

METODOLOGIA PARA ANÁLISE DE ROCHAS POR MEIO DIGITAL UTILIZANDO MICROCT E SIMULAÇÕES DE FLUXO DE FLUIDOS

Olga Maria Oliveira de Araújo

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.

Orientador: Ricardo Tadeu Lopes

Rio de Janeiro Outubro de 2019

METODOLOGIA PARA ANÁLISE DE ROCHAS POR MEIO DIGITAL UTILIZANDO MICROCT E SIMULAÇÕES DE FLUXO DE FLUIDOS

Olga Maria Oliveira de Araújo

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:

Prof. Ricardo Tadeu Lopes, D.Sc.

Prof. Davi Ferreira de Oliveira, D.Sc.

Prof. Orangel Antonio Aguilera Socorro, D.Sc.

Dr. Keerti Vardhan Sharma, D.Sc.

Prof. Joaquim Teixeira de Assis, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL OUTUBRO DE 2019 Araújo, Olga Maria Oliveira de

Metodologia para análise de rochas por meio digital utilizando microct e simulações de fluxo de fluidos / Olga Maria Oliveira de Araújo. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2019.

IX, 102 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Ricardo Tadeu Lopes

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Nuclear, 2019.

Referências Bibliográficas: p. 79-84.

 Microtomografia computadorizada. 2. Metodologia de caracterização. 3. Simulações de fluxo de fluidos. I. Lopes, Ricardo Tadeu. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Nuclear. III. Título.

"Viver é como andar de bicicleta: É preciso estar em constante movimento para manter o equilíbrio."

Albert Einstein

AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer a Deus por sempre me iluminar e auxiliar nessa jornada.

A Kelen Toretti, por ser minha companheira e cúmplice de todas as horas e sempre estar ao meu lado, por me amar, apoiar, e aconselhar sobre tudo.

A minha mãe Valneide Alves Oliveira, que mesmo diante de todas as dificuldades sempre procurou me dar o melhor com todo o amor e carinho do mundo.

Ao meu orientador, prof. Ricardo Tadeu Lopes, a todos os ensinamentos, inclusive ensinamentos de vida que tive a oportunidade de aprender com você, muitíssimo obrigada.

Aos amigos do LIN pelos momentos e conhecimentos compartilhados. Especialmente para o professor Davi Ferreira de Oliveira, para Alessandra da S. Machado e Thaís Maria Pires dos Santos por todo o companheirismo desde o início dessa caminhada.

Ao CNPq, pela bolsa de fomento.

Aos professores e funcionários do PEN.

A todos aqueles que contribuíram direta e indiretamente neste trabalho.

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

METODOLOGIA PARA ANÁLISE DE ROCHAS POR MEIO DIGITAL UTILIZANDO MICROCT E SIMULAÇÕES DE FLUXO DE FLUIDOS

Olga Maria Oliveira de Araújo Outubro/2019

Orientador: Ricardo Tadeu Lopes Programa: Engenharia Nuclear

A microtomografia de raios X (microCT) pode ser aplicada para visualização 3D das estruturas internas e análise quantitativa de uma rede de poros de maneira não destrutiva. Com o crescimento da simulação computacional aliada ao uso de imagens digitais, tornou-se cada vez mais comum o uso da análise de rochas por meio digital. A simulação do fluxo de fluidos através de meios porosos é de grande relevância em aplicações relacionadas à exploração de reservas de petróleo e gás. O uso de um volume representativo do elemento (REV) mostra ser necessário, pois o volume total de imagem reconstruída demonstra um alto custo computacional e, em alguns casos, inviabiliza a simulação. No entanto, ao investigar diferentes tipos de rochas, algumas questões principais são abordadas relacionadas a utilização do REV, como a confiabilidade do volume representativo em relação ao volume total da amostra. Resultados quantitativos e qualitativos, como porosidade, anisotropia e permeabilidade variam com a região escolhida para o REV, assim como a configuração dos poros conectados dependendo da região escolhida. Na metodologia, usamos as equações de Navier-Stokes para simulação do fluxo de fluidos e aplicamos essa analise convergente em diferentes regiões ao longo das amostras de Indiana Limestone, Coquina e Arenito. Com os resultados obtidos, foi possível caracterizar e avaliar as amostras de rochas utilizando as informações obtidas com esta metodologia, que pode ser aplicada na caracterização de reservatórios.

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

DIGITAL ROCK ANALYSIS METHODOLOGY USING MICROCT AND FLUID FLOW SIMULATIONS

Olga Maria Oliveira de Araújo October/2019

Advisor: Ricardo Tadeu Lopes Department: Nuclear Engineering

X-ray microtomography (microCT) can be applied for 3D visualization of the internal structure and quantitative analysis of a pore network in a nondestructive manner. With the growth of computer simulation combined with the use of digital images, the use of digital rock analysis has become increasingly common. The simulation of the fluid flow through a porous media is of great relevance in applications related to the exploration of oil and gas reserves. The use of a representative volume of the element (REV) is necessary due to the total reconstructed image volume demonstrates a high computational cost and, in some cases, run the simulation is unfeasible. However, when investigating different types of rocks, some key issues are addressed related to the use of REV, such as the reliability of the representative volume about the total volume of the sample. Quantitative and qualitative results, such as porosity, anisotropy, and permeability vary with the region selected for REV, as well as the configuration of the pores connected depending on the chosen region. In the methodology, we used the Navier-Stokes equations to simulate the fluid flow and applied this convergent analysis in different regions along with the samples of Indiana Limestone, Coquina, and Sandstone. With the results, were possible to characterize and evaluate the rock samples using the information obtained with this methodology, which can be applied in reservoirs characterization.

SUMÁRIO

1.	Introdução	1
2.	Revisão Bibliográfica	3
3.	Fundamentação Teórica	12
	3.1.MicroCT	12
	3.1.1.Princípios Físicos da MicroCT	13
	3.1.2.Feixe Cônico	14
	3.1.3.Reconstrução	15
	3.2. Porosidade	17
	3.2.1.Porosidade detectável e métodos de segmentação	21
	3.3. Volume representativo do Elemento (REV)	26
	3.4. Parâmetros morfométricos	31
	3.4.1.Anisotropia	31
	3.4.2.Conectividade e Densidade de Conectividade	32
	3.4.3.Espessura e separação de estruturas	33
	3.5. Simulação de permeabilidade absoluta	34
4.	Materiais e Métodos	38
	4.1.O Sistema de MicroCT	39
	4.2. Reconstrução e Processo de Segmentação de Imagens	40
	4.3. Análise de Rochas por meio Digital	43
5.	Resultados e discussões parciais	45
	5.1.Impacto da resolução e segmentação no cálculo da porosidade	45
	5.2. Análise da amostra de Indiana Limestone	50

	5.3. Análise da amostra de Arenito	59
	5.4. Análise da Amostra de Coquina	66
	5.5.Homogeneidade e Heterogeneidade	75
6.	Conclusões	77
7.	Referências Bibliográficas	79

1. Introdução

A técnica de microtomografia computadorizada por transmissão de raios X (microCT) é utilizada em estudos geocientíficos há décadas, e a alta resolução recentemente alcançada com os equipamentos de última geração, tem permitido aplicações até então inviáveis em equipamentos mais antigos. Os estudos de fluxo de fluidos por meios porosos com características complexas são de grande relevância em aplicações relacionadas a exploração de reservas de petróleo e gás. Análise de rochas por meio digital (DRA) vem sendo utilizada para caracterizar estruturas complexas de rochas utilizando técnicas de ensaios não-destrutivos como a microCT 3D aliada a softwares de simulação.

A estimativa confiável da permeabilidade em formação de amostras de solo é de grande importância para estudos envolvendo geofísica, engenharia do petróleo e hidrologia. A permeabilidade é comumente calculada por correlação de propriedades cruzadas, tais como a porosidade. Porém, a utilização dessa relação introduz uma incerteza considerável nos estudos de caracterização de rochas reservatório. A maior fonte de incerteza pode ser relacionada à inabilidade de caracterizar de forma eficaz a microestrutura na escala de poros. Uma redução no nível de incerteza requer caracterizar precisamente a microestrutura rochosa e relacionar essa informação ao medir as propriedades de fluxo.

Com o crescimento da simulação computacional utilizando as imagens digitais, tornouse cada vez mais comum a utilização de um volume representativo do elemento, popularmente conhecido como REV. A utilização de um REV mostra-se necessária uma vez que o volume total da imagem reconstruída é muito pesado para ser carregado nos softwares de simulação, aumentando o tempo de processamento dos dados e em alguns casos tornando a simulação com o volume total de uma amostra inviável. Os resultados quantitativos e qualitativos como porosidade, conectividade e permeabilidade podem variar com a resolução e região escolhida para o representar o volume total principalmente em amostras altamente heterogêneas.

O objetivo desde trabalho é propor uma metodologia de caracterização e avaliação de amostras de rochas. Para validação da metodologia proposta, ela foi aplicada em três amostras de rochas com características morfologicamente distintas, (i) Indiana Limestone com estrutura homogênea e poros com baixa conectividade, (ii) Coquina com estrutura de rede de poros complexa, alta conectividade e heterogeneidade, e (iii) Arenito com uma rede de poros de características heterogêneas e baixa conectividade.

Além disso, foi avaliado o impacto do tamanho de pixel da imagem para caracterização do espaço poroso com relação a detecção da microporosidade. Esta discussão foi realizada em uma seção menor da amostra de Coquina que apresentou ser mais heterogênea de onde foi possível realizar a aquisição com resoluções de 6, 10, 14 e 18 µm.

A proposta é aplicar uma metodologia com a utilização de diferentes REVs para realizar análises morfométricas por meio da microCT ao longo dessas amostras e utilizar a simulação computacional de fluxo de fluidos por meio das equações de Navier Stokes nessas regiões representativas a fim de comparar os resultados obtidos para a permeabilidade absoluta em função da porosidade para os diferentes REVs.

2. Revisão Bibliográfica

Com a técnica não-destrutiva da MicroCT podemos ter imagens digitais de amostras reconstruídas com a resolução da ordem de micrômetros. Para entender o mecanismo que governa o fluxo de fluidos por meios porosos um aspecto chave é a configuração espacial dos arranjos porosos e sua conectividade. Nesse sentido (JOSHI *et al*, 1974; ADLER *et al*, 1990, 1992; HAZLETT *et al*, 1997; YEONG e TORQUATO, 1998) realizaram estudos iniciais de caracterização da estrutura interna das rochas. Para compreender melhor as propriedades gerais das estruturas internas de amostras complexas, pesquisas iniciais foram realizadas para desenvolver reconstruções 3D realísticas do material poroso.

LUFFEL *et al.* (1993) desenvolveram estudos experimentais para analisar amostras menores no sentindo de determinar a permeabilidade e outras características, uma vez que em amostras maiores a medida de permeabilidade numérica na forma experimental costuma ser dispendiosa, enquanto amostras menores como *plugs* são mais facilmente disponíveis.

YEONG e TORQUATO. (1998) formularam um procedimento para reconstruir a estrutura de meios heterogêneos aleatórios gerais a partir de informações morfológicas limitadas, desenvolvida para dispersões. O procedimento tem as vantagens de ser simples de implementar e geralmente aplicável a estruturas multidimensionais, multifásicas e anisotrópicas. Além disso, forneceram uma forma de caracterização extremamente útil, a fim de fornecer o máximo de informações morfológicas necessárias para uma reconstrução precisa. No estudo, consideraram imagens uni e bidimensionais em uma amostra de arenito de Fontainebleau.

EBERLI *et al.* (2003) e KUMAR e HAN. (2005) demonstraram a importância da possibilidade de estimar de forma precisa as propriedades mecânicas das rochas em relação a sua estrutura de poros sendo uma informação crucial para promover o entendimento de medidas geofísicas utilizadas na exploração de reservas. Caracterizaram e identificaram que características da rede de poros afetam diretamente o comportamento mecânico das rochas como: (i) tamanho, (ii) forma, e (iii) tipo de poro.

KEEHM *et al.* (2004) desenvolveram uma metodologia para prever permeabilidade em seções finas. O método consiste em duas etapas (i) reconstrução dos poros em 3D e de Seções finas 2D e (ii) simulação de fluxo 3D usando a Técnica de Lattice Boltzmann. Construíram meios porosos 3D usando a simulação de indicador sequencial (SIS), e um sistema de método geoestatístico, com dados condicionais de entrada estatística para os parâmetros de seções finas. A permeabilidade foi então estimada através de simulação de fluxo de fluidos no meio poroso. A simulação de fluxo pelo método de LB foi utilizada para calcular a permeabilidade de sete amostras com seção fina e mostraram boa concordância com as medições experimentais.

TSAFNAT *et al.* (2008) utilizaram a análise de elementos finitos (FEA) como metodologia para aproximar a resposta estrutural dos sistemas ao carregamento mecânico. Os dois métodos são combinados para a análise de elementos micro-finitos (microFEA). A imagem digital da microCT foi usada na forma de voxels discretizados que foram convertidos diretamente em uma malha de elementos finitos, permitindo que materiais com microestruturas complexas a serem modelados. Os modelos foram usados para examinar a resposta estrutural do material ao carregamento compressivo estudando as distribuições de tensão e deformação do material resultantes. Demonstraram que a MicroFEA pôde ser usada para avançar a compreensão da relação entre a microestrutura dos materiais porosos e sua macro propriedades.

WENNBERG et al. (2009) usaram as imagens de microCT para investigar o efeito de fraturas naturais no fluxo do reservatório no rio Snøhvit. Primeiramente, a microCT foi utilizada para descrever as propriedades geométricas 3D da rede de fratura, incluindo a orientação e densidade. Dois tipos de fraturas foram observadas: as fraturas F_1 que são curtas e relacionadas ao estilolito e F_2 que são mais longas, cruzando o núcleo e sem qualquer relação com estilolitos. Na segunda parte, o monitoramento monofásico e experimentos de fluxo em amostras contendo esses dois tipos de fraturas expostas naturais foi realizada sob diferentes pressões de confinamento durante a utilização da microCT. Os experimentos de fluxo mostraram que a presença de fraturas expostas tem um efeito local significativo no fluxo de fluido, mesmo em um caso com porosidade e fluxo de matriz relativamente alta para a amostra (200–300 mD). Concluíram que a microtomografia computadorizada é uma ferramenta eficaz para integrar geologia e propriedades de fluxo de fluidos de um meio poroso com fraturas.

Nos estudos de NOIRIEL *et al.* (2009) a resolução da ordem de micrômetros da microCT auxiliaram na quantificação de propriedades como área de superfície e tortuosidade que permitiram um conhecimento mais detalhado da modificação de rochas. Este estudo explorou a dinâmica da porosidade e as mudanças na área superficial reativa

durante a dissolução de limestone por água enriquecida por CO₂. Como resultado obtiveram uma descrição detalhada em 3D da rede de poros a ser utilizada em uma modelagem computacional para estimar parâmetros tais como porosidade e áreas de superfície reativa.

BOEK e VENTUROLI. (2010) mostraram resultados da simulação lattice-Boltzmann do fluxo em micromodelos quase bidimensionais. A terceira dimensão foi levada em conta usando uma força de arrasto viscosa efetiva. No estudo utilizaram um micromodelo 2D de Berea sandstone. Calcularam o campo de fluxo e a permeabilidade do micromodelo e compararam com experimentos de Velocimetria por Imagem de Micropartículas (PIV) baseando-se na imagem de microCT 3D.

AL-RAOUSH *et al.* (2010) abordaram o conceito de volume elementar representativo (REV) e demonstraram a dificuldade para compreender e prever o comportamento de parâmetros eficazes de meios heterogêneos complexos, tais como amostras de solos, de uma maneira multiescala. Porosidade é comumente usada para definir o REV de uma determinada amostra por esse motivo, investigaram se o uso de um REV para porosidade pode ser usado para outros parâmetros tais como distribuição de tamanho de partícula, taxa de poros por local e número de coordenação de poros. Utilizaram a microCT para obter imagens 3D de amostras de *sandstone* com diferentes distribuições de tamanho de partículas. Foram obtidos volumes de quatro amostras diferentes e uma análise com os REVs foi realizada para esses parâmetros utilizando algoritmos 3D.

COSTANZA-ROBINSON *et al.* (2011) desenvolveram um estudo para calcular um volume elementar representativo (REV) já que havia se tornado um critério para demonstrar a qualidade das medições de microCT para sistemas de meios porosos. Neste este trabalho, o tamanho dos REVs estimados para porosidade foram menores que 8 mm³ utilizando um conjunto de 49 imagens de oito meios porosos homogêneos e heterogêneos nas características de distribuições de poros.

Nos estudos desenvolvidos por DVOKIN *et al.* (2011) e ANDREA *et al.* (2013b) começaram a utilizar a análise digital de rochas, o método consiste em três passos básicos: (i) realizar a aquisição das amostras de rocha utilizando microCT 3D de alta resolução, (ii) processar as imagens com a segmentação da fase de poros separando da matriz rochosa e (iii) simular o comportamento do fluxo de fluido desses poros com sua estrutura interna complexa rede de porosidade.

BLUNT *et al.* (2012) apresentaram um esquema numérico para modelagem de fluxo multifásico em meios porosos, onde o tamanho característico do domínio de fluxo é da ordem de micrômetros. Desenvolveram um método numérico para modelagem eficiente do fluxo multifásico em meios porosos com movimentos complexos de contornos sólidos irregulares. As equações de *Navier-Stokes* em seu estudo são discretizadas usando uma abordagem de geração de malha para o volume finito.

BIJELJIC *et al.* (2013) conseguiram demonstrar que a modelagem de fluxo de fluidos na escala de poros utilizando a técnica da microCT representam os meios porosos com real fidelidade. Realizaram a modelagem do espaço poroso de diferentes tipos de rochas, juntamente com um conjunto de diferentes técnicas numéricas para simular o fluxo e o transporte de fases. Realizaram a imagem de dióxido de carbono supercrítico em arenito para demonstrar a possibilidade de aprisionamento capilar no armazenamento de carbono geológico; e o cálculo da permeabilidade relativa para carbonatos úmidos e mistos e suas potenciais implicações para a recuperação de água em campos petrolíferos. Concluíram que a modelagem em escala de poros provavelmente se tornaria mais amplamente aplicada na indústria do petróleo, incluindo na avaliação de recursos não convencionais de petróleo e gás por viabilizar o processo a recuperação mais eficiente de óleo e gás.

WILDENSCHILD e SHEPPARD. (2013) mostraram que os métodos de simulação na escala de poros acompanharam o progresso das imagens de microCT 3D e focaram estudos em modelos menores, apenas alguns poros de largura obtidos em resoluções de micrômetros. Realizaram um *overview* sobre os avanços e desenvolvimentos em microCT em escala de poros e para meios porosos superficiais. O foco particularmente foi o estudo de fluxo de fluido multifásico imiscível, isto é, o deslocamento de um fluido imiscível por outro dentro de um material poroso, o que é de importância central para muitos processos envolvendo estudos de engenharia.

ADLER *et al.* (2013) argumentaram que em equipamentos de caracterização experimental de poros pode levar várias horas ou dias para se obter uma média de fluxo preciso, e por isso, desenvolveram estudos para demonstrar que a modelagem de fluxo de fluidos na escala de poros utilizado em conjunto com a técnica da microCT representam os meios porosos com real fidelidade. Aplicaram também uma metodologia a fim de calcular a permeabilidade da Lei de Darcy.

VAN DER LAND *et al.* (2013) demonstram que a diagênese é um controle importante na distribuição de porosidade e permeabilidade em rochas carbonáticas, e, portanto, afeta o fluxo de fluidos na subsuperfície. Embora as mudanças na porosidade possam estar diretamente relacionadas as características petrofísicas diagenéticas, quantificar a forma como essas texturas se relacionam com as mudanças na permeabilidade é uma tarefa desafiadora. Portanto, geraram modelos de arquitetura de poros 3D a partir das imagens 2D binarizadas, representando as mudanças texturais típicas de sedimentos carbonáticos após hipotéticas vias diagenéticas. Concluíram que o efeito da diagênese altera as pressões de entrada capilar e as permeabilidades relativas dos casos sintéticos, fornecendo tendências que podem ser aplicadas a rochas reais e os valores de porosidade e permeabilidade absoluta derivados desses modelos de rochas 3D sintéticas estão dentro da faixa da litologia.

NOGUES *et al.* (2013) simularam a reação de carbonatos dentro de uma rede de poros para as condições de alta pressão de CO_2 relevantes para o sequestro de carbono geológico. A rede de poros foi baseada em uma *dolostone* oolítica sintética. Os resultados da simulação produziram informações sobre mudanças induzidas na permeabilidade e na porosidade. As simulações para as diferentes condições de fluxo produziram um conjunto de relações de permeabilidade versus porosidade. Verificaram que a permeabilidade poderia apresentar uma correlação com a porosidade de 2 a 10 vezes, dependendo das propriedades intrínsecas da rocha tais como heterogeneidade, conectividade, anisotropia, entre outras.

MARQUEZ *et al.* (2013) abordaram a problemática a ser resolvida em estudos envolvendo modelagem de fluxo em meios porosos quanto a diferença entre os resultados medidos experimentalmente em laboratórios com os encontrados por imagem digital, devido à dificuldade em modelar o comportamento do fluxo em regiões entre poros e rocha mal resolvidas, como por exemplo em uma seção reconstruída onde não se tem a definição de certeza se representa um meio poroso ou grão de rocha. Mostraram que a modelagem em uma região com essa configuração pode ser falha devido à complexidade da amostra. Por exemplo, quando a amostra estudada é notavelmente heterogênea, um desafio adicional é deparado no sentido de qual o volume a ser escolhido para representar o volume total da amostra. Logo, o tempo computacional irá variar em função do tamanho do REV escolhido, da metodologia e do modelo de simulação.

JOUINI *et al.* (2015) caracterizaram o espaço de poroso de amostras de rochas usando imagens de microCT. Constataram que a qualidade da rede de poros extraída tem um alto impacto na previsão de propriedades de rochas como porosidade, permeabilidade e em módulos elásticos. Realizaram um estudo de segmentação trifásica para separar grãos, poros e fase não resolvida usando imagens com resolução de 19 μ m em cada plugue. Em seguida, usaram imagens com resolução mais alta (entre 0,3 e 2 μ m) de microplugs extraídos das amostras do plugue central. Esses subconjuntos de imagens foram considerados representativos da fase não resolvida. Estimaram a porosidade e as propriedades elásticas de cada amostra extrapolando as propriedades do microplug para a fase não resolvida.

SHAH et al. (2015) realizaram avanços recentes nas técnicas de modelagem numérica em escala de poros 3D, tais como modelagem de poros conectados de forma indireta e simulação de Lattice Boltzmann, forma direta, têm sido utilizados como uma poderosa ferramenta para resolver problemas como o fluxo de fluidos em rochas com geometrias complexas. E concluíram que, é necessário cautela ao decidir qual metodologia empregar na modelagem numérica, particularmente no método de Lattice Boltzman por ser computacionalmente bastante intensivo.

TELES *et al.* (2016) realizaram estudos para desenvolver uma metodologia de dupla energia e geraram imagens baseadas em densidade a partir de aquisições feitas em duas voltagens diferentes 80 kV e 130 KV a fim de distinguir materiais constituintes individuais da rocha e auxiliar em sua caracterização. Os resultados indicaram que as imagens de dupla energia apresentam melhores resultados que as imagens de energia única quando ambas são comparadas com a porosidade experimental obtida pelo método de injeção de hélio. Além disso, as imagens adquiridas em dupla energia mostram boa concordância ao ser comparada com os valores de densidade real da amostra.

LIN *et al.* (2016) usaram diferentes métodos em busca da dissolução de poros espaciais tais como *wormholes*, dissolução da fratura, canalização, dissolução homogênea com espaço poroso variável e propriedades de fluxo reativo. Assim como muitos estudos, utilizaram as imagens digitais de microCT como ferramenta focando seu estudo na caracterização de rochas carbonáticas.

SAXENA *et al.* (2017) mostraram que a tecnologia da análise de rochas por meio digital está evoluindo rapidamente para campo interdisciplinares com muitas promessas, incluindo rápidos tempos de respostas para análise de *plugs*, análise repetitiva e simulação

multifásica. Estudaram o impacto da segmentação de imagem e tamanho de *voxel* na permeabilidade, módulos elásticos e condutividade elétrica. Buscaram uma melhor compreensão quantitativa de tais efeitos por serem importantes quando comparados aos valores medidos por laboratório com as calculadas pelas imagens 3D. Analisaram as propriedades de microestruturas binárias usando diferentes algoritmos de segmentação. Concluíram que a segmentação da mesma rocha, adquirida com diferentes tamanhos de *voxels*, levam a pequenas variações na porosidade mas induz uma variação relativamente grande no fluxo e nas propriedades elétricas da rocha e essa relação de incerteza mostrou ser maior para rochas de menor porosidade.

SOETE *et al.* (2017) usaram em conjunto as imagens da microCT e o método de Lattice Boltzmann para aplicar uma metodologia em rochas carbonáticas continentais e quantificar o fluxo de fluidos. As características do fluxo de fluidos nestes carbonatos complexos com redes de poros multiescala mostraram ser únicas e o método aplicado demonstrou sua heterogeneidade. Modelos de redes de poros 3D foram introduzidos para a fase monofásica e aplicaram as simulações de fluxo com o software Palabos, para modelagem baseada em dinâmica clássica de fluidos computacional. Seus estudos mostraram concluíram que a porosidade e tortuosidade controlam o fluxo de fluidos nesses complexos meios porosos.

WU *et al.* (2017) realizaram uma investigação sistemática da estrutura de poros multiescala em xistos ricos em orgânicos por meio de uma combinação de várias técnicas de imagem. O estudo obteve informações sobre os principais recursos em cada escala e sugere técnicas para objetivos específicos considerando os aspectos de resolução, dimensão e custo. Verificaram que haviam poros que pareciam estar isolados, porém estavam conectados por poros menores não resolvidos pela resolução da imagem. Esta observação forneceu informações valiosas, da perspectiva microscópica da estrutura dos poros, e para a compreensão de como o gás se acumula, é gerado e transportado. Realizaram também a simulação para a permeabilidade e aparentemente os resultados concordaram bem com os valores adquiridos de forma experimental. Por fim, demonstraram que os impactos de vários mecanismos no transporte de gás em diferentes escalas podem ser investigados de forma mais precisa e individual do que os experimentos convencionais.

GAO et al. (2017) desenvolveram um método experimental baseado em imagem diferencial para examinar como os impactos da taxa de fluxo influenciaram a escala de

poros e distribuição de fluidos de salmoura em uma amostra de *Bentheimer sandstone*. O experimento permitiu elucidar os regimes de fluxo (conectados ou não) para um meio fracionário fixo, onde as duas fases pareciam fluir em conexão de sub-redes imutáveis do espaço poroso, resultado consistente com a teoria convencional. Foi observado também que uma fração significativa do espaço poroso continha às vezes óleo e, por vezes, salmoura. Esta ocupação intermitente, foi interpretada como regiões do espaço poroso que continham ambas as fases, esse comportamento foi utilizado para explicar o fluxo e a conectividade dinâmica da fase oleosa. As quedas de pressão para baixas e altas taxas de fluxo foram medidas por sensores de pressão diferencial. As permeabilidades relativas e fluxo fracionário obtidos pelo experimento na escala mm, foram comparados com dados da literatura e mostraram bons resultados.

STARNONI *et al.* (2017) calcularam as propriedades petrofísicas das rochas usando uma abordagem integrada que inclui processamento de imagens, correlação e simulações numéricas. As equações de Navier-Stokes para fluxo de fluidos incompressíveis foram aplicadas usando o algoritmo *SIMPLE* para volumes finitos. As simulações foram realizadas nas imagens 3D obtidas a partir de microCT e a permeabilidade calculada a partir do campo de fluxo usando a lei de Darcy. É feita uma estimativa da permeabilidade usando uma função de correlação espacial de dois pontos, o tamanho dos poros e grãos. A homogeneidade e a anisotropia das amostras também são avaliadas nessa metodologia.

ZAMBRANO *et al.* (2017) realizaram uma avaliação tridimensional das propriedades da rede de poros (porosidade, conectividade, área de superfície específica) em rochas carbonáticas deformadas das regiões de Abruzzo na Itália. No estudo, tomaram como referência outras técnicas como microCT, análise de injeção de mercúrio e medições de permeabilidade. Os resultados mostraram diferenças na permeabilidade (faixa de duas ordens de grandeza). Aplicaram do mesmo modo uma análise quantitativa de imagens de microCT síncrotron e microfoco e conseguiram associar aos altos valores de conectividade a altos valores de permeabilidade, enquanto os altos valores da área superficial específica parecem corresponder à menor permeabilidade.

DE ARAUJO *et al.* (2018) aplicaram uma metodologia para simulação de fluxo de fluidos em uma amostra de indiana *limestone*. Foi avaliada a utilização de um volume representativo do elemento (REV) específico para a propriedade petrofísica de permeabilidade suficientemente grande para capturar a conectividade e tortuosidade da rede

de porosidade. O uso de um REV mostrou ser uma valiosa ferramenta para a otimização do custo computacional. Foram calculados resultados quantitativos morfológicos e verificado como a porosidade e permeabilidade variam conforme a região escolhida para o REV, assim como a configuração dos poros conectados variam dependendo da região escolhida, demonstrando a importância na escolha de uma região para que o REV represente com consistência os valores totais da amostra.

SANTOS *et al.* (2018) abordaram a otimização de parâmetros de resolução de imagem para caracterizar rochas carbonáticas através do volume representativo do elemento. Analisaram a variação dos parâmetros utilizados no processo de aquisição de imagens e verificaram que influenciam diretamente nos resultados qualitativos e quantitativos, como a porosidade, e a caracterização de amostras, como rochas carbonáticas, devido à resolução espacial da imagem. O objetivo do estudo foi determinar a influência destes parâmetros nos resultados através de testes em que estes parâmetros são alterados em diferentes cenários e caracterizações do sistema. Além disso, com os parâmetros considerados ótimos, toda a imagem da amostra foi adquirida para caracterização e comparada com a homogeneidade e representatividade de uma parte da amostra. Os resultados demonstram que o tamanho do pixel e a matriz do detector são os principais parâmetros que influenciam a resolução espacial e que o uso de filtros adicionais para melhor qualidade de imagem é essencial. A microtomografia é considerada uma excelente técnica para caracterização de rochas e a otimização da imagem pode ser obtida utilizando a melhor resolução espacial possível.

3. Fundamentação Teórica

Neste capítulo são apresentados os principais conceitos necessários para o desenvolvimento deste trabalho e da metodologia proposta: o princípio de funcionamento de um sistema de microCT, fundamentos sobre porosidade de rochas e simulação de fluxo de fluidos para o cálculo da permeabilidade.

3.1 MicroCT

A microtomografia computadorizada de raios X é uma técnica não-destrutiva capaz de produzir imagens que correspondem a estrutura interna do objeto a ser inspecionado com resolução espacial da ordem de micrômetros. A microCT, como é conhecida hoje, só foi possível graças a importante descoberta de raios X em novembro de 1895 por Wilhelm Conrad Rontgen (1845-1923), pela qual recebeu o primeiro prêmio Nobel da Física no ano de 1901 BUZUG (2008).

Em 1917, o matemático austríaco Johan Radon desenvolveu uma equação que seria a base matemática da microCT, a "transformada de Radon" RADON (1917). Ele demonstrou que a distribuição interna das propriedades de um material em uma camada de um determinado objeto pode ser calculada desde que sejam conhecidos os valores integrais ao longo de um número de linhas passando por essa mesma camada, em outras palavras, o cálculo da função referente ao objeto através de um conjunto infinito de projeções.

Allan M. Cormack (1924-1998) apresentou a primeira implementação matemática para a reconstrução de imagem em microCT desenvolvendo um método para o cálculo da distribuição da absorção da radiação no corpo humano baseado em medidas de transmissão de radiação através de um aparato experimental que ele mesmo havia desenvolvido CORMACK (1963). Porém, foi apenas em 1967, que o primeiro protótipo de um sistema de CT para fins médicos começou a ser desenvolvido por Godfrey N. Hounsfield. O engenheiro desenvolveu um protótipo com uma fonte de raios gama onde seriam feitas diversas medidas de transmissão de fótons em diversos ângulos, e a partir desses valores, os coeficientes de absorção dos diferentes tecidos seriam calculados por um computador e apresentados como pontos luminosos em uma tela. Os pontos variavam do branco ao preto com tonalidades de cinzas variáveis, formando uma imagem correspondente a seção axial do tecido CARVALHO (2007). No primeiro experimento, utilizou um pedaço de amostra de cérebro humano HOUNSFIELD (1973). Por este esforço ele dividiu com Comark o prêmio Nobel de medicina em 1979 BUSHBERG *et al.* (2002).

A microCT teve suas raízes na CT com a maioria das aplicações inicias na área médica, no entanto, o benefício de obter informações tridimensionais de estruturas internas levaram a uma adaptação da técnica em outros campos. Nas décadas posteriores nas mais diversas áreas foram realizadas tomografias, como por exemplo em inspeção de peças industriais, artefatos arqueológicos e em estudos geológicos.

Atualmente a microCT é utilizada em importantes centros de pesquisas do mundo nas mais diversas áreas de conhecimento principalmente voltada para análise estrutural, morfológica, entre outras. Uma das principais características do equipamento é que o tubo de raios X apresenta o tamanho reduzido (microfoco). Com resolução na ordem de micrômetros os equipamentos de microCT de laboratório geralmente possuem um sistema de fonte detector fixo onde a amostra é que sofre rotação durante a aquisição das imagens digitais. Quanto menor o foco, melhor será a nitidez proporcionando uma melhor qualidade nas imagens.

3.1.1 Princípios Físicos da microCT

Nos equipamentos de microCT, os raios X são gerados quando elétrons são acelerados por um campo elétrico em direção a um alvo metálico e ao interagir com o material são desacelerados. Nesse processo ocorre uma transformação de energia e a maior parte da sua energia cinética é dissipada em forma de calor e a energia restante transformada em energia eletromagnética.

Quando o feixe de raios X, paralelo e monoenergético com intensidade inicial I_0 interage com um material de coeficiente de atenuação linear μ e de espessura x, uma parte destes fótons é absorvida enquanto o restante atravessa o material, seguindo a lei de Beer-Lambert, como apresentado na equação 3.1 na qual pode ser verificado que a intensidade da radiação é exponencialmente inversa à espessura atravessada no material.

$$I = I_0 e^{-\mu x} \tag{3.1}$$

No entanto, a maioria das aplicações da microCT nas diferentes áreas as fonte são policromáticas, ou seja, de energia que variam de zero até um valor de energia máxima $E_{máx}$

e os objetos possuem um coeficiente de atenuação variável com diferentes densidades no material, de forma que a equação 3.1 pode ser então reescrita como a soma dos trajetos percorridos para cada pequeno incremento de espessura dos materiais que compõem o objeto, como pode ser visto na equação 3.2.

$$I = \int_{0}^{E_{max}} I_{0} e^{\left[-\oint \mu(x,y,E) \, dl\right]} dE \tag{3.2}$$

Na equação 3.2, a atenuação linear para misturas ou substâncias químicas compostas é calculado por $\mu(x, y, E)$ e o termo E representa a energia dos raios X. A solução pode ser reescrita como na equação 3.3

$$ln\frac{I_0}{I} = \oint \mu(x, y, E) dl \tag{3.3}$$

A fim de se obter uma imagem de seção do objeto analisado é necessário a aquisição em passos angulares constantes de várias projeções. Cada projeção é adquirida a partir de vários quadros melhorando dessa forma a relação sinal-ruído registrada no sistema de detecção.

3.1.2 Feixe Cônico

O tipo de feixe de raios X cônico traz a vantagem de permitir a reconstrução de um espaço 3D diretamente dos dados de projeções 2D, ao invés de reconstruir fatia por fatia. Em um sistema de microCT, o sistema de tubo-detector é geralmente estacionário, ou seja, é o objeto que se movimenta (rotacionando no eixo Z). Para se obter a imagem de uma seção, o processo irá gerar uma série de imagens radiológicas, capturadas pela rotação da amostra em 360° em função do passo angular definido e com isso calcular matematicamente a distribuição 3D do coeficiente de atenuação, a figura 1 ilustra o esquema descrito.



Figura 1 - Diagrama básico de um sistema de microCT onde o objeto gira em torno de seu eixo enquanto as radiografias são projetadas no detector (adaptado de IONITA *et al*, 2008).

3.1.3 Reconstrução

O próximo passo após a aquisição das projeções é a reconstrução para se obter as seções do objeto analisado. Os métodos de reconstrução podem ser classificados como métodos iterativos e analíticos. Os algoritmos de reconstrução são baseados nas diversas geometrias dos feixes de raios X dentre os algoritmos de reconstrução mais utilizados está o de Feldkamp (FELDKAMP *et al.* 1984) que é amplamente utilizado em reconstruções 3D de sistemas de tomografia de feixe cônico.

A equação 3.4 apresenta uma expressão para as duas dimensões através da projeção tridimensional $P(\theta, a, b)$ do objeto f(x,y e z).

$$P(\theta, a, b) = P(\theta, a(x, y, \theta), b(x, y, \theta)) = \oint f(x, y, z) dl$$
(3.4)

Na equação 3.3 a e b são coordenadas horizontais e verticais do detector, respectivamente. L é o comprimento geométrico de um raio que se propaga através de um objeto em seu caminho para o sistema de detecção e θ é o ângulo das projeções. As coordenadas a e b do detector se relacionam com x, y, z e θ por meio das equações 3.5 e 3.6 nas quais R é a distância entre o sistema fonte detector.

$$a(x, y, \theta) = R \frac{-x sen\theta + cos\theta}{R + x cos\theta + y sen\theta}$$
(3.5)

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

A reconstrução para o feixe cônico é praticamente feita do mesmo modo que o feixe paralelo, mas com certa complexidade geométrica. O processo de filtração é dado por:

$$\widetilde{P}(\theta, a, b) = \left(\frac{R}{\sqrt{R^2 + a^2 + b^2}} P(\theta, a, b)\right) * g(a)$$
(3.7)

Na equação acima, * denota a convolução entre a projeção $P(\theta, a, b) \in g(a)$, que é o filtro rampa. O fator na frente da projeção é chamado de pré-fator de peso e pode ser relacionado com a geometria do feixe através da relação:

$$\frac{R}{\sqrt{R^2 + a^2 + b^2}} = \cos\varphi\cos\Psi \tag{3.8}$$

Na equação 3.8, os parâmetros $\varphi \in \Psi$ são respectivamente os ângulos leque e cônico. O pré-fator de peso e projeção filtrada $\tilde{P}(\theta, a, b)$ dada pela equação 3.7 são finalmente retroprojetadas no espaço tridimensional do objeto f(x, y, z), e dado pela equação 3.9 de forma que o algoritmo de Feldkamp é do tipo retroprojeção filtrada.

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

O formalismo matemático completo para a obtenção destes resultados pode ser encontrado em BUZUG (2008).

A imagem digital pode ser definida como uma imagem duas dimensões com uma função f(x, y) nas quais x e y são coordenadas espaciais, e q amplitude f para qualquer par de coordenadas (x, y) que é a intensidade de radiação ou o nível de cinza da imagem no respectivo ponto. Têm-se a imagem digital quando os valores de amplitude de f para qualquer par de coordenadas de x e y finitos, ou seja, com quantidades discretas, cada um com determinado local e valor. Estes elementos são conhecidos como elementos de imagem ou *pixels* que é o termo geralmente utilizado. Os conjuntos de pixels formam a amostra

inteira e cada elemento representa um valor numérico de tons de cinza. A imagem digital é armazenada por meio de dígitos binários denominados bits que podem ser admitidos valores de 0 ou 1, um conjunto de 8 bits é denominado byte e estes são utilizados para representar os pixels da imagem digital onde cada configuração de bytes representa as diversas tonalidades de nível de cinza nos pixels OLIVEIRA (2010).

Para as imagens 3D a quantificação é representada pelas coordenadas (x,y,z). Nesta situação a imagem é representada como uma sequência de imagens 2D ao longo do eixo z e o menor elemento nesse caso recebe o nome de *voxel*. Os *voxel*s por sua vez, representam pontos de amostragem de fenômenos físicos e são empregados para reconstruir no computador a forma ou respectiva função das estruturas em 3D.

Uma série de correções podem ser realizadas para reduzir ruídos e artefatos indesejáveis nas imagens digitais, questão central que gira em torno da qualidade da imagem digital.

3.2 Porosidade

Em uma rocha, a porosidade total ϕ pode ser obtida pela relação entre o espaço poroso total, ou seja, o volume vazio V_{ν} pelo volume total da rocha V_t conforme equação 3.10.

$$\phi(\%) = \frac{v_v}{v_t} \tag{3.10}$$

A estrutura dos poros ou espaço poroso em um sistema real é principalmente dividido em volume do poro e garganta AL-KHARUSI *et al.* (2007), onde o maior espaço vazio é considerado o volume do poro e onde os espaços vazios mais alongados e que os conectam, são as gargantas.

A porosidade nas rochas pode ser do tipo primária, gerada durante a formação da rocha ou no final da deposição dos sedimentos, ou secundária originada por qualquer processo após sua formação ou deposição dos sedimentos, como por exemplo, dissolução ou tectonismo. Segundo BERRYMAN & WANG (2000) dois tipos de porosidade são frequentemente mais importantes na escala de rochas reservatório: a porosidade da matriz e a porosidade de fissuras ou fraturas. Além disso, de acordo com a sua condutividade a

estrutura porosa pode ser dividida em espaço poroso efetivo e não efetivo ou de armazenamento, sendo o efetivo que controla a permeabilidade, com maior sensibilidade às variações. O espaço poroso não efetivo é definido como aquele onde a velocidade do fluxo é muito menor a 1% da velocidade média do fluido BERNABÉ *et al.* (2003).

A porosidade pode ser considerada uma componente da petrofísica muito importante, e que confere às rochas relevantes propriedades tais como: dureza, resistência, permeabilidade, e as classificam para diferentes aplicações. Por isso, é de grande interesse estudar a influência da porosidade sobre o comportamento da rocha. O conhecimento da forte susceptibilidade dos carbonatos à dissolução, substituição mineralógica e recristalização permite gerar uma variedade de tipos e tamanhos de poros de distribuição irregular. A porosidade das rochas carbonáticas pode se classificar em três tipos: (i) porosidade conectada, (ii) existente entre os grãos e (iii) porosidade vugular, que são poros em forma de vesículas, originados pela dissolução da calcita durante a diagênese, e (iv) porosidade por fratura, originada por esforços depois da deposição. SCHOLLE & SCHOLLE (2003) fizeram uma representação dos diferentes tipos de porosidade (figura 2) com base na classificação de CHOQUETTE & PRAY (1970), divididas nos quatro grupos.



Figura 2 - Classificação da porosidade em rochas carbonáticas (adaptado de CHOQUETTE & PRAY, 1970).

No primeiro grupo de textura seletiva, a responsável da formação do poro são os grãos e cristais ou outras estruturas físicas. Neste grupo, inclui-se os tipos de porosidade: (i) Interpartícula onde o espaço poroso é formado pelas partículas sedimentares, com um diâmetro de poro maior que 10µm; (ii) Intrapartícula, onde o espaço poroso se forma no interior das partículas ou grãos das rochas, com um diâmetro de poro menor que 10µm; (iii) Intercristalina, em que o espaço poroso é formado pelos cristais da rocha; (iv) Móldica, formada pela remoção seletiva ou dissolução do material sedimentar; (v) Fenestral, este termo é usado para definir as aberturas maiores e mais longas que os interstícios formados pelos grãos das rochas, com diâmetros maiores a 100µm; (vi) Abrigo ou *shelter*, na qual as partículas cobrem a superfície da rocha em formação, deixando um espaço vazio formando o

poro e evitando que seja preenchido por material mais fino; (vii) Estrutura de crescimento ou *Growth*, que é um tipo de porosidade primária criada a partir do crescimento *in situ* da estrutura da rocha carbonática.

No grupo de textura não seletivo, os poros podem atravessar seus limites primários, incluindo os seguintes tipos: (i) Fratural, originada pelo fraturamento da rocha, que pode induzir à formação de outros tipos de poros e aumentos significativos da permeabilidade; (ii) Canal, que é aplicável a poros alongados com continuidade em uma ou em duas dimensões com comprimento 10 vezes maior que a sua seção transversal; (iii) Vugular, com diâmetros maiores a 1 mm, não apresentando relação com a textura da rocha, e sendo formados geralmente por dissolução com um baixo grau de comunicação; (iv) Caverna, este tipo de porosidade originada por processos de dissolução é caracterizada pelo maior tamanho, que são grandes cavidades, podendo seu tamanho ser em torno de meio metro.

O último grupo é de textura seletiva ou não; inclui os tipos de porosidade: (i) Brecha, que acontece principalmente na zona de falha, dissolução com fluxo de detritos e deslizamento ou deformação tectônica. (ii) *Boring* ou buraco, no qual os poros são criados por organismos em sedimentos relativamente rígidos; (iii) *Burrow* ou Toca, neste caso os poros também são formados por organismos, mas em sedimentos pouco consolidados; (iv) *Shrinkage* ou gretas de contração, sendo estes vazios originados por processos de secagem que são associados com a ocorrência de gretas e fissuras de tamanho variável, que se apresentam majoritariamente em sedimentos finos RODRIGUEZ (2006).

A porosidade efetiva é definida como o espaço poroso conectado e é utilizada para cálculos de fluxo de fluidos. Em determinada escala, todo espaço poroso é conectado, a questão principal, no entanto, é de que forma os poros estão conectados. Sendo assim, o espaço poroso pode ser classificado com base na textura da rocha e suas propriedades petrofísicas, de modo a integrar informações geológicas e de engenharia.

Para descrever a microarquitetura de poros conectados, a porosidade, tamanho de poros, diâmetro dos poros, e a distância entre poros, é necessário utilizar algumas definições. Tais como, porosidade é a fração vazia da amostra, incluindo os espaços vazios conectados ou não. O tamanho de poro é o volume total do *voxel* digitalizado de cada poro identificado durante a extração da rede de poros. Tamanho do diâmetro dos poros se refere ao diâmetro máximo registrado em cada poro. A conectividade, por sua vez, mensura quantos poros estão conectados a um determinado poro, um breve sumário pode ser visto na figura 3.

Características do espaço poroso	Visualização Gráfica	Descrição
Área de poros		Área média de poros por <i>slice</i> .
Volume de Poros	A	O volume dos poros é a toda a região que preenche os poros A, B e C.
Diâmetro dos poros	Contraction of the second seco	Diâmetro dos poros (D) é o diâmetro da maior esfera registrada dentro do volume do poro.
Número de poros		Quantidade de poros por <i>slice</i> .
Conectividade	A I B 2	Quantifica os poros conectados a um determinado poro.

Figura 3 - Sumário de algumas características da rede de poros.

3.2.1 Porosidade detectável e métodos de segmentação

Para descrever a microarquitetura de poros conectados, porosidade, área de poros, diâmetro de poros, é necessário usar algumas definições. Porosidade é a fração vazia da amostra, incluindo espaços vazios conectados ou não. O tamanho do poro é o volume total dos voxels digitalizados de cada poro identificado durante a extração da rede de poros.

Diâmetro de poros refere-se a um raio máximo registrado em cada poro. O número de coordenação é o que identifica o número de poros adjacentes conectados a um determinado poro e representa a conectividade de um espaço poroso e densidade de conectividade é o quanto conectado estes poros estão Lamy-Chappuis, B. *et al.* (2014).

Propriedades de transportes de fluidos dependem criticamente do tamanho, forma e conectividade do espaço poroso e da geometria da rede de poros. O problema fundamental em se tratando em imagens digitais e simulação na escala de poros é como representar e simular os diferentes níveis de escala de cinza encontrados no meio poroso, começando pelas regiões de porosidade não resolvida, ou seja a micro porosidade de sub-resolução.

Em estudos envolvendo materiais com rede de poros complexas como Coquina por exemplo, a representação realista da estrutura do poro é essencial, no entanto, tem se mostrado um desafio devido à sua característica heterogênea. Há um crescente interesse no uso de técnicas avançadas de imagem para descrever o espaço de poros das rochas naturais em resoluções que permitem a avaliação morfológica e quantitativa desses meios complexos.

O custo benefício entre o tamanho da amostra e a resolução da microCT significa que um único volume de micro-TC pode não capturar todos os detalhes da estrutura de poros em multiescala Herbert *et al.*(2014). Em algumas resoluções dependentes do tamanho dos poros, as interconexões dentro do espaço poroso começam a ser representadas por valores intermediários da escala de cinza. O que torna problemático quando uma fração significativa da porosidade que contribuiria para o fluxo está abaixo da resolução das imagens da microCT, como é o caso para muitas rochas carbonáticas Gray *et al.* (2016). Uma resolução menor faz com que a conexão do poro seja representada por valores intermediários da escala de cinza e limita a informação da geometria do sistema de poros, como pode ser visto na Figura 4 de forma mais expressiva nos *slices* reconstruídos com resoluções de 14 µm e 18 µm.



Figure 4 - Imagens comparativas da mesma região com diferentes resoluções de uma fatia reconstruída da amostra de Coquina.

Para rochas naturais que demonstram distribuições de tamanho de poro multimodal, o processo de segmentação das imagens é uma etapa crucial, uma vez que diferentes métodos podem levar a diferentes geometrias do espaço poroso Soulaine *et al.* (2016). Algoritmos de segmentação multithreshold podem melhorar a qualidade da segmentação. No entanto, em imagens em escala de cinza, três classes de voxels podem ser observadas: voxels preenchidos completamente por minerais sólidos, voxels que representam espaços vazios e voxels que estão abaixo da resolução do instrumento, que é o problema a ser resolvido. Essa última categoria, que pode ser composta de material sólido, espaço vazio ou ambos, são chamados de microporos. Ignorar essa microporosidade pode levar a uma significativa subestimação da configuração geral do espaço poroso. Neste sentido, uma análise de porosidade confiável usando a técnica de microCT requer qualidade de imagem suficiente para permitir a discriminação das características importantes da amostra. Nos últimos anos, foram realizados esforços e busca de recursos significativos para melhorar a pesquisa de meios microporosos, como aspectos da dinâmica fluida e interfacial na escala de poros, para aplicações práticas, como análise de morfologia em microescala e permeabilidade absoluta por simulações de fluxo de fluidos Araujo *et al.* (2018). No entanto, a aplicação de métodos de segmentação de imagem adequados para conversão de volumes em escala de cinza em uma forma discreta que permita a caracterização quantitativa de características do espaço de poros e modelagem subsequente de processos de fluxo ainda parece ser um desafio.

A segmentação de imagens é a etapa mais crucial que afeta todos os esforços subsequentes de análise quantitativa e modelagem. A fim de obter uma representação morfológica do sistema poroso a partir de dados microCT reconstruídos e quantificar parâmetros de escala de poros, como porosidade, área de superfície específica, conectividade, tortuosidade ou estrutura de rede, um processo de binarização é comumente implementado para separar imagens em fases discretas (partículas sólidas e espaço vazio). O processo de segmentação também é crucial em estudos envolvendo a análise de sistemas trifásicos, onde a mesma amostra é escaneada em diferentes estágios de saturação (ou seja, seco e líquido saturado) ou em diferentes energias (dupla energia).

O processo de segmentação subdivide uma imagem em sua região ou objeto constituinte. Os métodos de segmentação de imagens são categorizados com base em duas propriedades: descontinuidade e similaridade GONZALES & WOODS (2007). Com base nessas propriedades, a segmentação de imagem é categorizada como segmentação baseada em borda e segmentação baseada em região. Os métodos de segmentação que são baseados na propriedade de descontinuidade dos pixels são considerados como técnicas baseadas em limites ou bordas. O método de segmentação baseado em borda tenta resolver a segmentação de imagem detectando as arestas ou pixels entre regiões diferentes que têm uma transição abrupta em intensidade. Essas regiões são extraídas e formam limites de objetos fechados e o resultado final é uma imagem binária. Na prática, é muitas vezes difícil, no entanto, selecionar um limiar adequado, devido à densidade da composição do material da amostra. Dos diferentes métodos de segmentação, os mais utilizados para realizar a análise de porosidade total são: Global, Otsu, Otsu 2D, Ridler Calvard e Adaptativo.

O limiar global é a abordagem mais comumente aplicada para segmentação. Um único valor de escala de cinza é definido para separar as regiões de interesse com base na análise do histograma da imagem. Um valor limite é selecionado com base na semelhança visual entre várias seções 2-D correspondentes das imagens em escala de cinza e binarizadas originais SEZGIN & SANKUR (2004).

O método de segmentação adaptativo aplica uma abordagem que ainda depende do limiar de intensidade de alguma forma, mas, em vez de usar um único valor global, utiliza uma superfície de limiar variável, calculada a partir das características da imagem local. Os métodos dentro dessa categoria são baseados em informações espaciais locais, como detecção de bordas (YANOWITZ & BRUCKSTEIN, 1989; Sheppard et al. 2004) e tomam uma decisão de segmentação para cada voxel. A utilização de informações locais pode geralmente fornecer melhor qualidade de segmentação e explicar alguns artefatos de imagem (por exemplo, endurecimento de feixe ou ruído de alta frequência), no entanto apresenta uma demanda de memória de processamento e computacional muito maiores. Uma limitação deste método é o custo computacional, que foi o mais alto dentre os outros testados.

O método de Otsu é uma das técnicas de segmentação do tipo automática mais usada; o conceito por trás desse método é encontrar um valor limiar que minimize as variâncias dentro das classes de voxels de fundo (*background*) e primeiro plano, o que equivale a maximizar a variância entre as médias das duas classes agrupadas (OTSU, 1979; SUND & EILERTSEN, 2003). Da mesma forma, o método Otsu 2D comporta-se bem na segmentação de imagens de baixa relação sinal-ruído. No entanto, oferece resultados satisfatórios quando os números de pixels em cada classe estão próximos uns dos outros. Caso contrário, pode apresentar resultados imprecisos. Dentre todas as técnicas de segmentação, os métodos automáticos são amplamente utilizados devido às suas vantagens de permitir uma implementação simples e pela economia de tempo ZHANG & HU (2008).

Ridler-Calvard também fornece segmentação automática e usa uma abordagem iterativa para encontrar o limiar como o ponto médio entre o fundo da imagem e o primeiro plano de voxels permitindo uma extração mais limpas da região binarizada RIDLER & CALVARD (1978), esta técnica também é conhecida como isodata ou *k-means* de agrupamento.

As reproduções de modelos do espaço poroso em alta resolução e dos métodos de segmentação constituem um passo importante para a interpretação quantitativa das relações

entre permeabilidade e porosidade em rochas, no entanto o poder computacional limitado ainda força uma troca entre resolução e representatividade do tamanho para o modelo de simulação. Uma maneira de contornar isso é simplificar a geometria do modelo extraindo um modelo da rede de poros ou simplificar os cálculos de fluxo de fluido adotando uma abordagem de escala contínua de poros como um volume representativo do elemento (REV).

3.3 Volume representativo do elemento (REV)

A fim de realizar uma análise quantitativa em microescala da porosidade em rochas para ser relevante na macro escala, é necessária a seleção de um volume elementar representativo (REV). O conceito de REV para estudo de poros em rochas foi introduzido pela primeira vez por Bear, sendo definido como o volume no qual a variabilidade dos parâmetros morfológicos tende a decair significativamente, abrangendo uma quantidade representativa da heterogeneidade da amostra. O REV é considerado o volume mínimo em que tais parâmetros como (porosidade, permeabilidade, conectividade...) se tornam independentes do volume e, portanto, deve ser suficientemente maior para incluir um número considerável de poros para permitir uma média estatística significativa necessária BEAR (2012). Posteriormente, houve a investigação teórica do tamanho mínimo (e máximo) de um REV é apresentada por BACHMAT & BEAR (1986). Da mesma forma, REV pode ser definido como um volume médio mínimo sobre o qual as características mensuráveis macroscópicas de um meio poroso permanecem constantes AL-RAOUSH & PAPADOPOULOS (2010). Usualmente, a porosidade é usada como parâmetro macroscópico desejado neste tipo de análise, mas outros parâmetros como área de superfície específica e permeabilidade também foram aplicados para este propósito (Zhang et al., NORDAHL & RINGROSE 2008, HENDRICK & GOODMAN 2012).

A substituição de um campo de propriedade heterogêneo por um homogêneo hipotético é frequentemente chamado de aproximação efetiva do meio. É essencial para essa abordagem a noção de um REV que denota um volume do campo de propriedade que é grande o suficiente para capturar uma quantidade representativa da heterogeneidade (Bear 1988, p. 19). A determinação desse volume está associada à escala de comprimento. É importante avaliar o efeito de várias escalas de comprimento nas quais o sistema pode ser considerado homogêneo, especialmente porque a abordagem do contínuo pode ser falha

quando os comprimentos de correlação no sistema se aproximam do tamanho total da amostra SAHIMI (1995). Quando o volume da amostra é pequeno em comparação com a escala de comprimento da heterogeneidade, a propriedade medida irá variar com pequenas mudanças no volume da amostra. Em um determinado volume as flutuações são minimizadas e uma quantidade representativa de heterogeneidade pode ser calculada com segurança na medição. Os limites mínimo e máximo do REV estão intimamente relacionados aos termos geoestatísticos de homogeneidade local e estacionariedade local (BAVEYE E SPOSITO 1984; Anguy et al. 1994). A homogeneidade é definida qualitativamente como uma característica que denota que uma determinada propriedade física entre subvolumes de uma amostra tem o mesmo valor independentemente de sua localização (Olea 1991, p. 34), enquanto a estacionariedade de segunda ordem é definida estatisticamente como um campo aleatório com mudanças insignificantes na média e variância em função da localização Jensen et al. (2000). Corbett et al. (1999) definem um "volume apropriado" que captura tanto a homogeneidade local quanto a estacionariedade local, de modo que uma propriedade macroscópica é relativamente insensível a pequenas mudanças no volume ou na localização. Consequentemente temos duas condições, os termos heterogêneo e homogêneo podem depender do volume da amostra e da propriedade medida, ou em amostras muito heterogêneas não alcançar um plateau de estabilidade, conforme podemos observar na figura 5



Figura 5 - Diagrama esquemática demonstrando que a propriedade medida varia com o volume da amostra e o domínio da representativo do elemento (REV) adaptado de SHAH *et al.* (2017).
Como discutido, houveram diferentes abordagens quando se trata de estudar REV. O mais comum em ciências geológicas e hidrologia é assumir que uma dada amostra é um REV quando a porosidade permanece constante em diferentes tamanhos de volume, independentemente do parâmetro de macroescala em estudo Islam et al, (2018). Os estudos de AL-RAOUSH (2012) e os estudos de SARAJI & PIRI (2015), mostraram que a primeira abordagem nem sempre é adequada para parâmetros relacionados às propriedades microestruturais, tais como a permeabilidade, e que os REVs tendem a ser dependentes da propriedade a ser estudada. Uma abordagem diferente é usada na literatura considerando o tamanho do REV quando o parâmetro de macro-escala em estudo permanece constante conforme o volume é aumentado AL-RAOUSH, & PAPADOPOULOS (2010). Mostaghimi et al. (2013) realizaram um estudo relacionando o tamanho do REV para calcular propriedades estáticas como a porosidade e o tamanho REV para a estimativa de permeabilidade em arenitos e amostras de carbonato. Seus resultados mostraram que, para a permeabilidade de rochas carbonáticas, mesmo com um REV acima de 300 x 300 x 300 voxels, ele continuou a mostrar variações de porosidade nos resultados e as diferenças são ainda maiores para a permeabilidade. Nesse mesmo estudo, o tamanho do REV para realizar a análise das propriedades de fluxo também foi avaliado e verificou-se que este tamanho deve ser maior devido à necessidade de capturar a tortuosidade e conectividade dos poros. O REV para permeabilidade é maior (> 2 mm) do que para propriedades estáticas, como porosidade e área de superfície específica (0,8–1,6 mm) Mostaghimi et al. 2013, Latief et al. (2017).

Islam *et al.* (2018) aplicam a uma metodologia para determinar o REV para permeabilidade em três direções para uma dolomita e uma amostra de carbonato. O platô de permeabilidade começa para um cubo de comprimento de 5,3 mm. No entanto, o resultado da simulação numérica na direção z superestima a medição experimental para a amostra completa com diâmetro de 1,5 polegadas (3,81 cm). Para o reservatório de carbonato, conhecidamente uma amostra heterogênea, um tamanho de REV não pode ser determinado, pois os valores de permeabilidade continuam a variar sugerindo que o tamanho máximo de subvolume estudado era muito pequeno.

O fluxo em meios porosos é importante em uma ampla variedade de empreendimentos industriais, incluindo extração de petróleo, gerenciamento de águas subterrâneas, engenharia química, estudos envolvendo processos de filtração e de solidificação. A resistência é conhecida como a tortuosidade e é frequentemente caracterizada por seu inverso: a permeabilidade. Isso ocorre porque a permeabilidade é afetada pela tortuosidade e a conexão entre os caminhos do fluxo. Para grandes simulações de fluxo de fluidos, o volume total é dividido em várias regiões, cada uma das quais é atribuída uma permeabilidade obtida a partir de experimento físico ou numérico usando uma amostra representativa de material.

O processo usual é começar com um modelo geométrico de uma amostra, obtida através de técnicas microanalíticas avançadas, e aumentar o volume usado para a média espacial até que as variações na permeabilidade estimada se tornem pequenas com o aumento adicional. Esses esforços foram a base do conceito teórico do REV e, devido a essas incertezas, os pesquisadores frequentemente procuram determinar o tamanho mínimo para um REV para permeabilidade diretamente das simulações de fluxo de fluidos Hendrick *et al.* (2012).

Neste trabalho esta abordagem foi considerada para determinar o volume que leva a uma variação aceitavelmente baixa para o parâmetro analisado quando as medições são realizadas em uma determinada região Baveye *et al.* (2002), Costanza-Robinson *et al.* (2011). Um subvolume em forma de paralelepípedo com 100 fatias fixas de altura foi quantificada a partir de um comprimento de mínimo de 1mm e foi progressivamente aumentado de acordo com o esquema mostrado na (Figura 6). A simulação de fluxo de fluido foi realizada para estimar a permeabilidade até atingir o patamar onde os valores são independentes do volume.



Figura 6 - Metodologia para obter as dimensões REV aplicadas para a permeabilidade na simulação de fluxo de fluidos: (a) Amostra de Coquina do Morro do Chaves, (b)Vista sagital para determinar as 100 fatias de altura e na vista transaxial (c) uma forma retangular centrada foi aumentando progressivamente em tamanho para comprimento e largura, formando ao longo com a altura um subvolume em forma de paralelepípedo. Na figura (d) um exemplo do REV da rede de porosidade para a permeabilidade aplicado neste estudo.

Foi considerada a avaliação anterior para escolher o tamanho do REV aplicado em nosso trabalho. O critério era que a análise estatística da propriedade petrofísica da permeabilidade pudesse ser aplicada para demonstrar a representatividade e que fosse grande o suficiente para capturar informações suficientes sobre índices importantes em simulações de permeabilidade como tortuosidade e conectividade.

3.4 Parâmetros Morfométricos

A seguir serão apresentados alguns dos parâmetros morfométricos mais relevantes no estudo de caracterização de rochas a respeito da microestrutura interna e porosidade que podem ser calculados através da técnica da microCT.

3.4.1 Anisotropia

A anisotropia é uma medida de simetria 3D quantificada em função da presença ou ausência de alinhamento preferencial de estruturas ao longo de um eixo direcional. Considere uma região ou volume contendo duas fases (sólido e espacial), ambas com arquitetura complexa, como a estrutura interna de uma rede de poros. Podemos avaliar esse volume para determinar sua isotropia. Se o volume for isotrópico, uma linha passando pelo volume em qualquer orientação 3D fará um número similar de interceptações na fase sólida. Por exemplo, uma sacola de bolinhas seria isotrópica. No entanto, um pacote de espaguete seria não-isotrópico, ou anisotrópico, já que as linhas que seguem a direção do espaguete fariam poucas interseções ao longo dos espaguetes, enquanto as linhas cruzando-se em ângulo reto fariam muitas interseções. A Figura 7a ilustra a diferença no número de interceptos para linhas de diferentes direções através de um grupo de estruturas alinhadas e anisotrópicas. Com essa relação, a análise do comprimento de interseção médio (mean intercept length, MIL) calcula a anisotropia. O comprimento médio de interseção é encontrado enviando uma linha através de um volume de imagem 3D contendo objetos binarizados e dividindo o comprimento dessa linha pelo volume analisado o número de vezes que a linha atravessa a fase sólida.

No cálculo de MIL, o comprimento da interseção pode se correlacionar com a espessura do objeto em uma determinada orientação, mas não a mede diretamente. Para a análise de MIL, uma grade de linhas de teste é enviada através do volume em um grande número de ângulos 3D. A MIL para cada ângulo é calculada como a média de todas as linhas da grade. A próxima etapa envolve a visualização da distribuição 3D dos comprimentos de MIL como um elipsóide. Todas as linhas são desenhadas passando por um ponto assim como o comprimento de cada linha. Em 3D, isso cria um efeito denso de almofada de alfinetes com linhas em todas as direções com diferentes comprimentos. A Figura 7B mostra em um diagrama simples a aparência de uma distribuição de MIL em 3D. Qualquer assimetria nos MILs em relação ao ângulo 3D, que representará a anisotropia da

nossa rede de poros, fará com que a distribuição da linha se afaste de uma forma esférica geral e se torne alongada na direção em que as estruturas sólidas têm o maior MIL.

Uma rocha com isotropia perfeita é geralmente difícil de se encontrar. Diversos fatores contribuem para a anisotropia de uma rocha, tais como a disposição de seus minerais constituintes, a textura da rocha, dos processos geológicos posteriores a gênese da rocha, dentre outros. Esse é um aspecto de grande relevância uma vez que a natureza anisotrópica da matriz rochosa e das estruturas internas desempenham um papel significativo no fluxo de fluidos BIDGOLI & JING (2014).



Figura 7 – (a) Estruturas longas e alinhadas tem uma alta anisotropia, os números de interceptações em cada linha são demonstradas; (b) no cálculo, um elipsóide é ajustado à distribuição 3D (SKYSCAN, 2013b).

Um tensor (matriz) de 9 (3x3) autovetores descreve as direções dos três vetores, a equação desse elipsóide pode ser escrita de acordo com a equação X.

$$\begin{bmatrix} n_1 & n_2 & n_3 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} A & D & E \\ D & B & F \\ E & F & C \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} n_1 \\ n_2 \\ n_3 \end{bmatrix} = \frac{1}{L^2(\theta)}$$
(3.11)

O nível de anisotropia é tradicionalmente expresso como o autovalor máximo dividido pelo autovalor mínimo. Os valores para nível de anisotropia calculados desta forma variam de zero totalmente isotrópico a infinito totalmente anisotrópico SKYSCAN (2013b).

3.4.2 Conectividade e Densidade de Conectividade

O número de Euler é um indicador de conectividade de uma estrutura 3D complexa SKYSCAN (2013b). O número de Euler é característico de uma estrutura tridimensional que é topologicamente invariável. Ele mede o que pode ser chamado de "conectividade redundante", ou seja, em que grau as partes do objeto são conectadas de forma múltipla Odgaard *et al.* (1993). Esta é uma medida que quantifica as conexões de uma estrutura. O grau de conectividade dos poros, a quantidade e a geometria destes controlam a permeabilidade do meio. Os componentes do número de Euler são:

$$\chi(X) = \beta_0 - \beta_1 + \beta_2 \tag{3.12}$$

onde β_0 é o número de objetos, β_1 a conectividade e β_2 o número de cavidades fechadas. A análise de Euler fornece uma medida da densidade de conectividade, indicando o número de conexões redundantes entre as estruturas por unidade de volume analisado é uma medida global que fornece valores mais altos para estruturas bem conectadas e valores baixos para as menos conectadas. É calculado baseado no máximo de ramificações que podem ser cortadas sem separar a estrutura em 3D. Este valor dividido pelo volume analisado fornece a densidade de conectividade SKYSCAN (2013b)

3.4.3 Espessura e separação de estruturas

Com as imagens da microCT, as estruturas internas podem ser visualizadas e mensuradas com alta precisão. A espessura local para um ponto sólido pode ser definida como o diâmetro da maior esfera que preenche duas condições: (i) a esfera preenche determinado ponto, e o ponto não precisa ser necessariamente o centro da esfera; e (ii) a esfera é inteiramente limitada dentro das superfícies sólidas (figura 8).



Figura 8 - Representação esquemática do algoritmo usado para o método 3D direto no cálculo de (a) espessura e (b) separação de estruturas (adaptado de ODGAARD *et al*, 1993).

As distâncias em 3D são calculadas ajustando esferas dentro da estrutura (isto é, para avaliar espessura e para avaliar a separação média). Os diâmetros médios das esferas representam a espessura do objeto, e o desvio padrão do diâmetro representa a variabilidade na espessura do objeto. O método começa com uma "esqueletonização" identificando os eixos mediais de todas as estruturas. Então, a medição de espessura local ajustada à esfera "*sphere fitting metod*" é feita para todos os *voxels* situados ao longo de um determinado eixo REMY e THIEL (2002). Qualquer região de um objeto binarizado pode ser caracterização de estruturas complexas.

3.5 Simulação da permeabilidade absoluta

A permeabilidade pode ser definida como a capacidade que um sólido tem de deixar que um fluido atravesse seus poros, é geralmente proporcional a porosidade, mas também depende da forma dos poros, conectividade e do quão tortuosa é a rede de porosidade. As avaliações estatísticas obtidas na simulação de fluxo de fluidos podem fornecer informações adicionais na rede de estrutura interna de poros para a análise de rochas. Primeiramente, as distribuições da magnitude da velocidade nas direções transversais (em relação à direção do fluxo principal) apresentam ser simétricas, o que está de acordo com observações experimentais para o cálculo de velocidade de partículas CENEDESE e VIOTTI (1996), MORONI e CUSHMAN (2001). Além disso, funções de densidade de probabilidade dos campos de velocidade de fluxo podem ser úteis para obter avaliação sobre a natureza homogênea ou heterogênea de um espaço de poros BIJELJIC *et al.* (2013a, 2013b), Al-khulaifi *et al.* (2018).

Para a renderização do volume 3D e simulação da permeabilidade absoluta de fluxo de fluidos, foi utilizado o *software* comercial Avizo 8 do *Visualization Science Group*. A análise da permeabilidade absoluta neste estudo utiliza os modelos médios de raio hidráulico e tortuosidade. O raio médio está relacionado ao volume de poros da área de fluxo, ou seja, a área da superfície das paredes dos poros (Eq. 3.13).

$$R_{h} = \frac{v}{s} \tag{3.13}$$

Onde Rh é o raio hidráulico médio, V é o volume de poros e S é a área de fluxo. Supondo que o espaço de poros possa ser representado como poros tortuosos de raio constante, pode ser relacionado à porosidade e tortuosidade pela equação 3.14.

$$\kappa = \frac{\phi r^2}{8\tau} = \frac{\phi R^2 h}{2\tau} \tag{3.14}$$

Onde κ é a permeabilidade, ϕ é a porosidade, r é o raio dos poros e τ é a tortuosidade. BEAR, em 1972, apresentou uma completa derivação desta equação da lei de Poiseuille.

Em simulações de permeabilidade absoluta, alguns elementos gerais são considerados. Mais precisamente, o problema de Navier-Stokes pode ser resolvido pela imposição das seguintes condições de contorno: (i) um plano de *voxel* de fase sólida é adicionado nas faces da imagem que não são perpendiculares à direção do fluxo principal. Isso permite isolar a amostra do lado de fora, deixando que nenhum fluxo saia do sistema; (ii) as configurações experimentais são adicionadas nas faces da imagem, que são perpendiculares à direção do fluxo principal. Eles são projetados de uma maneira que cria

uma zona de estabilização onde a pressão é quase estática, e o fluido pode se espalhar livremente na face de entrada da amostra; e (iii) podem ser escolhidas como parâmetro de entrada a pressão de entrada e saída do sistema e a vazão sendo o fluxo estimado a partir das escolhas destas condições de contorno, figura 9.



Figura 9 - Ilustração esquemática das condições de contorno para a simulação de permeabilidade absoluta utilizada no software Avizo (adaptado de Islam *et al* 2018).

A permeabilidade absoluta pode ser obtida por uma simples aplicação da lei de Darcy, definida como a medida da capacidade de um material poroso de transmitir um fluido monofásico. A permeabilidade é uma propriedade intrínseca de um material, independentemente de qualquer condição externa. A permeabilidade absoluta aparece na lei de Darcy (Eq. 3.15) como um coeficiente constante que relaciona os parâmetros de fluido, fluxo e material:

$$\frac{Q}{S} = -\frac{\kappa}{\mu} \frac{\Delta P}{L} \tag{3.15}$$

Onde Q é a taxa de fluxo global que atravessa o meio poroso, S é a seção transversal da amostra pela qual o fluido passa κ é a permeabilidade absoluta, μ é a viscosidade dinâmica do fluido em fluxo, ΔP é a variação de pressão aplicada ao redor a amostra e L é o comprimento da amostra na direção do fluxo.

Para estimar numericamente a permeabilidade absoluta, são aplicadas as equações de Stokes:

$$\begin{cases} \vec{\nabla}.\vec{V} = 0\\ \mu \nabla^2 \vec{V} - \vec{\nabla}P = \vec{0} \end{cases}$$
(3.16)

Onde é \vec{V} o operador de divergência, \vec{V} é a velocidade do fluido na fase fluida do material, μ ainda é a viscosidade dinâmica e *P* é a pressão do fluido na fase fluida do material. Este sistema de equações é uma simplificação das equações de Navier-Stokes, considerando: (i) um fluido incompressível, o que significa que sua densidade é uma constante; (ii) um fluido newtoniano, o que significa que sua viscosidade dinâmica é uma constante; (iii) um fluxo de estado estacionário, o que significa que a velocidade não varia com o tempo; (iv) um fluxo laminar, o que significa que as velocidades em questão são pequenas o suficiente para não produzir turbulência. Uma vez resolvido este sistema de equações, estimar o coeficiente de permeabilidade consiste em aplicar a lei de Darcy. Para isso é utilizado como entrada as imagens segmentadas da rede de porosidade das amostras de rochas.

4. Materiais e métodos

A metodologia proposta nesta tese é apresentada na Figura 10, como um fluxograma.



Figura 10 – Fluxograma da metodologia proposta.

Na parte superior do fluxograma temos os dados de entrada, inclui todas as tarefas relevantes para a preparação das amostras de Indiana Limestone, Coquina e Arenito. O lado direito descreve os cinco passos da metodologia de análise morfométrica por microCT. O lado esquerdo representa as simulações de fluxo de fluidos com as imagens binarizadas dos REVs provenientes da microCT e a litologia sobre as características destes tipos de rochas. As mesmas cores indicam propriedades a serem comparadas e constituem a parte de controle qualitativo da metodologia proposta. A parte inferior do fluxograma ilustra como as saídas das duas análises convergem para comparação.

4.1 O Sistema de MicroCT

O sistema de microCT utilizado neste trabalho é um Bruker/Skyscan modelo 1173 (Figura 11). O equipamento possui a fonte de raios X com alvo de tungstênio (W=74) produzido pela Hamamatsu, modelo L9181, opera com tensões entre 40kV e 130kV com 200µA de corrente máxima, podendo chegar a uma potência máxima de 8W. O sistema de detecção é composto por um sensor do tipo *Flat-Panel*, com tamanho de pixel isotrópico de 50µm, ou seja 50x50µm², operando com uma matriz de 2240x2240 e uma resolução máxima de 5µm HAMAMATSU PHOTONICS (2012a).



Figura 11 – Ilustração do microtomógrafo da Skyscan / Bruker 1173 (MACHADO, 2016).

A resolução espacial em uma imagem de microCT é determinada principalmente pelo tamanho e número de elementos do sistema de detector, o tamanho do ponto focal de raios X e as distâncias entre o objeto detector e objeto fonte de raios X. O Skyscan 1173 possui uma geometria de feixe cônico e a resolução espacial é limitada pelo tamanho do ponto focal da fonte. A distância entre a fonte e o detector e o tamanho dos elementos detectores são fixos. Nessa situação, a resolução máxima no plano é alcançada minimizando a distância entre a fonte e o objeto a ser inspecionado para obter a ampliação máxima. Dessa forma, o tamanho da amostra influencia na resolução adquirida. Nas imagens dos plugues de Indiana Limestone, Coquina e Arenito a distância entre a fonte e a amostra foi de 141 mm, enquanto a distância entre a amostra e o detector foi de 364 mm.

Cada projeção de imagem foi calculada a partir de uma média de cinco projeções para melhorar a relação sinal ruído. A amostra foi rotacionada em passos angulares de $0,5^{\circ}$ até um ângulo de rotação total de 360° . Esse processo gerou 720 imagens com tamanho de pixel de 18μ m no tempo médio total de aquisição de 1h e 27minutos. Um filtro de cobre de 0,5mm de espessura foi usado para melhorar a separação entre os espectros de raios-X e aumentar o contraste da imagem em conjunto com configurações de tensão de 130 kV e corrente de 61 μ A.

O filtro deve ser escolhido para aproximar o espectro de um monoenergético, para remover raios X de baixa energia sem perda significativa de intensidade. Os filtros metálicos na saída do tubo de raios X atenuam os fótons de baixa energia, responsáveis pelo efeito de endurecimento do feixe. Esse efeito indesejado ocorre porque a camada superficial de amostras densas funcionam como um filtro de raios X para o material dentro da amostra. Feixes de baixa energia são absorvidos pela superfície da amostra e somente feixes de alta energia são capazes de atravessar a amostra sem sofrer absorção significativa. Os valores de energia adotados neste estudo estão de acordo com a configuração do sistema e características das amostras.

Após uma avaliação cuidadosa de diferentes parâmetros, como tensão, filtros, passo de rotação e tempo de exposição aos raios X, a aquisição de dados pode ser iniciada. A escolha de parâmetros interfere na geração das imagens, e as variáveis ideais dependem principalmente do tamanho e da densidade dos materiais que compõem a rocha. O tempo de aquisição de dados pode ser variável, de minutos a horas, dependendo do tamanho da amostra e dos parâmetros escolhidos. Portanto, a relação custo-benefício deve ser sempre ser avaliada.

4.2 Reconstrução e processo de segmentação das imagens

O software de reconstrução empregado foi o NRecon v. 1.6.10.4 da Bruker onde os *slices* são reunidos para produzir a imagem 3D reconstruída utilizando o cálculo algorítmico de FDK Feldkamp-Davis-Kress. Cada *voxel* tem uma intensidade de escala de cinza que representa o coeficiente médio de atenuação de raios X do volume cúbico correspondente na

amostra, sendo uma função da densidade e do número atômico do material capaz de representar a profundidade da imagem radiológica.

No momento da reconstrução da imagem, alguns ajustes são realizados para melhorar a qualidade da imagem: (i) alinhamento, onde é verificado se as fatias a serem reconstruídas para gerar o volume 3D estão alinhadas corretamente; (ii) suavização, que é um ajuste para corrigir o efeito granulado na imagem; (iii) correção do efeito de endurecimento do feixe, causado pela geometria da amostra e como o feixe é absorvido e transmitido durante o processo de aquisição; e (iv) correção do artefato em anel, que é um defeito causado por pixels mortos, que durante a rotação da imagem na aquisição produz um artefato em formato de anel.

A imagem reconstruída é mostrada em forma de uma matriz digital de pixels, onde cada pixel possui um valor de cinza proporcional ao coeficiente de atenuação naquele ponto. Sendo assim, a região mais densa aparece mais clara e consequentemente a região menos densa aparece mais escura. Como resultado obtêm-se as seções transversais do objeto, comumente chamado de fatias ou *slices* como pode ser visto na figura 12d.

Embora seja possível realizar análises quantitativas diretamente nas imagens em escala de cinza que são produzidas a partir da microCT, o objetivo da aplicação é geralmente a imagem com resolução suficiente para capturar com alta resolução a geometria e detalhes de objetos, e a maioria das análises, começam portanto, realizando o processo de segmentação. A segmentação em processamento de imagens, significa a decomposição de um objeto em segmentos, ou seja, a identificação de materiais discretos em uma imagem. Frequentemente a binarização de uma imagem em apenas dois materiais, representados por preto e branco. O contraste de absorção, o valor associado a cada *voxel* é proporcional à atenuação de raios X, sendo este em função da densidade, do número atômico e da energia dos raios X incidentes.

Portanto, a informação primária a ser usada ao tentar distinguir entre os diferentes materiais em uma amostra é simplesmente o valor da intensidade do voxel. Por esta razão, a maioria dos estudos segmenta seu conjunto de dados escolhendo uma intensidade limiar, com valores abaixo do limite atribuído a uma fase material, e aqueles acima do limite atribuído a outra fase.

A técnica de microCT foi utilizada extensivamente para recriar materiais porosos tridimensionais, o que facilita na análise subsequente incluindo extração do espaço poroso

usado para determinar as características da microestrutura de rede de poros. Então a porosidade pode ser estimada diretamente da imagem volumétrica binarizada da amostra. Os parâmetros morfométricos foram calculados com a utilização do software CT Analyzer v1.15.4 onde foi possível realizar o processo de segmentação separando os poros da matriz rochosa, assim como as delimitações dos REV's distribuídos ao longo da amostra.



Figura 12 - Descrição do processo de segmentação, (a) amostra de Limestone; (b) projeção da amostra no software CT analyzer marcando como exemplo o slice 2064 (c) Histograma de escala de cinza com o nível de *threshold* para binarização pode ser visto na imagem; (d) o mesmo slice reconstruído em tons de cinza (e) binarização da matriz rochosa após a escolha do threshold e (f) o slice com a binarização dos poros a serem utilizados para gerar o volume tridimensional da rede de poros conectados (Araujo *et al.*, 2018).

Foram realizados testes para a escolha do método de segmentação e para os diferentes filtros de thresholding. Nessa primeira avaliação, os métodos de segmentação Global, Otsu automático e Ridler-Calvard apresentaram os melhores resultados visuais para binarização e valores aproximados da quantificação da porosidade, ver figura 13. O método Global foi utilizado com a justificativa de que o valor calculado foi o mais próximo do valor experimental determinado no porosímetro por expansão de gás Hélio (18.57%).



Figura 13– Métodos de thresholding aplicados para segmentação no REV10 da amostra de coquina. Nas imagens, um *slice* binarizado e abaixo os respectivos valores de porosidade calculados para o volume representativo.

4.3 Análise de rochas por meio digital

O software CTAnalyzer realiza medições quantitativas considerando o coeficiente de *voxel* e morfometria em imagens binárias. Como as imagens binárias contêm apenas pixels

em preto e branco, representando os pixels não selecionados ou selecionados, respectivamente, portanto, as imagens segmentadas são o resultado do processo usando métodos matemáticos ou globais para rápida adaptação e fácil segmentação. A binarização ou segmentação de imagens é o processo de separar ou agrupar os *voxels* das imagens reconstruídas em dois segmentos lógicos, com base na propriedade da imagem. Neste estudo, a imagem é segmentada em duas fases com base na intensidade dos níveis de cinza. O método de segmentação mais comumente usado para essa finalidade é o método baseado em histograma global, em que um único limite é determinado usando o histograma da imagem e é usado para a imagem inteira. Cada pixel na imagem é comparado com o valor limite. Se a intensidade do pixel é menor que o valor limite (th), então o pixel correspondente na imagem segmentada é atribuído a um valor zero que corresponde à fase porosa da rocha. Se a intensidade do pixel for maior que o valor limite, então o pixel correspondente na imagem segmentada é atribuído a um valor que corresponde à fase sólida da rocha (Figura 11d).



Figura 14 - Metodologia de análise digital aplicada as rochas: (a) uma fatia reconstruída de coquina; (b) extração de um REV; (c) exemplo de histograma de intensidade utilizado no processo de binarização e (d) REV binarizado utilizado para simulação de permeabilidade absoluta.

O parâmetro frequentemente utilizado para avaliar a permeabilidade é porosidade que pode se distinguir entre porosidade aberta, conectada e fechada, e fornece valores numéricos para uma série de referências relacionadas, como número de poros e volume de poros. Na análise de porosidade e análise morfométrica, o software CTanalyzer realiza essa análise de imagem em pixels selecionados, ou seja, pixels brancos, mais conhecidos como "objeto binarizado". Dentro deste objeto, o software pode identificar poros, como sendo uma série de pixels pretos, rodeados por pixels brancos e distinguir entre poros fechados (volume de *voxels* pretos totalmente rodeados em todos os lados em 3D por voxels brancos) ou canais

de conexão entendidos como poros abertos em um volume de *voxels* pretos localizados dentro de um objeto sólido com uma conexão 3D com a superfície, dando-lhes informações sobre uma rede de porosidade conectada.

5. Resultados e discussões parciais

5.1 Impacto da resolução e segmentação no cálculo da porosidade

Foi realizada uma avaliação preliminar com relação ao impacto da resolução da imagem e do processo de segmentação quanto a porosidade detectável e porosidade de subresolução. A resolução é essencial devido à necessidade de capturar microestruturas importantes. Por esse motivo, a fim de avaliar o impacto do processo de binarização e o tamanho efetivo do pixel, foi realizada uma análise morfológica com diferentes métodos de segmentação em uma seção menor da amostra heterogênea de Coquina (Figura 15) após ser realizada a aquisição e reconstrução com diferentes tamanhos de pixels de 6, 10, 14 e 18µm.



Figure 15 - Slices 2D slices de vistas diferentes (a) coronal, (b) sagital, (c) transaxial e (d) volume 3D da amostra.

O custo-beneficio entre o tamanho da amostra e a resolução da microCT significa que um único volume de micro-TC pode não capturar os detalhes completos da estrutura de poros multiescala Herbert *et al.* (2014). Em alguma resolução dependente do tamanho do poro, as interconexões dentro do espaço poroso começam a ser representadas por valores intermediários da escala de cinza. Uma resolução menor faz com que a conexão das conexões dos poros sejam representadas por valores intermediários em escala de cinza e limita as informações da geometria do sistema de poros, como foi abordado anteriormente na Figura 4 para fatias com resoluções de 14 µm e 18 µm.

Outro fator importante é que o processo de segmentação da imagem bruta pode deturpar a microporosidade e levar a erros significativos na análise da porosidade total. As fatias reconstruídas foram segmentadas para realizar a análise de porosidade total do volume 3D aplicando diferentes e mais utilizados métodos de segmentação tais como Global, Otsu, Otdu 2D, Ridler Calvard e Adaptativo, os resultados visuais estão na figura 16.



Figura 16 - Slices com tamanhos de pixels de 6, 10, 14 e 18µm e respectivas fatias binarizadas para os diferentes métodos de segmentação.

Os métodos de segmentação automática Otsu, Otsu 2D e Riddler Calvard demonstraram algumas dificuldades na identificação de partes da matriz rochosa de baixa densidade. Esta questão pode superestimar a porosidade da rocha carbonática. O adaptativo é um método de segmentação baseado em borda e identificou bem as bordas da porosidade, mas mostrou dificuldade em segmentar corretamente imagens com resoluções abaixo de 18µm. Os valores comparativos estão na Figura 17.



Figura 17 – Gráfico comparativo para a porosidade total calculada para os diferentes tamanhos de pixels e métodos de segmentação.

Com os resultados, foi possível verificar que o método de segmentação e a resolução influenciam diretamente a porosidade total estimada. Os resultados apresentam diferenças para a porosidade total em comparação com dados experimentais de pressão capilar por injeção de mercúrio (14,75%). A resolução impacta na definição de quais grãos da matriz rochosa são identificados e na definição da região onde apresenta com definição porosidade. A Tabela 1 mostra a porcentagem do erro relativo percentual ((valor aproximado – valor exato)/valor exato) x 100) em comparação com o valor experimental.

Porosidade Total e Erro Relativo (%)				
Métodos de segmentação	6 µm	10 µm	14 µm	18 µm
Global	<i>14,17</i> ± <i>3,93</i>	13,92 ± 5,62	<i>12,76</i> ± <i>13,42</i>	12,99 ± 11,93
Otsu	13,99 ± 5,15	<i>11,52</i> ± <i>21,89</i>	<i>10,30</i> ± <i>30,16</i>	<i>10,30</i> ± <i>30,16</i>
Otsu 2D	35,99 ± 144	<i>40,57</i> ± <i>175,05</i>	<i>11,37</i> ± <i>22,91</i>	<i>11,77 ± 20,20</i>
Ridler Calvard	<i>15,47</i> ± <i>4,88</i>	<i>12,67</i> ± <i>14,10</i>	$11,04 \pm 25,15$	<i>10,04</i> ± <i>31,93</i>
Adaptive R3	<i>33,47</i> ± <i>126,91</i>	<i>35,61</i> ± <i>141,42</i>	17,19 ± 16,54	<i>13,62</i> ± 7,66

Tabela 1 – Porosidade calculada e erro relativo para os diferentes métodos de segmentação e tamanhos de pixels.

Também foi possível realizar a renderização do volume 3D da distribuição do tamanho dos poros por cores. A Figura 18 mostra de forma comparativa as reconstruções da porosidade para as diferentes resoluções de tamanho de pixel usando o método de segmentação global.



Figura 18 – Volume 3D volume dos poros por tamanho e resolução.

As reconstruções com resolução de tamanho de pixel de 6 μ m e 10 μ m apresentaram maior quantidade de microporos (poros vermelhos). Por outro lado, observa-se que a identificação destes poros é reduzida de acordo com a resolução nos volumes 3D de 14 μ m e 18 μ m. Desta forma, é possível verificar visualmente o impacto da resolução do tamanho do pixel para avaliar a microporosidade total em amostras de rochas.

Com os resultados da análise de microCT, foi possível verificar que o método de segmentação e a resolução do tamanho do pixel influenciam diretamente no cálculo da porosidade total. A resolução impacta na definição em que os grãos da matriz rochosa são identificados e na definição da região onde apresenta porosidade. Além disso, demonstrar que a resolução do tamanho do pixel no processo de aquisição de microCT é importante para capturar a porosidade total e microporosidade. Observa-se uma diminuição na porosidade total estimada relacionada à menor resolução do tamanho do pixel. Além disso, foi possível verificar que o processo de segmentação é muito importante, pois a escolha do método pode levar a uma binarização dos poros que não representam a estrutura real da rocha, principalmente em regiões com pixels mal resolvidos. A melhor abordagem é alcançada com os métodos de segmentação Global, Otsu e Ridler Calvard para resoluções de 6 µm e 10 µm de pixel. Os métodos de segmentação Adaptivo, Global e Otsu 2D apresentaram valores aproximados aos experimentais quando aplicados em imagens com resolução acima de 18 µm. Dessa forma, ao proceder com as análises das amostras de plugs completos dos diferentes tipos de rochas com resolução de 18 µm optou-se por aplicar o método de segmentação Global, focando na metodologia, uma vez que demonstrou consistência nos resultados independente do tamanho de pixel da imagem.

5.2 Análise da amostra de Indiana Limestone

O primeiro registro conhecido de Indiana Limestone antigamente conhecida por Salem Limestone foi sua utilização da fundação e soleiras do tribunal do Condado de Monroe (EUA). Logo após a Guerra Civil, a rocha até então denominada Salem Limestone começou a ser comercializada para mercados distantes. Em 1878, foi selecionada para a construção da capital do estado em Indianápolis. Naquela época, vários edifícios públicos e residências particulares foram construídos na costa leste. Em 1896, mais de 300 prédios na cidade de Nova York haviam sido edificados com esta rocha, daí a origem do nome Indiana Limestone (Figura 19). São por muitas vezes escolhidas por serem de baixo custo, prontamente disponíveis e relativamente homogêneos.



Figura 19 - a) Slices em escala de cinza da microCT das vistas coronal, transaxial e sagital demonstrando a homogeneidade da porosidade da Indiana Limestone e (b) volume 3D.

Indiana Limestone é um calcário oolítico de densidade média composto em grande parte dos minerais calcita e aragonita, que são formas cristalinas diferentes de carbonato de cálcio. Quimicamente sua composição é quase puro carbonato de cálcio em torno de 97%. Composto por uma variedade diversificada de fragmentos fósseis, com vários centímetros de comprimento, mas geralmente cerca de 0,7 mm de diâmetro médio. Diferentes rochas carbonáticas são usadas pela indústria do petróleo como meio poroso padrão para experimentos de laboratório. O plug de Indiana Limestone estudado tem dimensões de 3,4 cm de diâmetro e 6 cm de comprimento. A fim de comparação foram realizados os cálculos nos REV's. Na figura 20, pode se observar a visualização em 3D da estrutura de poros por diâmetro e um histograma dos poros conectados e não conectados.



Figura 20 - Imagens em 3D (a) da amostra completa de Indiana Limestone (b) corte coronal (c) transaxial e (d) volume 3D da distribuição do tamanho dos poros com histograma do tamanho médio de todos os poros e apenas dos conectados.

Os resultados para a estimativa estatística do tamanho de REV a ser aplicado na amostra de Indiana Limestone estão na Figura 21. Foi possível verificar que a partir do comprimento de 8 mm passa a demonstrar um plateau de estabilidade para a propriedades de porosidade. Para a propriedade de permeabilidade e a partir de 12 mm, dessa forma foi aplicado o valor de 15 mm de comprimento para o REV retangular para fornecer uma maior quantidade de informações sobre as estruturas internas como porosidade, conectividade e tortuosidade que influenciam diretamente nas simulações de fluxo de fluidos. Desta forma optou-se por proceder com 15 x 10 mm para o comprimento e espessura REV respectivamente e 100 *slices* para fornecer essas importantes informações.



Figura 21 – Resultados de REV para porosidade (a) e permeabilidade absoluta (b) para a amostra de Indiana Limestone.

A partir da definição do tamanho de REV a ser aplicado foram realizados os cálculos para cada volume representativo os principais parâmetros morfométricos relevantes para análise de rochas, tais como porosidade total, superfície, espessura e separação da matriz rochosa, conectividade e anisotropia. As características estruturais dos parâmetros morfométricos de Indiana Limestone mostraram ser homogênea o que pode ser verificado quantitativamente na figura 22.



Figura 22 - Parâmetros morfométricos calculados para os 10 REVs distribuídos aleatoriamente ao longo da amostra de Indiana Limestone, as barras de erro são os desvios padrões com relação a média total obtida.

A porosidade total é relevante em estudos envolvendo petróleo e gás por ser o meio de transporte para extração de fluidos em meios porosos, por esse motivo a importância de estudos envolvendo simulação na rede de poros conectados. Pode-se observar que os valores de porosidade total em cada REV não mostraram grandes variações, obtendo um valor médio de 3,55% bem aproximado de 3,76%, valor encontrado para o volume total da amostra.

A espessura da matriz rochosa pode ser identificada como o espaçamento entre um poro e outro, os valores mostraram estar em torno de 0,4 e 0,5 mm demonstrando que a rocha não apresenta grandes variações nesse parâmetro assim como a espessura de separação da estrutura que mostrou uma média de 0,13 mm confirmando quantitativamente a homogeneidade deste tipo de rocha.

A conectividade e densidade de conectividade demonstram como a estrutura de poros está conectada, este parâmetro é relevante no estudo de fluxo de fluidos, no entanto para a amostra de Indiana Limestone os resultados mostraram pouca conectividade na estrutura dos poros. Outro parâmetro relevante ao discutir a heterogeneidade e homogeneidade no estudo de rochas é o nível de anisotropia, para a amostra de Indiana Limestone os valores estimados foram aproximados de zero, o que confirma a homogeneidade da amostra e sua isotropia morfológica.

A partir das imagens digitais, para cada REV foram realizadas as simulações de permeabilidade absoluta, buscando compreender o comportamento do fluxo de fluidos nestas regiões ao longo da amostra. A visualização 3D da distribuição de poros para cada volume representativo pode ser observada nas figuras 23a e b em conjunto com a captura da simulação demonstrando as linhas de corrente coloridas que representam a magnitude da velocidade no meio poroso. A cor vermelha representa o valor mínimo da velocidade e a cor azul o valor máximo da velocidade. Na amostra de Indiana Limestone a velocidade não apresentou grandes variações nas regiões onde apresentam conectividade suficiente para o fluxo de fluidos.



Figura 23a - Distribuição de poros e visualização da simulação do fluxo de fluidos na estrutura dos poros da amostra de Indiana Limestone.



Figura 23b - Distribuição de poros e visualização da simulação do fluxo de fluidos na estrutura dos poros da amostra de Indiana Limestone

Foram calculados os valores de permeabilidade absoluta para cada volume representativo e a relação entre porosidade, permeabilidade e nível de anisotropia podem ser vistos na figura 23.



Figura 24 - Relação entre porosidade, grau de anisotropia e permeabilidade calculadas para a amostra de Indiana Limestone, as barras de erro são os desvios padrões com relação a média total obtida.

Apesar de serem grandezas distintas, a porosidade e a permeabilidade apresentam algumas correlações entre si. É de fácil compreensão que em um subvolume que não apresenta grande porosidade, é por consequência pouco conectada e sendo assim apresenta uma baixa permeabilidade. Podemos observar que no REV3, os resultados apresentam uma baixa porosidade 2.73% e consequentemente uma baixa permeabilidade 0.54 D. Os resultados mostraram também que neste REV a espessura de estrutura foi de 0.58 mm e separação de estrutura 0.13 mm. Ao comparar os REVs 8 e 9 que possuem valores de porosidade e anisotropia aproximados temos valores de permeabilidade diferentes. Portanto, a porosidade informa um potencial teórico, porém não é determinante de armazenamento de fluidos de uma rocha, pois os fluidos se deslocam no material poroso com uma trajetória sinuosa entre os grãos e através de fissuras e quanto menores os espaços porosos e mais tortuoso o caminho, mais lentamente os fluidos o percorrem pela rede de poros. Os valores de anisotropia são aproximados de zero, confirmando a homogeneidade da rocha.

5.3 Análise da amostra de Arenito

O arenito é uma rocha sedimentar resultante da consolidação de grãos de areia com fragmentos de rochas minerais entre 0,062 e 2 mm. Pode apresentar matriz (partículas menores, de silte e argila) e um cimento natural. Isto significa que ele é feito de pequenos pedaços de outras rochas. Com a ação do clima (vento, chuvas e sol), as rochas expostas ao ar livre soltam pequenos fragmentos, estes, através da ação do vento são levados para longe e acabam por serem depositados em algum lugar, como fundos de rios, depressões e praias. Esse é o início do processo de composição do arenito. Com o passar do tempo, mais e mais camadas de pedaços de rochas vão se acumulando, e através de seu peso, as camadas superiores exercem uma enorme pressão sobre as camadas de baixo, fazendo com os grãos se juntem, dando origem a rocha de arenito. As dimensões da amostra de arenito deste estudo são 3.17 cm de diâmetro e 3.70 cm de comprimento. A figura 24 fornece vistas de cortes em 2D e uma visualização da reconstrução em 3D da amostra.



Figura 25- a) Slices em escala de cinza da microCT das vistas coronal, transaxial e sagital da estrutura interna da amostra de Arenito e (b) volume em 3D.

Os arenitos puros são formados por grãos de quartzo. Mas há outros tipos, que são determinados ou pelos ângulos dos grãos ou por sua composição mineralógica. Assim, arenitos com grãos de quartzo angulosos são chamados "grid" e aqueles com 20% de uma substância chamada feldspato em sua composição são chamados "arcózios". A análise por microCT foi aplicada na amostra e foi possível calcular o histograma da distribuição de todos os poros e conectados, o resultado é mostrado na Figura 26.



Figura 26 - Imagens em 3D (a) da amostra completa de Arenito (b) corte coronal (c) transaxial e (d) volume 3D da distribuição do tamanho dos poros com histograma do tamanho médio de todos os poros e apenas dos conectados.

A análise estatística realizada na amostra de arenito para determinar o REV mostra que o valor calculado para a porosidade atingiu o *plateau* de estabilidade a partir de 8 mm de comprimento. No entanto, para a permeabilidade absoluta mostra ser heterogêneo, demonstrando uma certa estabilidade a partir de 11 mm de comprimento do REV. Os resultados para a variação da porosidade e permeabilidade em função do comprimento estão na figura 27.



Figura 27 – Resultados de REV para porosidade (a) e permeabilidade absoluta (b) para a amostra de arenito.

Dessa forma, foram calculados os parâmetros morfométricos para os dez REVs com comprimento de 11 mm e os resultados calculados podem ser observados na figura 28. As barras de erros representam o desvio padrão em relação à média dos REVs para avaliação estatística.



Figura 28 - Parâmetros morfométricos calculados para 10 REVs distribuídos ao longo da amostra de Arenito, as barras de erro são os desvios padrões com relação a média total obtida.

A porosidade total considera os poros abertos e fechados analisados e apresentou uma média de 4,62%. A espessura da estrutura mostrou valores próximos para os diferentes REVs com uma média geral em torno de 0,51 mm. Para o parâmetro de separação de estrutura calculado a média foi em torno de 0,082 mm, porém foi observado uma pequena variação em alguns elementos representativos. A conectividade demonstrou uma estrutura bem conectada para alguns REVs, assim como a densidade de conectividade. O nível de anisotropia também mostrou grande variações, e valores não próximos de zero demonstrando assim a heterogeneidade deste tipo de rocha. Nas figuras 29a e 29b a distribuição de poros e o fluxo de fluidos para os REVs simulados da amostra de Arenito.

Distribuição de Poros

Simulação de Fluxo de Fluidos



Figura 29a - Visualização da simulação do fluxo de fluido na estrutura dos poros da amostra de Arenito, as linhas de corrente coloridas representam a magnitude da velocidade.


Figura 29b - Visualização da simulação do fluxo de fluido na estrutura dos poros da amostra de Arenito, as linhas de corrente coloridas representam a magnitude da velocidade.

Com os resultados morfométricos obtidos das análises por microCT e com os resultados da simulação computacional para o fluxo de fluidos foi possível relacionar os

resultados da porosidade e anisotropia calculada com os resultados de permeabilidade absoluta da simulação, Figura 30.





Os resultados de permeabilidade absoluta mostraram grandes variações, mas a faixa de permeabilidade calculada foi em torno de 1mD apresentando apenas duas grandes variações uma no REV3 que também apresentou o maior nível de anisotropia calculado, e outra no REV 4. Com relação a conectividade o REV4 mostrou estar entre um dos mais conectados e alta de permeabilidade dentre os calculados. Estes REVs também apresentaram altos valores de porosidade em comparação com os outros elementos representativos, como pode ser visto na figura 28. Por outro lado, os resultados para o REV 5 demonstraram baixos valores de porosidade e permeabilidade, sendo este o volume representativo com maior nível de anisotropia. Foi possível assim, observar a existência de uma relação entre a porosidade e a permeabilidade nos elementos representativos da amostra de Arenito.

5.4 Análise da amostra de Coquina

A amostra de rocha de Coquina utilizada é da formação Morro do Chaves localizada perto da cidade de São Miguel dos Campos, no estado de Alagoas (Brasil). A formação do Morro do Chaves é objeto de estudo porque a Coquina é uma rocha carbonática análoga ao pré-sal. Uma descrição geográfica da formação é mostrada na Figura 31. O modelo deposicional é atualmente atribuído como composto por uma sedimentação lacustre em um contexto terrestres que interage com a sedimentação lacustre e carbonática. O avanço e recuo da fronteira lacustre influenciada pelo tectonismo ou pelo aumento do nível do lago permitem a ocorrência dos depósitos (Tavares et al., 2015). Assim favorecendo uma maior propagação dos organismos e, consequentemente, maior deposição das litofácies de carbonato.



Figura 31 - Mapa de localização da Bacia de Sergipe-Alagoas, Nordeste do Brasil (a), visão panorâmica da área de perfil (b) e marco geológico da Formação Morro do Chaves e localização da área estudada (c) (Garcia et al, 2018).

Os carbonatos são rochas com um meio poroso complexo, mostrando características petrofísicas diferentes devido aos diversos fatores que influenciam sua gênese. Entre os principais tipos de carbonatos, tem-se a calcita $CaCO_3$ com densidade aproximada de 2,71 g/cm³ e a dolomita $CaMg(CO_3)$ com densidade aproximada de (2,86 – 3,10) g/cm³. Os carbonatos são caracterizados por possuírem maior variedade de tipos de poros. Por isso torna-se um desafio quantificar porosidade e permeabilidade nessas rochas, no entanto é um

passo fundamental para qualificar um reservatório. A coquina é uma rocha sedimentar composta por concentrações ou acumulações de grãos ou fragmentos bioclastos que englobam fósseis com estrutura calcária, principalmente bivalves, depositada e acumulada por algum agente de transporte (SCHÄFER, 1972) como corrente, marés, ondas. As rochas carbonáticas de reservas análogas as provenientes do pré-sal são conhecidas por sua grande heterogeneidade (ver figura 32) e sua estrutura interna complexa possui um sistema poroso de difícil caracterização.



Figura 32 - a) Fatia em escala de cinza da microCT onde mostram diferenças significativas entre uma amostra de coquina; figura b) demonstra uma região mista; c) uma região predominantemente sólida é destacada com um retângulo vermelho e d) um grande poro é circulado em vermelho.

O sistema poroso das rochas sedimentares carbonáticas é normalmente complexo, tanto fisicamente como geneticamente. Os processos de criação e modificação da porosidade são muito variáveis. Dessa forma, os principais elementos propostos para classificação da porosidade em rochas carbonáticas são (CHOQUETTE & PRAY, 1970) (i) morfologia básica de poros; (ii) os modificadores genéticos (processos, direção ou estágio e tempo de formação da porosidade); (iii) tamanho dos poros; e (iv) volume de porosidade.

A análise digital de rochas é baseada na alta resolução de imagens 3D digitalizadas que permitem investigar e calcular as propriedades petrofísicas de fluxo de fluidos por meios porosos. Além disso, as rochas carbonáticas contém aproximadamente 60% do volume global de exploração, e a exploração dessas reservas atualmente dominam a produção de petróleo no mundo, portanto a importância de entender os parâmetros petrofísicos e propriedades de fluidos ao longo dessa amostra altamente heterogênea.

Apresentamos os resultados obtidos aplicando a metodologia para análise de rochas por meio digital para simulação de fluxo de fluido para estimar a permeabilidade em coquinas. Além disso, estudamos o volume elementar representativo das imagens estudadas e calculamos sua morfometria. Finalmente, mostramos o efeito da geometria de escala de poros para descrever a heterogeneidade dessas rochas e discutir a influência do grau de anisotropia em resultados de simulação de permeabilidade absoluta.

A amostra de Coquina analisada tem dimensões de 3.54 cm de diâmetro e 3.4 de comprimento. Foram quantificados os poros utilizando o *software* CTan no volume reconstruído, a figura 33 mostra o histograma de distribuição do tamanho médio todos os poros e somente os poros conectados. No total foram quantificados o total de 9.193.525 poros no total de slices da amostra.



Figura 33 - Imagens em 3D (a) da amostra completa de Coquina (b) corte coronal (c) transaxial e (d) volume 3D da distribuição do tamanho dos poros com histograma do tamanho médio de todos os poros e apenas dos conectados.

A análise estatística realizada na amostra de Coquina para determinar o REV mostra que o valor calculado para a porosidade atingiu o *plateau* de estabilidade a partir de 11 mm de comprimento, no entanto a porosidade começa a ter um acréscimo novamente confirmando a heterogeneidade da amostra. O parâmetro de permeabilidade absoluta mostra ser altamente heterogêneo. Atinge uma aparente estabilidade a partir de 7 mm e depois volta a apresentar um acréscimo e não atinge um *plateau* estabilidade até 15 mm. Os resultados para a variação da porosidade e permeabilidade em função do acréscimo do subvolume estão na figura 34.



Figura 34 – Resultados de REV para porosidade (a) e permeabilidade absoluta (b) para a amostra de arenito

Nos resultados morfométricos dos REVs (figura 35) os valores de porosidade total em partes aleatórias da amostra foram diferentes, apresentam uma média em torno de 17,57% valor aproximado do total calculado para a amostra inteira de 18,4%. A espessura da estrutura calculada mostrou uma média de $0,70 \pm 0,24$ mm e para os valores de separação da estrutura 0,22 \pm 0,025mm. O parâmetro de morfometria do volume da coquina demonstra a quantidade de volume de rocha que foi binarizado e analisado em cada REV, apresentando uma média de 78,80 mm³ e um desvio padrão de 10 mm³, esse desvio pode ser justificado devido à heterogeneidade da amostra de rocha coquina presente na figura 35. A conectividade e densidade de conectividade é calculada pelo número de *Euler*. A densidade de conectividade por sua vez, mede o que pode ser chamado de "conectividade redundante" - o grau em que partes do objeto são conectadas de forma múltipla. É uma medida de quantas conexões em uma estrutura podem ser separadas antes que a estrutura caia em duas partes separadas; topologicamente, o objeto pode ser compactado em uma esfera e as conexões redundantes aparecem como "*handles*". Os resultados das análises morfométricas demonstraram que a Coquina possui alta conectividade.



Figura 35 - Parâmetros morfométricos calculados para 10 REVs distribuídos na amostra de Coquina, as barras de erro são os desvios padrões com relação a média total obtida.

A permeabilidade absoluta foi calculada para cada REV. A Figura 36a e 36b mostra o fluxo de fluido no espaço de poros que a velocidade máxima está no centro do espaço de poros e a velocidade diminui do centro para o exterior do espaço de poros. Pode-se observar que os valores da magnitude do campo da velocidade nas amostras de Coquina para permeabilidade variam, o que ilustra a heterogeneidade da amostra.



Figura 36a - Distribuição de poros e visualização da simulação do fluxo de fluido na estrutura da amostra de Coquina, as linhas de corrente coloridas representam a magnitude da velocidade. A cor vermelha representa o valor mínimo da velocidade e a cor azul o valor máximo da velocidade.



Figura 36b - Distribuição dos poros e visualização da simulação do fluxo de fluidos da amostra de Coquina, as linhas de corrente coloridas representam a magnitude da velocidade. A cor vermelha representa o valor mínimo da velocidade e a cor azul o valor máximo da velocidade.

O valor de permeabilidade encontrado foi diferente para os REVs. As localizações analisadas foram distribuídas aleatoriamente ao longo de toda amostra, ilustrando a forte heterogeneidade neste tipo de rochas. O REV 4 que possui o valor mínimo de porosidade

também demonstra o valor mínimo estimado de permeabilidade. O grau de anisotropia da rocha coquina também foi considerado. A configuração geométrica da estrutura dos poros é importante porque a difusividade e a permeabilidade diminuem com o aumento da tortuosidade, o que pode influenciar a simulação do fluxo de fluido. O nível de anisotropia também foi calculado com o software CTanalyzer para parâmetros morfométricos entre 2,07 \pm 0,87. Este resultado confirma a configuração heterogênea da estrutura interna da amostra de Coquina.



Figura 37- Relação entre porosidade, nível de anisotropia e permeabilidade absoluta calculada para amostra de Coquina, as barras de erro são os desvios padrões com relação a média total obtida.

A conectividade e a porosidade dos poros são características intrínsecas da rocha, mas a permeabilidade é uma função da porosidade e da conectividade dos poros. Pode ser visto na figura 37, para todos os REVs, a relação entre grau de anisotropia, permeabilidade e porosidade. Por exemplo, o REV 4 possui uma menor porosidade calculada e permeabilidade estimada que o REV 5. A fim de comparação, no REV 5 a distribuição dos poros é relativamente uniforme no volume representativo e apresenta um menor grau de anisotropia, no entanto, por apresentar melhor conectividade dos poros que no REV4 onde os poros estão concentrados em uma determinada área e apresentam um maior grau de anisotropia. A simulação do fluxo de fluido nesses dois REVs é muito complexa e demonstram grandes diferenças. Existem alguns poros de diâmetros maiores no REV 5 e o fluido atravessa entre os poros conectados e em outras partes sem conectividade o fluido não consegue passagem. Assim, as linhas de fluxo para distribuição de velocidade confirmam esse comportamento. A complexidade e heterogeneidade desses depósitos os tornam um desafio em termos de descrição de reservatórios e, portanto, o uso dos dados digitais em estudos de simulação é crucial devido à complexa caracterização da rede de poros.

5.5 Homogeneidade e Heterogeneidade

Os resultados das análises morfométricas e de simulação computacional para permeabilidade ressaltaram as diferenças entre as amostras. O nível de anisotropia foi um parâmetro considerado na análise morfométrica como indicador de isotropia e anisotropia. A configuração geométrica da estrutura do poro é importante porque a difusividade e a permeabilidade diminuem com o aumento da tortuosidade, o que pode influenciar inteiramente a simulação de fluxo de fluidos. O nível de anisotropia foi comparado entre os três tipos de amostras, e os resultados estão na figura 38. Os valores variam de 0 (totalmente isotrópico) a infinito (totalmente anisotrópico). Para a amostra homogênea de Indiana Limestone o gráfico é quase linear indicando ser uma amostra altamente isotrópica. Enquanto o de Coquina e Arenito é visível a variação dos valores de anisotropia ao longo da amostra, sendo este um resultado que indica de forma quantificada sua heterogeneidade.



Figura 38 – Gráfico de anisotropia comparativo entre as amostras de Indiana Limestone, Coquina e Arenito.

A porosidade para as amostras de Indiana limestone foi calculada pela análise digital em torno de 3.52%. A porosidade na literatura é maior que a porosidade reportada em torno de 5 a 12%. Essa diferença pode ser justificada devido à presença de microporos com dimensões abaixo de 18 µm, resolução da microCT que foi utilizada. Já para as amostras de coquinas a porosidade média calculada foi em torno de 18,4%, valor aproximado da literatura sendo em torno de 19%. No entanto a porosidade para os REVs das amostras de Coquina e Arenito tem um grande desvio padrão em comparação com as amostras de Indiana Limestone, devido às complexas características de poros. Isso mostrou que a técnica de processamento e segmentação de imagens utilizada neste estudo foi capaz de capturar a macroporosidade e principais características morfométricas de amostras de Indiana Limestone, Coquina e Arenito. Os resultados confirmaram a configuração homogênea da estrutura interna da Indiana Limestone e a estrutura bastante heterogênea das amostras de Coquina e Arenito como pode ser visualizado de forma comparativa na figura 39.



Figura 39 - Fatia da microCT em escala de cinza destacando (a) homogeneidade da Indiana Limestone; (b) a heterogeneidade característica da Coquina; (c) heterogeneidade do Arenito com grande quantidade de pequenos poros. Nas imagens em 3D (d) Indiana limestone com poros pouco conectados e homogeneamente distribuídos (e) Coquina demonstrando uma região mista com a rede de poros conectados ao lado de uma região sólida e (f) e o Arenito mostrando grande porosidade e anisotropia.

6. Conclusões

Neste trabalho foi apresentada uma metodologia para análise de rochas por meio digital com o processamento de dados obtidos pela técnica de microCT para extrair um modelo de rede de poros. Em conjunto, foi realizada a simulação de fluxo de fluidos para estimar uma das propriedades petrofísica mais relevante e intrínseca da rocha como a permeabilidade absoluta. As simulações de fluxo de fluidos foram implementadas para calcular uma permeabilidade absoluta unidirecional nas rochas de Indiana Limestone, Coquina e Arenito. Foi realizada uma primeira avaliação quanto a microporosidade e metodologia de segmentação na amostra mais complexa e heterogênea de Coquina. Os resultados apresentam diferenças quanto à porosidade em relação aos dados experimentais e mostram que a resolução e segmentação são importantes para capturar a microporosidade e macroporosidade.

Este trabalho forneceu uma caracterização quantitativa estatística e a visual da capacidade de permeabilidade para fluxo de fluidos em amostras de rochas com características distintas comparando e avaliando os resultados morfométricos com os simulados para a permeabilidade absoluta.

Verificou-se que em amostras homogêneas como a de Indiana Limestone, o uso do REV para métodos de simulação numérica mostrou ser altamente confiável, uma vez que os parâmetros morfométricos, como a porosidade, a espessura da matriz e a separação de estrutura não mostram grandes variações entre eles independente da região escolhida. Isso possibilita a simulação numérica usando essas regiões menores para representar o volume total, diminuindo o custo computacional sem grandes perdas na qualidade dos resultados.

Em rochas heterogêneas como as Coquinas e Arenitos o uso de um volume representativo para a simulação de fluxo de fluidos resultou em diferentes valores de permeabilidade devido a sua rede de poros com geometria complexa e regiões mistas. Isso indica que é necessário capturar adequadamente a anisotropia tridimensional do espaço poroso para prever a permeabilidade de forma confiável. Esse comportamento está relacionado à heterogeneidade na escala de poros dos carbonatos.

Na amostra de Arenito foi possível observar uma relação entre a porosidade e a permeabilidade, no entanto os resultados de anisotropia mostram que é uma amostra bastante heterogênea e com baixa conectividade, e apresenta ser pouco permeável por possuir baixa porosidade e poros com diâmetros pequenos. O diferencial e vantagem desta metodologia é mostrar que a utilização de REVs em conjunto com análise morfológica estatística aplicada as simulações computacionais no estudo de rochas por meio digital são viáveis e fornecem valiosas e complementares informações que podem ser utilizadas na caracterização de reservatórios.

Referências Bibliográficas

- AL-KHARUSI, Anwar S.; BLUNT, Martin J. Network extraction from sandstone and carbonate pore space images. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, v. 56, n. 4, p. 219-231, 2007
- AL-KHULAIFI, Y., Lin, Q., Blunt, M. J., & Bijeljic, B. (2018). Reservoir-condition porescale imaging of dolomite reaction with supercritical CO 2 acidified brine: Effect of pore-structure on reaction rate using velocity distribution analysis. <u>International Journal</u> <u>of Greenhouse Gas Control, 68, 99-111.</u>
- AL-RAOUSH, R., & Papadopoulos, A. (2010). Representative elementary volume analysis of porous media using X-ray computed tomography. Powder technology, 200(1-2), 69-77.
- BACHMAT, Y., & BEAR, J. (1986). Macroscopic modelling of transport phenomena in porous media. 1: The continuum approach. Transport in porous media, 1(3), 213-240.
- BAVEYE, Philippe, et al. Effect of sampling volume on the measurement of soil physical properties: simulation with X-ray tomography data. Measurement Science and Technology, 2002, 13.5: 775.
- BEAR, J. (1972). Dynamics of flow in porous media. In American Elsevier (p. 764).
- BEAR, J., & Bachmat, Y. (2012). Introduction to modeling of transport phenomena in porous media (Vol. 4). Springer Science & Business Media.
- BERNABÉ, Y.; MOK, U.; EVANS, B. Permeability-porosity relationships in rocks subjected to various evolution processes. *Pure and Applied Geophysics*, v. 160, n. 5-6, p. 937-960, 2003.
- BERRYMAN, James G.; WANG, Herbert F. Elastic wave propagation and attenuation in a double-porosity dual-permeability medium. *International Journal of Rock Mechanics* and Mining Sciences, v. 37, n. 1-2, p. 63-78, 2000.
- BIDGOLI, Majid Noorian; JING, Lanru. Anisotropy of strength and deformability of fractured rocks. *Journal of Rock Mechanics and Geotechnical Engineering*, 2014, 6.2: 156-164.
- BIJELJIC, B., Mostaghimi, P., & Blunt, M. J. (2013). Insights into non-Fickian solute transport in carbonates. <u>Water resources research</u>, 49(5), 2714-2728.

- BIJELJIC, B., Raeini, A., Mostaghimi, P., & Blunt, M. J. (2013). Predictions of non-Fickian solute transport in different classes of porous media using direct simulation on pore-scale images. <u>*Physical Review E*</u>, 87(1), 013011.
- BLUNT, M. J., Bijeljic, B., Dong, H., Gharbi, O., Iglauer, S., Mostaghimi, P., ...& Pentland,
 C. (2013). Pore-scale imaging and modelling. <u>Advances in Water Resources</u>, 51, 197-216.
- Boynton RS, Chemistry and technology of lime and limestone, New York, Wiley, (1980) 578 p.
- BUSHBERG, Jerrold T. (Ed.). *The essential physics of medical imaging*. Lippincott Williams & Wilkins, 2002.
- BUZUG, Thorsten M. Computed tomography: from photon statistics to modern cone-beam CT. Springer Science & Business Media, 2008.
- CARVALHO, Antonio Carlos Pires. História da tomografia computadorizada. *Revista Imagem*, v. 29, n. 2, p. 61-66, 2007.
- CENEDESE, A., & Viotti, P. (1996). Lagrangian analysis of nonreactive pollutant dispersion in porous media by means of the particle image velocimetry technique. <u>Water</u> <u>resources research</u>, 32(8), 2329-2343.
- CHEN, S., & Doolen, G. D. (1998). Lattice Boltzmann method for fluid flows. <u>Annual</u> <u>review of fluid mechanics</u>, 30(1), 329-364.
- CHOQUETTE, Philip W.; PRAY, Lloyd C. Geologic nomenclature and classification of porosity in sedimentary carbonates. AAPG bulletin, 1970, 54.2: 207-250.
- COSTANZA-ROBINSON, Molly S.; ESTABROOK, Benjamin D.; FOUHEY, David F. Representative elementary volume estimation for porosity, moisture saturation, and airwater interfacial areas in unsaturated porous media: data quality implications. Water Resources Research, 2011, 47.7.
- CORMACK, Allan Macleod. Representation of a function by its line integrals, with some radiological applications. *Journal of applied physics*, v. 34, n. 9, p. 2722-2727, 1963.
- DE ARAÚJO, O. M. O., et al. Representative elementary volume in limestone sample. *Journal of Instrumentation*, 2018, 13.10: C10003.
- DONG, H., & Blunt, M. J. (2009). Pore-network extraction from micro-computerizedtomography images. <u>*Physical review E*</u>, 80(3), 036307.

- FELDKAMP, L. A.; DAVIS, L. C.; KRESS, J. W. Practical cone-beam algorithm. JOSA A, v. 1, n. 6, p. 612-619, 1984.
- FERREOL, B., & Rothman, D. H. (1995). Lattice-Boltzmann simulations of flow through Fontainebleau sandstone. In <u>Multiphase flow in porous media (pp. 3-20)</u>. Springer, <u>Dordrecht.</u>
- FUR INFORMATIONSTECHNIK, S. Konrad-Zuse-Zentrum. Berlin (ZIB) and FEI, "Avizo User's Guide," 2014. 2015.
- GAO, Y., Lin, Q., Bijeljic, B., & Blunt, M. J. (2017). X-ray Microtomography of Intermittency in Multiphase Flow at Steady State Using a Differential Imaging Method. <u>Water Resources Research</u>, 53(12), 10274-10292.
- GOUZE, P., & Luquot, L. (2011). X-ray microtomography characterization of porosity, permeability and reactive surface changes during dissolution. <u>Journal of contaminant</u> <u>hydrology, 120, 45-55.</u>
- HAMAMATSU PHOTONICS. "130kV Microfocus X-Ray Source L9181-2" Iwata, Japão: 2012a, pp. 1-4.
- HAMAMMATSU PHOTONICS. "Flat Panel Sensor Hammamatsu C7942SK-05". Hamammatsu, Japão: 2012b, pp. 1-6.
- HASSAN, H., Singh, M. P., Gribben, R. J., Srivastava, L. M., Radojevic, M., & Latief, A. (2017). Application of a line source air quality model to the study of traffic carbon monoxide in Brunei Darussalam. <u>ASEAN Journal on Science and Technology for</u> <u>Development, 17(1), 59-76.</u>
- HÁZI, G., Imre, A. R., Mayer, G., & Farkas, I. (2002). Lattice Boltzmann methods for twophase flow modeling. *Annals of Nuclear Energy*, 29(12), 1421-1453.
- HENDRICK, A. G.; ERDMANN, R. G.; GOODMAN, M. R. Practical considerations for selection of representative elementary volumes for fluid permeability in fibrous porous media. Transport in porous media, 2012, 95.2: 389-405.
- HOUNSFIELD, Godfrey N. Computerized transverse axial scanning (tomography): Part 1. Description of system. *The British journal of radiology*, v. 46, n. 552, p. 1016-1022, 1973.
- ISLAM, A., Chevalier, S., & Sassi, M. (2018). Structural characterization and numerical simulations of flow properties of standard and reservoir carbonate rocks using microtomography. *Computers & Geosciences*, 113, 14-22.

- IONITA, C. N., Hoffmann, K. R., Bednarek, D. R., Chityala, R., & Rudin, S. (2008). Conebeam micro-CT system based on LabVIEW software. Journal of digital imaging, 21(3), 296-305.
- KANG, Q., Zhang, D., & Chen, S. (2002). Unified lattice Boltzmann method for flow in multiscale porous media. <u>*Physical Review E*</u>, 66(5), 056307.
- LAMY-CHAPPUIS, Benoit, et al. Rapid porosity and permeability changes of calcareous sandstone due to CO2 enriched brine injection. Geophysical Research Letters, 2014, 41.2: 399-406. LIN, Q., Al-Khulaifi, Y., Blunt, M. J., &Bijeljic, B. (2016). Quantification of sub-resolution porosity in carbonate rocks by applying high-salinity contrast brine using X-ray microtomography differential imaging. <u>Advances in water resources</u>, 96, 306-322.
- LUFFEL, D. L., et al. Matrix permeability measurement of gas productive shales. In: SPE annual technical conference and exhibition. Society of Petroleum Engineers, 1993.
- MORONI, M., & Cushman, J. H. (2001). Three-dimensional particle tracking velocimetry studies of the transition from pore dispersion to Fickian Dispersion for homogeneous porous media. <u>Water Resources Research</u>, 37(4), 873-884.
- MOSTAGHIMI, P., Blunt, M. J., &Bijeljic, B. (2013). Computations of absolute permeability on micro-CT images. *Mathematical Geosciences*, *45*(1), 103-125.
- NAKASHIMA, Yoshito, and Susumu Kamiya. "Mathematica programs for the analysis of three-dimensional pore connectivity and anisotropic tortuosity of porous rocks using X-ray computed tomography image data." Journal of Nuclear Science and Technology 44.9 (2007): 1233-1247.
- NORDAHL, Kjetil; RINGROSE, Philip S. Identifying the representative elementary volume for permeability in heterolithic deposits using numerical rock models. Mathematical geosciences, 2008, 40.7: 753.
- NOGUES, J. P., J. P. Fitts, M. A. Celia, and C. A. Peters (2013), Permeability evolution due to dissolution and precipitation of carbonates using reactive transport modeling in pore networks, <u>Water Resour. Res.</u>, 49, 6006–6021, doi:10.1002/wrcr.20486.
- NOIRIEL, C. (2015). Resolving time-dependent evolution of pore-scale structure, permeability and reactivity using X-ray microtomography. <u>Reviews in Mineralogy and</u> <u>Geochemistry, 80(1), 247-285.</u>

- NOIRIEL, C., Luquot, L., Madé, B., Raimbault, L., Gouze, P., & Van Der Lee, J. (2009). Changes in reactive surface area during limestone dissolution: An experimental and modelling study. *Chemical Geology*, 265(1-2), 160-170.
- NORRIS, R. J., & Lewis, J. J. M. (1991, January). The geological modeling of effective permeability in complex heterolithicfacies. <u>In SPE Annual Technical Conference and</u> <u>Exhibition</u>. Society of Petroleum Engineers.
- ODGAARD, A., & Gundersen, H. J. G. (1993). Quantification of connectivity in cancellous bone, with special emphasis on 3-D reconstructions. *Bone*, *14*(2), 173-182.
- PAZDNIAKOU, A., & Adler, P. M. (2013). Dynamic permeability of porous media by the lattice Boltzmann method. <u>Advances in water resources</u>, 62, 292-302.
- RADON, J. J. Radon, Ber. Verh. Saechs. Akad. Wiss. Leipzig, Math.-Phys. Kl. 69, 262 (1917). Ber. Verh. Saechs. Akad. Wiss. Leipzig, Math.-Phys. Kl., v. 69, p. 262, 1917.
- RÉMY, Éric; THIEL, Édouard. Medial axis for chamfer distances: computing look-up tables and neighbourhoods in 2D or 3D. *Pattern Recognition Letters*, 2002, 23.6: 649-661.
- ROONEY, Lawrence F., 1970, Dimension Limestone Resources of Indiana. Indiana Geological Survey Bulletin 42C, 29 p., 21 fig.
- SANTOS, T. M. P., et al. Optimization of image resolution parameters to characterize carbonate rocks through representative elementary volume analysis. *Journal of Instrumentation*, 2018, 13.06: C06001.
- A Z- E , . Est er GUEZ-ARANDA, J. Pablo; CALVO, J. Pedro.
 Mediation of endoevaporitic microbial communities in early replacement of gypsum by dolomite: a case study from Miocene lake deposits of the Madrid Basin, Spain. *Journal* of Sedimentary Research, 2006, 76.12: 1257-1266.
- SARAJI, Soheil; PIRI, Mohammad. The representative sample size in shale oil rocks and nano-scale characterization of transport properties. International Journal of Coal Geology, 2015, 146: 42-54.
- SAXENA, Nishank, et al. Effect of image segmentation & voxel size on micro-CT computed effective transport & elastic properties. *Marine and Petroleum Geology*, 2017, 86: 972-990.
- SCHAEFER, Henry F. Electronic structure of atoms and molecules. 1972

- SCHOLLE, Peter A.; ULMER-SCHOLLE, Dana S. A Color Guide to the Petrography of Carbonate Rocks: Grains, Textures, Porosity, Diagenesis, AAPG Memoir 77. AAPG, 2003.
- SHARMA, K. V., Straka, R., & Tavares, F. W. (2017). New Cascaded Thermal Lattice Boltzmann Method for simulations of advection-diffusion and convective heat transfer. *International Journal of Thermal Sciences*, 118, 259-277.
- TELES, A. P., Lima, I., & Lopes, R. T. (2016). Rock porosity quantification by dual-energy X-ray computed microtomography. <u>Micron, 83, 72-78.</u>
- TSUCHIYAMA, A., Hanamoto, T., Nakashima, Y., & Nakano, T. (2000). Quantitative evaluation of attenuation contrast of minerals by using a medical X-ray CT scanner. *Journal of Mineralogical and Petrological Sciences*, 95(6), 125-137.
- TSUCHIYAMA, A., Nakano, T., Uesugi, K., Uesugi, M., Takeuchi, A., Suzuki, Y., ...& Imai, Y. (2013). Analytical dual-energy microtomography: A new method for obtaining three-dimensional mineral phase images and its application to Hayabusa samples. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 116, 5-16.
- TSUCHIYAMA, A., Uesugi, K., Nakano, T., & Ikeda, S. (2005). Quantitative evaluation of attenuation contrast of X-ray computed tomography images using monochromatized beams. <u>American Mineralogist</u>, 90(1), 132-142.
- WILDENSCHILD, D., & Sheppard, A. P. (2013). X-ray imaging and analysis techniques for quantifying pore-scale structure and processes in subsurface porous medium systems. <u>Advances in Water Resources</u>, 51, 217-246.
- ZANDOMENEGHI, D., Voltolini, M., Mancini, L., Brun, F., Dreossi, D., & Polacci, M. (2010). Quantitative analysis of X-ray microtomography images of geomaterials: Application to volcanic rocks. <u>Geosphere, 6(6), 793-804.</u>
- ZHANG, D., Zhang, R., Chen, S., & Soll, W. E. (2000). Pore scale study of flow in porous media: Scale dependency, REV, and statistical REV. <u>Geophysical research</u> <u>letters</u>, 27(8), 1195-1198.
- ZU, Y. Q., & He, S. (2013). Phase-field-based lattice Boltzmann model for incompressible binary fluid systems with density and viscosity contrasts. <u>*Physical Review E*, 87(4)</u>, <u>043301.</u>

Anexos

Nesta seção apresenta-se os trabalhos científicos desenvolvidos ao longo do curso relacionados ao tema da tese, entre o segundo semestre de 2015 até a presente data.

doi:10.1088/1742-6596/975/1/012053

IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 975 (2018) 012053

MicroCT parameters for multimaterial elements assessment

Olga M. O. de Araújo¹, Jaqueline Silva Bastos², Alessandra S. Machado¹, Thaís M. P. dos Santos¹, Cintia G. Ferreira¹, Ana Paula Rosifini Alves Claro² and Ricardo T. Lopes¹

¹Nuclear Engineering Program, UFRJ - Federal University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brazil
²Paulista State University, UNESP, São Paulo, Brazil
E-mail: olgaufrjlin@gmail.com

Abstract. Microtomography is a non-destructive testing technique for quantitative and qualitative analysis. The investigation of multimaterial elements with great difference of density can result in artifacts that degrade image quality depending on combination of additional filter. The aim of this study is the selection of parameters most appropriate for analysis of bone tissue with metallic implant. The results show the simulation with MCNPX code for the distribution of energy without additional filter, with use of aluminum, copper and brass filters and their respective reconstructed images showing the importance of the choice of these parameters in image acquisition process on computed microtomography.

Keywords: Microtomography, additional filters, multimaterial elements.

1. Introduction

In non-destructive tests involving the use of X-rays, the choice of voltage, current and additional filters are determining factors in the image quality. The basic principle of image formation is the interaction of ionizing radiation with the sample. Image quality depends on several factors, such as contour sharpness, noise level and contrast between structures. Another factor that contributes to image quality is presence or absence of artifacts, taking into account their intensity and their influence in detection of relevant structures. The analysis of samples of materials with large difference of density, such as bone tissue with metallic material, can be a difficult task and provide an incorrect analysis if inappropriate parameters are selected.

The knowledge of the energy distribution of the photons produced by X-ray tube is an important information for different fields of research involving the use of ionizing radiation. In this work, to demonstrate the importance of the selection of these parameters, a spectra of X-ray tube with the code MCNPX were simulated and qualitative and quantitative parameters such as effective energy, half value layer and homogeneity coefficient were evaluated [1, 2]. The results show the acquisition of the images obtained by the microCT with the different combinations where it is possible to verify the final results on the reconstructed samples and the result when choosing a combination of additional filters that may generate unwanted artifacts in image such as metal scattering, a result hardly corrected by microCT reconstruction softwares.

PUBLISHED BY IOP PUBLISHING FOR SISSA MEDIALAB

RECEIVED: January 31, 2018 REVISED: April 26, 2018 ACCEPTED: May 25, 2018 PUBLISHED: June 4, 2018

24TH INTERNATIONAL CONGRESS ON X-RAY OPTICS AND MICROANALYSIS 24–29 September 2017 TRIESTE, ITALY

Optimization of image resolution parameters to characterize carbonate rocks through representative elementary volume analysis.

T.M.P. Santos,¹ A.S. Machado, O.M.O. Araújo, C.G. Ferreira and R.T. Lopes

Nuclear Instrumentation Laboratory, Federal University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brazil

E-mail: thais@lin.ufrj.br

inst

ABSTRACT: X-ray computed microtomography (microCT) is a powerful nondestructive and noninvasive technique for 2D and 3D structure analyses. However, the parameters used in the image acquisition process have a direct influence on the qualitative and quantitative results, such as porosity, and on the characterization of samples, such as carbonate rocks, due to the spatial resolution of the image. The aim of this study is to determine the influence of these parameters on the results through tests in which these parameters are changed in different scenarios and system characterizations. In addition, with the optimum parameters, the whole sample image was acquired for characterization and compared to the homogeneity and representativeness of one part of the sample. The results demonstrate that the pixel size and detector matrix are the main parameters that influence the spatial resolution and that the use of additional filters for better image quality is essential. Microtomography is considered an excellent technique for rock characterization by using the best image spatial resolution possible.

KEYWORDS: Computerized Tomography (CT) and Computed Radiography (CR); Image processing; Inspection with x-rays

© 2018 IOP Publishing Ltd and Sissa Medialab

https://doi.org/10.1088/1748-0221/13/06/C06001

Corresponding author.

IOP Publishing

9th Brazilian Congress on Metrology (Metrologia 2017)

IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 975 (2018) 012054 doi:10.1088/1742-6596/975/1/012054

Evaluation of the influence of acquisition parameters of microtomography in image quality applied by carbonate rocks

T M P Santos, A S Machado, O M O Araújo, C G Ferreira, R T Lopes

Nuclear Instrumentation Laboratory, Federal University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, BR

thais@lin.ufrj.br

Abstract. X-ray computed microtomography is a powerful nondestructive technique for 2D and 3D structure analysis. However, parameters used in acquisition promote directs influence in qualitative and quantitative results in characterization of samples, due image resolution. The aim of this study is value the influence of theses parameters in results through of tests changing these parameters in different situations and system characterization. Results demonstrate those pixel size and detector matrixes are the main parameters that influence in resolution and image quality. Microtomography was considered an excellent technique for characterization using the best image resolution possible.

1. Introduction

Carbonate rocks are sedimentary rocks widely studied due the importance in petroleum extraction after pre-salt discovery. This type of rock represents half of the petroleum extraction in Brazil [1, 2].

X-ray Computed microtomography (MicroCT) is an important non-destructive technique for analysis of inner structures with high resolution in the order of micrometer. Its physical principle are based on attenuation of X ray by matter that result a gray scale image proportional to the material density [3].

This technique has been used to characterize carbonate rocks in relation to porosity and pore's size distribution in this work [4, 5]. However, the choice of acquisition parameters is essential to obtain the best resolution and image quality, ensuring the most accurate results [6, 7, 8].

The aim of this study is evaluate the influence of these acquisition parameters in image quality and through of obtained results optimize these parameters to obtain the better image quality for this application.

2. Materials and Methods

The system used was SKYSCAN/BRUKER High Energy model 1173, installed in nuclear instrumentation laboratory (UFRJ). The specimen was an Indiana Limestone and was acquired changing the acquisition parameters like pixel size, detector matrix, and frames number (case 01 – case 04). These cases can be visualized in table 1.

Content from this work may be used under the terms of the Creative Commons Attribution 3.0 licence. Any further distribution of this work must maintain attribution to the author(s) and the title of the work, journal citation and DOL Published under licence by IOP Publishing Ltd 1



RECEIVED: January 31, 2018 REVISED: August 9, 2018 ACCEPTED: October 15, 2018 PUBLISHED: October 25, 2018

24TH INTERNATIONAL CONGRESS ON X-RAY OPTICS AND MICROANALYSIS 24–29 September 2017 Trieste, Italy

Representative elementary volume in limestone sample

O.M.O. de Araújo,^a K.V. Sharma,^c A.S. Machado,^a T.M.P. Santos,^a C.G. Ferreira^a R. Straka,^b F.W. Tavares^c and R.T. Lopes^{a,1}

- ^aNuclear Instrumentation Laboratory, Federal University of Rio de Janeiro, CEP: 24210-240, Rio de Janeiro, Brazil
- ^bDepartment of Heat Engineering and Environment Protection, Faculty of Metals Engineering and Industrial Computer Science, AGH University of Science and Technology, Al. Mickiewicza 30, 30-059, Krakow, Poland

^cChemical Engineering Program, Federal University of Rio de Janeiro, CEP: 24210-240, Rio de Janeiro, Brazil

E-mail: ricardo@lin.ufrj.br

inst

ABSTRACT: The study of fluid flow through porous media with complex characteristics is of great relevance in applications related to exploration of oil and gas reserves. With growth of computer simulation combined with the use of reconstructed images it became increasingly common to use a representative volume, popularly known as REV. The use of a REV is necessary since the total volume of reconstructed image is too heavy to be loaded into simulation software, increasing data processing time and in some cases making total volume simulation impracticable. However, when investigating different rocks types, some main issues are addressed related to REV, such as how reliable is representative volume compared to the total sample volume. Quantitative and qualitative results such as porosity and permeability vary with the region chosen for the REV as well as configuration of pore connected vary depending on region, showing the importance in choosing a region so that REV represents total results of the sample.

KEYWORDS: Computing (architecture, farms, GRID for recording, storage, archiving, and distribution of data); Simulation methods and programs; Data processing methods; Data reduction methods

¹Corresponding author.

C 2018 IOP Publishing Ltd and Sissa Medialab

Contents

1	Introduction Methodology		1
2			2
	2.1	Digital rock analysis	2
		2.1.1 Segmentation process	4
		2.1.2 Pore scale properties	4
	2.2	Absolute permeability simulations	6
3	Results		8
4	4 Conclusions		11

1 Introduction

MicroCT is a non-destructive technique that allows the visualization of reconstructed samples with resolution of the order of micrometers. Evaluating pore structure properties through microCT has received much attention in the last decade [1]. Digital rock analysis has potential to predict most of fluid flow characteristics based on image obtained with the pore space of samples using different numerical simulation methodologies [6]. The reliable estimation of permeability in samples of soil formation is of great importance in studies involving geophysics, petroleum engineering and hydrology.

The basic process in digital rock analysis consists of three steps, the first is to perform the imaging of rock samples using high resolution microCT, the second is the process of segmentation of pore phase separating from the rock matrix of minerals, and the third is simulating the behaviour of fluid in rocks complex pore structure [2].

To understand the mechanism governing the fluid flow through porous media, we must focus our attention on some important points such as spatial configuration of pores arrangements, intersection and structure of connected pores. Then a detailed 3D description of pore network can be subsequently used for computational simulation by estimating parameters of petrophysical relevance like porosity and permeability, which is used to develop realistic 3D reconstructions of the porous material [8].

Calculations were well established for reservoir rocks such as Berea sandstone, in which pores were segmented and properly analyzed using the microCT technique [9]. However, despite advances in the field of microCT for image resolution providing detailed micro geometry and progress in various numerical algorithms, an accurate approximation is rare and only seen in studies related to very homogeneous sandstone samples [8]. These studies were very important in understanding the general properties of complex samples. The direct permeability prediction performed by Adler et al. [10] (also 3D reconstructed images) agreed well with results of experimental data for transport properties provided in ref. [11].

-1-

Permeability is commonly calculated by cross-correlation properties, however this relationship introduces considerable uncertainty in reservoir rock characterization. The greatest source of uncertainty may be related to inability to effectively characterize complex microstructure of rocks at pore scale. A significant reduction in level of uncertainty requires the development of techniques to precisely characterize the rock microstructure and use this information to measure flow properties.

Samples of size large enough to estimate conventional permeability are expensive, while smaller samples such as plugs are more readily available, for this reason, studies were performed to analyze smaller samples in determining permeability and other characteristics [12]. However, these methods do not provide precise information to estimate fluid flow properties. Moreover, these experiments still require the development of specialized equipment, therefore it is favourable to use reconstructed imaging techniques coupled with numerical simulations. Besides this, traditional pore characterization devices can take several hours or days to obtain an accurate flow average. For this reason, recent advances in 3D pore scale numerical modelling techniques such as indirect connected pore modelling and direct lattice Boltzmann method have been used as powerful tools to solve fluid flow problems [13]. It is essential to be precise in choosing the correct methodology for numerical modelling, particularly in the case of lattice Boltzmann method because it is computationally intensive. However, in more recent studies by Keerti et al. [14], the methodology developed for lattice Boltzmann modelling with high stability and accuracy is more adequate for complex geometries like porous media structure.

The possibility to estimate accurately the mechanical properties of the rocks in relation to pore structure is crucial to promote understanding of geophysical measures used in exploration of reserves. Previous works have investigated and recognized characteristics such as pore complex connected structure, shape, size, and how much these parameters affect the mechanical behaviour of the rocks [15].

The crucial problem to be solved in studies involving pore scale fluid flow modelling is the large discrepancy between results measured experimentally in laboratories with those found by digital imaging. It is due to the difficulty in modelling flow behaviour in sections of the poorly resolved rocky matrix, for example in a section where one does not have clear definition whether it represents pores or grain [16].

If a rock is remarkably heterogeneous, an additional challenge found is about the volume to be chosen to represent the REV. Therefore, the computational time will also vary with the size of the REV, the methodology and how efficiently the numerical code was written [17]. Numerical simulation intend to provide a microscopic description of pore-scale fluid flow by solving flow governing equations directly within the porous space of the rock sample. However, due to the heterogeneity of most reservoir rocks and the complexity of pore geometry, calculating the flow precisely with a representative volume of the element is a great challenge so far.

2 Methodology

2.1 Digital rock analysis

Microtomography technique has been used in geoscientific studies for decades. Recently achieved high resolution from microCT equipments has made previously unworkable applications workable,

-2-

which was not possible by older equipments. The microCT system used in this work was a microfocus benchtop system (Skyscan/Bruker, 1173 model). The X-ray source delivers a polychromatic beam in a voltage range of 40–130 kV with a current from 61 to 200 μ A, minimum focal spot size of 5 μ m and a flat panel X-ray sensor C7942SK-25 (Hamamatsu Photonics, Japan) with 2240 ×2240 pixel matrix and pixel size of 50 μ m. Images were scanned with 130 kV/61 μ A tube voltages, the choice of energy and current is due to sufficient transmission and absorption for image reconstruction since limestone sample is characterized by a higher X-ray attenuation.

The spatial resolution in a CT image is determined principally by the size and number of detector elements, the size of the X-ray focal spot, and the source-object-detector distances. In the case of our cone-beam geometry experimental setup, the spatial resolution is limited by the focal spot size of the source (< 5 μ m). The source-to-detector distance and the size of the detector elements are fixed to 364 mm and 50 μ m respectively, then, maximum in-plane resolution is achieved by minimizing the source-to-object distance to give maximum magnification. In that way, the size of the sample influences the acquired resolution. In Limestone images the source-to-sample distance was 141 mm while the source-to-detector distance was 364 mm, corresponding to an effective pixel size of 18 μ m. This parameters provides an estimation of spatial resolution around 48 μ m of detectability for visualization and quantify objects in the sample using this effective pixel size.

In reconstruction process, where slices are assembled to produce 3D reconstructed image, each pixel in image corresponds to the average absorption, and a large number of pixels represents a better spatial resolution [18]. Each image projection was averaged from five frames. The sample was rotated at 0.5° steps until a rotation angle of 360°. These processes generated 720 images with pixel size of 18 µm in total time of 1.27 h. A 0.5 mm thick copper filter with was used together with suitable tube voltage settings to enhance the separation between X-ray spectra, and increase image contrast [20]. The filter must be chosen to approximate the spectrum to a mono energetic one, to remove low energy X-rays without significant loss of intensity. Metallic filters at the exit of the X-ray tube attenuate the low energy photons, which are responsible for the beam hardening effect. This undesired effect occurs because the surface layer of dense samples functions as an X-ray filter for the material inside the sample. Low energy beams are absorbed by the surface of the sample and only high energy beams are able to cross the sample without suffering significant absorption. The energy values adopted in this study are in accordance with the system configuration and sample characteristics.

After a careful evaluation of different parameters such as voltage, filters, magnification, sample rotation step and X-ray exposure time, the Data acquisition can be started. As choice of parameters interferes in generation of the images, and ideal variables depend mainly on the size and composition of the rock, it is difficult to standardize the analysis. The data acquisition time is variable, ranging from minutes to hours, depending on the sample size and parameters chosen. Therefore, the cost benefit ratio has to be evaluated.

Image reconstructions were performed by the commercial software NRecon v. 1.6.10.4 where slices are assembled to produce reconstructed 3D image by the algorithmic calculation of FDK-Feldkamp-Davis-Kress [18, 19]. Pixel is mathematically transformed into voxel capable of representing the depth of radiological image.

During image processing following adjustments need to be performed: (i) alignment, where the slices to be reconstructed to generate the 3D volume need to be aligned correctly; (ii) smoothing, an adjustment to correct grainy effect in image; (iii) beam hardening effect correction caused by

-3-

geometry of the sample and how the beam is absorbed and transmitted during acquisition process; and (iv) ring artifact correction, a defect caused by dead pixels during image rotation.

2.1.1 Segmentation process

Although it is possible to perform quantitative analysis directly on grayscale images that are produced from the microCT, the purpose of application is generally to capture images with high resolution and details of objects. Therefore most analysis begin with performing the segmentation process. Segmentation in image processing often means the decomposition of an object into segments, that is, identification of discrete materials in image. The absorption contrast is the value associated with each voxel proportional to X-rays attenuation which is a function of density, atomic number and energy of the incident X-rays. Therefore, primary information to be used to distinguish between the different materials in a sample is simply the value of voxel intensity. The solid part of the rock will present shades of gray that are related to linear attenuation coefficients of minerals of the rock sample as we can see in figure 1d.

Most studies to date segment their dataset simply by choosing a threshold intensity, with values below threshold assigned to a material phase, and those above the threshold assigned to the other phase. In the present study, we chose to use a global segmentation for a range from 0 to 255. Global segmentation is the simplest kind of segmentation and aims to separate the image into two categories (background and object). This separation is carried out by scanning the image point by point, and identifying them as points of the object or of the background according to a threshold. In this study the value chosen after verification along the sample was 80 for threshold, as we can see in the histogram of gray level intensity (figure 1c).

X-ray microCT has been used extensively to image porous materials in 3D. MicroCT facilitates subsequent analyses, including pore space extraction used to determine characteristics of the pore microstructure. Therefore, the porosity can be estimated directly from a binary volumetric image of the sample. CT Analysis v1.15.4 software was used for every part of quantification, measurement and visualization of microtomographic sections. It also performs separation of mineral phases, called binarization stage. This name is due to the separation process performed by the binary system, where the selected phase becomes white and the other phase is black. It was possible to perform the segmentation process by separating the rock matrix from the pores (figure 1e) as well as the pores from the rock matrix (figure 1f).

The simplest binarization in rock samples is between the pores, i.e., the empty space and the rock matrix (dense material), due to intense contrast between linear attenuation coefficients of these phases. However, resolution of acquisition may hamper the delimitation of smaller pores if the pore size is close to the pixel size of microtomographic images. As the X-ray beams pass through pores without being attenuated, the pore region becomes black in microtomographic images.

2.1.2 Pore scale properties

To describe micro architecture of connected pores, porosity, pore size, pore radius and pore distance, it is necessary to use some definitions. Porosity is the empty fraction of the sample, including empty spaces connected or not. The pore size is the total volume of the digitalized voxels of each pore identified during extraction of pore network. Size radius of pores refers to a maximum radius registered in each pore. Narrow radius is the minimum radius between circles connected between

-4-



Figure 1. Description of segmentation process, (a) Indiana limestone sample, (b) projection in CTanalyzer software as an example slice 2064, (c) the threshold gray scale histogram for binarization range from 0 to 255 (d) the slice 2064 reconstructed with grayscale (e) the same slice binarized after choice of the threshold and (f) binarization of pores to be used to generate 3D volume of connected pores.

two adjacent pores. Coordination number is what identifies the number of adjacent pores connected to a particular pore, and represents the connectivity of a porous space. Pore-to-pore distance is the smallest gap between two centred connected pores [20].

In order to perform the quantitative analysis of porous rocks at micro scales to be relevant at the macro scale the selection of a representative elementary volume is required (REV). The concept of REV for porous rocks was first introduced by Bear [21]. Later the theoretical investigation of the minimum (and maximum) size of a REV is presented by Bachmat and Bear [22]. REV is defined as a minimum averaging volume over which the macroscopic measurable characteristics of a porous medium remain constant [23]. Usually, porosity is used as the desired macroscopic parameter in this kind of analysis, but other parameters such as specific surface area and permeability have also been applied for this purpose [25–27].

There have been various approaches when it comes to studying REV's. The most common one in geological sciences and hydrology is to assume that a given sample is a REV when the porosity is constant over different sizes, regardless of the macroscale parameter being studied [24]. Al-Raoush [28] and the studies of Saraji and Piri [29] showed that the first approach is not always adequate for parameters related to microstructural properties and that REVs tend to be propertydependent. A different approach is used in literature considering the size of the REV when the macroscale parameter being studied remains constant as the volume is increased [23]. Mostaghimi et al. [30] carried out a study relating the size of the REV to calculate static properties such as porosity and the REV size for permeability estimation in sandstones and carbonate samples. Their

- 5 -

results showed that for permeability of carbonate rocks, even with a REV above $300 \times 300 \times 300$ voxels, it continued to show porosity variations in results and the differences is even larger for permeability. The size of the REV to perform the flow properties analysis was also evaluated and it was found that this size must be larger due to the necessity of capturing the tortuosity and connectivity of the pores. The REV for permeability is larger (> 2 mm) than for static properties, such as porosity and specific surface area (0.8–1.6 mm) [30].

Islam et al. [24] perform Digital Rock Physics (DRP) and apply the REV methodology for permeability in three-directions for a Silurian dolomite and a carbonate reservoir sample. The permeability plateau start at a cube edge of length of 5.3 mm. However, the numerically computed result in the z direction overestimates the experimental measurement for the complete 1.5 inch (3.81 cm) diameter sample. For the reservoir carbonate a REV size cannot be determined as the permeability values continue to vary, suggesting that the maximum subvolume size studied was too small.

The usual process is to begin with a geometric model of a prototypical sample, increasingly obtained through advanced microanalytic techniques, and enlarging the volume used for spatial averaging until the variations in the estimated permeability become small with further enlargement. These efforts were the basis of the theoretical concept of REV and due to these uncertainties, researchers frequently seek to determine the minimum size for a REV for permeability directly from flow simulations [26].

In this work this approach was considered in order to determine the volume that leads to an acceptably low variance for analyzed parameter when measurements are performed at a number of locations in a certain area [31, 32]. A parallelepiped-shaped subvolume with 100 fixed slices of height began with a minimum size length of 1 mm and was progressively increased according to scheme shown in (figure 2a). The fluid flow simulation was performed to estimate the permeability until it reaches the plateau where the values are independent of the volume (figure 2b).

The results showed that between the length of 12 mm and 15 mm the computational cost is relatively small (figure 2c) compared to the increase of information about the internal structures such as porosity, connectivity and tortuosity that influence directly in fluid flow simulations. In this way was chosen to proceed with 15×10 mm for the REV length and thickness respectively and 100 slices of height to provide these important information.

These previous evaluation was considered to choose the REV size applied in our work. The criteria was that the statistical analysis of the morphometric properties could be applied to demonstrate the representativeness and is large enough to capture sufficient information about important indexes in permeability simulation like tortuosity and connectivity. In that way ten REVs distributed randomly throughout the sample were calculated, as can be seen in the (figure 3a).

2.2 Absolute permeability simulations

Permeability must be considered as a global measure of the ability of the fluid to flow through a porous structure. We perform water flow simulations in REV's using general purpose commercial software application AVIZO from FEI, which uses the finite element methods to solve Stokes equations model. Absolute permeability were computed for each REV of the sample. Through these simulations we should be able to establish the use of REV and validity of the tomographically connected pore network.

-6-



Figure 2. Methodology to obtain the REV dimensions applied for permeability in fluid flow simulation: (a) Sagittal view to determine the 100 slices of height and in the Coronal view a centered rectangular shaped was progressively increasing in size for length and width, forming along with the height a parallelepipedshaped subvolume, (b) are the permeability values to provide the evaluation of whether the REV size exhibited a plateau ($L = 12 \sim 15 \text{ mm}$), (c) is the correlation between the REV size and computational time and (d) is an example of the REV applied in this study.



Figure 3. Distribution of 10 REVs in the Linestone sample where (a) 10 rectangles of 15×10 mm were delimited and a total of 100 slices were used for each REV and (b) visualization of the pore network in a REV.

In addition to the permeability, the main morphometric parameters such as total porosity, sample volume, rock matrix thickness and separation were estimated.

3 Results

For comparison purposes the total volume of the sample was calculated. The calculated REV's are shown in the figure 4, where the network of connected and unconnected pores in each study region can be observed in the surface view. The Limestone sample showed to be homogeneous, which can be verified visually, and in agreement with the calculated results of the morphometric parameters, a fact that promotes the use of REV's in computational simulations.



Figure 4. REV's from the Limestone sample where 10 rectangles of 10 × 15 mm were delimited and a total of 100 slices were used for each REV. The network of pores in each REV is depicted in red.

The Limestone volume serves to demonstrate that the amount of rock matrix of the material analyzed and quantified in each REV was shown to be approximated. With microCT the exact 3D thickness can be measured which is model independent. Local thickness for a point in solid is defined as the diameter of the largest sphere which fulfills two conditions: (1) the sphere encloses the point (but the point is not necessarily the centre of the sphere), (2) the sphere is entirely bounded within the solid surfaces. Trabecular connectivity can contribute significantly to structure strength.

The structure thickness method starts with a skeletonisation identifying the medial axes of all structures. Then the sphere fitting local thickness measurement is made for all the voxels lying along this axis [33]. Histomorphometrists typically measure a single mean value from a trabecular bone site. The thickness of the rock matrix can be identified as the spacing between one pore and another, the values showed a mean of 0.523 mm and a standard deviation of 0.034 mm in this parameter. For structure separation calculated the mean values of 0.175 mm were found and a standard deviation approximated of 0.031 mm, which agree with a homogeneous structure characteristic as expected. The distribution of thickness and separation for any complex biphasic object is a powerful tool to characterize internal structures that are relevant for our case of study of connected pores components. We can observe in the results that the calculated separation and thickness distribution showed to be quite homogeneous.

- 8 -



Figure 5. Morphometrical parameters calculated for 10 REVs distributed throughout the sample.

The connectivity and connectivity density are calculated by Euler number which is a characteristic of a 3D structure that is topologically invariant (it is unchanged by inflation or compression or distortion of the structure). It measures what might be called "redundant connectivity" — the degree to which parts of the object are multiply connected. It is a measure of how many connections in a structure can be disintegrated before the structure separate into two pieces, topologically the object can be compressed into a sphere and the redundant connections appear as "handles". In this case, the more negative the value the better connected the structure is. The total porosity is relevant in studies involving transport and extraction of oil and gas in pore structures, for this reason it is important to study simulations in finite elements such as the volumes consisting connected pore network. It can be observed that the average of total porosity values calculated for all REV's is 3.55%, which is well approximated of 3.76%, the value for the total volume of the sample.

The degree of anisotropy (DA) of limestone sample was also considered. The geometrical configuration of the pore structure is important because the diffusivity and permeability decrease with increasing tortuosity [34], which can influence the fluid flow simulation. DA was also calculated in CTanalyzer software for morphometric parameters between 1.205 ± 0.065 . Values vary from 1 (fully isotropic) to infinity (fully anisotropic). This result confirms the homogeneous configuration of internal structure in limestone.



Figure 6. Visualization of fluid flow simulation through pore network using Avizo XLab Simulations for absolute permeability estimation. The streamlines indicate the water flows through pores. The figures correspond to REV's 5, 6, 9 and 10 respectively.

The water flow simulations in the pore network shows that in the regions where pores are not well connected the fluid cannot completely cross the sample (figure 6). This is demonstrated in the estimation of absolute permeability for each REV in figure 7.

Permeability is an important parameter in applications of exploration and extraction of oil. In our finite element simulations, calculated permeability values were around 1 Darcy and 2.5 Darcy. This shows that the complex structure influences the estimated result. This result is extremely relevant because it shows that even for a sample homogeneous like limestone, when it comes to


Figure 7. Comparison of permeability calculated for the 10 REVs by fluid flow simulation.

the use of simulation like permeability computation, the choice of REVs as region representing the total element volume reliably is crucial and must be studied intensively.

4 Conclusions

This study demonstrates that even for homogenous samples like limestone the use of REV's for numerical simulations has proved to be highly reliable. The morphometric parameters such as porosity, matrix thickness and separation between the pores and degree of anisotropy do not show high differences among them. This makes it possible to use numerical finite element simulations using these small regions to represent the whole volume, thus gaining simulation time without losing the accuracy of the calculated data. Our study shows that using a small region for the investigation and digital rock analysis (DRA) together is viable. We emphasize on the importance of a careful evaluation before any study involving the use of REV's since in very heterogeneous rocks it's imperative to choose a region that best represents the whole volume of the sample.

Acknowledgments

The authors would like to thank Petrobras S. A, CNPq and FAPERJ for the financial support.

References

- H. Andrä, N. Combaret, J. Dvorkin, E. Glatt, J. Han, M. Kabel et al., Digital rock physics benchmarks — Part I: Imaging and segmentation, Comput. Geosci. 50 (2013) 25.
- [2] H. Andrä, N. Combaret, J. Dvorkin, E. Glatt, J. Han, M. Kabel et al., Digital rock physics benchmarks — Part II: Computing effective properties, Comput. Geosci. 50 (2013) 33.

- 11 -

- [3] E. Garboczi and V. Kushch, Computing elastic moduli on 3-D X-ray computed tomography image stacks, J. Mech. Phys. Solids 76 (2015) 84.
- [4] N. Saxena and G. Mavko, Estimating elastic moduli of rocks from thin sections: Digital rock study of 3D properties from 2D images, Comput. Geosci. 88 (2016) 9.
- [5] C. Madonna, B.S. Almqvist and E.H. Sacnger, Digital rock physics: numerical prediction of pressure-dependent ultrasonic velocities using micro-CT imaging, Geophys. J. Int. 189 (2012) 1475.
- [6] M.J. Blunt, B. Bijeljic, H. Dong, O. Gharbi, S. Iglauer, P. Mostaghimi et al., Pore-scale imaging and modelling, Adv. Water Resour. 51 (2013) 197.
- [7] J. Dvorkin, N. Derzhi, E. Diaz and Q. Fang, Relevance of computational rock physics, Geophysics 76 (2011) E141.
- [8] C.H. Arns, M.A. Knackstedt, W.V. Pinczewski and E.J. Garboczi, Computation of linear elastic properties from microtomographic images: Methodology and agreement between theory and experiment, Geophysics 67 (2002) 1396.
- [9] E.S. Boek and M. Venturoli, Lattice-boltzmann studies of fluid flow in porous media with realistic rock geometries, Comput. Math. Appl. 59 (2010) 2305.
- [10] P. Adler, C. Jacquin and J. Quiblier, Flow in simulated porous media, Int. J. Multiphas. Flow 16 (1990) 691.
- [11] J.-F. Thovert, F. Yousefian, P. Spanne, C.G. Jacquin and P.M. Adler, Grain reconstruction of porous media: Application to a low-porosity fontainebleau sandstone, Phys. Rev. E 63 (2001) 061307.
- [12] S. Peng and B. Loucks, Permeability measurements in mudrocks using gas-expansion methods on plug and crushed-rock samples, Mar. Petrol. Geol. 73 (2016) 299.
- [13] S. Shah, J. Crawshaw, F. Gray, J. Yang and E. Boek, Convex hull approach for determining rock representative elementary volume for multiple petrophysical parameters using pore-scale imaging and lattice-boltzmann modelling, Adv. Water Resour. 104 (2017) 65.
- [14] K.V. Sharma, R. Straka and F.W. Tavares, New cascaded thermal lattice boltzmann method for simulations of advection-diffusion and convective heat transfer, Int. J. Thermal Sci. 118 (2017) 259.
- [15] G.P. Eberli, G.T. Baechle, F.S. Anselmetti and M.L. Incze, Factors controlling elastic properties in carbonate sediments and rocks, The Leading Edge 22 (2003) 654.
- [16] R. Marquez and C. F. Coimbra, Intra-hour DNI forecasting based on cloud tracking image analysis, Sol. Energy 91 (2013) 327.
- [17] L. Biferale, S. Musacchio and F. Toschi, Split energy-helicity cascades in three-dimensional homogeneous and isotropic turbulence, J. Fluid Mech. 730 (2013) 309.
- [18] A. Machado, P. D. Bó, I. Lima, L. Borghi and R. Lopes, X-ray microtomography characterization of carbonate microbialites from a hypersaline coastal lagoon in the Rio de Janeiro State — Brazil, Nucl. Instrum. Meth. A 784 (2015) 574.
- [19] L.A. Feldkamp, L.C. Davis and J.W. Kress, Practical cone-beam algorithm, J. Opt. Soc. Am. A 1 (1984) 612.
- [20] B. Lamy-Chappuis, B.W. Yardley, S. He, Y. Zu and J. Xie, A test of the effectiveness of pore scale fluid flow simulations and constitutive equations for modelling the effects of mineral dissolution on rock permeability, Chem. Geol. 483 (2018) 501.
- [21] J. Bear, Dynamics of fluids in porous materials, Society of Petroleum Engineers, Dallas, TX, U.S.A. (1972).

-12-

- [22] Y. Bachmat and J. Bear, Macroscopic modelling of transport phenomena in porous media. 1: The continuum approach, Transport Porous Med. 1 (1986) 213.
- [23] R. Al-Raoush and A. Papadopoulos, Representative elementary volume analysis of porous media using X-ray computed tomography, Powder Technol. 200 (2010) 69.
- [24] A. Islam, S. Chevalier and M. Sassi, Structural characterization and numerical simulations of flow properties of standard and reservoir carbonate rocks using micro-tomography, Compu. Geosci. 113 (2018) 14.
- [25] D. Zhang, R. Zhang, S. Chen and W. E. Soll, Pore scale study of flow in porous media: Scale dependency, REV, and statistical REV, Geophys. Res. Lett. 27 (2000) 1195.
- [26] A.G. Hendrick, R.G. Erdmann and M.R. Goodman, Practical considerations for selection of representative elementary volumes for fluid permeability in fibrous porous media, Transport Porous Med. 95 (2012) 389.
- [27] K. Nordahl and P.S. Ringrose, Identifying the representative elementary volume for permeability in heterolithic deposits using numerical rock models, Math. Geosci. 40 (2008) 753.
- [28] R. Al-Raoush, Change in microstructure parameters of porous media over representative elementary volume for porosity, Particul. Sci. Technol. 30 (2012) 1.
- [29] S. Saraji and M. Piri, The representative sample size in shale oil rocks and nano-scale characterization of transport properties, Int. J. Coal Geol. 146 (2015) 42.
- [30] P. Mostaghimi, M. J. Blunt and B. Bijeljic, Computations of absolute permeability on micro-CT images, Math. Geosci. 45 (2012) 103.
- [31] P. Baveye, H. Rogasik, O. Wendroth, I. Onasch and J. W. Crawford, Effect of sampling volume on the measurement of soil physical properties: simulation with x-ray tomography data, Meas. Sci. Technol. 13 (2002) 775.
- [32] M.S. Costanza-Robinson, B.D. Estabrook and D.F. Fouhey, Representative elementary volume estimation for porosity, moisture saturation, and air-water interfacial areas in unsaturated porous media: Data quality implications, Water Resour. Res. 47 (2011) W07513.
- [33] M. Freire-Gormaly, J. S. Ellis, A. Bazylak and H. L. MacLean, Comparing thresholding techniques for quantifying the dual porosity of indiana limestone and pink dolomite, Micropor. Mesopor. Mat. 207 (2015) 84.
- [34] E. Remy and E. Thiel, Medial axis for chamfer distances: computing look-up tables and neighbourhoods in 2D or 3D, Pattern Recogn. Lett. 23 (2002) 649.
- [35] Y. Nakashima and S. Kamiya, Mathematica programs for the analysis of three-dimensional pore connectivity and anisotropic tortuosity of porous rocks using X-ray computed tomography image data, J. Nucl. Sci. Technol. 44 (2007) 1233.

- 13 -