonate rock". In: SPE EOR Conference at Oil and Gas West Asia, pp. 1-18, Muscat, Abr.

RENGHINI, C., GIULIANI, A., MAZZONI, S., BRUN, F., LARSSON, E., BAINO, F., VITALE-BROVARONE, C., 2013, "Microstructural characterization and in vitro bioactivity of porous glass-ceramic scaffolds for bone regeneration by synchrotron radiation X-ray microtomography", *Journal of the European Ceramic Society*, v. 33, pp. 1553–1565.

ROSA, A., CARVALHO, R., & XAVIER, J., 2006, *Engenharia de Reservatórios de Petróleo*. Rio de Janeiro: Editora Interciência LTDA.

RÖTTING, T. S., LUQUOT, L., CARRERA, J., CASALINUOVO, D. J., 2015, "Changes in porosity, permeability, water retention curve and reactive surface area during carbonate rock dissolution", *Chemical Geology*, v. 403, pp. 86–98.

SANTOS E. S. R., FERREIRA, F. H., 2015, "Wellbore Stability Model for Standalone Liner Completed Wells in Carbonate Reservoirs Subjected to Acidizing Jobs - I". *Dissolution-Induced Mechanical Weakening Model*. In: Offshore Technology Conference, OTC Brasil, 27-29 October, Rio de Janeiro, Brazil. <http://dx.doi.org/10.4043/26290-MS>

SHECHTER, R. S., 1992, *Oil Well Stimulation*, Prentice Hall, New Jersey.

SIDDIQUI, S., NASR-EL-DIN, H. A., KHAMEES, A. A., 2006, "Wormhole initiation and propagation of emulsified acid in carbonate cores using computerized tomography", *Journal of Petroleum Science and Engineering*, v. 54, pp. 93-111.

SILVA, A. M., 2009, *Análise morfométrica 2D e 3D de amostras de osso trabecular utilizando microtomografia tridimensional por raios x*. Dissertação de M.Sc., EESC/USP, São Carlos, SP, Brasil..

SKYSCAN, 2011a. *SkyScan 1173 User Guide*. Fonte: <http://www.skyscan.be>

SKYSCAN, 2011b. *NRecon User Guide*. Fonte: <http://www.skyscan.be>

SKYSCAN, 2013a. *The user's guide CT-Analyser*. Fonte: <http://www.skyscan.be>

SKYSCAN, 2013b. *Morphometrics Parameters in CT-Analyser*. Fonte: <http://www.skyscan.be>

SOUZA, J. F., VIDAL, F. W. H., 2005, *Rochas Carbonáticas*. In: CT2005-173-00, Centro de Tecnologia Mineral, UFRJ, Rio de Janeiro.

STOCK, S. R., 2008, *MicroComputed Tomography, Methodology and Applications*, Evanston, CRC Press, ISBN: 978-1-4200-5876-5.

TELES, A.P., LIMA, I., LOPES, R.T., 2016, "Rock porosity quantification by dual-energy X-ray computed microtomography", *Micron*, v. 83, pp. 72–78.

VIDAL, F. V., 2011, *Investigação de microarquitetura óssea através de microtomografia 3D*. Dissertação de M.Sc. UERJ, Nova Friburgo, RJ, Brasil.

VISILOG, 2012, *Visilog 7 ReferenceGuide*. Saint Aubin: Noesis S.A.

VOLTOLINI, M., ZANDOMENEGHI, D., MANCINI, L., POLACCI, M., 2011, "Texture analysis of volcanic rock samples: Quantitative study of crystals and vesicles shape preferred orientation from X-ray microtomography data", *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, v. 202, pp. 83-95.

WHITEHOUSE, W.J., 1974, "The quantitative morphology of anisotropic trabecular bone", *Journal of Microscopy*, v. 101, pp. 153-168.

WILLIAMS, B. B., GIDLEY, J. L. AND SCHECHTER, R. S., 1979, *Acidizing Fundamentals*, SPE Monograph Series, Vol. 6

XAVIER, A. R., 2013, "Caracterização de reservatórios". *Boletim SBGf*, 84, 16-19.

XAVIER, A. R., 2011, "Propriedades físicas das rochas". *Boletim SBGf*, 1, 12-16.

XAVIER, R., SIMOES, F., BRAGA, I., 2013, *Fluidos para estimulação de poços – acidificação e fraturamento hidráulico*. Departamento de Engenharias e Tecnologia, UFES, São Mateus.

YOUNG, I. T., GERBRANDS, J. J., VAN VLIET, L. J., 1998, *Fundamentals of Image Processing*. Delft: Delft University of Technology. ISBN 90–75691–01–7.

YUN, T. S., JEONG, Y. J., KIM, K. Y., MIN, K., 2013, "Evaluation of rock anisotropy using 3D X-ray computed tomography", *Engineering Geology*, v. 163. pp. 11–19.

ZENG, L., ZHAO, J., ZHU, S., XIONG, W., HE, Y., CHEN, J., 2008, "Impact of rock anisotropy on fracture development", *Progress in Natural Science*, v. 18, pp. 1403–1408.

Apêndice

Antes do processo de acidificação foram feitas análises com as técnicas de difração de raios X (XRD) e micro-fluorescência de raios X (μ XRF) no Laboratório de Análises Químicas de Interação Rocha-Fluido (LAQIRF) do CENPES/Petrobrás. Os resultados dessas análises foram fornecidos pela empresa e estão descritos abaixo. Mais detalhes sobre essas análises não podem ser divulgados, devido ao contrato de sigilo com a empresa.

Nas análises de XRD todas as amostras apresentaram calcita, dolomita e quartzo em sua constituição, apenas a amostra F apresentou um baixo percentual de Hematita (2,1%). A amostra B, foi a única a apresentar um maior percentual de dolomita (78,2%), pois todas as outras amostras apresentaram um percentual acima de 50% de calcita. As amostras E e F apresentaram um percentual maior de quartzo do que de dolomita, o que não foi encontrado nas outras amostras.

A tabela A1 e a figura A1 mostram os resultados das análises de difração de raios x de cada uma das amostras.

Tabela A1: Resultados de DRX de cada amostra

| Descrição | Calcita | Dolomita | Quartzo | Heamtita |
|------------------|----------------|-----------------|----------------|-----------------|
| Amostra A | 55,1% | 40,4% | 4,5% | - |
| Amostra B | 13,0% | 78,2% | 8,8% | - |
| Amostra C | 51,6% | 45,7% | 2,7% | - |
| Amostra D | 75,8% | 16,6% | 7,6% | - |
| Amostra E | 61,0% | 7,4% | 31,6% | - |
| Amostra F | 55,9% | 18,7% | 23,3% | 2,1% |

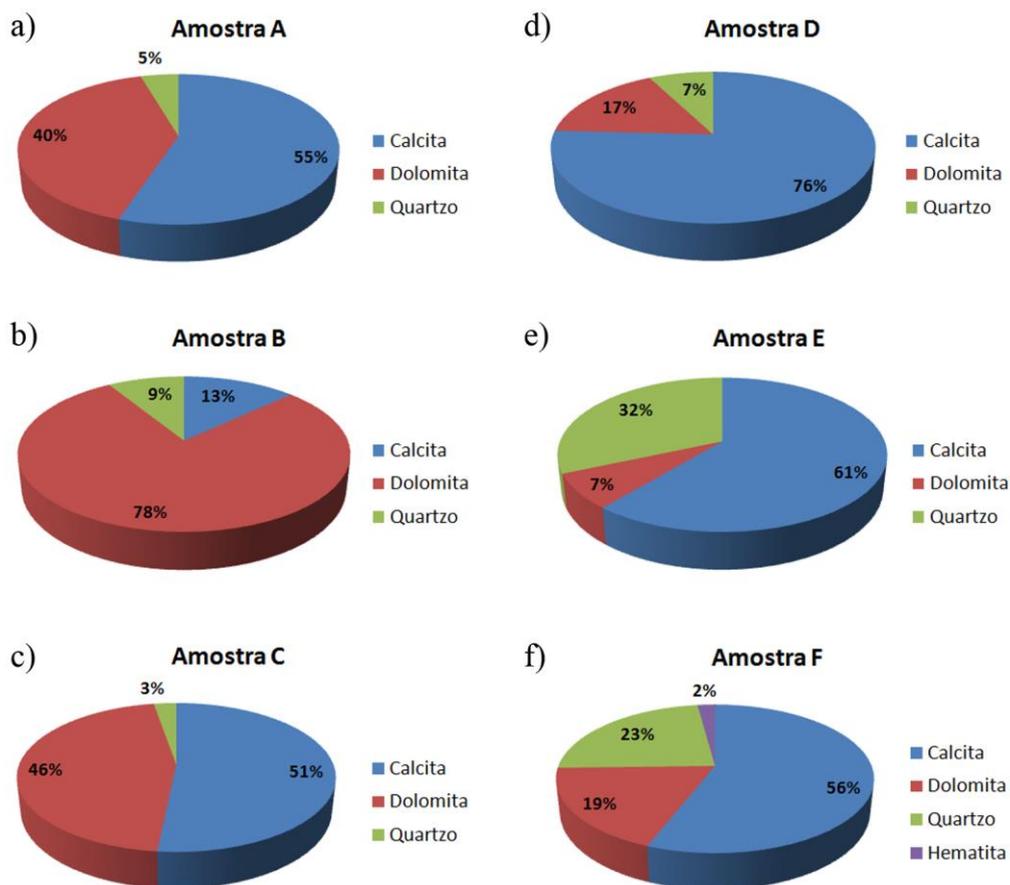


Figura A1: Resultados das análises de DRX.

Nas análises de μ XRF foram feitos mapeamentos apenas da superfície do plugue. Os resultados encontrados estão de acordo com os resultados de XRD. Todas as amostras apresentaram cálcio (Ca), magnésio (Mg) e silício (Si) que, respectivamente, correspondem com a presença de Calcita (CaCO_3), Dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) e Quartzo (SiO_2). Outros elementos também foram encontrados, tais como, o enxofre (S), o estrôncio (Sr), o ferro (Fe), o cloro (Cl), o potássio (K) e Sódio (Na).

A figura A2 mostra o mapeamento do topo das amostras. A amostra A possui duas imagens, pois a sobreposição só pode ser feita com apenas 6 elementos. Por isso a figura 4.3a-ii representa a sobreposição com o elemento ferro que não pôde ser incluído na figura 4.3a-i. Em seguida, a imagem 4.3b mostra o topo da amostra B, a 4.3c o topo da amostra C, 4.3d mostra o topo da amostra D, a 4.3e o topo da amostra E e a 4.3f mostra o topo da amostra F.

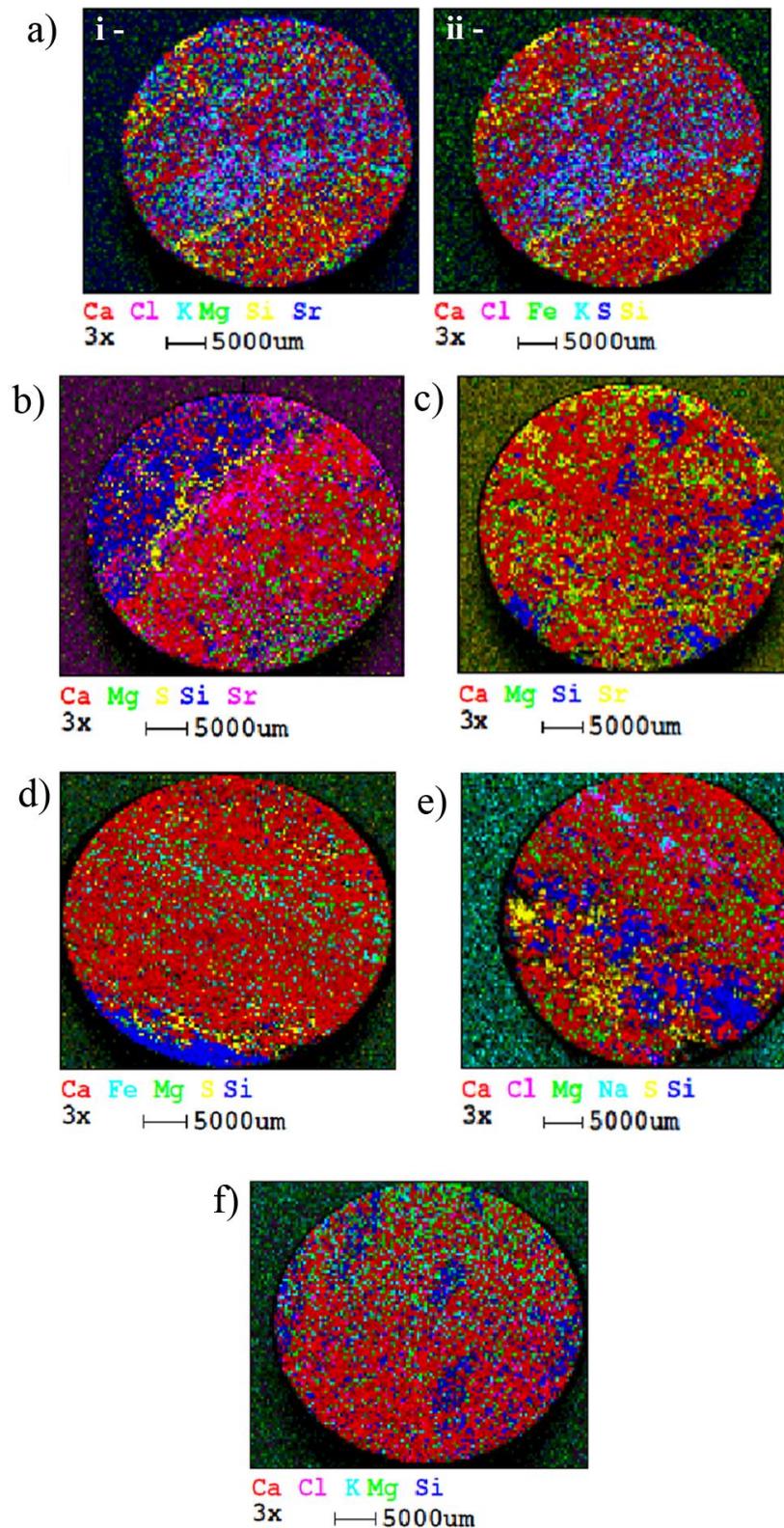


Figura A2: Resultados das análises de μ XRF. 4.3a-i e 4.3a-ii mostra o mapeamento do topo da amostra A, 4.3b da amostra B, 4.3c da amostra C, 4.3d da amostra D, 4.3e da amostra E e 4.3f da amostra F.

Anexo

Nesta seção estão anexados dois artigos sobre o tema desta tese, que foram publicados na revista *Applied Radiation and Isotopes* em 2016 e 2015, intitulados "*Porous media investigation before and after hydrochloric acid injection on a pre-salt carbonate coquinas sample*" e "*X-ray microtomography of hydrochloric acid propagation in carbonate rocks*", respectivamente. Além disso, tem o resumo do trabalho apresentado no Colloquium Spectroscopicum Internationale realizado em Figueira da Foz, Portugal em 2015, intitulado "*Carbonate rocks pore network connectivity anisotropy*" e o artigo completo apresentado no 13º Congresso Internacional da Sociedade Brasileira de Geofísica, realizado no Rio de Janeiro em agosto de 2013, intitulado "*3D wormhole visualization after carbonate matrix acidizing with EDTA*".



Porous media investigation before and after hydrochloric acid injection on a pre-salt carbonate coquina sample



A.C. Machado^a, A.P. Teles^a, A. Pepin^b, N. Bize-Forest^c, I. Lima^a, R.T. Lopes^{a,*}

^a Nuclear Engineering Program, Federal University of Rio de Janeiro, PO. Box 68509, 21941-972 Rio de Janeiro, Brazil

^b Nuvex, Rio de Janeiro, Brazil

^c Schlumberger BRG, Rio de Janeiro, Brazil

HIGHLIGHTS

- Porous space characterization is an important data of the carbonate reservoir.
- Microtomography provides quantitative information about rock porous network.
- Characterization of internal rock structures as wormhole formation.
- Different image processing programs can be used to quantify the porous space.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 18 May 2015

Received in revised form

18 December 2015

Accepted 5 January 2016

Available online 6 January 2016

Keywords:

X-ray

Microtomography

Coquina

Carbonate

Pre-salt

Porosity

ABSTRACT

Porous space characterization of carbonate rocks is an important aid in petroleum exploration from carbonate reservoir. In this study, X-ray microtomography technique was applied to evaluate total porosity of a coquina sample extracted from pre-salt reservoir in Brazil, before and after acid injection. Two image processing program were used in order to assess performance. The results showed that microtomography has potential to compute porosity of coquina samples and provides information about rock porous network.

© 2016 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

The pre-salt region on southeast Brazil coast was originated around 160 million years ago, during the separation of South America from Africa. The deposition of sediments and the sea water created conditions for the growth of spedal bacterial colonies. The secretion of these bacterial and precipitations of carbonate salts formed the carbonate rocks in the regions where the oil was found. Important oil reservoirs in Santos basin (Brazil coast), representing a huge volume of oil and gas, are composed of coquina, a sedimentary rock that is composed either wholly or almost entirely of the transported fragments of the shells of mollusks or other invertebrates. Coquina reservoirs present a major challenge for exploring new wells, since they are apparently

heterogeneous and poorly understood with few similar around the world (Nakano et al., 2009). In this context, the study of coquina reservoir behavior is essential to enable the exploration of resources, mainly in order to improve the productivity of wells.

Acidizing is a widely employed technique to optimize oil and gas extraction by improving the permeability and has been very successful in carbonate reservoirs (Liu et al., 2012). In this process, the injected acid infiltrates in the walls of the well enlarging and connecting the voids. In general, this will form a channel, known as wormhole (Bazin, 2001; Hoefner and Fogler, 1988). In low-permeability carbonate reservoirs, hydrochloric acid (HCl) is more recommended to acidizing process, which is capable to dissolve calcium carbonate easily (McLeod, 1984). Through a high reaction rate of acid, the wormhole extend radially into the rock enlarging and connecting the pores (Siddiqui et al., 2006).

Investigating the acid effect on the porous media of coquina rock is necessary to develop better procedures for oil extraction

* Corresponding author.

E-mail address: ricardo@lnuafg.br (R.T. Lopes).

<http://dx.doi.org/10.1016/j.apradiso.2016.01.005>

0969-8043/© 2016 Elsevier Ltd. All rights reserved.

from the pre-salt reservoir. X-ray computed microtomography (micro-CT) has potential to give insights about the petrophysical characteristics of carbonate rocks because it provides high resolution images of pores and differentiable mineral phases (Oliveira et al., 2012).

The micro-CT consists of performing a series of radiographics under different angles, thereby producing enough information to algorithmically reconstruct a 3D X-ray attenuation map of the sample. One of the main advantages of micro-CT is the non-destructive nature of the technique. It allows one to investigate the interior of an object without sacrificing it.

The recorded images represent a mapping of the detected X-ray attenuation, and during the image acquisition process, the sample is rotated in regular steps generating one radiographic image by step. The visibility of the various features of an object depend on the spatial resolution with which they may be imaged and on the contrast, the features have relative to their surroundings. The dynamic range within the projections is extremely important in dictating the levels of contrast that can be retrieved reliably from reconstructions (Stock, 2008). The radiographic images are reconstructed to form an image using filtered back projection. Analysis suggests that $q\pi/2$ projections are required where q is the number of detector pixels horizontally, such that for a 2048-pixel detector around 3200 projections are recommended. This has developed from the original fan beam technique providing a single tomographic slice (Maire and Withers, 2014). The Feldkamp algorithm is a widely used cone beam filtered back projection algorithm that can be regarded as a natural extension of the fan beam case (Feldkamp et al., 1984). Finally, after reconstruction it is possible to extract information about the sample by specific analysis program. In this study, two different programs were used to quantify the porous space of a coquina sample before and after acidizing and their results were compared.

2. Methodology

The rock core sample used in this study was collected at a quarry in North East Brazil (position: $9^{\circ} 45' 33.93''$ S– $36^{\circ} 9' 17.67''$ W). The core dimensions were 25.4 ± 0.2 mm of diameter and 87.9 ± 0.2 mm of height and it was named 3-1 sample. The core suffered HCl acid injection in Formation Response Tester (FRT). This equipment can hold two different diameter cores, 0.025/0.038 m and up to 0.304 m long and pressure and temperature can reach 34.47 MPa and 148.9 °C, respectively.

Micro-CT images were obtained by using a microfocus desktop system operated at 130 kV (8 W). The core was rotated in steps of 0.5° until a rotation angle of 360° was completed, which generated 720 shadow projections with a pixel size of 20.2 μ m using a flat panel sensor system with 2240×2240 pixel matrix (Hamamatsu C7942SK-25). However a minimal number of projections is recommended, total time of acquisition is related by exposure time, number of angular steps and number of frames (Van Geet et al., 2001), in this sense, it is necessary to adopt one value for this parameter that provides good results without time-consuming. In this study, the set-up adopted is based at previous works using similar samples (Machado et al., 2014), where a total scanning time of 180 min for each core was reached. An aluminum filter of 1.0 mm thickness was used between the X-ray source and the sample to reduce beam hardening artifact caused by lower energy photons attenuation. The shadow projections were rebuilt using NRecon[®] (Skyscan/Brucker, v.1.6.9.4) and Instarecon[®] (Skyscan/Brucker, v.1.3.9.2) program performing adjustments to obtain high quality images (Machado et al., 2014). The algorithm of this program is based on Feldkamp algorithm (Feldkamp et al., 1984). Gaussian smoothing filters with degree of 2, a ring artifact

reduction with level of 10 and a beam hardening artifact correction with a degree of 35% were the parameters used to reduce artifacts. The total reconstruction time was about 95 min for each rock sample.

Two image stacks (approximately 6.8 GB each one) corresponding to the rock core before and after the acidizing procedure were generated. MicroCT raw data is shown in a gray level scale and the histogram of these ranges shows the number of pixels distributed on image established for each gray level from darkest (corresponded to 0) to brightest (corresponded to 255). For many analyses, micro-CT gray scale rock images must be segmented and in this study this procedure was performed by grayscale thresholding. In general, whereas the image has two phases, a minimum value between two peaks in the grayscale histogram of the reconstructed data is sufficient to obtain good structure segmentation. In other work, the object of interest has to be marked. Pixels lower than the threshold value represented empty space (bright areas) while pixels with higher values characterized the object. Therefore, the binary image is created. The main goal of the segmentation process is the separation of the raw image into distinct regions with a correct threshold value. One of the difficulties lies in the polychromatic nature of the beam from the X-ray tube, which the number of its detection varies in a Gaussian distribution. As mentioned above, the histogram of microCT image is used to determine the distribution of percentage of each material present in the sample. In this sense, the range of grays may or may not be overlapping leading in a non accurate threshold determination. Consequently, perfect image separation is a goal that cannot usually be achieved. Thresholding is perhaps the most frequently used procedure to segment an image and, after this operation, the gray levels are remapped to a binary image. In this sense, a suitable threshold level is required, otherwise over or under segmentation can occur. Neither of them contributes to a good image quality characterization since pixels belonging to the same object (or region) are classified as belonging to different segments or vice-versa. A threshold intensity value was defined in order to extract all the solid objects present in the core samples. A global threshold was applied and an optimal value T was chosen by overlapping the original image (gray scale) with the segmented image (black and white – binary). Subsequently, the void space was represented as black pixels while all remaining objects were denoted as white pixels. After proper segmentation a stack of binary images was obtained and the phase volumes were evaluated in order to determine total porosity. 2D or 3D approaches can be used in order to get good quality results, two program development methodologies were used; Avizo Fire[®] (Visualization Science Groups, v.7.1) and SkyscanCTAn[®] (Skyscan/Brucker, v.1.13.11).

Total porosity (%) and pore diameter were computed based on a surface-rendered volume model (Lorenson and Cline, 1987). However, other parameter, such as, the space between the pores, named pore separation, were also evaluated but now in a 2D approach. This parameter is essentially the thickness of the space between the pores within the volume of interest (VOI) in all selected image levels, slice-by-slice.

In order to estimate the influence of wormhole formation in pore space connectivity, the fragmentation index (FrI) was evaluated. This parameter was first defined for trabecular bone (Hahn et al., 1992) applications in which FrI described the connectedness of individual trabeculae in a 2D section. In other words, for our study it means that lower FrI signifies better connected rock lattices while higher FrI means a more disconnected rock structure. This line of thought is correct, in the binary image, white pixels will be represented by the rock structures. In this sense, in a 2D look, FrI can be calculated taking into account the solid perimeter and area before and after image dilatation procedure. This is

because the basic idea of FrI was the fact that all patterns or structures can be described by their relation between concave and convex surface, where concavities indicate connectivity and convexities indicate disconnected structures.

3. Results and discussion

The acidizing procedure influenced all the evaluated parameters and clearly created high permeable channels, which can be named as wormholes. One of the most important functions of this procedure is the stimulation of carbonate reservoirs, which can be very complicate due to their vertical and lateral heterogeneity caused by natural fractures and complex porosity distributions.

Fig. 1 shows the micro-CT models of the 3-1 rock sample. It shows 3D reconstructed cross-section of 3-1 rock sample microstructure before (a) and after (b) the acidizing process, including sagittal (I), coronal (II) and axial (III) views. Inside ROI (region of interest), black areas represent the porous space.

Table 1 shows the quantified parameters of the microstructure evaluated by micro-CT for both Avizo and CTAn program, which show similar results. However, some particularities can be highlighted. The computation cost using CTAn is higher than using Avizo and to solve this problem, sometimes it is necessary to resize the data which may affect final data interpretation. Another aspect is that some parameter evaluations might be very memory consuming to load all the micro-CT image data, which can also be space consuming, making it difficult to compute. On the other hand Fig. 1 shows an advanced Avizo image processing: (IV) the 3D skeletonization for pore network, which is particularly important in reservoir studies.

Total porosity is the volume of all open plus closed pores as a percent of the total ROI volume, e.g., pore volume divided by total volume of the sample (pores and matrix) within the ROI. In 2D this evaluation was performed slice-by-slice, and because of this, results in 2D and 3D are visualized in Table 1. The results show an increase in sample porosity after acidification process, as was expected. The two programs proved to be able to evaluate

this process with images generated from the micro-CT in both 2D as 3D. Average 3D pore diameter is the average of the local thickness of the pores in a solid defined by Hildebrand and Ruesegger (1997) as the diameter of the largest sphere which fulfills two conditions; the sphere encloses the point and the sphere is entirely bounded within the solid surfaces. However, when this parameter is estimated in 2D it requires an assumption about the nature of the structure, which was a parallel plate model (Parfitt et al., 1987). Similarly porosity, the increased average pore diameter was also observed, indicating that part of the porosity increase is due to pores enlargement. Pore separation is basically the rock matrix thickness among the pores as defined in the binary process of the segmentation within the ROI and again model assumption is required. Based on the above results, increased porosity and average pore diameter, decreased separation of the pores was expected and was quantified by both programs. Fragmentation index is an useful approach to compare relative connectivity of the pore space in the rock samples. The results, in both programs, pointed to a decrease of this parameter, meaning that pore space are more connected after acidizing.

2D and 3D total porosity presented different results, which can be attributed to the fact that 2D evaluation by 2D image does not faithfully represent the scanned rock sample. Of course, if no other 3D method is possible, in particular a non-destructive one, the 2D evaluation can give an idea of the representation of the required parameter and the 3D structure inside the 2D images can be recognized. Analogous 2D and 3D relation can be done with other parameters.

Micro-CT examination is limited by the voxel size of the scanning, therefore all the micro pores smaller than these values will be combined into a single voxel (in the smaller voxel size) and thus are not able to be distinguished. Therefore, they will not be counted and the total porosity will be underestimated. In contrast, the micro-pores that are too small to be detected at this resolution are easily analyzable after rock acidizing and an abrupt increase in total porosity after acidizing can be explained.

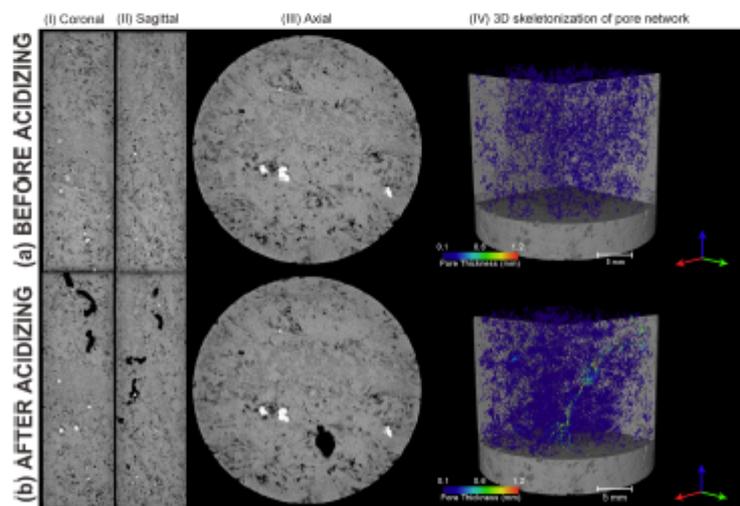


Fig. 1. 3D reconstructed slices (a) before and (b) after HCl acidizing: (I) coronal, (II), sagittal, (III) axial, (IV) skeletonization for pore network.

Table 1
Micro-CT pore network evaluated parameters.

| Parameters | 3D Total porosity (%) | 2D Total porosity (%) | Average 3D pore diameter (mm) | Average 2D pore diameter (mm) | Average 3D pore separation (mm) | Average 2D Pore separation (mm) | Fragmentation index 3D (mm ⁻¹) | Computational cost (min) |
|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------|
| 3-1 Before | | | | | | | | |
| Program Auto | 2.0 | 2.0 | 0.06 ± 0.01 | – | 3.2 ± 0.5 | – | 1034 | 9 |
| Program CTAn | 2.0 | 2.0 | – | 0.06 ± 0.01 | – | 2.7 ± 0.5 | 1600 | 13 |
| 3-1 After | | | | | | | | |
| Program Auto | 3.6 | 3.6 | 0.09 ± 0.01 | – | 2.3 ± 0.4 | – | 969 | 9 |
| Program CTAn | 3.3 | 3.3 | – | 0.07 ± 0.02 | – | 2.1 ± 0.4 | 1525 | 12 |

4. Conclusions

Micro-CT has a great potential to investigate porous media in carbonate rocks providing precious information about the distribution of porous space. In the present study, it allowed the characterization of internal rock structures as wormhole formation. Analysis using two programs showed similar results for porosity calculated, pointing that both programs can reach similar performance under the same conditions.

Acknowledgments

The authors would like to thank CAPES, CNPQ and Schlumberger BRGC.

References

- Bazin, B., 2001. From matrix acidizing to acid fracturing: a laboratory evaluation of acid/rock interactions. *Soc. Pet. Eng. 16* (1), 22–29.
- Feldkamp, L.A., Davis, L.C., Kress, J.W., 1984. Practical cone-beam algorithm. *J. Opt. Soc. Am. A* 1, 612–619.
- Hahn, M., Vogel, M., Pomplius-Kempa, M., Delling, G., 1992. Trabecular bone pattern factor—a new parameter for simple quantification bone microarchitecture. *Bone* 13, 327–330.
- Hildebrand, T., Rueggeger, P., 1997. A new method for the model independent assessment of thickness in three-dimensional images. *J. Microsc.* 185, 67–75.
- Hoefner, M.J., Fogler, H.S., 1988. Pore evolution and channel formation during flow and reaction in porous media. *AIChE J.* 34, 45–54.
- Liu, M., Zhang, S., Mou, J., 2012. Effect of normally distributed porosities on dissolution pattern in carbonate acidizing. *J. Pet. Sci. Eng.* 94–95, 28–39.
- Lorenson, W.E., Cline, H.E., 1987. Marching cubes: a high resolution 3D surface construction algorithm. *Comput. Graph.* 21, 163–169.
- Machado, A.C., Lima, I., Lopes, R.T., 2014. Effect of 3d computed microtomography resolution on reservoir rocks. *Radiat. Phys. Chem.* 95, 405–407.
- Maier, E., Withers, P.J., 2014. Quantitative X-ray tomography. *Int. Mater. Rev.* 59(1), 1–43.
- McLeod, H.O., 1984. Matrix acidizing. *Soc. Pet. Eng. AIME* 36 (12), 2055–2060.
- Nakano, C.M.F., Pinto, A.C.C., Marussq, J.L., Minami, K., 2009. Pre-Salt Santos Basin – extended well test and production pilot in the Tupia area – the planning phase. In: *Proceedings of the Offshore Technology Conference, Houston, TX, 4–7, OTC, 19886*.
- Oliveira, M.F.S., Lima, I., Borghi, L., Lopes, R.T., 2012. X-Ray microtomography application in pore space reservoir rock. *Appl. Radiat. Isot.* 70, 1376–1378.
- Parfitt, A.M., Drezner, M.X., Glorieux, F.H., Kanis, J.A., Malluche, H., Meunier, P.J., Ott, S.M., Recker, R.R., 1987. Bone histomorphometry: standardization of nomenclature, symbols and units. *J. Bone Miner. Res.* 2 (6), 595–610.
- Siddiqui, S., Nasr-El-Din, H.A., Khamees, A.A., 2006. Wormhole initiation and propagation of emulsified acid in carbonate cores using computerized tomography. *J. Pet. Sci. Eng.* 54, 93–111.
- Stock, S.R., 2008. Recent advances in X-ray microtomography applied to materials. *Int. Mater. Rev.* 53 (3), 129–181.
- Van Geet, M., Swennen, R., Wevers, M., 2001. Towards 3-D petrophysical: application of microfocus computer tomography in geological science. *Comput. Geosci.* 27, 1091–1099.

Carbonate rocks pore network connectivity anisotropy

A. C. Machado¹, R.T. Lopes¹ and I. Lima¹

¹ Nuclear Instrumentation Laboratory, PEN/COPPE, Federal University of Rio de Janeiro, RJ, Brazil

alecastro@lin.ufrj.br

The anisotropy and connectivity of the sedimentary rocks porous space are essential petrophysical parameters to the fluids flow comprehension through to these rocks. This comprehension is oil and gas industrial special interest, because from the knowing of these reservoir rocks particularities is possible to characterize a well and also manage their production in order to obtain the best possible performance.

Anisotropy is defined as the physical and mechanical properties variability condition of a rock along different directions. So if there is a preferred direction of the pores or fissures of a rock, this will also be the preferred direction for the flow of fluid through that rock [1;2].

The reservoir usually has horizontal and vertical variations of porosity. The amount, size, geometry and degree of pore connectivity directly control the permeability of the rock and reservoir productivity [3].

This study evaluated the degree of anisotropy and its eigenvalues, the number of Euler and connectivity density of the porous space of six samples of heterogeneous carbonate rocks from the Brazilian pre-salt region through the high resolution X-ray microtomography technique (micro-CT). Micro-CT is a non-destructive analysis technique that allows the assessment of an internal structure of materials with resolution in micron order. With a voltage of 130 kV and a current of 61 μ A were made the microtomography of samples studied using the microtomography system SkyScan / Bruker , model 1173 [4] . The images obtained were reconstructed by software that uses a filtered backprojection algorithm that is based on Feldkamp [5] works generating images from serial sections (slices) to object studied. These slices provides the view of the sample in 2D and in 3D and can be processed digitally, so qualitative and quantitative information can be obtained from these images after they are subjected to a series of mathematical operations such as binarization, removing noise, improved image contrast, etc.

The results showed that the degree of anisotropy of the samples had a small variation, indicating a default result. There was also a default behavior in eigenvalues found showing that these rocks have a transversely isotropic symmetry its network of pores. The density connectivity and the Euler number results indicated more connected pore space for the sample B. Figure 1 shows the 3D model of the pore space of all samples.

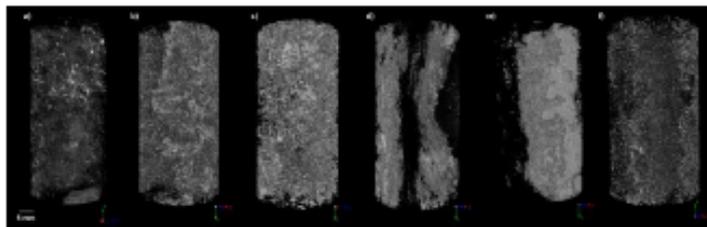


Figure 1: 3D model of the sample A (a), sample B (b), sample C (c), sample D (d), sample E (e) and sample F (f).

References

- [1] Bidgoli, M.N., Jing, L., *Engineering Geology*, 169, 80–90 (2014).
- [2] Zeng, L., Zhao, J., Zhu, S., Xiong, W., He, Y., Chen, J., *Progress in Natural Science*, 18, 1403–1408 (2008).
- [3] Renard, P., Allard, D., *Advances in Water Resources*, 51, 168–196 (2013).
- [4] Machado, A.C., Oliveira, T.J.L., Cruz, F.B., Lopes, R.T., Lima, I., *Applied Radiation and Isotopes*, 96, 129–134 (2015).
- [5] Feldkamp, L.A., Davis, L.C., Kress, J.W., *J. Opt. Soc. Am.*, A1, 612–619 (1984).



X-ray microtomography of hydrochloric acid propagation in carbonate rocks



A.C. Machado^a, T.J.L. Oliveira^b, F.B. Cruz^b, R.T. Lopes^a, I. Lima^{a,*}

^a Nuclear Instrumentation Laboratory, Nuclear Engineering Program, Federal University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brazil

^b CENPES/Petrobras, Rio de Janeiro, RJ, Brazil

HIGHLIGHTS

- Wormholes are flow channels, which are created when acid is injected in rocks.
- Wormhole morphology classification is a function of the acid injection rate.
- Microtomography evaluates porous media as well as the wormholes structures formed.

ARTICLE INFO

Article history:

Received 22 May 2014

Received in revised form

22 October 2014

Accepted 23 October 2014

Available online 29 November 2014

Keywords:

X-ray

Carbonate

Acidizing

Microtomography

Wormhole

ABSTRACT

Acid treatments are used in the oil and gas industry, to increase the permeability of the carbonate reservoirs by creating preferential channels, called wormholes. Channels formation is strongly influenced by acid type and injection rate. The aim of this study is to evaluate some characteristics of the micro-porous system of carbonate rocks, before and after acidizing. For that purpose X-ray high-resolution microtomography was used. The results show that this technique can be used as a reliable method to analyze microstructural characteristics of the wormholes.

© 2014 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

The knowledge of a petroleum and gas reservoir petrophysical properties is very important in order to identify its potential and also to maximize well productivity and the oil recovery factor. These properties are strongly influenced by the porosity pattern, i.e. pore size, geometry, and connections. In this way, the study of properties, such as porosity and pore connectivity describes how the system is interconnected and helps to assess the potential of a reservoir (Siddiqui et al., 2006).

Carbonate rocks are a class of sedimentary rocks composed primarily of carbonate minerals, most commonly calcium carbonate (limestone) and calcium magnesium carbonate (dolomite). Most carbon on earth is stored in carbonate sediments therefore they play a major role in the global carbon cycle. Carbonate rocks

are extremely good petroleum reservoirs, and thus, they are a particularly well-studied type of mineral formation and play a very important role in the world's economy (Spradley et al., 2012; Ahr, 2008).

When acid is injected, in carbonate rocks, highly permeable flow channels (wormholes) are created, producing alternatives paths in the formation. In the design of the fluid acidizing process the compatibility of the additives used should be guaranteed in order to prevent the formation of emulsions, sludge and changes in wettability. Porosity is one of the main parameters that can be studied in oil bearing formations and its understanding becomes more significant during acid injection.

In this manner, acid injection on carbonate rocks has the purpose to create wormholes through which oil and gas will flow after reservoir stimulation. The procedure of acid injection is a highly complex operation where the fluid has to be adapted to each type of formation, operating conditions and types of fluids present at the formation. A bad operation design can lead to severe damage in the well. Basically, the structure of the wormholes depends on many factors, such as injection rate and flow geometry. In this

* Correspondence to: Centro de Tecnologia (CT), Bloco I, sala I-133 Ilha do Fundão, Rio de Janeiro, Cx. Postal 68509, CEP 21941-972, RJ, Brazil.
E-mail address: inaya@lin.ufrj.br (I. Lima).

context, it is worthwhile to conduct laboratory investigations of the response of cores to different acid injection conditions. Several models have been developed in order to explain wormhole formation and predict optimum acid injection rates, involving or not complex kinetics and/or reaction and transport processes. In consequence, the patterns observed in the acidizing process in carbonate core samples can be used to enhance the existing research.

It is quite usual to perform many laboratory tests in core samples in order to investigate the wormhole structures. There are some techniques used in porosity characterization of reservoir rocks, such as, petrography and mercury intrusion. However, they present some restrictions besides being invasive procedures. 3D X-ray microtomography (XCT) is a non-destructive imaging technique, which is able to examine rocks' internal structure with micron resolution (Gouze and Luquot, 2011; Al-Wakeel et al., 2009; Oliveira et al., 2012). The great advantage of XCT is that it allows obtaining direct three-dimensional parameters, such as volume, size, shape, distribution and connectivity of the entire internal micro structure of the rock (Machado et al., 2014).

XCT works by passing X-rays towards a detector on the opposite side, which records the intensities of the X-rays transmitted through an object, which is being rotated perpendicular to its axis. The detector records a series of radiographic images spaced by a certain angle, which are later reconstructed to produce 3D internal images of the object.

It is possible to scan the core samples with synchrotron radiation (SR) or a conventional X-ray source. Each source has advantages and disadvantages. SR is one of the brightest monochromatic light sources with great X-ray intensity, high collimation and horizontally polarized. However, the main disadvantage of SR is the relatively long duration of X-ray pulses, which cannot be pushed significantly below 50 ps without severe loss of X-ray intensity (Synnørgen et al., 2002). These systems are mainly large custom designed experimental research facilities. Some examples are the unique SR light laboratory in Brazil (LNLS) which has a 93.2 m circumference, the ESRF facility in Grenoble, France and SSRL, a directorate of the SLAC National Accelerator Laboratory, which is an Office of Science User Facility operated for the U.S. Department of Energy by Stanford University. Therefore, the primary disadvantages of SR associated with XCT are the limited access to the facilities and the high cost of the imaging process. On the other hand, conventional X-ray sources predominantly produce polychromatic electromagnetic radiation, which can cause image artifacts as a result of preferential adsorption of low energy photons. Nevertheless, this non-linear effect can be corrected. The main correction methods are hardware filtering, dual energy, statistical polychromatic reconstruction and linearization. In the first one, thin metal foils can be placed between the X-ray source and the sample, mainly located at the output of the X-ray tube. The metal absorbs the lower energy photons of the X-ray beam before

the interaction between the beam and the sample (Spradley et al., 2012).

In this work, a desktop XCT was used to study the carbonate acidizing process. The 3D internal structures of wormholes were evaluated as well as the pore space using two different acid injection rates.

2. Materials and methods

Three Indiana carbonate samples were studied. The acidizing experiment was conducted on carbonate cores named #40, #48 and #51 weighting approximately 174 g, with 37.70 ± 0.25 mm of diameter and 70.40 ± 0.25 mm of height, respectively. Fig. 1 shows the wormholes at inlet (b,i) and outlet (c,g) faces of the carbonate cores. The experimental acidizing process was performed with 0.5 M hydrochloric acid (HCl): $10.0 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ for #40, $1.0 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ for #48 and $0.1 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ for #51. The cores were sealed and vacuum saturated with deionized water. Then, HCl was injected through the cores and the pressure was monitored to end the injection after significant changes occurred in the cores as indicated by the differential pressure transducer.

The XCTs were performed in a high-resolution setup (Skyscan/Bruker model 1173). The core samples were placed in a micro positioning arrangement inside an acrylic core (1.0 mm of thickness), which ensured no movement of the sample during the acquisition procedure. Each scan took about 2 h.

The system was calibrated in order to operate with energy equal to 130 kV and current of 61 μA . A combination of two metallic filters, copper (0.15 mm of thickness) and aluminum (1.0 mm of thickness), was used in order to correct beam hardening effects.

Each sample was scanned with a pixel size of 20 μm . The source-sample and sample-detector distances were 148.3 mm and 215.7 mm, respectively. A Hamamatsu detector made up of a 2240×2240 pixels grid with a step of 50 μm was used to detect the transmission beam. 2D projections were realized by rotating the samples over 360° at constant rotation steps of 0.50° . Each sample acquisition generated 2160 TIFF projections, which were used in the reconstruction process resulting in volumetric data of 20.2 Gb.

After the acquisition procedure the 3D images were reconstructed by using Nrecon[®] (v.1.6.4.1) (NRecon, 2011) and InstaRecon[®] (v.1.3.5.0) (InstaRecon, 2011) software based on the Feldkamp algorithm (Feldkamp et al., 1984). The reconstruction parameters, such as ring artifact (7), beam hardening (14%) and smoothing filters (Gaussian kernel) fine-tuning were adjusted to obtain better image quality.

CTAn[®] (v1.11.8.0) (CTAnalyser, 2012) was used to analyze and process XCT images. In this stage the goal was to quantify the geometric parameters related to wormholes and intrinsic pores, which were the total binarized object volumes inside the volume

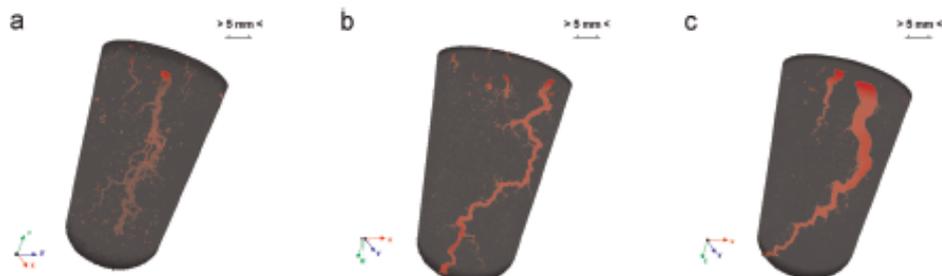


Fig. 1. 3DXCT wormhole path for all the samples: (a) sample #40, (b) sample #48, (c) sample #51.

of interest (VOI), (Obj.V, mm^3), the percent of the VOI occupied by the binarized objects, (Obj.V/TV, \%), the fragmentation index, (Fr.I, mm^{-3}), the distribution of the binarized objects thickness, (SLTh, mm), the porosity distribution all over the entire rock samples, ($\varphi, \%$), and the pore size distribution, (φ_p, mm).

It is important to note that in the quantification procedure an appropriate threshold (TH) value for converting the gray-scaled image into a binary one must be chosen. There is no "gold standard" method to perform such an investigation. As global TH is commonly applied in image processing, it was used in this study. RAW images were segmented using a global TH in which a single gray value is used to separate the regions. TH equal to 73 considering a range of 0–255 was used. In this way it was possible to separate the empty regions (pores and the wormhole as black voxels) from the rock matrix (segmented as white voxels). The binary selection determines which voxels are included in the volume model and in this case it was the pore space plus the wormhole formation. After that, the parameters were quantified directly in 3D based on a surface rendered volume model in which all the objects are analyzed together and the integrated results calculated. In this step it is possible to visualize the importance of a good acquisition process, which can reduce imaging processing time by using noise reduction and artifact removal.

The first goal of this study was to characterize rock porosity. For that purpose, some image processing plug-ins were performed. Firstly, an unsharp mask, which is a spatial filter, was used in order to enhance the edges of the original image and improve image quality. This filter was applied slice by slice with 1 pixel of radius of action and with an amount of 70%, which corresponds to the percentage of the increased edge contrast. In this step TH was set equal to 0 so that no shade of gray was excluded since higher TH values omitted areas of lower contrast. The second step was image segmentation, which is an old topic and very important subject in image processing. A global threshold selection method from gray level histogram was applied ($\text{TH}=73$) in which black voxels corresponded to the pore space. Then, a shrink-wrap procedure was performed, and an exact imprint of the rock volume geometry was obtained. In other words, the VOI was set to be equal to the total rock volume. At this point, the white voxels of the image inside the VOI represented the rock matrix while the black voxels continued to represent the pores. If the quantification measurements were made under these conditions, the processing time of the data would be very long, considering the amount of data. Therefore, a bitwise operation was carried out in which the inversion of binarization was performed. As a result, the image inside the VOI corresponded now to the pore space (white voxels) and the time consumed for the quantification procedure was much smaller than in the previous situation.

Fig. 2 shows an example of the segmenting procedure. It is possible to see the radiographic image (a), one original reconstructed slice (b) and its corresponding binary image (d) with the histogram of the gray scale values of carbonate core sample #48 (b). This figure also presents an example of image processing analysis: (e) one slice with the used ROI (region of interest), and the quantified image inside the ROI after bitwise operation (e). In this particular image case, the white pixels in Fig. 2(e) correspond to the intrinsic porosity of the carbonate rock #48 before the acidizing procedure.

The entire procedure described above quantifies all the empty spaces present in the rock. After the acidizing procedure, the wormhole is also counted together with the intrinsic rock porosity. So, in order to have a better accuracy in the characterization of the wormhole without interfering with the intrinsic rock porosity, the quantification of the main channel was performed isolating only the largest connected 3D object. For that purpose a despeckle plug-in offers a wide range of options for selecting or rejecting binarized objects based on their size. One despeckle possible option is the sweep function, which, when applied in 2D or 3D images, removes/keeps all the objects except the biggest one. In this study, the sweep function was used to remove all the objects that were not connected with the main channel, when it was applied in 3D images and to remove radial ramifications, slice by slice, when it was applied in 2D images.

3. Results and discussions

In order to obtain good 3D quantitative data from XCT we have to ensure that the reconstruction procedure is capable of minimizing all the possible artifact occurrences. One possible artifact that can be easily found in XCT images is the ring artifact. It appears as total or partial circles centered on the axis of rotation caused by changes in the output of individual detectors or sets of detectors. Another type of artifact is the beam hardening effect, which causes the edge of an object to appear brighter than the center, even if the material is homogeneous, since lower energy X-rays are attenuated more promptly than high-energy X-rays. In that way, some parameters can be adjusted manually in the reconstruction process. In this study, we adjusted one parameter at a time, while keeping all other fixed. Three parameters were tuned: beam hardening correction, ring artifact correction and smoothing level. All the XCT results of this study were reconstructed using beam-hardening compensated with a depth of correction equal to 14%, ring artifact reduction with a depth equal to 7 and application of a smoothing filter type Gaussian kernel with grade 1. Beam hardening was compensated by linear transformation in the

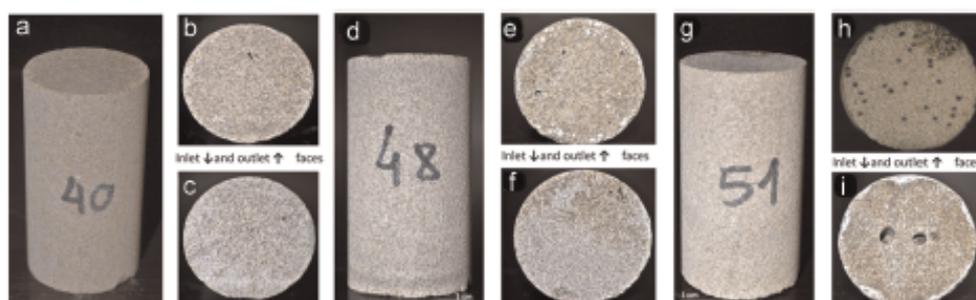


Fig. 2. Indian carbonates cores: (a) sample #40, (d) sample #48 and (g) sample #51. It is possible to note the wormholes at inlet (c,f,i) and outlet (b,e,h) faces of the carbonate cores.

Table 1
XCT quantification results.

| Values | | | | | | Parameters |
|----------------------|---------|----------|---------|----------|---------|-------------------------------------------------|
| #51 | | #40 | | #48 | | Sample denominations |
| 0.1 | | 1 | | 1 | | Injection rate ($\text{cm}^3 \text{mm}^{-1}$) |
| -18.4l | | -35.45 | | -15.42 | | Channel Fit (mm^{-1}) |
| 485.06 | | 191.35 | | 162.74 | | Channel volume (mm^3) |
| 135 | | 259 | | 170 | | Channel length (mm) |
| Conical | | Branched | | Wormhole | | Channel classification |
| Add injection | | | | | | Regime |
| Before | After | Before | After | Before | After | |
| 8.7 | 9.6 | 8.0 | 8.8 | 7.6 | 9.2 | Rock total porosity (%) |
| 5448.01 | 6520.91 | 6058.62 | 6680.36 | 5771.89 | 6352.80 | Rock total volume (mm^3) |

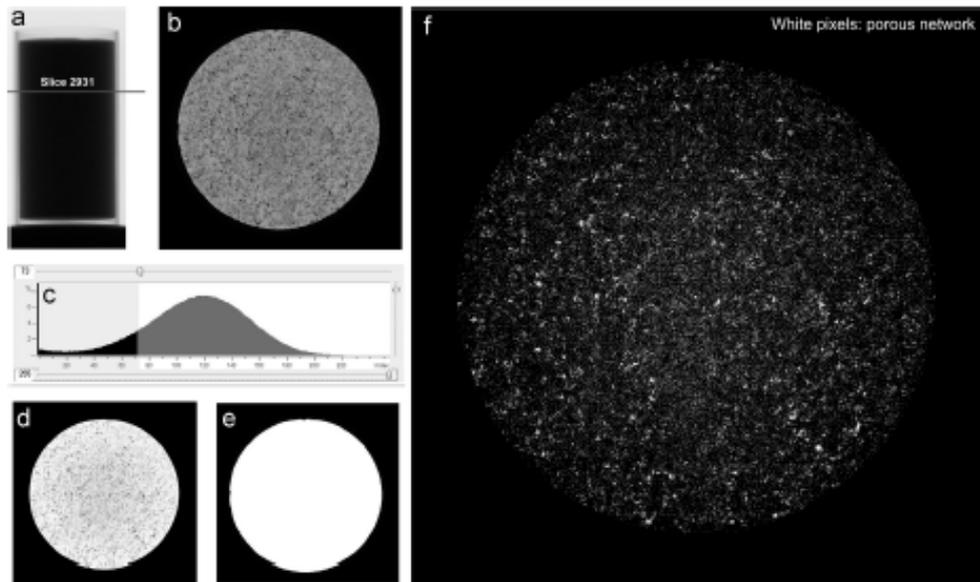


Fig. 3. Example of the segmenting procedure used in XCT quantification of sample #48 before the acidizing procedure: (a) image projection, (b) example of one reconstructed slice (slice #2931) (c) histogram of the gray scale values of the entire carbonate core sample #48, (d) binarized image after TH choice, (e) region of interest used in the quantification procedure and (f) example of one final segmented image after the entire image processing analysis.

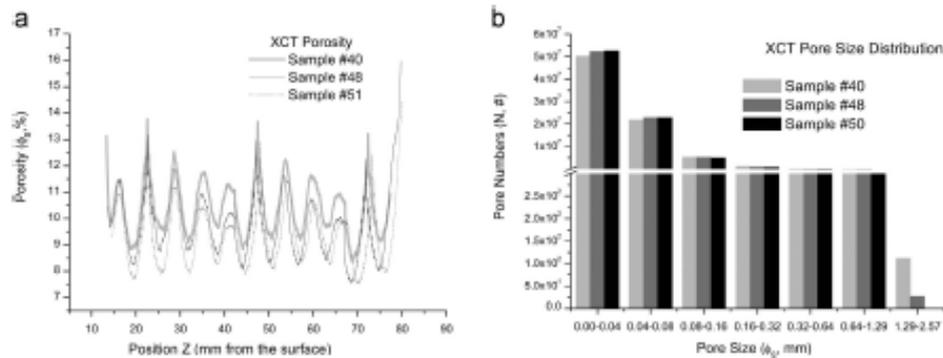


Fig. 4. XCT porosity results before the acidizing procedure. (a) Porosity distribution all over the entire sample and (b) 2D histogram porosity size distribution.

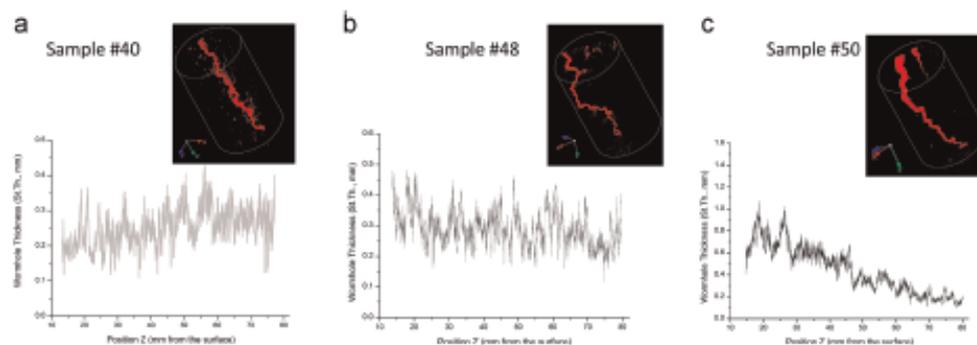


Fig. 5. XCT wormhole thickness distribution.

software *NRecon*[®] (2011) and it was also possible to use a higher order (up to 5-th) polynomial function. Ring artifact repair and smoothing were applied on the projections before any other preprocessing stage. Smoothing acted in each pixel and reduced the noise. Table 1 and Figs. 4 and 5 show the XCT quantification results.

The present study focused on 3D visualization and characterization of potential wormhole formation, which involves acid transport pathways and their connectivity. In Fig. 1 it is possible to visualize the wormhole path in all the specimens. Fig. 3(a) shows the porosity distribution all over the entire volume of the carbonate rock samples and (b) the pore size distribution before the acidizing procedure. It can be noted that the samples have similar parameter values; pore size values reaching a maximum of 0.16 mm with total porosity average value of $\phi=8.7\%$, $\phi=8.0\%$ and $\phi=7.6\%$ for carbonate rock samples #40, #48 and #51 respectively. The pores are distributed in 7 subgroups with sizes ranging from 0.00 to 0.04 mm, 0.04 to 0.08 mm, 0.08 to 0.16 mm, 0.16 to 0.32 mm, 0.32 to 0.64 mm, 0.64 to 1.29 mm and 1.29 to 2.57 mm. Most of the pores belong to class 1 (Fig. 3b), which leads to the assumption that wormhole formation will not be easy because it is well known that the main channel in a reservoir rock follows the biggest pore size network (Fredd and Fogler, 1998).

After the acidizing procedure, an increase in total porosity was observed, $\phi=9.6\%$, $\phi=8.8\%$ and $\phi=9.2\%$ for carbonate rock samples #40, #48 and #51 respectively, which was expected due to wormhole formation. The porosity parameter of carbonate rock #51 presented a larger variation (1.5%) than in samples #40 (0.9%) and #48 (0.8%) and the volumes of the wormholes were 191.35 mm^3 , 162.74 mm^3 and 485.06 mm^3 for carbonate rock samples #40, #48 and #51 respectively. Since these carbonate rocks have the same mineralogical characteristics and similar porous systems, the differences between the wormhole volumes can be attributed to different HCl injection rates ($10.0 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ for #40, $1.0 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ for #48 and $0.1 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$ for #51). It is known that HCl reacts very rapidly with calcite, but we have to keep in mind that there is a need to retard the acid reaction in order to reach deep penetration (Siddiqui et al., 2006).

The results presented in this study are in agreement with those of Fredd and Fogler (1998), who concluded that channel morphology is a function of the injection rate, when they performed acidizing experiments in limestone carbonate rocks. The channel formed in sample #51 is of the conical type and the lowest injection rate of this study was used ($0.1 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$). Increasing this rate by $10 \times$ ($1.0 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$), the channel formed in sample #48 was the wormhole kind. And when a still higher injection rate was used in sample #40 ($10.0 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$) a branched channel was obtained.

Besides the differences between wormhole volumes, two other important parameters were evaluated (Fig. 4). The first one was the distribution of wormhole thickness along their length. It can be noted that the thickness distribution variation of the main connected channel evolves more linearly in samples #48 and #40 than in sample #51, with a small variation in the diameter, which goes from 0.2 mm to 0.4 mm. In sample #51 the thickness of the channel varies considerably within a range of 0.1–1.0 mm, being much wider in the first 30 mm of the sample and narrower in the rest of it, becoming very narrow at the end. The second parameter used to characterize the wormholes was the fragmentation index (FrI), which is applied to the index of relative convexity or concavity of the total material surface, on the principle that concavity indicates connectivity and convexity indicates isolated disconnected structures. So, it is an inverse index of connectivity. It is calculated by comparing volume and surface of binarized solids before a single voxel image dilation. With this approach when we compare the three formed wormholes it can be said that lower values of FrI mean better connected structures. The results were $\text{FrI} = -16.45 \text{ mm}^{-1}$, $\text{FrI} = -15.42 \text{ mm}^{-1}$ and $\text{FrI} = -18.41 \text{ mm}^{-1}$ for carbonate rock samples #40, #48 and #51 respectively, suggesting that the lowest injection rate (sample #51) leads to a better connected structure. In this context, it is expected that sample #40 (higher injection rate) presents the highest value of FrI, which was not observed. In fact, according to FrI values, the more fragmented channel was developed by sample #48, which was treated with an intermediate injection rate. Thus, the results of this study show that there is no linear relationship between connectivity and rate of injection, or at least a larger number of samples must be analyzed to be able to reach a standard behavior. However, the results show that it is possible to make a relationship between connectivity and the classification of the formed channel. Indeed, the injection rate considered optimal that developed a channel classified as wormhole (#48 sample) is associated with the highest value of FrI ($\text{FrI} = -15.42 \text{ mm}^{-1}$).

In short, the acidizing process removes near-wellbore damage and enhances hydrocarbon production from producing wells. It is very important to minimize or even avoid formation damage in order to maximize well productivity. One of the most critical points of this acidizing operation is the control of the reaction between the acid and the rock, because the high kinetic rate of this reaction leads to the consumption of all the acid in the proximity of the well, and consequently the acid treatment does not reach the desired distance. In this context, XCT quantification of volume and other geometrical characteristics of the created channel can be a powerful tool to minimize experimental efforts to study carbonate acidizing.

4. Conclusion

Acid injection rate is an operational condition in wormhole generation. This parameter influences directly the classification and the final volume of the main channel created. XCT characterization showed a lower injection rate ($0.1 \text{ mm}^{-1} \text{ cm}^3$) leads to a channel with greater volume and thickness variation along its length. In contrast, a high injection rate ($10 \text{ mm}^{-1} \text{ cm}^3$) results in smaller main channel volume, and a little variation of thickness distribution. The best injection rate, among the three tested, was that used in sample #48 ($1 \text{ mm}^{-1} \text{ cm}^3$), which presented a main channel classified as a real wormhole with a smaller volume, less variation in thickness range but worse connected.

Acknowledgments

This study was partially supported by Conselho Nacional de Desenvolvimento (CNPq), Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP). The authors would like to thank Centro de Pesquisas Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES).

References

- Ahr, W.R., 2008. *Geology of Carbonate Reservoirs: The Identification, Description, and Characterization of Hydrocarbon Reservoirs in Carbonate Rocks*. John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey.
- Al-Wakeel, M.I., Jin, C.J., Miller, J.D., 2009. Significance of liberation characteristics in the fatty acid flotation of Florida phosphate rock. *Miner. Eng.* 22, 244–253.
- CTAnalyser, 2012. *The User's Guide*. Skyscan/Bruker micro-CT, Karlsruheweg 38 2550 Kontich, Belgium.
- Feldkamp, L.A., Davis, L.C., Kress, J.W., 1984. Practical cone beam algorithm. *J. Opt. Soc. Am. A* 1, 612–619.
- Fredd, C.N., Fogler, H.S., 1998. Influence of transport and reaction on wormhole formation in porous media. *Am. Inst. Chem. Eng. J.* 44, 1983–1949.
- Gouze, P., Laquot, L., 2011. X-ray microtomography characterization of porosity, permeability and reactive surface changes during dissolution. *J. Contam. Hydrol.* 120–121, 45–55.
- InstaRecon®. 2011. CBR Premium 12-SKTM. InstaRecon. Champaign, IL, USA.
- Machado, A.C., Lima, L., Lopes, R.T., 2014. Effect of 3d computed microtomography resolution on reservoir rocks. *Radiat. Phys. Chem.* 95, 405–407.
- NRecon, 2011. SkyScan/Bruker micro-CT, Karlsruheweg 38 2550 Kontich, Belgium.
- Oliveira, M.F.S., Lima, L., Borghi, L., Lopes, R.T., 2012. X-ray microtomography application in pore space reservoir rock. *Appl. Radiat. Isot.* 70, 1376–1383.
- Siddiqui, S., Nasr-Ei-Din, H.A., Khamees, A.A., 2006. Wormhole initiation and propagation of emulsified acid in carbonate cores using computerized tomography. *J. Pet. Sci. Eng.* 54, 93–111.
- Spradley, J., Elliot, D.K., Dutch, S.J., Boorstein, M., 2012. *Earth's Surface & History*. Salem Press, Massachusetts.
- Synnergen, O., Harbst, M., Missala, T., Larson, J., 2002. Projecting picosecond lattice dynamic through x-ray topography. *Appl. Phys. Lett.* 80 (20), 3727–3729.



3D wormhole visualization after carbonate matrix acidizing with EDTA

A.C. Machado^{1*}, T. J. L. Oliveira², F. Bittencourt², R. T. Lopes¹, I. Lima¹

¹Nuclear Engineering Program, Nuclear Instrumentation Laboratory, Federal University of Rio de Janeiro, Postal 68509, Zip:21941-972, RJ/Brazil;

²CENPES/PDGP/IRF, Av. Horácio Macedo, 950 - room 2040- Build 20, Cidade Universitária, Ilha do Fundão, Rio de Janeiro - RJ - Brasil, Zip:21948-915, Rio de Janeiro, Brazil

Copyright 2013, SBGF - Sociedade Brasileira de Geofísica

This paper was prepared for presentation during the 13th International Congress of the Brazilian Geophysical Society held in Rio de Janeiro, Brazil, August 26-29, 2013.

Contents of this paper were reviewed by the Technical Committee of the 13th International Congress of the Brazilian Geophysical Society and do not necessarily represent any position of the SBGF, its officers or members. Electronic reproduction or storage of any part of this paper for commercial purposes without the written consent of the Brazilian Geophysical Society is prohibited.

Abstract

Ethylenediaminetetraacetic acid can be used as an alternative fluid to acidize carbonate formations. Acid stimulation is challenging due to the instability of the dissolution pattern mainly in a carbonate matrix. The goal of this work is to study the 3D geometry of the wormholes formed in carbonate core samples in various experimental stimulation strategies. High energy x-ray microtomography was used and the results show that amount and injection rate affect the geometry of the channels.

Introduction

The use of acids to stimulate or to improve oil production from reservoir formations creates wormhole designs [1]. Hydrochloric (HCl), acetic (CH₃COOH) and emulsified acids are the main acids used in this procedure [2].

HCl is most commonly used in acidizing treatments, because it is cheap and leaves no insoluble reaction product. CH₃COOH is weakly ionized and it is used much less frequently than HCl, being suitable primarily for wells with high bottom-hole temperatures or where prolonged reaction times are desired. Ethylenediaminetetraacetic (EDTA) is an alternative fluid, which has been shown to stimulate carbonate formations at lower injection rates [3].

Many models of wormholing process have been studied in order to describe them. Wormhole characteristics (size, length, and distribution) can be controlled by acid-injection, diffusion, and fluid-loss rates. Thus, the knowledge of their physical and chemical designs is very important [4].

X-ray microtomography (microCT) is a non-destructive imaging technique, which enables to examine rocks' internal structure with micron resolution. The great advantage of microCT is that allows obtaining direct three-dimensional parameters and consequently characterizing morphological and topological structures [5,6].

Matrix acidizing experiments combined with a non-destructive technique, such as, microCT can be used to study details of wormhole network. In this context, the goal of his study was to investigate the acidizing procedure when using EDTA acid in different experimental conditionals. For that purpose, high energy microCT system was used.

Methodology

The acidizing procedure was conducted on four Indiana carbonate core samples named #21, #27, #28 and #29, with 37.70 ± 0.25 mm of diameter and 70.4 ± 0.4 mm of height (figure 1). In Figure 1 it is possible to note the inlet faces, which are illustrated with a black arrow.



Figure 1: Indiana carbonate core samples used in the acidizing procedure performed with EDTA.

Table 1 shows the experimental acidizing setups. EDTA acid was injected through the cores and the pressure was monitored to end the injection when significant changes occurred in the cores as indicated by the differential pressure transducer.

Table 1: Experimental acidizing conditions

| Samples | Injection rate (cc/min) | Acid system |
|---------|-------------------------|-------------|
| 21 | 5 | 0.25 M EDTA |
| 27 | 5 | 0.10 M EDTA |
| 28 | 0.05 | 0.25 M EDTA |
| 29 | 5 | 0.10 M EDTA |

MicroCT images were obtained in a high energy microtomography system - Skyscan/Bruker, model 1173. The sample was placed in the experimental equipment inside a polystyrene support. The system was calibrated to operate in an energy and current of 130 kV and 81 µA respectively. In order to reduce the contribution of low energy photons (beam hardening effect), a combination of

two filters was used: copper (0.10 mm of thickness) and aluminum (1.0 mm of thickness). The pixel size was 20 μm and a flat panel detector was used (2240 x 2240 pixels) to register the cone X-ray beam transmission. The projection images were taken over 360° at each step of 0.50° rotation.

After the acquisition procedure the images were reconstructed by using Nrecon® (v.1.6.8.0) [7] and InstaRecon® (v.1.3.9.2) [8] softwares, with algorithm based on Feldkamp work [9]. It is possible to adjust some reconstruction parameters in order to obtain better image quality. In this work, ring artifact (7), beam hardening (14%) and smoothing filters (Gaussian kernel) fine-tuning were used. CTAn® (v1.11.8.0) and CTvox® [10] were used in order to analyze and visualized the 3D data.

Results

Figure 2 shows the 3D MicroCT visualizations of EDTA acidizing dissolution patterns, where wormhole formation in different experimental acid injection conditionals can be noticed. EDTA amount and injection rate affect the geometry of the channels.

The key reaction between EDTA solution and calcite includes H⁺ attack, ligand attack and water attack depending on the pH of the solution (Li et al 2008). No single dominant wormhole channel can be observed in figure 2a-c. At high injection rate (5 cc.min⁻¹) and moderate concentration (0.25 M) acid is consumed on the inlet flow face of the core and a conic geometry is obtained (figure 2a). However, with the same acid amount (0.25 M) but with a different injection rate (0.05 cc.min⁻¹) the acid penetrates into more pores and enlarges flow channels. Figure 1b shows limited acid penetration as well as figure 1d, although in this last figure an increase in the surface channel area can be observed. EDTA reacts while slow moving, which can cause more homogeneous dissolution pattern and deep penetration can be achieved. However due to EDTA chemical characteristic reaction with carbonate materials, figure 2 shows that at the same injection rate and acid amount (Figure 2b and 2d), heterogeneous radial formation is obtained.

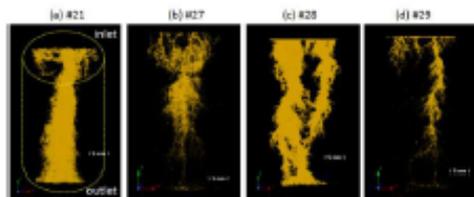


Figure 2: 3D MicroCT visualizations of EDTA acidizing dissolution patterns: (a) 5cc/min (0.25 M), (b) 5cc/min (0.10 M), (c) 0.05cc/min (0.25 M), (d) 5cc/min (0.10 M).

Conclusions

In this work we illustrated the capabilities of x-ray microCT approach to characterize wormhole formation induced by EDTA acidizing. We showed that changes in pore-grain and the wormhole geometry can be described from microCT images as well as typical dissolution structures formed during the stimulation of carbonate by EDTA.

Acknowledgments

This work was partially supported by Conselho Nacional de Desenvolvimento (CNPq), Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) and Centro de Pesquisas Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES).

References

- [1] Petroleum Engineering Handbook, A.W. Coulter Jr., A.R. Hendrickson, S.J. Martine. Publisher: Society of Petroleum Engineers, 2007.
- [2] Hofer M. I., Fogler H. S. Effective matrix acidizing in carbonates using microemulsions. Chem. Eng. Prog., vol. 81 (5), pp.40-44, 1985.
- [3] Boever E., Varloteaux C., Nader F.H., Foubert A., Békri S., Youssef S. and Rosenberg E.. Quantification and Prediction of the 3D Pore Network Evolution in Carbonate Reservoir Rocks. Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP Energies nouvelles, vol. 67 (1), pp. 161-178, 2012.
- [4] Lungwitz B., Fredd C., Brady M., Miller M.. Diversion and Cleanup Studies of Viscoelastic Surfactant-Based Self-Diverting Acid. SPE Production & Operations, vol. 22(1), pp. 121-127, 2007.
- [5] Oliveira, M.F.S. Lima, I., Borghi, L., Lopes, R.T. X-ray microtomography application in pore space reservoir rock. Applied Radiation and Isotopes, 70, 1376-1383 (2012).
- [6] Machado, A.C., Lima, I., Lopes, R.T. Effect of 3d computed microtomography resolution on reservoir rocks. Radiation Physics and Chemistry, doi: [10.1016/j.radphyschem.2012.12.029](https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2012.12.029) (2013).
- [7] NRecon, 2011. SkyScan/Bruker micro-CT, Kartuizerweg 3B 2550 Kontich, Belgium.
- [8] InstaRecon®, 2011. CBR Premium 12-8k™, InstaRecon, Champaign, IL, USA.
- [9] Feldkamp, L.A., Davis L.C., Kress J.W., 1984. Practical cone beam algorithm, J Opt Soc Am A, 1, 612-619.
- [10] CTAnalyser, 2012. The user's guide, Skyscan/Bruker micro-CT, Kartuizerweg 3B 2550 Kontich, Belgium.