

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS UNIDADE ACADÊMICA DE MINERAÇÃO E GEOLOGIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM EXPLORAÇÃO PETROLÍFERA E MINERAL

MÁBIA RUANA SILVA DE SENA

PETROFÍSICA E CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE ROCHAS CARBONÁTICAS DO NORDESTE BRASILEIRO

Campina Grande - PB 20 de Fevereiro de 2017

MÁBIA RUANA SILVA DE SENA

PETROFÍSICA E CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE ROCHAS CARBONÁTICAS DO NORDESTE BRASILEIRO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Exploração Petrolífera e Mineral, da Unidade Acadêmica de Mineração e Geologia, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, como parte dos requisitos necessários a obtenção do grau de Mestre em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. José Agnelo Soares

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

A569m

Sena, Mábia Ruana Silva de. Petrofísica e caracterização mineralógica de rochas carbonáticas do Nordeste Brasileiro / Mábia Ruana Silva de Sena. – Campina Grande, 2017.

81 f. il. color.

Dissertação (Mestrado em Exploração Petrolífera e Mineral) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2017.

"Orientação: Prof. Dr. José Agnelo Soares". Referências.

1. Rochas Carbonáticas. 2. Petrofísica. 3. Microtomografia de Raios X (μ CT). 4. Difração de Raios X (DRX). I. Soares, José Agnelo. II. Título.

CDU 624.121(043)

MÁBIA RUANA SILVA DE SENA

PETROFÍSICA E CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE ROCHAS CARBONÁTICAS DO NORDESTE BRASILEIRO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Exploração Petrolífera e Mineral, da Unidade Acadêmica de Mineração e Geologia, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, como parte dos requisitos necessários a obtenção do grau de Mestre em ciências pela Comissão Julgadora composta pelos membros:

COMISSÃO JULGADORA

ose Agnelo Soares

Universidade Federal de Campina Grande - UFCG

Profa. Dra. Elissandra N. de Moura Lima Universidade Federal de Campina Grande - UFCG

hadrigsturme Dr. Rodrigo Surmas

Centro de pesquisas da Petrobras - CENPES

Dedico este trabalho à minha querida mãe, Ana Mabel Silva de Sena.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, o responsável por tornar esse sonho realidade em minha vida. Desde o início me orientou e me mostrou o caminho certo a seguir.

Agradeço à minha mãe, Ana Mabel Silva de Sena, por sempre ter acreditado em mim e em meus sonhos. Essa conquista também é sua.

A toda minha família por sempre me incentivar em meus estudos e acreditar em mim, em especial aos meus irmãos Ayrton Sena e Italo Renan.

Ao meu esposo, Santino Filho, por apoiar e incentivar minhas decisões e sempre estar ao meu lado me confortando com palavras e gestos.

Ao meu orientador, Professor Doutor José Agnelo Soares, pela orientação prestada, pelo seu incentivo, disponibilidade e apoio que sempre demonstrou desde o primeiro instante quando fui lhe pedir pra ser sua aluna de mestrado.

Ao Doutor Rodrigo Surmas e a professora Doutora Elissandra N. de Moura Lima, por terem aceitado fazer parte da banca examinadora.

Aos colegas que fazem parte do Laboratório de Petrofísica da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), por sempre se mostrarem dispostos a ajudarem.

Ao programa de Pós-Graduação em Exploração Petrolífera e Mineral da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG .

Ao convenio PETROBRAS/UFCG "Petrofísica convencional e digital de rochas carbonáticas do nordeste brasileiro" pelo suporte financeiro.

"Quando uma criatura humana desperta para um grande sonho e sobre ele lança toda a força de sua alma, todo o universo conspira a seu favor."

Johann Goethe

PETROFÍSICA E CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE ROCHAS CARBONÁTICAS DO NORDESTE BRASILEIRO

(Dissertação de Mestrado: Fevereiro/2017)

Mábia Ruana Silva de Sena

Orientador: Dr. José Agnelo Soares

Universidade Federal de Campina Grande, Programa de Pós-Graduação em Exploração

Petrolífera e Mineral, Campina Grande, Paraíba, Brasil.

RESUMO

As rochas carbonáticas são caracterizadas por sua elevada complexidade, em grande parte causada por seu alto grau de heterogeneidade composicional. Neste trabalho são analisadas quinze amostras de rochas carbonáticas do Nordeste Brasileiro, quatro da Formação Santana (Bacia Araripe), cinco da Formação Riachuelo (Bacia Sergipe-Alagoas) e seis da Formação Jandaíra (Bacia Potiguar) com o objetivo de avaliar a composição mineral dessas rochas por meio da análise de imagens digitais de microtomografia de raios X (µCT) e investigar o efeito dessa composição sobre as suas propriedades petrofísicas. As análises petrofísicas foram constituídas por ensaios convencionais em plugues onde foi determinada a porosidade (ϕ), densidade de grãos (ρ_g), densidade total (ρ_b) e as velocidades de propagação da onda compressional (VP) e cisalhante (VS). Os resultados da composição mineral por µCT, realizados em subamostras dos plugues, foram comparados com os resultados obtidos pelas análises de difração de raios X (DRX). Os resultados da análise por µCT indicam que as amostras são compostas principalmente por calcita e/ou dolomita. Os resultados das análises por DRX confirmaram a composição mineral indicada por µCT, exceto para minerais amorfos e para aqueles que apresentam pequenos teores (minerais acessórios). Os resultados demonstram que os minerais principais (com teores mais elevados) controlam as propriedades petrofísicas, especialmente a densidade de grãos e as velocidades elásticas. Entretanto, outros fatores podem afetar de maneira significativa as velocidades elásticas, como a porosidade, o tipo de porosidade (se intergranular ou vugular) e a proporção de microporosidade presente na rocha.

Palavras- Chave: Rochas carbonáticas, petrofísica, microtomografia de raios X (μ CT) e difração de raios X (DRX).

PETROPHYSICS AND MINERALOGICAL CHARACTERIZATION OF NORTHEAST BRAZILIAN CARBONATIC ROCKS

(Master Thesis: February/2017)

Mábia Ruana Silva de Sena

Adviser: Dr. José Agnelo Soares

Universidade Federal de Campina Grande, Programa de Pós-Graduação em Exploração

Petrolífera e Mineral, Campina Grande, Paraíba, Brasil.

ABSTRACT

Carbonate rocks are characterized by its high complexity, mainly due to its high level of compositional heterogeneity. In this work fifteen samples of carbonate rocks from the Northeast of Brazil are analyzed: four from the Santana Formation (Araripe Basin), five from the Riachuelo Formation (Sergipe-Alagoas Basin) and six from the Jandaíra Formation (Potiguar Basin) in order to analyze the mineral composition of these rocks through digital analysis of μ CT images and investigate the effect of this composition on petrophysical rock properties. The petrophysical analysis consisted of conventional plugs tests where porosity (ϕ) , grain density (ρg), total density (ρb), and compressional wave (VP) and shear wave (VS) velocities were determined. The results of the mineral composition, done on plug subsamples, by µCT were compared with the results obtained by the X-ray diffraction (XRD) analysis. The results obtained through µCT indicate that the samples are mainly composed of calcite and/or dolomite. In general, the results of the XRD analyzes confirmed the mineral composition indicated by µCT, except for amorphous minerals and for those with small mineral content (accessory minerals). The results show that the main minerals control the petrophysical properties, specially grain density and elastic velocities. However, other factors may significantly affect elastic velocities, such as porosity, porosity type (if intergranular or vugular) and the proportion of microporosity present in the rock.

Keywords: Carbonate rocks, petrophysics, X-ray microtomography (μ CT) and X-ray diffraction (XRD).

SUMÁRIO

1	INT	ROI	DUÇÃO	1		
2	OB	JETI	IVOS	6		
2	2.1	Obj	etivo Geral	6		
2	2.2	Obj	jetivos Específicos	6		
3	RE	VISÂ	ÃO BIBLIOGRÁFICA	7		
3	.1	Roc	chas carbonáticas	7		
3	6.2 Geo		ologia Regional	9		
	3.2.1		Bacia do Araripe	9		
	3.2.	2	Bacia Potiguar			
	3.2.3		Bacia de Sergipe-Alagoas	14		
3	.3	Peti	rofísica	15		
	3.3.	1	Ensaios petrofísicos convencionais e computacionais	16		
	3.3.	2	Microtomografia de raios X (µXT)	19		
3	5.4	Dif	ração de raios X	20		
	3.4.	1	Produção de raios X	21		
	3.4.2 3.4.3		Princípios da difração de raios X	22		
			Difratômetro de raios X	24		
	3.4.	4	Caracterização mineralógica por DRX	29		
4	METOI		DOLOGIA	31		
4	.1	Mat	teriais	31		
4	.2	Mét	todos	31		
	4.2.	1	Amostras de rochas	32		
	4.2.2		Ensaios petrofísicos convencionais	32		
	4.2.	3	Aquisição de imagens digitais de microtomografia de raios X	35		
	4.2.	4	Ensaio petrofísico computacional	36		
	4.2.	5	Ensaios de difração de raios X	41		
5	RE	SUL	TADOS E DISCUSSÕES	44		
6	CONCLUSÕES72					
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS74					

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Rochas carbonáticas da Formação Jandaíra	2
Figura 2: Rochas carbonáticas da Formação Santana.	3
Figura 3: Rochas carbonáticas da Formação Riachuelo	3
Figura 4: (a) Micrita de cor escura e granulometria mais fina; (b) Esparita como ma	terial
intergranular	8
Figura 5: Grãos aloquímicos	8
Figura 6: Mapa de localização da Bacia do Araripe.	10
Figura 7: Mapa geológico simplificado da Bacia Potiguar	
Figura 8: Mapa de localização da Bacia Sergipe-Alagoas	14
Figura 9: (a) Tubo de Crookes; (b) Primeiro raio X feito	20
Figura 10: Representação de um espectro de emissão de raios X	22
Figura 11: Representação da Lei de Bragg em duas dimensões	23
Figura 12: Geometria Bragg-Brentano para a configuração θ-2θ de um difratômetro	de raios
X	25
Figura 13: Difratômetro de raios X de configuração θ - θ com tubo de raios X e detec	tor 26
Figura 14: Arranjo óptico do difratômetro de raios X.	27
Figura 15: Difratograma do mineral calcita.	
Figura 16: Ficha de padrão de referência da calcita	
Figura 17: Equipamentos utilizados para preparação das amostras:	
Figura 18: (a) Ultra-Poro/Perm; (b) Copo Matriz.	
Figura 19: Autolab500 [®]	
Figura 20: Conjunto de radiografias, <i>slices</i> horizontais e reconstrução 3D de uma	
subamostra	
Figura 21: Imagem microtomográfica da amostra SA3	
Figura 22: Histograma de frequência do tom preto da amostra SA3	
Figura 23: Histograma de frequência do tom cinza escuro da amostra SA3	
Figura 24: Histograma de frequência do tom cinza claro da amostra SA3	
Figura 25: Histograma de frequência do tom branco da amostra SA3.	
Figura 26: Fluxo de trabalho do Avizo [®] Fire para cálculo da composição mineral	
Figura 27: Gráfico de dispersão da amostra SA3, o qual relaciona tom de cinza (TC) e
densidade mineral	40

Figura 28: Fluxograma do procedimento para determinação da composição mineral por μ C	CT.
	.40
Figura 29: Equipamento utilizado para análise de DRX (SHIMADZU XRD-6000)	.41
Figura 30: Difratograma da amostra SA3, comparada com difratogramas de banco de dado)S
do equipamento de DRX.	.42
Figura 31: Difratômetro Bruker D8 Discover do CRTi	.43
Figura 32: Imagens microtomográficas da Formação Santana (Bacia Araripe)	.44
Figura 33: Imagens microtomográficas da Formação Riachuelo (Bacia Sergipe-Alagoas)	.45
Figura 34: Imagens microtomográficas das Formação Jandaíra (Bacia Potiguar)	.46
Figura 35: Composição mineral por µCT da amostra A1	.47
Figura 36: Composição mineral por μCT da amostra A2	.47
Figura 37: Composição mineral por μCT da amostra A3	.48
Figura 38: Composição mineral por μCT da amostra A4	.48
Figura 39: Composição mineral por μCT da amostra SA1	.49
Figura 40: Composição mineral por µCT da amostra SA2	.49
Figura 41: Composição mineral por μCT da amostra SA3	.50
Figura 42: Composição mineral por µCT da amostra SA4	.50
Figura 43: Composição mineral por µCT da amostra SA5	.51
Figura 44: Composição mineral por µCT da amostra P1	.51
Figura 45: Composição mineral por μCT da amostra P2	.52
Figura 46: Composição mineral por μCT da amostra P3	.52
Figura 47: Composição mineral por µCT da amostra P4	.53
Figura 48: Composição mineral por µCT da amostra P5	.53
Figura 49: Composição mineral por μCT da amostra P6	.54
Figura 50: Difratograma da amostra A1 adquirido na UFCG	.56
Figura 51: Difratograma da amostra A2 adquirido na UFCG	.56
Figura 52: Difratograma da amostra A3 adquirido na UFCG	.57
Figura 53: Difratograma da amostra A4 adquirido na UFCG	.57
Figura 54: Difratograma da amostra SA1 adquirido na UFCG.	.58
Figura 55: Difratograma da amostra SA2 adquirido na UFCG	.58
Figura 56: Difratograma da amostra SA3 adquirido na UFCG	.59
Figura 57: Difratograma da amostra SA4 adquirido na UFCG.	.59

Figura 58: Difratograma da amostra SA5 adquirido na UFCG60
Figura 59: Difratograma da amostra P1 adquirido na UFCG60
Figura 60: Difratograma da amostra P2 adquirido na UFCG61
Figura 61: Difratograma da amostra P3 adquirido na UFCG61
Figura 62: Difratograma da amostra P4 adquirido na UFCG62
Figura 63: Difratograma da amostra P5 adquirido na UFCG62
Figura 64: Difratograma da amostra P6 adquirido na UFCG63
Figura 65: Relação entre densidade total e porosidade medidas pelo método convencional. 68
Figura 66: Relação entre a densidade de grãos medida em laboratório e a estimada por µCT.
Figura 67: Relação entre as velocidades VP e VS medidas sob pressão confinante efetiva de
40MPa
Figura 68: Relação entre a velocidade da onda P e a composição mineral, a porosidade, o tipo
de porosidade e o percentual de microporosidade das amostras71

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Identificação das amostras de rochas e suas respectivas formações.	31
Tabela 2: Composição mineral e porosidade das amostras determinada pela análise das	
imagens de microtomografia de raios X	55
Tabela 3: Minerais presentes nas amostras de rochas estudadas por DRX na UFCG	63
Tabela 4: Composição mineral das amostras determinada por DRX no CRTi da UFG	64
Tabela 5: Propriedades petrofísicas medidas em laboratório.	67

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- UFCG Universidade Federal de Campina Grande
- VP Velocidade de propagação da onda compressional
- VS Velocidade de propagação da onda cisalhante
- μCT Microtomografia de raios X
- DRX Difração de raios X
- PDF Powder Diffraction File
- CRTi Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação
- UFO Universidade Federal de Goiás
- TC Tom de cinza

LISTA DE SÍMBOLOS

 $\boldsymbol{\phi}$ - Porosidade

- ρ_g Densidade de grãos
- ρ_b Densidade Total

1 INTRODUÇÃO

As rochas carbonáticas ocupam, numa visão global, um expressivo volume da crosta terrestre. De maneira geral, pode-se dizer que essas rochas estão presentes nas diversas unidades litoestratigráficas que compõem a história geológica da Terra, registrando episódios de sedimentação (litogênese) química e bioquímica acontecidos desde os tempos mais antigos (Arqueano > 2.5 Ga) até os mais novos (Neógeno < 1.75 Ma). Sua representatividade nos espaços ocupados por rochas sedimentares e metamórficas (metassedimentares) aflorantes chega a oscilar entre 10 a 15% de área. Tal fato geológico pode ser constatado em território brasileiro, onde acontecem extensas áreas marcadas por importantes reservas cubadas de rochas carbonáticas, especialmente metamorfizadas e de idades proterozóicas (540 Ma a 2.5 Ga) (SOUSA & VIDAL, 2005).

Apresentam como componentes mineralógicos a calcita (CaCO₃), dolomita [CaMg(CO₃)₂] e aragonita (CaCO₃), além de minerais secundários como anidrita, gipsita, siderita, quartzo, argilominerais, pirita, óxidos e sulfatos (AHR *et al.*, 2005). Estas rochas são depositadas naturalmente em ambientes marinhos ou continentais de águas claras, cálidas e rasas, também podem se formar pela erosão ou lixiviação e posterior transporte do material carbonático de zonas de dissolução a zonas de precipitação que leva à sedimentação destas rochas em camadas paralelas e horizontais. (ACOCELLA & TURRINI, 2010).

De acordo com Sousa & Vidal (2005), em termos da distribuição das rochas carbonáticas no Brasil, todos os estados nordestinos ostentam importantes ocorrências, depósitos e jazidas. Nesse cenário, merecem realce os estados do Ceará, Rio Grande do Norte e Bahia, em virtude de sozinhos, deterem 80% das reservas da região. Alguns dispõem de imensas jazidas de calcário sedimentar e mármore, além daqueles que encerram ambas as tipologias.

As rochas carbonáticas do Nordeste Brasileiro que são aqui estudadas pertencem às bacias Potiguar (Formação Jandaíra), Araripe (Formação Santana) e Sergipe-Alagoas (Formação Riachuelo).

A Formação Jandaíra é constituída por uma plataforma/rampa carbonática dominada por maré, cujos sedimentos mais novos apresentam idade eocampaniana. As rochas carbonáticas da Formação Jandaíra (Figura 1), afloram em praticamente toda a porção emersa da Bacia Potiguar, onde se encontra intensamente erodida e carstificada, e mergulha com baixa inclinação em direção ao Oceano Atlântico. A espessura é variável desde algumas dezenas de metros na porção oeste da bacia, atingindo um valor máximo da ordem de 600 m na porção da plataforma interna atual, passando a zero em direção à água profunda por efeito de erosão ou condensação (PESSOA NETO *et al.*, 2007).



Figura 1: Rochas carbonáticas da Formação Jandaíra.

A Formação Santana constitui-se numa das mais importantes representações do Cretáceo cearense. Esta formação de origem marinha/lacustre apresenta uma sequência sedimentar estratificada, quase horizontal, com siltitos argilosos, margas com concreções calcárias e bancos calcários, gipsita, calcários laminados, siltitos e folhelhos betuminosos com cerca de 250 m de espessura, depositada em extensa área, formada no Mesozoico, mais precisamente no período Cretáceo, iniciado há cerca de 120 milhões de anos (VIDAL *et al.*, 2005).

De acordo com Souza & Vidal (2005), as rochas carbonáticas da Formação Santana (Figura 2), ocorrem em camadas de espessuras variáveis, intercaladas por sedimentos argilosos e calcíferos, coloração cinza-clara e creme, sendo consistente e laminada.



Figura 2: Rochas carbonáticas da Formação Santana.

A Formação Riachuelo (Figura 3) representa a primeira manifestação marinha da Bacia de Sergipe-Alagoas. Apresenta três membros, denominados Angico, Maruim e Taquari. O Membro Angico, depositado na borda da bacia, corresponde às rochas siliciclásticas de granulação grossa num sistema de leques deltaicos. O Membro Maruim corresponde a uma rampa carbonática instalada numa área de menor aporte sedimentar da bacia, constituída por calcarenitos oolíticos e oncolíticos dolomitizados (estas camadas dolomitizadas são conhecidas como Aguilhada). Por fim, o Membro Taquari é constituído por calcilutitos e folhelhos, os quais se associam aos contextos de lagunas e talude da bacia (CAMPOS NETO *et al.*, 2007).

Figura 3: Rochas carbonáticas da Formação Riachuelo.



Fonte: COSTA, 2011.

O estudo da petrofísica e da caracterização mineralógica das formações carbonáticas das bacias do Nordeste Brasileiro é fundamental para o entendimento do comportamento dessas rochas, as quais podem ser consideradas rochas análogas àquelas que ocorrem na região do pré-sal brasileiro.

De acordo com Soares (2011), a petrofísica é uma ferramenta fundamental para investigar as propriedades que possibilitam determinar porosidade, permeabilidade e saturação de fluidos em rochas-reservatório, que é de fundamental importância para caracterização do armazenamento e da transmissão de fluidos na rocha, com a finalidade de gerenciar e prover o desempenho de um reservatório.

Por englobar diversas áreas do conhecimento, como geologia, geofísica, química, mecânica, engenharia de petróleo e outras, a petrofísica é considerada uma ferramenta de uso amplo e interdisciplinar. A petrofísica também é aplicada às atividades relacionadas à exploração e produção de recursos minerais subterrâneos (SOARES, 2011).

As análises petrofísicas podem ser constituídas por ensaios convencionais em plugues através dos quais podem ser determinadas propriedades como: porosidade (ϕ), densidade de grãos (ρ_g), densidade total (ρ_b), velocidade de propagação da onda compressional (VP) e cisalhante (VS). Por outro lado, simulações computacionais dessas propriedades físicas (petrofísica computacional) podem ser realizadas a partir de imagens digitais de microtomografia de raios X (µCT) adquiridas em subamostras dos plugues. Além disso, o processamento dessas imagens tomográficas permite a geração de modelos tridimensionais da arquitetura deposicional interna das amostras de rocha. A análise desses modelos permite, adicionalmente, avaliar um grande número de feições e características dos grãos minerais e dos espaços porosos que dificilmente poderiam ser analisados por outros métodos. Dentre as características potenciais que podem ser analisadas estão incluídas a composição mineral, a distribuição de tamanho de grãos e de poros, o grau de arredondamento e de esfericidade dos grãos, o particionamento da porosidade em termos de macro e de micro poros, o grau de conectividade dos espaços porosos, a tortuosidade do sistema de poros, a análise da qualidade dos contatos entre grãos minerais, dentre outras.

A petrofísica computacional se apresenta como um avanço das técnicas de análise de imagens digitais, para a predição de propriedades das rochas. A análise de imagens digitais de microtomografia de raios X (µCT) de alta resolução adquiridas em amostras de rochas é uma técnica inovadora em desenvolvimento.

Dentre as técnicas de caracterização de materiais, a técnica de difração de raios X (DRX) é a mais utilizada para determinação das fases cristalinas presentes nos materiais. De acordo com Silva (2013), o fenômeno da difratometria de raios X (DRX) pelos minerais foi descoberto em 1912 e, com esta descoberta, provou-se a natureza ondulatória dos raios X, estabelecendo, simultaneamente, um novo método de investigação de pequeníssimas estruturas da matéria. A difratometria de raios X corresponde a uma das principais técnicas de caracterização de estruturas em materiais cristalinos, tendo aplicação em diversas áreas do conhecimento como geociências, engenharia metalúrgica, química e de minas, ciências dos materiais, e várias outras.

De acordo com Silva (2013), nas geociências, a DRX é empregada, principalmente, na caracterização mineralógica de materiais geológicos, ou seja, na identificação de minerais. A técnica de DRX é indicada principalmente para análise de amostras de minerais. Na análise de amostras de rocha, esta técnica apresenta limitações devido a rocha ser constituída por muitas fases minerais. Estas limitações, entre outras interferências, podem impedir a identificação de minerais acessórios de uma rocha. Contudo, é possível determinar os minerais principais (ou minerais essenciais) constituintes de uma rocha, por meio de DRX.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Identificar os prováveis minerais presentes nas rochas carbonáticas das bacias Sergipe-Alagoas, Araripe e Potiguar, determinando a composição mineralógica e avaliar o efeito da composição mineral sobre as propriedades petrofísicas dessas rochas.

2.2 **Objetivos Específicos**

- Quantificar a composição mineral das rochas através da análise de imagens de microtomografia de raios X (µCT);
- Efetuar as análises de caracterização mineralógica por difração de raios X (DRX);
- Comparar os resultados de DRX com os de μ CT e;
- Analisar o efeito da composição mineral dessas amostras sobre suas propriedades petrofísicas, bem como correlacioná-las com outras variáveis como, tipo de porosidade e distribuição de tamanho de poros.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Rochas carbonáticas

De acordo com Suguio (2003), rocha carbonática é um tipo de rocha sedimentar cuja composição é basicamente de carbonatos. São formadas através de processos químicos variados, e se depositam por precipitação de carbonatos. A precipitação produz materiais finamente cristalizados ou amorfos, sendo considerada a principal responsável pela formação de rochas carbonáticas. Os principais tipos de carbonatos são: dolomita (CaMg(CO₃)₂), calcita (CaCO₃), siderita (FeCO₃), magnesita (MgCO₃) e ankerita (Ca (MG, Fe) (CO₃)₂). Os dois primeiros costumam ser os mais estudados, pois são os minerais mais comuns nas rochas carbonáticas. A siderita tem aparecido em sedimentos lacustres, com certa constância. A magnesita, mais rara de se encontrar, ocorre em depósitos lagunares e lacustres. A ankerita é encontrada na forma de camadas de granulação fina ou concreções em carvão e sedimentos betuminosos, sendo uma variedade do carbonato de cálcio e magnésio enriquecido em FeCO₃ (siderita). A calcita é responsável por formar mais da metade do volume total de carbonatos. Outros tipos de rochas carbonáticas são o giz e a tufa.

O reconhecimento dos principais constituintes de uma rocha é muito importante no momento de estabelecer alguma classificação petrológica. No caso das rochas carbonáticas é indispensável a identificação da presença da matriz, cimento e grãos e a definição do tipo de suporte, ou seja, arcabouço matriz-suportado ou grão-suportado. A matriz ou micrita (Figura 4a), a qual é o material primário na formação da rocha, é composta por cristais de calcita com dimensões menores que 4µm (TERRA *et al.*, 2010).

Segundo Reveco (2005) e Terra *et al.*, (2010) o cimento ou esparita (Figura 4b), é um agregado de cristais de carbonato formados principalmente por aragonita, calcita magnesiana, calcita de baixo teor de magnésio ou dolomita com tamanhos maiores que 4μ m, que precipitam nos espaços vazios existentes entre os grãos dos sedimentos carbonáticos.

Figura 4: (a) Micrita de cor escura e granulometria mais fina; (b) Esparita como material intergranular.



Fonte: REVECO, 2005 e TERRA *et al.*, 2010.

Dentre os grãos chamados também de grãos aloquímicos (termo para os grãos de carbonato formados a partir do retrabalhamento de sustâncias químicas precipitadas dentro da bacia de sedimentação), encontram-se oncolitos, esferulitos, peloides, intraclastos e bioclastos (Figura 5) (REVECO, 2005).





Fonte: REVECO, 2005 e TERRA et al., 2010.

Os oolitos são partículas envelopadas, esféricas a subesféricas, originadas por acreção físico-química com laminação em torno de um núcleo, mostrando uma estrutura laminar ou radial, com diâmetros menores que 2,0 mm (ADAMS *et al.*, 1988).

Os oncolitos são formados pela acreção organo-sedimentar de cianobactérias (algas verdes e azuis), possuem envelopes descontínuos de micrita, geralmente pouco nítidos, de forma subesférica a subelíptica, originados em ambientes de baixa a moderada energia. Seus tamanhos variam de 0,5 mm a mais de 5,0 mm (TERRA *et al.*, 2010).

Segundo Terra *et al.*, (2010) os esferulitos, com forma esférica ou subesférica, de contornos lisos ou lobados, não apresentam núcleos e sua estrutura interna varia desde estrutura radiada a vacuolada, de tamanho geralmente menor que 2,0 mm.

Os pelóides são grãos micríticos de forma esférica a subesférica sem estrutura interna, de origem desconhecida. Mostram uma marcada uniformidade do tamanho e forma do grão, seus tamanhos variam de 0,03 mm a 0,15 mm de diâmetro e apresentam um alto conteúdo de matéria orgânica (FOLK, 1962).

De acordo com Reveco (2005) os intraclastos são fragmentos retrabalhados dos sedimentos contemporâneos aos sedimentos carbonáticos. Os fragmentos geralmente são angulosos de tamanhos variáveis, compostos por lama micrítica ou areia carbonática.

Os bioclastos englobam todos os fósseis de estruturas calcárias de organismos ou fragmentos destas estruturas. Os diferentes grupos, gêneros e espécies estão restritos a determinados ambientes de formação (REVECO, 2005).

As classificações das rochas carbonáticas são baseadas principalmente em fatores como a textura, fábrica, tipo de grão, tipo de poro, composição e diagênese (AKBAR *et al.*, 2001, TUCKER & WRIGHT, 1990).

3.2 Geologia Regional

3.2.1 Bacia do Araripe

A Bacia do Araripe engloba três estados do Nordeste: Ceará, Pernambuco e Piauí. Possui uma área em torno de 9000 km², que engloba desde a Chapada do Araripe ao Vale do Cariri (VIDAL *et al.*, 2005; ASSINE, 1992). Na Figura 6 pode-se observar o seu mapa de localização, sendo considerada a maior das bacias interiores do Nordeste, apresentando uma sequência predominantemente mesozoica.

Figura 6: Mapa de localização da Bacia do Araripe (verde escuro), na caatinga brasileira (verde claro).



Fonte: NOVAES, 2014.

De acordo com Neto *et al.*, (2005), o desenvolvimento desta bacia está ligado a uma série de eventos geológicos relacionados ao *breakup* de *Gondwana* e subsequente abertura do Atlântico Sul.

De acordo com Assine (1992), a bacia apresenta quatro sequências estratigráficas limitadas por discordâncias regionais: Paleozoica, Juro-Neocomiana (pré-rifte e rifte), Aptiano-Albiana (pós-rifte) e Aptiano-Cenomaniana (pós-rifte). Cada sequência tem uma origem em um contexto paleogeográfico diferente, integrado a outras bacias adjacentes. A sequência paleozoica representada por uma única formação, denominada de Cariri, aflora na parte leste da bacia, definindo os contornos do Vale do Cariri, entretanto, não se resumindo a ele, ocorrendo também em áreas afastadas. A sequência juro-neocomiana é composta pelas Formações Missão Velha, Brejo Santo e Abaiara. Seus sedimentos aparecem principalmente na porção leste da bacia, ao longo do vale do Cariri. A sequência aptiano-albiana é composta pelas Formações Barbalha, Santana e Araripina, aparecendo em quase toda a extensão da

região da Chapada do Araripe. Por fim, a sequência Albiano-Cenomaniana, a qual é formada por uma única unidade litoestratigráfica: Formação Exu.

De acordo com Vidal *et al.*, (2005), a Formação Santana (membros Crato e Romualdo) tem origem marinha/lacustre, apresentando uma sequência sedimentar estratificada, quase horizontal, constituída por gipsitas, calcários, siltitos argilosos, margas e folhelhos betuminosos formados no período Cretáceo. Apresenta um registro fossilífero abundante, onde são encontrados pequenos peixes e insetos, além de fragmentos vegetais.

De acordo com Silva (1986), o membro Crato tem uma espessura média em torno de 50m e pode assentar-se discordantemente sobre a Formação Abaiara. É constituído por calcários micríticos, cinza claro e creme, com estratificação paralela e folhelhos escuros e cinzas (PONTE & APPI, 1990).

O membro Romualdo é considerado um dos grandes depósitos fossilíferos do país, onde foi encontrada uma grande diversidade de peixes (arraias, tubarões, etc), répteis (crocodilomorfos, dinossauros, etc), além de invertebrados e plantas (KELLNER, 2002). O mesmo é constituído por margas, calcários, lentes de arenitos friáveis esbranquiçadas e intercalações de folhelhos (PONTE & APPI, 1990).

3.2.2 Bacia Potiguar

A Bacia Potiguar está localizada no extremo Nordeste do Brasil, abrangendo uma área de aproximadamente 48000 km², sendo 45% encontrados emersos e 55% submersos, englobando predominantemente o norte do estado do Rio Grande do Norte e uma pequena parte do Nordeste do Ceará. O Alto de Fortaleza determina o seu limite oeste com a Bacia do Ceará e o Vale de Canguaretama define seu limite leste com a Bacia Paraíba. Ao sul é limitada pelo embasamento cristalino, enquanto que ao norte vai até a isóbata de 2000 m (NETO *et al.*, 2007; SANTOS, 2009; ARARIPE & FEIJÓ, 1994). A Figura 7 apresenta o mapa geológico simplificado da Bacia Potiguar.

De acordo com Françolin & Szatmari (1989), *apud* Dantas (1998), a Bacia Potiguar tem sua formação no Neojurássico. Sua origem está relacionada à fragmentação do continente *Gondwana*, e diretamente ligada à abertura do Atlântico Sul. As Formações Pescada e Pendência representam a supersequência rifte da bacia, de origem fluvio-deltáica e lacustre. A supersequência pós-rifte se inicia com a Formação Alagamar, também de origem flúviodeltáica, entretanto nela, aparecem os primeiros registros de ingressão marinha. Por fim, a supersequência drifte da bacia, depositada entre o período Albiano e o Recente, na qual se caracteriza por uma sequência flúvio-marinha transgressiva (Formações Açu, Ponta de Mel, Jandaíra, Quebradas, Ubarana), recobertas por uma sequência clástica e carbonática regressiva (Formações Ubarana, Guamaré e Tibau) (NETO *et al.*, 2007).



Figura 7: Mapa geológico simplificado da Bacia Potiguar.

Fonte: DANTAS, 1998.

As rochas sedimentares da bacia estão organizadas em três grupos: Areia Branca, reunindo as Formações Pendência, Pescada e Alagamar, apresentam conteúdo essencialmente clástico; Apodi, com as Formações Açu, Jandaíra, Ponta de Mel e Quebradas, nesse grupo cresce a nível significativo a presença de rochas carbonáticas; Agulha, constituído pelas Formações Ubarana, Guamaré e Tibau, as quais são formadas por carbonatos de alta e baixa energia (ARARIPE & FEIJÓ, 1994).

A Formação Jandaíra tem sua origem no Turoniano ao Campaniano, sendo constituída por rochas carbonáticas que recobriram toda a porção emersa da bacia. Apresenta como litotipos os calcarenitos bioclásticos, às vezes associados com algas verdes, e calcilutitos com marcas de raízes e gretas de contração, com cores variando do cinza claro ao amarelo, com um certo nível evaporítico na base. A sua maior espessura é estimada em 600 m e as menores estão localizadas nos extremos leste e oeste da bacia. Esta unidade é considerada o litotipo mais predominante da bacia na parte emersa e apresenta um contato concordante com a Formação Açu. Na superfície, os afloramentos se estendem na direção E-W por quase toda a chapada do Apodi, excetuando a zona litorânea, onde se encontram cobertos por sedimentos cenozóicos (ARARIPE & FEIJÓ, 1994; NETO *et al.*, 2007).

A Formação Açu apresenta camadas espessas, podendo chegar até 1000 m, sendo constituída por arenitos médios até grossos, havendo intercalações de folhelhos, siltitos e argilitos. Ocorre um contato inferior discordante com a Formação Alagamar e um contato superior concordante com os carbonatos da Formação Jandaíra, de forma transicional. Vasconcelos *et al.*, (1990) a dividiram em quatros unidades que vai de Açu 1 a Açu 4. A unidade Açu 1 está na base da sequência e compreende um ambiente fluvial com deposição iniciada após a reativação da área fonte por um evento tectônico. As unidades Açu 2 e 3 apresentam rochas de sistemas fluviais entrelaçados e meandrantes em direção ao topo. A Unidade 4 é formada por rochas depositadas em sistemas costeiros e meandrantes, cuja localização é o topo das unidades anteriores. Esta formação foi depositada em um sistema tipicamente continental que vai se tornando gradativamente transicional a marinho raso para o topo da unidade.

De acordo com Araripe & Feijó (1994), a Formação Quebradas apresenta um contato superior concordante com a Formação Jandaíra e o inferior discordante com a Formação Ponta do Mel, sendo constituída por dois membros: Redonda, formado por intercalações de arenitos, folhelhos e siltitos; Porto do Mangue, constituído por folhelhos e arenitos subordinados. Os sedimentos apresentam origem no Cenomaniano.

Segundo Tibana & Terra (1981), a Formação Ponta do Mel interliga-se lateralmente com a Formação Açu, sendo formada por calcarenitos oncolíticos (basal), calcilutitos brancos e doloespatitos castanhos claros. Estima-se uma idade albo-cenomaniana para esta formação. Os sedimentos foram depositados em um ambiente de plataforma rasa, englobando tanto os sistemas de mar aberto quanto os de planície de maré. Uma de suas características é ocorrer exclusivamente na porção imersa da bacia, e sua maior espessura é estimada em 650m. Apresenta contato ora concordante com a Formação Ubarana, ora discordante.

3.2.3 Bacia de Sergipe-Alagoas

A Bacia de Sergipe-Alagoas está localizada na margem continental do Nordeste do Brasil, a leste dos estados de Sergipe e Alagoas, com uma área total de aproximadamente 44370 km², onde 12620 km² estão na porção terrestre. Seu arcabouço estrutural é representado por um rifte assimétrico com um alongamento na direção NE com 350 km de extensão e 35 km de largura média em terra. A bacia é limitada ao Norte com a Bacia Pernambuco-Paraíba, pelo alto de Maragogi, e a Sul com a Bacia de Jacuípe, pelo sistema de falhas de Vaza-Barris. Divide-se em duas bacias: sub-bacia de Sergipe e sub-bacia de Alagoas, separadas pelo alto de Jaboatã-Penedo (FEIJÓ, 1994; ANP, 2001). A Figura 8 mostra a localização da Bacia Sergipe-Alagoas.



Figura 8: Mapa de localização da Bacia Sergipe-Alagoas.

Fonte: ANP, 2001.

De acordo com Cruz (2008), sua origem está diretamente ligada à separação entre os continentes Sul-americano e Africano, devido ao processo de fragmentação do supercontinente *Gondwana*, iniciado em meados do Triássico, com a implantação de riftes no Atlântico Central.

Falcone (2006) afirma que a evolução tectono-sedimentar da bacia está dividida em quatro estágios: pré-rifte, representado por arenitos fluviais da Formação Candeeiro, os folhelhos vermelhos da Formação Bananeiras, depositados em ambiente lacustre árido, assim como os arenitos fluviais da Formação Serraria; rifte, constituído por conglomerados aluviais da Formação Poção, arenitos e folhelhos fluivo-deltáicos da Formação Coqueiro Seco, folhelhos lacustres da Formação Ponta Verde e arenitos e folhelhos vermelhos da Formação Barra de Itiúba; transicional, caracterizado por depósitos clástico-evaporíticos com alguma influência marinha onde se encontram presentes conglomerados, arenitos fluvio-deltáicos e evaporitos da Formação Muribeca; drifte, os sedimentos deste estágio são formados por calcarenitos de plataforma e calcilutitos lagunares e de talude da Formação Riachuelo, arenitos da Formação Marituba, calcarenitos da Formação Mosqueiro, calcilutitos de talude e margas bacinais da Formação Cotinguiba, além de folhelhos da Formação Calumbi.

Segundo Schaller (1969), a Formação Riachuelo leva este nome pelo fato de estar inserida na cidade de Riachuelo, onde ocorre afloramentos ao redor, assim como, ao longo de uma faixa que chega a 20 km de largura, que se estende de Itaporanga às proximidades da cidade de Pacatuba. Esta formação engloba um complexo clástico-carbonático, onde observam-se três membros: Angico, caracterizado por arenito branco fino à conglomerático, possuindo espessura máxima de 915 m com afloramentos localizados na estrada que liga a fazenda Angico a Riachuelo; Maruim, com uma espessura de 1124 m, aflora na margem direita do rio Sergipe, a noroeste da ponte de Pedra Branca, constituído por calcarenitos e calcirruditos de cor creme e dolomitos de coloração de creme a castanho; Taquari, que apresenta uma espessura máxima de 716 m, com intercalações sucessivas de folhelhos cinzentos e calcilutitos. Possui contato concordante com as Formações Cotinguiba e Muribeca.

3.3 Petrofísica

Com as dificuldades físicas inerentes à prática da prospecção de recursos minerais subterrâneos, a petrofísica surge como uma ferramenta fundamental da exploração mineral moderna, sobretudo na exploração petrolífera. Embora as propriedades físicas das rochas sejam o objeto de estudo da física das rochas e da petrofísica, diferenças esclarecedoras caracterizam esses importantes ramos da indústria de exploração mineral. A física das rochas é mais focada nas propriedades que estabelecem um *link* com os atributos sísmicos. Ao passo que a petrofísica se interessa particularmente pelas propriedades que permitem a determinação de porosidade, permeabilidade e saturação de fluidos em uma rocha-reservatório, fundamentais para caracterizar o armazenamento e a transmissão de fluidos na rocha, com a finalidade de gerenciar e prever a *performance* de um reservatório (GEOLOGIA EM FOCO, 2017).

De acordo com Soares (2011), a petrofísica investiga as propriedades físicas de minerais, rochas e fluidos nelas contidos, e como essas características se alteram em função das variáveis ambientais, como pressão, temperatura, saturação, salinidade e argilosidade; e condições instrumentais, como freqüência, potência, ganho, espaçamento, amostragem e sensibilidade. Segundo ele, a investigação petrofísica pode ocorrer na escala de campo, por meio da perfilagem geofísica, ou na escala de bancada, por meio da medição laboratorial das propriedades físicas de amostras de rochas e fluidos. O conhecimento preciso das propriedades físicas das rochas é fundamental para uma interpretação realista dos dados geofísicos registrados em campo.

A petrofísica é considerada um campo amplo e interdisciplinar, e por essa razão, seu arcabouço aglutina conhecimentos provenientes de diferentes áreas, como geologia, geofísica, química, mecânica, engenharia do petróleo, e outras. Sua aplicação é vasta e abrange praticamente todas as atividades relacionadas à exploração e produção de recursos minerais subterrâneos. De acordo com Soares (2011), é preciso traçar um paralelo com a vida cotidiana: a petrofísica está para as Geociências assim como os exames laboratoriais estão para a Medicina. Não há diagnóstico seguro sem ela.

3.3.1 Ensaios petrofísicos convencionais e computacionais

As análises petrofísicas podem ser realizadas por ensaios convencionais ou computacionais. Os ensaios convencionais são realizados em amostras coletadas em campo por meio das medições de suas propriedades petrofísicas. Cavalcanti *et al.*, (2013) realizaram ensaios petrofísicos convencionais em amostras de calcários, dolomitas e caliches da Formação Jandaíra (Bacia Potiguar). As propriedades analisadas foram porosidade, densidades de grão e total, e velocidades de propagação das ondas elásticas. As amostras de rochas foram coletadas em afloramentos na forma de amostras de mão, preparadas na forma de plugues, secas em estufa e ensaiadas sob temperatura ambiente. Os ensaios de porosidade e densidade de grãos foram realizados sob pressão ambiente enquanto que os ensaios elastodinâmicos foram realizados com as amostras sob pressão confinante entre 5 e 40 MPa. Os resultados alcançados indicaram que há a ocorrência de dois tipos de matriz carbonática:

uma predominantemente calcária outra mais dolomítica. A relação entre a densidade total e a porosidade dependeram do tipo de matriz; enquanto propriedades elastodinâmicas foram afetadas também por processos de alteração da rocha ou pela presença de outros minerais acessórios, como argilominerais ou matéria orgânica.

Gurjão *et al.*, (2013) realizaram o estudo das propriedades petrofísicas em amostras de rochas da Bacia do Araripe. Os tipos de rochas foram basicamente calcários, dolomitas e gipsita. As propriedades petrofísicas analisadas foram porosidade, densidade de grãos e total, velocidades de onda elásticas e módulos elásticos. As amostras de rochas foram preparadas e testadas em laboratório sob condições secas, temperatura ambiente e pressões de confinamento efitiva de até 40 MPa. A maioria destas rochas apresentam porosidade limitada a 14%, várias delas com porosidade inferior a 3%. A densidade de grãos mostrou ser um parâmetro muito útil para a identificação do tipo de rocha. A densidade total é sensível à porosidade e à densidade dos grãos, enquanto que as velocidades e os módulos das ondas elásticas são sensíveis não apenas à porosidade mas também a outras variáveis.

Ribeiro (2014) investigou as propriedades petrofísicas de 47 amostras de rochas carbonáticas de afloramento, que representam três tipos litológicos através de ensaios petrofísicos convencionais. Estas amostras foram provenientes da Bacia de Sergipe-Alagoas, Formação Riachuelo, membro Maruim. As amostras foram preparadas seguindo um padrão pré-determinado e foi feita a pesagem e medição dos comprimentos e diâmetros. Na segunda etapa as amostras foram analisadas em um permoporosímetro a gás, obtendo-se os valores de porosidade, permeabilidade e densidade de grãos. Em seguida foram medidas as propriedades elásticas em um sistema para medição de velocidades elásticas com controle de pressão, temperatura e saturação. Todas as medições foram realizadas em amostras secas. As velocidades elásticas e os módulos elásticos, exceto a razão de Poisson, que depende de outras variáveis, apresentaram uma correlação inversa com a porosidade. De um modo geral, as análises mostraram uma relação representativa entre a densidade total e a porosidade, observando-se claramente três linhas de tendências para os três tipos litológicos em estudo. Foi também estabelecida uma relação entre a porosidade e a permeabilidade. Com base nos estudos de Lucia (1995), a maioria destes valores é compatível para amostras com diâmetro de grão menor que 20µm, se ocorrer porosidade do tipo não-vugular.

As análises petrofísicas computacionais são realizadas através de simulações computacionais das propriedades físicas das rochas, as quais podem ser realizadas a partir de imagens digitais de microtomografia de raios X (μ CT) adquiridas em subamostras de plugues.

Medeiros (2013) estudou as propriedades petrofísicas a partir de simulações computacionais com imagens de microtomografia de raios X em três amostras de arenito e uma de folhelho extraídas de dois poços estratigráficos perfurados na Bacia do Rio do Peixe (BRP), localizada no extremo oeste do estado da Paraíba. As propriedades petrofísicas determinadas foram porosidade, permeabilidade e propriedades elásticas. Foi realizada a comparação das propriedades estimadas computacionalmente, com os valores de fato medidos através do método convencional de injeção de nitrogênio e propagação de onda compressional (P). Os valores de permeabilidade foram estimados pela solução numérica da equação de fluxo de Navier-Stokes e para a simulação da propagação da onda uma modelagem 3D que emprega o método numérico de elementos finitos. Os resultados deste trabalho mostraram que as propriedades permoporosas foram medidas com precisão e que a relação entre elas segue o modelo de Kozeny-Carman, independente da escala de análise, o que permite extrapolar a sua interpretação para um estudo de campo. A simulação da velocidade de propagação da onda P foi realizada com sucesso para um modelo 3D de uma subamostra de arenito.

Porto (2015) estimou as propriedades petrofísicas (distribuição granulométrica, composição mineral, porosidade, permeabilidade e velocidade de propagação da onda P) de rochas sedimentares a partir de imagens de microtomografia de raios X. Foram analisadas cinco amostras de arenito (A4, A7, A9, AM10H e AM14V), uma de folhelho (F9), uma de calcário (carbonato Rosário) e duas de tufa carbonática (Tufa CR e Tufa FG). Quantificou-se a proporção de finos presentes nas amostras, cuja precisão foi dependente da resolução das imagens analisadas. Porto (2015) propôs ainda um novo método para a análise da composição mineral a partir de imagens microtomográficas. Os resultados alcançados para a simulação da composição mineral indicaram que as amostras de arenito possuem aproximadamente a mesma composição mineral, com diferentes proporções de quartzo e argilominerais, a amostra de folhelho apresenta uma composição essencialmente silto-argilosa, e que as amostras carbonáticas são formadas essencialmente por calcita e dolomita. De um modo geral, os resultados de DRX confirmaram a composição mineral indicada pela microtomografia. Verificou-se uma relação aproximadamente linear entre os valores de porosidade medidos nos plugues e aqueles determinados por simulação das imagens microtomográficas. A permeabilidade estimada apresentou valores compatíveis com as permeabilidades medidas em laboratório, exceto para a amostra de folhelho e para a amostra de Tufa CR. Para o caso de amostras que possuem uma composição aproximadamente monominerálica, a simulação da onda acústica apresentou excelentes resultados quando comparada com as velocidades fisicamente medidas. Já para o caso das amostras de rochas que apresentaram composição multiminerálica, a geração do modelo não considerou as diferentes fases que compõem a matriz mineral, resultando em velocidades simuladas muito acima das velocidades medidas.

3.3.2 Microtomografia de raios X (µCT)

A microtomografia computadorizada de raios X (μ CT) fundamenta-se na atenuação de feixes de raios X que, ao atravessar um objeto em análise em diversos ângulos, possibilita a reconstrução da sua estrutura interna. Como técnica não destrutiva, mantém a integridade das amostras, dispensando o laborioso processo laboratorial de confecção de lâminas delgadas (Steppe *et al.*, 2004; Wernersson *et al.*, 2009).

A μ CT constitui-se em uma das mais avançadas tecnologias de análise não destrutiva, proporcionando a construção de imagens da estrutura interna em 2D e 3D (Mayo *et al.*, 2010). Segundo Porto (2015), a tomografia computadorizada (CT), permite a visualização da estrutura interna de objetos, determinada principalmente por variações na densidade. Ela requer a aquisição de radiografias para posições diferentes do objeto durante a rotação em torno de um eixo central. Em seguida é realizada a reconstrução de cortes transversais bidimensionais perpendiculares ao eixo de rotação.

De acordo com Mees *et al.*, (2003), a tomografia computadorizada foi desenvolvida a partir de uma imagem médica do corpo humano no início da década de 1970. A possibilidade de seu uso em geologia e engenharia foi logo reconhecida, resultando em grande número de publicações a partir do início de 1980. As primeiras aplicações incluem estudos nos campos da ciência do solo, meteoros, geologia do petróleo, paleontologia, geotecnia e sedimentologia.

A tomografia computadorizada de alta resolução é atualmente um método usado para diversas aplicações na indústria e em áreas de pesquisa. Na última década, a tomografia computadorizada (*Computed Tomography* - CT) evoluiu para melhores resoluções e reconstruções mais velozes de volumes tridimensionais, permitindo navegação por dentro de uma amostra geológica com resolução micrométrica (KNACKSTEDT *et al.*, 2009; DVORKIN *et al.*, 2009; ANDRÄ *et al.*, 2013).

De acordo com Porto (2015), a tomografia computadorizada para estudos geológicos pode levar as análises e pesquisas a novos patamares, ampliando o entendimento das propriedades das rochas, especialmente a distribuição espacial de poros, as conexões entre poros, dentre outras propriedades importantes na avaliação de uma reserva petrolífera.

3.4 Difração de raios X

Em novembro de 1885 Wilhelm Conrad Roentgen percebeu uma tela de bário fluorescente em seu laboratório ao utilizar um tubo de Crookes (Figura 9a) para emissão de raios catódicos a uma distância consideravelmente longa da tela. Depois dessa percepção Röentgen passou a trabalhar duramente em seu laboratório. Depois de poucos dias, ele levou a sua esposa para o laboratório e de lá saíram com uma fotografia dos ossos da mão dela juntamente com um anel (Figura 9b) (QUEIROZ *et al.*, 2013).



(a)

Figura 9: (a) Tubo de Crookes; (b) Primeiro raio X feito.



(b)

Fonte: QUEIROZ, 2013.

Com esses dados juntamente com outros experimentos da época abriu-se um novo campo na física com o estudo de novos raios físicos, como raios catódicos, raios X, raios alfa, raios beta, raios gama e raios N. Assim uma importante discussão que precede a descoberta dos raios X foi a disputa dada em torno dos raios catódicos. Alguns consideravam um fluxo de partículas e outros diziam ser perturbações do éter. Sob esse olhar, Heinrich Hertz passou a estudar o comportamento dos raios catódicos e pesquisar a possibilidade desses atravessarem uma folha de metal. Logo após seu falecimento o seu aluno alemão Philip Lenard deu prosseguimento aos estudos e projetou um tubo de Crookes com uma janela de alumínio fino na qual era possível atravessar os raios por uma distância de 6 cm a 8 cm e ainda induzir fluorescência. Isso inspirou as pesquisas de Röentgen (QUEIROZ, 2013).
Em 1894, J. J. Thomson tinha visto fluorescência em tubos de vidro a uma distância grande do tubo de descarga. Outros tinham notado chapas fotográficas embaçadas. Mas antes do trabalho de Lenard, o objeto de estudo era sempre o efeito dentro do próprio tubo. Lenard chegou a verificar esses raios emitidos fora do tubo e os nomeou de raios Lenard, uma mistura de um feixe de elétrons mais uma radiação desconhecida. Röentgen passou a verificar fluorescência em materiais muito mais longe que os 8cm vistos por Lenard, realizando desta forma a descoberta dos raios X em 1895. William Lawrence Bragg, em 1912, começou alguns estudos utilizando raios X e cristais NaCl e ZnS. Com isso foi possível observar a difração do raios X por meio dos cristais e assim ele elaborou a lei de Bragg (QUEIROZ, 2013).

3.4.1 Produção de raios X

Basicamente duas são as fontes de produção de raios X: (a) tubo de raios X, onde as ondas são produzidas pela colisão de elétrons de alta energia (oriundos de um cátodo) contra um alvo metálico (ânodo). Este tipo de produção é a que mais se utiliza nos laboratórios de pesquisa, pois além de requerer pouco espaço, o custo é relativamente menor do que a produção por fonte de radiação síncroton; (b) fonte de radiação síncroton, onde ondas de vários comprimentos de onda são produzidos por elétrons de alta energia que descrevem órbitas circulares no interior de um anel (JENKINS & SNYDER, 1996).

Segundo Erdócia (2011), as vantagens de se trabalhar com fonte síncroton estão relacionadas com o fato da intensidade da radiação gerada por ela ser várias vezes superior que a gerada por tubos de raios X e principalmente pela facilidade de se selecionar o comprimento de onda que se deseja trabalhar. Nos tubos de raios X, durante a produção das ondas, monocromatização e colimação do feixe, grande parte da energia é convertida em calor implicando numa menor eficiência desse processo.

O espectro de raios X, gerado por uma fonte convencional, consiste de pelo menos três picos intensos sobrepostos a uma linha de base contínua denominada de radiação branca (Figura 10) (JENKINS & SNYDER, 1996).

Figura 10: Representação de um espectro de emissão de raios X.



Fonte: JENKINS & SNYDER, 1996.

Os elétrons de alta energia emitidos pelo cátodo do tubo ejetam elétrons do alvo metálico criando certas vacâncias, o que resulta na transição de elétrons de camadas mais externas do átomo para níveis de energia mais internos e é justamente dessa transição que se explica a formação das três linhas do espectro representado na Figura 10. Cada elemento químico emite raios X com um comprimento de onda característico (PERCHASKY & ZAVALIJ, 2005; JENKINS & SNYDER, 1996).

3.4.2 Princípios da difração de raios X

A difração de raios X resulta de um processo em que os raios X são dispersos pelos elétrons dos átomos componentes de um material, sem mudança de comprimento de onda, sendo obedecidas certas condições geométricas. Ao atingirem um material, os raios X podem ser espalhados sem perda de energia pelos elétrons dos átomos (dispersão coerente ou de Bragg). Após colidirem com o material, os raios X mudam a sua direção de propagação, porém, mantêm o comprimento de onda da radiação incidente (KAPLAN, 1978; JENKINS & SNYDER, 1996).

Na colisão com o material, um elétron de um átomo, influenciado pelos raios X, é excitado pelo campo elétrico flutuante, tornando-se uma fonte de ondas eletromagnéticas de mesma frequência e mesmo comprimento de onda que os raios X incidentes, assim, o elétron dispersa o feixe incidente. A intensidade da dispersão é dependente do número de elétrons no

átomo, mas como os elétrons estão distribuídos em todo o seu volume, e não em um ponto, a intensidade varia com a direção. Entretanto, em termos de geometria de difração, o átomo é considerado uma fonte pontual de dispersão (FORMOSO, 1984).

Quando tais dispersões (reflexões) são geradas por elétrons de um conjunto de átomos arranjados de maneira sistemática, dispostos em planos atômicos, como em uma estrutura cristalina, apresentando, entre os planos distâncias próximas às do comprimento de onda da radiação incidente, pode-se observar que as ondas refletidas por dois ou mais planos entram em fase, apresentando interferências construtivas periodicamente. Nesta condição tem-se um feixe difratado (CULLITY, 2001).

Se dois ou mais planos forem considerados, as condições para a formação de um feixe difratado vão depender da diferença de caminho percorrido pelo feixe de raios X. Na Figura11, observa-se que a diferença de caminho equivale à expressão:

 $d sen \theta$



Figura 11: Representação da Lei de Bragg em duas dimensões.

Fonte: STOA USP, 2009.

Em que d é a distância interplanar para o conjunto de planos e θ é o ângulo de incidência, medido entre o feixe incidente e os planos atômicos. Se ambos os planos refletirem os raios X em fase, a diferença de caminho percorrido pelo feixe de raios X deve

ser um número inteiro de comprimentos de onda. Assim, a condição para que ocorra a difração se dá pela lei de Bragg:

$$n\lambda = 2 d \sin\theta \tag{1}$$

Em que λ é o comprimento de onda da radiação X (monocromática) e n é um número inteiro (1, 2, 3...) correspondente à ordem de difração dos planos do cristal em questão (FORMOSO, 1984).

Na difração de raios X, as variáveis λ , n e θ são conhecidas, uma vez que a radiação utilizada deve ser monocromática (único comprimento de onda), o ângulo θ pode ser medido no padrão de difração (difratograma) e o número n é característico para cada plano cristalográfico. Desta forma, d passa ser o único valor não determinado (SILVA, 2013).

As distâncias interplanares de uma substância cristalina qualquer são características da mesma, assim como são o índice de refração, a densidade, o ângulo óptico e outras constantes, de maneira que um conjunto de valores d num difratograma pode identificar a substância (SILVA, 2013).

3.4.3 Difratômetro de raios X

Os instrumentos tradicionais de medida da DRX são os difratômetros com análises pelo método do pó ou com câmaras de monocristais acopladas, sendo que as últimas são utilizadas apenas em certas situações, por exemplo, quando é crítica a disponibilidade de amostra e, principalmente, em estudos específicos para a determinação de parâmetros cristalográficos (SILVA, 2013).

Atualmente o difratomêtro de raios X constitui quase a totalidade dos equipamentos de difratometria de raios X pelo método do pó presentes nos centros de pesquisas, universidades e indústrias. O mesmo apresenta inúmeras vantagens em relação à Câmara Debye-Scherer (também equipamento de difratometria de raios X) como rapidez dos resultados obtidos e maior facilidade de preparação de amostras (ANTONIASSI, 2010; FORMOSO, 1984).

Os difratômetros de raios X foram originalmente configurados na geometria parafocal Bragg-Brentano, onde seu arranjo geométrico básico constitui-se de um tubo de raios X, um goniômetro posicionado horizontal (θ -2 θ) ou verticalmente (θ -2 θ ou θ - θ) e um detector de raios X. Para a geometria θ -2 θ , como mostra a Figura 12, o tubo de raios X (L) é fixo, o goniômetro move-se segundo o círculo H com velocidade angular de 2 θ /passo sobre o eixo C e move a amostra (P) com metade dessa velocidade angular (θ /passo). O raio do círculo do goniômetro é fixo, apresentando iguais distâncias entre o tubo de raios X e a amostra e entre a amostra e o detector (T); no entanto, o raio do círculo focal varia com o ângulo, sendo a superfície da amostra sempre tangencial ao círculo focal (SILVA, 2013).

Figura 12: Geometria Bragg-Brentano para a configuração θ -2 θ de um difratômetro de raios X.



Fonte: JENKINS & SNYDER, 1996.

No caso de difratômetros configurados na geometria vertical θ - θ , como ilustrado na Figura 13, tubo de raios X e detector se movem vertical e simultaneamente com velocidade angular (2 θ /passo) sobre o eixo do suporte (fixo) da amostra. Uma das hastes do goniômetro comporta toda a óptica primária, constituída pelo tubo de raios X e pelos sistemas de fendas e de filtros da ótica primária. A outra haste do goniômetro comporta a óptica secundária, a qual se constitui pelos sistemas de fendas e de filtros da óptica secundária, pelo monocromador e pelo detector (SILVA, 2013).

Figura 13: Difratômetro de raios X de configuração θ - θ com tubo de raios X e detector acoplados.



Fonte: PANALYTICAL, 2002.

Além do tubo de raios X, os componentes mais importantes de um difratômetro são: sistema de fendas, monocromador, filtros e detector.

• Sistema de fendas

A elevada resolução dos difratogramas é uma conseqüência do uso do tubo com foco linear em conjunto com o sistema de fendas, que minimizam interferências e garantem a focalização das radiações difratadas de interesse à técnica. Um sistema de fendas é composto basicamente por fendas Soller, fendas divergentes, fendas receptoras e fendas antidispersão. Todas as fendas têm a função de limitar as divergências dos feixes (de incidência e difratado) fora do círculo de focalização do difratômetro. No entanto, além de controlar a divergência axial do feixe de raios X, as fendas Soller influenciam na melhoria da forma dos picos do difratograma (PANALYTICAL, 2002). Na Figura 14 vê-se o arranjo óptico do sistema montado em conformidade com a geometria do goniômetro.



Figura 14: Arranjo óptico do difratômetro de raios X.

Fonte: FORMOSO, 1984.

A partir do tubo, os raios X atravessam primeiramente a fenda Soller (S1), que controla a divergência axial da radiação; em seguida atravessa a fenda de divergência (D), que age na divergência lateral da radiação e juntamente com a utilização de uma máscara define a área da superfície da amostra que será irradiada. Posteriormente, os raios X irradiam a superfície da amostra (S). Os raios difratados em determinado ângulo convergem para a fenda receptora (M), que capta a radiação proveniente unicamente da área irradiada da amostra, e segue para a fenda Soller (S2). Antes ou depois da fenda Soller pode ser colocada uma fenda de antidispersão (G), que exclui toda a radiação de fundo não proveniente da amostra, porém o mais usual consiste em substituir a fenda de antidispersão por um monocromador. É importante lembrar que embora haja uma melhoria na resolução dos difratogramas, o uso de fendas acarreta uma moderada redução na intensidade dos picos (PANALYTICAL, 2002).

• Monocromador

A função do monocromador é garantir que apenas a radiação com o comprimento de onda de interesse (K α) chegue ao detector. Situado entre a amostra e o detector, o monocromador é constituído de material cristalino que difrata a radiação recebida pela óptica na qual o monocromador é montado, reduzindo a radiação de background eficientemente, eliminando radiações indesejáveis tais como K β quase completamente e reduzindo o efeito de amostras fluorescentes, permitindo que a radiação K α constitua majoritariamente a radiação recebida pelo detector (SILVA, 2013).

• Filtros

Além do monocromador, a utilização de filtros é uma opção para a eliminação de radiações de comprimentos de onda indesejados. O filtro selecionado é uma lâmina fina de um metal cujo λ Kabs (borda de absorção) se situa entre os comprimentos de onda K β e K α , absorvendo totalmente a radiação K β e transmitindo K α . Em geral, o material constituinte do filtro deve possuir número atômico uma ou duas unidades abaixo do metal do ânodo (FORMOSO, 1984).

• Detector

O detector tem a função de fornecer os pulsos recebidos para uma eletrônica associada, a qual realiza a contagem do número de fótons X difratados da amostra, apresentando, desta forma, informações acerca da intensidade do feixe difratado. A escolha de um detector depende, principalmente, do comprimento de onda da radiação de interesse e da intensidade máxima de fótons a ser medida. Considerando tais características, os detectores mais usuais em difração de raios X são os detectores a gás do tipo proporcional com utilização de xenônio. Contudo, na última década, vem se destacando detectores de Si com uma tecnologia denominada RTMS (*Real Time Multiple Strip*), em que várias fendas de recepção funcionam simultaneamente. Com tal dispositivo, o tempo requerido para a análise de difração de raios X fica drasticamente reduzido (1/100 do convencional), possibilitando maior difusão do emprego desta técnica no setor mineral (KNOLL, 2000; ANTONIASSI, 2010; GOBBO, 2009).

No detector, o feixe difratado detectado é geralmente expresso através de picos que se destacam do *background* (linha de base), registrados em um gráfico de intensidade versus ângulo 2θ, constituindo o padrão de difração ou difratograma, exemplificado na Figura 15 (ANTONIASSI, 2010).

Cada pico do difratograma representa a reflexão, segundo a lei de Bragg, dos raios X nos planos do retículo cristalino das fases componentes da amostra, apresentando uma determinada altura (intensidade), área e posição angular. Tais parâmetros físicos de determinado conjunto de picos refletem, portanto, características da estrutura cristalina das fases componentes de um material e estão intrinsecamente relacionadas às suas proporções relativas quando referentes às intensidades relativas entre conjunto de picos de distintas fases (ANTONIASSI, 2010).





3.4.4 Caracterização mineralógica por DRX

A caracterização de uma amostra é feita por meio da comparação de seu difratograma com padrões de referência, disponíveis em bancos de dados de DRX. Bancos de dados contendo informações cristalográficas, tais como distâncias interplanares e intensidades difratadas normalizadas, são mantidos continuamente atualizados pelo *International Centre for Diffraction Data* (ICDD), antigo JCPDS, sediado nos EUA, juntamente com outros órgãos colaboradores (GOBBO, 2009). Um exemplo de ficha de informações cristalográficas do banco de dados *Powder Diffraction File* (PDF) é apresentado na Figura 16.

Atualmente, microcomputadores munidos de sistemas automáticos de busca sãoutilizados no processo de identificação de materiais cristalinos por DRX. Neste procedimento, os picos mais intensos de cada composto cristalino presente no banco de dados são comparados aos picos do difratograma da amostra. Terminado o processo de busca e comparação, os valores dos resultados de busca são expressos em ordem decrescente de pontuação. A coincidência de valores, ou a quase coincidência, leva à identificação do mineral (KAHN, 2000).

CaCO ₃	dÅ	Int	hkl	dÅ	Int	hkl
Calcium Carbonate	3.86	12	012	1.1795	3	2110
	3.035	100	104	11.17281	<1	0114
Calcite, syn	2.845	3	006	1.1538	3	134
Rad. CuKa, 2 1.5405 Filter Ni d-sp	2.495	14	110	1.1425	I	226
Cut off Int. Diffractometer 1/1 200	2.285	18	1113	1.1244	<1	1211
Ref. Swanson, Fuyat, Natl. Bur, Stand, (U.S.), Circ. 519, 11 51 (1953)	2.095	18	202	1.0613	1	2014
,	1.927	5	024	1.0473	3	404
	1.913	17	018	1.0447	4	318
Sys. Knombohedral (Hex) S.G. R.3c (167)	1.875	17	116	1.0352	2	1016
a 4.969 b c 17.062 A C 3.4199	1.626	4	211 .	1.0234	<	2113
μ p γ Zo mp	1.604	8	122	1.0118	2	3012
Res. IDIO.	1.587	2	1010	0.9895	<1	321
D 271 D 271 SS/FOM E -57(0)633	1.525	5	214	0.9846	1	232
$r_{1} = 1 + r_{1} = r_{1} + r_{2} = r_{2} = r_{1} = r_{2} = r_{2} = r_{1} = r_{2} = $	1.518	4	208	0.9782	1	[1310]
$\varepsilon \alpha = 1.487$ nop 1.659 $\varepsilon \gamma = 51gn - 2V$	1.510	3	119	0.9767	3	1214
Kel. Dana's System of Mineralogy, 7in Ed., 11 142	1.473	2	125	0.9655	2	324
Color Colorless	1.440	5	300	0.9636	4	048
Pattern taken at 26 C. Sample from Mallinckrodt Chemical Works. CAS#:	1.422	-3	0012	0.9562	<1	0216
13397-26-7. Spectroscopic analysis: <0.1% Sr; <0.01% Ba; <0.001% Al,	1.356	1	217	0.9429	2	410
B, Cs, Cu, K, Mg, Na, Si, Sn; <0.00017 Ag, Cr, Fe, Li, Mn. Other form:	1.339	2	0210	0.9376	2	2212
aragonite. Pattern reviewed by Parks, J., McCarthy, G., North Dakota State	1.297	2	128	1 1 2 2		and the second
Univ., Fargo, ND, USA, ICDD Grant-in-Aid (1992). Agrees well with ex-	1.284	1	306	1 - Stall		
perimental and calculated patterns. Additional weak reflections [indicated	1.247	1	220			
by brackets] were observed. Calcile group, calcile subgroup. PSC: hR10.	1.235	2	1112	Cast in the		
	[1.1869]	<	312			1000

Figura 16: Ficha de padrão de referência da calcita.

4 METODOLOGIA

4.1 Materiais

Foram utilizadas quinze amostras de rochas carbonáticas: quatro da Formação Santana, cinco da Formação Riachuelo e seis da Formação Jandaíra. A Tabela 1 lista as amostras de rochas.

Amostra	Formação						
A1							
A2	Santana (Ararina)						
A3	Santana (Aranpe)						
A4							
SA1							
SA2	Dischuele (Sergine Alegeos)						
SA3	Riacificio (Sergipe-Alagoas)						
SA4							
SA5							
P1							
P2							
P3							
P4	Jandaíra (Potiguar)						
P5	1						
P6	1						

Tabela 1: Identificação das amostras de rochas e suas respectivas formações.

4.2 Métodos

As análises petrofísicas realizadas são constituídas por ensaios convencionais em plugues (GURJÃO *et al.*, 2013; CAVALCANTI *et al.*, 2013; RIBEIRO, 2014) e por simulações computacionais a partir de imagens digitais de μ CT adquiridas em subamostras dos plugues. Ambas as etapas foram realizadas no Laboratório de Petrofísica da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG). As propriedades petrofísicas medidas foram porosidade (ϕ), densidade de grãos (ρ g), densidade total (ρ b), velocidade de propagação das ondas compressional (VP) e cisalhante (VS). A caracterização mineralógica foi realizada através da análise de imagens de μ CT e calibrada por DRX.

4.2.1 Amostras de rochas

Inicialmente, as rochas dos afloramentos das Formações Riachuelo, Santana e Jandaíra foram extraídas em campo utilizando uma plugadeira manual (Figura 17a), em seguida passaram por um processo de serragem (Figura 17b) na sala de preparação de amostras do Laboratório de Petrofísica da UFCG. A serragem tem o intuito de adequar o tamanho das amostras, quando necessário (uma polegada e meia de diâmetro e altura em torno de 5 cm). A terceira etapa consiste no desbaste, realizado na retificadora de plugues (Figura 17c). Sua finalidade é garantir faces planas e paralelas, necessárias aos ensaios.

Figura 17: Equipamentos utilizados para preparação das amostras: (a) Plugadeira; (b) Serra; e (c) Retificadora.



Após esta etapa, as amostras foram submetidas a uma secagem na estufa por um período de 24 horas em uma temperatura de 80°C. Em seguida, fez-se a pesagem dos plugues em uma balança eletrônica de precisão. Por fim, realizou-se a medição de suas dimensões, comprimento e diâmetro, com o auxílio de um paquímetro digital.

4.2.2 Ensaios petrofísicos convencionais

As análises de porosidade e densidade de grãos foram realizadas com o auxílio do permoporosímetro a gás Ultra-Poro/Perm 500 (Figura 18a), de fabricação da CORELAB INSTRUMENTS. Para a realização do ensaio petrofísico de densidade de grãos e porosidade, cada plugue de rocha é instalado individualmente dentro de um copo matriz (Figura 18b).

Uma válvula é aberta e o gás é liberado para dentro de uma célula de referência com volume (V_1) conhecido. A pressão P_1 é lida eletronicamente pelo aparelho. Logo após esta leitura é aberta uma válvula conectando a célula de referência com o copo matriz. Uma pressão P_2 é lida pelo aparelho.



Figura 18: (a) Ultra-Poro/Perm; (b) Copo Matriz.

O volume da amostra é calculado a partir de dimensões do plugue cilíndrico obtidas nas medições com o paquímetro. Para realizar o cálculo da porosidade, faz-se necessário conhecer o valor do volume poroso. Para tal, emprega-se a Lei de Boyle, descrita na Eq. (2), para determinar o volume dos grãos a partir da expansão de uma massa conhecida de gás (neste caso, nitrogênio) para dentro de um suporte de amostra calibrado.

$$\frac{P_1 V_1}{T_1} = \frac{P_2 V_2}{T_2} \tag{2}$$

Onde:

P1: pressão inicial, na célula de referência;

V₁: volume inicial, na célula de referência;

T1: temperatura absoluta inicial, na célula de referência;

P2: pressão após a expansão do gás;

V2: volume após a expansão do gás;

T₂: temperatura absoluta após a expansão do gás.

Considerando que $T_1=T_2$, a Lei de Boyle pode ser simplificada para a relação da Eq. (3):

$$P_1 V_1 = P_2 V_2 \tag{3}$$

Sabendo que V₂ é igual ao somatório do volume inicial (V₁) e do volume do copo matriz (V_c) menos o volume dos grãos (V_g), esta relação fica como apresentado na Eq. (4):

$$V_2 = V_1 + V_c - V_g (4)$$

Dado que P_1 , V_1 e P_2 são conhecidos, substitui-se a Eq. (4) na Eq. (3), o que permite calcular o volume de grãos.

A partir dos dados das dimensões das amostras, o programa *WinPore* (programa específico para operação do permoporosímetro) calcula o volume total da amostra cilíndrica (V_b). Assim, com os dados de volume total e volume de grãos, é possível calcular o volume poroso das amostras, conforme descrito na Eq. (5):

$$V_p = V_b - V_g \tag{5}$$

Finalmente, é possível calcular a porosidade das amostras fazendo uso da Eq. (6).

$$\phi = \frac{V_b - V_g}{V_b} = \frac{V_p}{V_b} \tag{6}$$

A densidade de grãos é dada pela razão entre a massa dos grãos (que em uma amostra seca é igual à massa da amostra) e o volume de grãos, como definido na Eq. 4. Já a densidade total é dada pela razão entre a massa da amostra e o seu volume total (calculado a partir das dimensões da amostra).

As análises de velocidade de propagação das ondas P e S foram realizadas no equipamento Autolab500[®] (Figura 19).



Figura 19: Autolab500[®].

4.2.3 Aquisição de imagens digitais de microtomografia de raios X

As imagens microtomográficas foram adquiridas no Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas da Universidade Federal de Santa Catarina, no equipamento XRADIA, modelo Versa XRM – 500. Este opera uma fonte de raios X de 30 a 160 kV, potência de 2 a 10 W, trabalha com um tamanho máximo de objetos de até 300 mm de comprimento, apresenta uma resolução espacial 3D de até 0,7 μ m e lentes com aumento óptico e geométrico de até 40 vezes. As imagens são adquiridas por uma câmera tipo CCD de 2048 x 2048 pixels e suporta amostras de até 15 kg de massa (PORTO, 2015).

Os dados do microtomógrafo são registrados na forma de projeções do objeto, em diversos ângulos, sobre o detector plano, obtendo as chamadas radiografias. Em seguida essas radiografias passam por um processo de reconstrução a fim de gerar os tomogramas bidimensionais (*slices*), os quais quando empilhados, geram uma imagem tridimensional do objeto imageado (Figura 20) (PORTO, 2015).

Figura 20: Conjunto de radiografias, *slices* horizontais e reconstrução 3D de uma subamostra.



Fonte: PORTO, 2015.

4.2.4 Ensaio petrofísico computacional

O programa computacional utilizado para caracterização mineral por meio de imagens de microtomografia é o *Avizo Fire* que realiza análises tridimensionais na linha de ciências dos materiais. Nas imagens se reconhece cada fase mineral pela sua tonalidade e pelas formas apresentadas, como pode ser visto na Figura 21, referente à amostra SA3. Em seguida se extrai um subvolume da imagem para cada fração mineral observada e, a partir dos histogramas de cada fração, como apresentado nas Figuras 22 a 25, se determina o intervalo e o valor médio de tom de cinza (TC) característico de cada fração mineral. A Figura 26 ilustra o fluxo de trabalho para o cálculo da composição mineral no *Avizo® Fire*. Em seguida constrói-se um gráfico de dispersão, como pode ser observado na Figura 27, no qual são plotados os valores de tons de cinza médio e de densidade das frações minerais e de poros conhecidas e ajusta-se uma função contínua de potência aos pontos do gráfico. Para as frações minerais desconhecidas, por interpolação pela função de ajuste de potência, identifica-se o mineral que apresenta aquela densidade e que ocorre em associação com os minerais típicos de rochas carbonáticas. O fluxograma da Figura 28 sintetiza este procedimento.



Figura 21: Imagem microtomográfica da amostra SA3.

Figura 22: Histograma de frequência do tom preto da amostra SA3.





Figura 23: Histograma de frequência do tom cinza escuro da amostra SA3.

Figura 24: Histograma de frequência do tom cinza claro da amostra SA3.





Figura 25: Histograma de frequência do tom branco da amostra SA3.





Figura 27: Gráfico de dispersão da amostra SA3, o qual relaciona tom de cinza (TC) e densidade mineral.



Figura 28: Fluxograma do procedimento para determinação da composição mineral por µCT.



4.2.5 Ensaios de difração de raios X

As análises de DRX foram realizadas em dois laboratórios distintos. No Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da UFCG as análises foram feitas por meio da comparação de seu difratograma com padrões de referência, disponíveis no banco de dados *Powder Diffraction File* (PDF), onde o método qualitativo empregado foi o do pó e o equipamento utilizado foi o SHIMADZU XRD-6000 (Figura 29) com radiação de CuK α , intervalo de 5° $\leq 2\theta \leq 80^\circ$, filtro de níquel, passo de 0,02/seg e fendas Soller.



Figura 29: Equipamento utilizado para análise de DRX (SHIMADZU XRD-6000).

Já no Laboratório do Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação – CRTi, localizado no Campus Samambaia da Universidade Federal de Goiás, as análises de DRX foram realizadas por meio de microcomputadores munidos de sistemas automáticos de busca, onde os picos mais intensos de cada composto cristalino presente no banco de dados são comparados aos picos do difratograma da amostra (Figura 30). O equipamento utilizado para esses ensaios de DRX foi o difratômetro *Bruker D8 Discover* (Figura 31).



Figura 30: Difratograma da amostra SA3, comparada com difratogramas de banco de dados do equipamento de DRX.

42



Figura 31: Difratômetro Bruker D8 Discover do CRTi.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

As Figuras 32 a 34 apresentam as imagens tomográficas das quinze amostras investigadas, com suas respectivas resoluções (tamanho do pixel da imagem) e energias. Para todas as imagens a barra branca localizada no canto inferior esquerdo corresponde a 250 μ m. Nestas imagens os espaços porosos aparecem como regiões negras ou muito escuras, enquanto que as frações minerais apresentam tons de cinza variados, de acordo com a sua densidade. Quanto maior a densidade do mineral, mais claro ele aparece na imagem.

Figura 32: Imagens microtomográficas da Formação Santana (Bacia Araripe).
(a) A1 (Resolução: 1.41μm/ Energia: 35KV); (b) A2 (Resolução: 1.90μm/ Energia: 40KV);
(c) A3 Resolução: 1.40μm/ Energia: 40KV); (d) A4 (Resolução: 1.80μm/ Energia: 40KV).



Figura 33: Imagens microtomográficas da Formação Riachuelo (Bacia Sergipe-Alagoas).
(a) SA1 (Resolução: 2.78μm/ Energia: 45KV); (b) SA2 (Resolução: 2.45μm/ Energia: 45KV);
(c) SA3 (Resolução: 1.29μm/ Energia: 35KV); (d) SA4 (Resolução: 2.40μm/ Energia: 45KV);
(e) SA5 (Resolução: 2.53μm/ Energia: 45KV).



(e)

Figura 34: Imagens microtomográficas das Formação Jandaíra (Bacia Potiguar).

(a) P1 (Resolução: 1.40μm/ Energia: 30KV); (b) P2 (Resolução: 2.56μm/ Energia: 45KV); (c)
P3 (Resolução: 1.24μm/ Energia: 35KV); (d) P4 (Resolução: 2.40μm/ Energia: 45KV); (e) P5 (Resolução: 1.57μm/ Energia: 40KV) e (f) P6 (Resolução: 1.92μm/ Energia: 40KV).



A análise por microtomografia de raios X (μ CT) forneceu a identificação e a quantificação dos minerais presentes nas amostras de rochas. As Figuras 35 a 49 apresentam a composição mineral (densidade do material em função do tom de cinza (TC)) das quinze amostras estudadas. Nestas figuras as fases minerais previamente conhecidas estão representadas pelos símbolos pretos, enquanto que as fases minerais reconhecidas e quantificadas por μ CT estão representadas pelos símbolos vermelhos.



Figura 35: Composição mineral por µCT da amostra A1.

Figura 36: Composição mineral por µCT da amostra A2.





Figura 37: Composição mineral por µCT da amostra A3.

Figura 38: Composição mineral por µCT da amostra A4.





Figura 39: Composição mineral por µCT da amostra SA1.



Figura 41: Composição mineral por µCT da amostra SA3.

Figura 42: Composição mineral por µCT da amostra SA4.





Figura 43: Composição mineral por µCT da amostra SA5.

Figura 44: Composição mineral por µCT da amostra P1.





Figura 45: Composição mineral por µCT da amostra P2.

Figura 46: Composição mineral por µCT da amostra P3.





Figura 47: Composição mineral por µCT da amostra P4.

Figura 48: Composição mineral por µCT da amostra P5.





Figura 49: Composição mineral por µCT da amostra P6.

A Tabela 2 apresenta a composição mineral, com a quantificação dos teores de cada fase, e a porosidade das amostras determinada pela análise das imagens de microtomografia de raios X (μ CT).

Amostro	¢	Fase mineral (%)												
Amostra	(%)	С	D	Q	Α	An	Μ	L	G	Arg	MO	Р	FP+	FP-
A1	1,14	-	99,37	-	-	-	-	0,56	-	-	-	0,07	-	-
A2	0,06	84,36	0,18	15,46	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
A3	0,35	81,78	0,78	17,43	0,005	-	-	-	-	-	-	-	-	-
A4	31,92	79,00	0,32	-	-	-	-	-	-	20,68	-	-	-	-
SA1	2,80	70,57	-	-	0,02	-	-	-	6,68	22,73	-	-	-	-
SA2	1,30	17,90	82,05	-	0,05	-	-	-	-	-	-	-	-	-
SA3	4,20	62,46	-	37,39	-	0,15	-	-	-	-	-	-	-	-
SA4	0,80	80,40	-	19,53	-	0,07	-	-	-	-	-	-	-	-
SA5	0,01	91,40	-	8,60	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
P1	15,80	-	69,54	30,42	-	-	0,04	-	-	-	-	-	-	-
P2	3,80	36,69	-	-	-	-	0,02	-	-	-	-	-	21,31	41,98
P3	0,70	83,77	-	-	-	-	-	0,02	-	15,00	1,21	-	-	-
P4	0,12	77,55	-	-	0,002	-	-	-	-	-	-	-	5,61	16,84
P5	0,66	43,46	_	-	-	-	0,0003	-	-	-	-	-	-	56,54
P6	2,60	-	48,65	-	40,33	-	0,04	-	-	10,98	-	-	-	-

 Tabela 2: Composição mineral e porosidade das amostras determinada pela análise das imagens de microtomografia de raios X.

Legenda: C: Calcita; D: Dolomita; Q: Quartzo; A: Ankerita; An: Anortita; M: Magnesita; L: Limonita; G: Gipsita; Arg: Argila; MO: Matéria orgânica; P: Pirita; FP+: Fóssil mais poroso; FP-: Fóssil menos poroso.

Pode-se observar que os componentes mineralógicos essenciais de uma rocha carbonática, calcita e dolomita, foram identificados em todas as amostras analisadas. Das 15 amostras, 11 apresentaram matriz calcítica e 4 matriz dolomítica (ver Tabela 2). Em níveis acessórios foram identificados 7 minerais: quartzo, ankerita, anortita, magnesita, limonita, pirita e gipso. Em algumas amostras foi identificada a presença de fósseis com porosidade variável, os quais, apesar de não se constituírem unicamente de minerais, apresentam valores próprios de densidade (devido à variação nos valores de porosidade). Adicionalmente, foram identificados teores de argila em 4 amostras e de matéria orgânica (em 1 amostra).

A análise por DRX realizada na UFCG apenas identificou a presença de minerais, sem quantificá-los. Já a análise por DRX realizada na UFG identificou e quantificou os minerais presentes.

Os resultados da análise de DRX feitas pela comparação de seu difratograma com padrões de referência, disponíveis no banco de dados *Powder Diffraction File* (PDF), para as amostras A1, A2, A3 e A4 da Formação Santana, são apresentados nas Figuras 50 a 53. Estas amostras apresentaram composição mineral contendo quartzo, calcita, dolomita e pirita para a amostra A1, calcita e dolomita para as amostras A2 e A4 e apenas calcita para a amostra A3.





Figura 51: Difratograma da amostra A2 adquirido na UFCG.






Figura 53: Difratograma da amostra A4 adquirido na UFCG.



Os difratogramas para as amostras SA1, SA2, SA3, SA4 e SA5 da Formação Riachuelo são apresentados nas Figuras 54 a 58. Estas amostras de rochas apresentaram, de acordo com as análises de DRX, composição mineral contendo quartzo, calcita e dolomita

para as amostras SA2 e SA3, quartzo e calcita para as amostras SA4 e SA5 e apenas calcita para a amostra SA1.



Figura 54: Difratograma da amostra SA1 adquirido na UFCG.

Figura 55: Difratograma da amostra SA2 adquirido na UFCG.







Figura 57: Difratograma da amostra SA4 adquirido na UFCG.



Figura 58: Difratograma da amostra SA5 adquirido na UFCG.



Os difratogramas para as amostras P1, P2, P3, P4, P5 e P6 da Formação Jandaíra são apresentados nas Figuras 59 a 64. Estas amostras de rochas apresentaram composição mineral contendo calcita e dolomita para a amostra P6, quartzo e dolomita para a amostra P1 e apenas calcita para as amostras P2, P3, P4 e P5.





Figura 60: Difratograma da amostra P2 adquirido na UFCG.



Figura 61: Difratograma da amostra P3 adquirido na UFCG.







Figura 63: Difratograma da amostra P5 adquirido na UFCG.



Figura 64: Difratograma da amostra P6 adquirido na UFCG.



A Tabela 3 evidencia a composição mineral das amostras estudadas de acordo com as análises de DRX realizadas na UFCG. A letra X indica a ocorrência do mineral correspondente naquela amostra e o hífen indica ausência do mineral.

Formação	Amostra	Calcita	Dolomita	Quartzo	Pirita
Santana (Araripe)	A1	Х	Х	Х	Х
Santana (Araripe)	A2	Х	Х	-	-
Santana (Araripe)	A3	Х	-	-	-
Santana (Araripe)	A4	Х	Х	-	-
Riachuelo (Sergipe-Alagoas)	SA1	Х	-	-	-
Riachuelo (Sergipe-Alagoas)	SA2	Х	Х	Х	-
Riachuelo (Sergipe-Alagoas)	SA3	Х	Х	Х	-
Riachuelo (Sergipe-Alagoas)	SA4	Х	-	Х	-
Riachuelo (Sergipe-Alagoas)	SA5	Х	-	Х	-
Jandaíra (Potiguar)	P1	-	Х	Х	-
Jandaíra (Potiguar)	P2	Х	-	-	-
Jandaíra (Potiguar)	P3	Х	-	-	-
Jandaíra (Potiguar)	P4	Х	-	-	-
Jandaíra (Potiguar)	P5	X	_	-	-
Jandaíra (Potiguar)	P6	X	X	-	-

Tabela 3: Minerais	presentes nas	amostras de	rochas	estudadas	por DRX
	presentes nas	amostras ac	roenas	corudadas	por DIGA.

Os minerais identificados através da análise por DRX foram: calcita, dolomita, quartzo e pirita. Não é possível a identificação de minerais com teores pequenos (traços) e elementos amorfos, como a matéria orgânica.

A análise de DRX, realizada no CRTi da UFG, por meio de microcomputadores munidos de sistemas automáticos de busca, identificou e quantificou os minerais presentes nas amostras de rochas, como pode ser observado na Tabela 4.

	Fase mineral (%)											
Amostra	С	D	Q	0	Ζ	F	Р	Ар	R	Η	Ant	Arg
A1	5,26	91,43	1,18	0,66	0,12	0,17	0,52	0,12	-	-	-	-
A2	97,37	2,28	-	0,23	0,01	0,06	-	-	-	-	-	-
A3	99,37	-	-	-	0,02	0,55	-	0,06	-	-	-	-
A4	98,63	0,64	0,37	0,68	0,11	0,09	-	0,08	-	-	-	-
SA1	97,16	0,02	1,38	1,29	0,05	-	-	0,05	0,05	-	-	-
SA2	15,52	75,33	3,22	-	0,45	-	-	0,13	0,03	-	-	-
SA3	88,15	5,67	1,85	3,29	0,25	-	0,60	0,20	-	-	0,03	-
SA4	97,54	0,06	1,67	0,57	0,10	-	-	0,05	0,01	-	-	-
SA5	91,43	0,20	7,30	0,99	0,03	-	-	0,04	-	-	-	-
P1	0,99	92,04	2,00	1,92	0,10	-	-	0,10	0,20	0,67	0,06	1,92
P2	99,06	0,11	-	-	0,11	-	-	0,05	0,05	-	0,02	-
P3	99,05	-	0,63	-	0,02	-	-	0,04	0,04	-	0,22	-
P4	99,73	-	0,03	0,17	0,01	-	-	0,06	-	-		
P5	99,72	-	-	0,04	0,18	0,02	-	0,05	-	-	-	-
P6	40 32	58 81	_	0.80	0.01	_	_	0.06	_		_	

Tabela 4: Composição mineral das amostras determinada por DRX no CRTi da UFG.

Legenda: C: Calcita; D: Dolomita; Q: Quartzo; O: Ortoclásio; Z: Zircão; F: Fluorita; P: Pirita; Ap: Apatita; R: Rutilo; H: Hematita; Ant: Anatásio; Arg: Argila.

Analisando os resultados entre os dois métodos utilizados para a interpretação dos ensaios de difração de raios X, pode-se observar que ambos os métodos identificaram a presença de calcita em todas as amostras, com exceção da amostra P1 onde não foi identificada na análise de DRX realizada na UFCG, o que pode ser justificado devido sua quantidade de 0,99% (análise do CRTi) o classificar como mineral acessório. A dolomita foi identificada em sete amostras por ambos os métodos. Adicionalmente, na análise do CRTi, quatro outras amostras (SA1, SA4, SA5 e P2) apresentam a dolomita como mineral acessório. O quartzo não foi identificado nas amostras A4, SA1, P3 e P4 na análise feita na UFCG, mas apresentaram quantidades de 0,64%, 1,38%, 0,63% e 0,63%, respectivamente, na análise do CRTi, sendo considerado mineral acessório. A pirita só foi identificada na amostra A1, pelo método de DRX por comparação de seu difratograma com padrões de referência (UFCG), já

na análise do CRTi, além da amostra A1, foi identificada na amostra SA3 em uma quantidade de 0,60%. Todos os outros minerais identificados na análise do CRTi ocorrem como minerais acessórios, não sendo identificados na análise de DRX realizada na UFCG.

Comparando os resultados fornecidos pela análise da composição mineral por microtomografia e por DRX da UFCG, há pontos de concordância e de discordância entre os dois métodos de análise. Ambos os métodos identificaram a presença de calcita em doze das quinze amostras analisadas. Nas amostras A1 e P6 não foi identificada a presença de calcita na análise por μ CT, apenas pela análise por DRX. A presença de dolomita foi identificada nas amostras A1, SA2, P1 e P6 tanto por μ CT quanto por DRX. Estas amostras contém teores expressivos do mineral dolomita. Nas amostras A2, A3 e A4 a análise por μ CT identificada apenas na análise de DRX da UFCG.

A análise por μ CT identificou quartzo nas amostras A2, A3, SA3, SA4, SA5 e P1, enquanto a análise por DRX da UFCG identificou esse mineral apenas nas amostras A1, SA2, SA3, SA4, SA5 e P1. As quantidades de quartzo estimadas nas amostras A2 e A3, por μ CT, foram consideráveis (15,46% e 17,43%). Na amostra A1 foi identificada a presença de pirita por ambos os métodos. Os demais minerais acessórios (ankerita, anortita, magnesita, limonita e gipso) foram identificados apenas na análise por μ CT. Os minerais de argila e a matéria orgânica, por serem potencialmente amorfos, não podem ser identificados por DRX. Os teores relativos aos fósseis, quantificados por μ CT, não são identificados como tal pelo DRX, uma vez que estes elementos são compostos, pelo menos parcialmente por minerais, como a calcita.

Analisando os resultados fornecidos pela análise da composição mineral por microtomografia de raios X (μ CT) e por DRX da UFG pode-se observar que ambos os métodos identificaram e quantificaram os minerais presentes nas amostras. A calcita foi identificada nas quinze amostras pela análise de DRX da UFG, enquanto na análise por μ CT foi identificada em doze. As amostras A1, P1 e P6, que apresentaram quantidades de calcita referentes a 5,26%, 0,99% e 40,32%, respectivamente, pela análise por DRX não foram identificadas na μ CT. Das quinze amostras analisadas quatro apresentaram matriz dolomítica (quantidades superiores a 50%) em ambos os métodos. A análise por DRX identificou dolomita em mais cinco amostras, porém em valores inferiores a 6% o que classifica esse mineral como acessório.

O quartzo foi identificado em 10 amostras pela análise de DRX da UFG e por apenas 6 amostras pela μ CT. Nas amostras A1, A4, SA1, SA2, P3 e P4 o mineral quartzo foi encontrado em quantidades de 1,18%, 0,37%, 1,38%, 3,22%, 0,63% e 0,03%, respectivamente, pela DRX, não sendo identificado na análise por μ CT. Em contrapartida, as amostras A2 e A3 apresentaram quantidades de 15,46% e 17,43%, respectivamente, por μ CT, não sendo identificado por DRX. A pirita foi identificada na amostra A1 por ambos os métodos e na amostra SA3 (0,60%) apenas por DRX. Nas amostras A4, SA1, P3 e P6 foi identificado a presença de argila pela análise por μ CT, enquanto pela análise de DRX da UFG foi identificado argila apenas na amostra P1.

A análise por DRX da UFG identificou traços de minerais como: ortoclásio, zircão, fluorita, apatita, rutilo, hematita e anatásio em quantidades inferiores a 3,3%, que não foram identificadas pela análise por μ CT. Já alguns minerais como: ankerita, anortita, magnesita, limonita, gipso, matéria orgânica, fóssil mais poroso e fóssil menos poroso foram identificados apenas pela análise por μ CT.

Estes resultados mostram que, embora na maioria das vezes, os resultados da análise da composição mineral por DRX e por µCT sejam concordantes para os principais componentes minerais, há imprecisões de ambos os métodos (especialmente para os elementos acessórios e minerais-traço). Por esta razão pode-se considerar que ambos os métodos são complementares, um não dispensando o outro, mas servindo como critério de decisão sobre frações minerais com reconhecimento mais duvidoso.

A Tabela 5 apresenta os valores medidos para as propriedades petrofísicas medidas de forma convencional em laboratório. Os ensaios petrofísicos foram realizados com as amostras secas. A porosidade e as densidades (total e de grãos) foram medidas sob pressão e temperatura ambientes, enquanto que as velocidades elásticas foram medidas sob temperatura ambiente e pressão confinante efetiva de 40MPa.

Amostra	ф (%)	$ ho_{g}$ (g/cm ³)	ρ _b (g/cm ³)	VP (m/s)	VS (m/s)
A1	12,7	2,819	2,460	5661	3166
A2	10,6	2,685	2,398	5413	2954
A3	12,6	2,680	2,339	4254	2531
A4	22,6	2,623	2,025	3503	2045
SA1	6,9	2,675	2,490	5512	2955
SA2	10,4	2,771	2,484	4598	2374
SA3	22,0	2,665	2,078	3666	2156
SA4	14,4	2,685	2,299	4301	2494
SA5	9,8	2,675	2,412	4991	2814
P1	20,8	2,743	2,174	3694	2198
P2	14,0	2,682	2,307	4842	2700
P3	6,8	2,680	2,497	5463	2924
P4	9,5	2,691	2,436	5713	3068
P5	10,6	2,693	2,406	5242	2910
P6	10,4	2,773	2,488	5189	2991

Tabela 5: Propriedades petrofísicas medidas em laboratório.

Observa-se, das tabelas 2 e 5, que os valores de porosidade medidos em laboratório e por μ CT divergem consideravelmente. Com exceção da amostra A4, os valores de porosidade medidos por μ CT são muito menores do que aqueles medidos de forma convencional em laboratório. Isto acontece devido a vários fatores. A porosidade por μ CT, como medida neste trabalho, diz respeito apenas à macroporosidade, desprezando a microporosidade, a qual pode ser relativamente alta neste tipo de rocha, conforme discutido por Vidal (2016). Além disso, a possível presença de porosidade do tipo vugular não pode ser captada pela amostra do ensaio de μ CT, uma vez que tal amostra possui dimensões menores que as do próprio poro do tipo vugular. Há ainda a questão da escala de investigação, uma vez que os ensaios convencionais são realizados em plugues com dimensões centimétricas, enquanto que a análise de μ CT é realizada em amostras com dimensões de poucos milímetros. Este fator está intimamente ligado ao grau de heterogeneidade das amostras. Se um dado plugue fosse completamente homogêneo, qualquer subamostra apresentaria as mesmas propriedades do plugue. No entanto, em um plugue de composição heterogênea, as propriedades de uma dada subamostra dependem da porção do plugue de onde tal subamostra foi extraída.

A Figura 65 apresenta a relação entre a densidade total e a porosidade medidas de forma convencional. Nesta figura são observadas duas linhas de tendência: a azul claro corresponde às amostras que apresentam matriz predominantemente calcítica, enquanto que a linha azul escuro às amostras de matriz dolomítica. Embora a redução linear da densidade

total com o aumento da porosidade seja observada, há uma pequena dispersão em torno das linhas de tendência. Isto sugere que a composição mineral das amostras inclui outros minerais acessórios.



Figura 65: Relação entre densidade total e porosidade medidas pelo método convencional.

A Figura 66 apresenta a relação entre a densidade de grãos medida em laboratório e uma estimativa da densidade de grãos a partir das imagens microtomográficas. Idealmente os pontos deveriam cair sobre a diagonal positiva da figura. Vê-se que a maioria dos pontos se encontra próxima a essa diagonal; no entanto, alguns pontos estão relativamente afastados. Isso indica que para a maioria das amostras os teores minerais estimados se aproximaram dos valores reais. As amostras P2 e P5 correspondem àquelas que apresentam grande quantidade de fósseis porosos, por isso, apresentam densidade estimada substancialmente menor que a densidade medida. A amostra P6 apresentou cerca de 40% de ankerita, um mineral de densidade maior do que a dolomita, por esta razão a densidade de grãos estimada foi superior à medida.



Figura 66: Relação entre a densidade de grãos medida em laboratório e a estimada por µCT.

A Figura 67 apresenta a relação entre as velocidades de propagação das ondas P e S medidas sob pressão confinante de 40MPa. Observa-se uma relação linear entre estas propriedades, independente do tipo de matriz.

Figura 67: Relação entre as velocidades VP e VS medidas sob pressão confinante efetiva de 40MPa.



A Figura 68 apresenta a relação entre a velocidade da onda P e a composição mineral (por μ CT), a porosidade, o tipo de porosidade e o percentual de microporosidade das amostras. Nesta figura se observa que há uma relação direta entre os teores das frações minerais mais densas (calcita e dolomita) e a velocidade da onda P (observar as amostras SA3, SA4, SA5, A1 e A2). No caso das amostras A4 e P1 esta relação não se mantém. Neste caso a variável dominante é a porosidade (alta porosidade determina a baixa velocidade). As velocidades das amostras SA2 e A3 ainda não podem ser explicadas pela composição mineral e pela porosidade. Para a amostra SA2 o fator determinante da relativa baixa velocidade é o alto percentual de microporosidade (intergranular). De modo geral, vê-se que as amostras que apresentam porosidade do tipo intergranular tendem a exibir menores valores de VP, em comparação com as amostras que têm porosidade predominante do tipo vugular. Comportamento semelhante foi observado para o caso da velocidade das ondas S.



Figura 68: Relação entre a velocidade da onda P e a composição mineral, a porosidade, o tipo de porosidade e o percentual de microporosidade das amostras.

6 CONCLUSÕES

Neste trabalho foi realizada a determinação da composição mineral de rochas a partir da análise de imagens de microtomografia de raios X em rochas carbonáticas de diferentes origens, decorrentes de distintos processos deposicionais e diagenéticos, sendo essa composição mineral confrontada com análises de difração de raios X.

Os resultados alcançados mostram que a classificação mineral da matriz (minerais principais) foi coincidente por ambos os métodos; no entanto, ocorrem divergências quanto à presença e à quantidade dos minerais acessórios. As análises por DRX foram realizadas em dois laboratórios, de forma independente. Vê-se que, mesmo aplicando a mesma técnica de investigação, os resultados de DRX também não são completamente coincidentes. Eles também concordam quanto às fases minerais principais e divergem quanto às fases acessórias e elementos traços.

Os resultados desta pesquisa mostram que as técnicas da microtomografia de raios X e de DRX, quando aplicadas para a análise da composição mineral de rochas carbonáticas, se constituem em métodos complementares de análise. Enquanto que a técnica de DRX é baseada na medição dos espaços interplanares de minerais com estrutura cristalina bem definida e conhecida, a análise por μ CT é baseada nas diferenças de densidade e no reconhecimento visual tridimensional das estruturas e texturas dos minerais. Se, por exemplo, minerais amorfos e matéria orgânica não podem ser reconhecidos por DRX, estas substâncias podem ser facilmente reconhecidas pela análise por μ CT. No entanto, DRX é uma técnica consagrada na análise da composição mineral de rochas, enquanto que a análise por μ CT ainda se encontra em estágio de desenvolvimento.

A análise das propriedades petrofísicas, pelo método convencional e por µCT, permitiu comprovar a influência da composição mineral sobre as propriedades petrofísicas, especialmente sobre a densidade e as velocidades de propagação das ondas elásticas, as quais são as principais propriedades físicas que controlam o método sísmico de prospecção.

A densidade total de uma rocha carbonática depende essencialmente da sua composição mineral e de sua porosidade. Os minerais que compõem a matriz mineral da rocha (minerais principais) definem a relação entre a densidade e a porosidade total da rocha. Nesta pesquisa foram determinadas duas linhas de tendência (Figura 65), uma para rochas com matriz calcítica e outra para rochas com matriz dolomítica. Estas relações permitem, inclusive, um cálculo rápido e simples da porosidade da rocha. Para isto basta que se conheça a densidade total (massa sobre volume) e o tipo predominante de matriz.

Há uma relação direta entre os teores das frações minerais mais densas (calcita e dolomita) e a velocidade das ondas elásticas. Ou seja, quanto maior o percentual de componentes minerais mais densos, maiores são as velocidades das ondas P e S.

Ficou demonstrado também que, além da composição mineral, as variáveis que controlam as velocidades elásticas são a porosidade, o tipo de porosidade predominante e o percentual de microporosidade. As velocidades elásticas apresentam uma forte relação com a porosidade. O tipo de porosidade predominante em rochas carbonáticas controla o tipo desta influência. De um modo geral, rochas com maior quantidade de macroporosidade apresentam velocidades elásticas menores. Rochas com predominância de porosidade intergranular tendem a apresentar velocidades menores que as que possuem porosidade do tipo vugular. Adicionalmente, rochas com maior percentual de microporosidade apresentam velocidades elásticas menores.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACOCELLA, A.; TURRINI, D. Formation, appearance and characterization of travertine: in Sienese travertine. Alinea, Florence, 2010, 303p. Disponível em: http://issuu.com/materialdesign/docs/travertino_tutto_doppiepag/9>. Acesso em: 17 jan. 2014.

ADAMS, A. E.; MACKENZIE, W. S.; GUILFORD, C. Atlas of Sementary rock under the microscope. Great Britain: ELBS, ed. 1, 108 p, 1988.

AHR, W. M.; ALLEN, D.; BOYD A.; BACHMAN, H. N.; CLERKE, E. A.; SMITHSON, T.; GZARA, K.; HASSALL, J.; MURTY, C.; ZUBARI, H.; RAMAMOORTHY, R. **Confronting the carbonate conundrum.** Schlumberger Oil field, Rev. p. 18 – 29, 2005.

AKBAR, M.; ALGHAMDI, H.; ALLEN, D.; CARNEGIE, A.; DUTTA, D.; OLESEN, J. R.; CHOURASIYA, R. D.; LOGAN, D.; STIEF, D.; NETHERWOOD, R.; RUSSEL, S. D.; SAXEMA, M. **Evaluation of carbonate reservoirs**. Oil field Review, p. 20 - 43, 2001.

ANDRÄ, H.; COMBARET, N.; DVORKIN, J.; GLATT, E.; HAN, J.; KABEL, M.; KEEHM, Y.; KRZIKALLA, F.; LEE, M.; MADONNA, C.;MARSH, M.; MUKERJI, T.; SAENGER, E.; SAIN, R.; SAXENA, N.; RICKER, S.; WIEGMANN, A.; ZHAN, X. **Digital rock physics benchmarks - part I: Imaging and segmentation. Computers & Geosciences**, 50, pp. 25 – 32, 2013.

ANP-AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO. Anuário estatístico brasileiro do petróleo e do gás natural. Rio de Janeiro, 135p, 2001.

ANTONIASSI, J. L. A difração de raios X com o método de Rietveld aplicada à bauxita de Porto Trombetas. 111 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mineral) – Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo. Escola Politécnica. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

ARARIPE, P. T; FEIJÓ, F. J. **Bacia Potiguar**. Boletim de geociência da Petrobrás, Rio de Janeiro, v. 8, n. 2, p-127-141, jan/mar. 1994.

ASSINE, M. L. Análise Estratigráfica da Bacia do Araripe, Nordeste do Brasil. Revista Brasileira de Geociências, São Paulo, v.22, n. 3, p. 289-300, 1992.

CAVALCANTI, B.M., SOARES, J.A.; FREIRE, L.A.; Sousa, W.B.; TABOSA, L.D.G. Análise Petrofísica de Carbonatos da Formação Jandaíra, Bacia Potiguar. 13th International Congress of the Brazilian Geophysical Society.Rio de Janeiro, 2013.

CAMPOS NETO, O.P.A.; LIMA, W. S.; CRUZ, F. E. G. **Bacia de Sergipe - Alagoas**. Boletim de Geociências daPetrobras, Rio de Janeiro, v. 15, n. 2, p. 405-415, maio 2007.

COSTA, P. P. B. Influência da dolomitização como mecanismo responsável pela criação da porosidade nos calcarenitos oolíticos/oncolíticos do membro maruim da formação riachuelo de idade albiana da bacia sergipe-alagoas. Monografia apresentada ao curso de geologia, Universidade Federal da Bahia, 2011.

CRUZ, L. R. **Caracterização tectono-estratigráfica da sequência transicional na subbacia de Sergipe**. 2008. 163f. Tese (Doutorado em Geodinâmica) – Centro de Ciência Exatas e da Terra, Programa de Pós-Graduação em Geodinâmica e Geofísica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008.

CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. Elements of X-Ray Diffraction, 3 ed, Upper Saddle River: Prentice Hall, 678 p, 2001.

DANTAS, F, E. P. Gravimetria e Sensoriamento Remoto: uma aplicação ao estudo da tectônica recente entre Macau e São Bento do Norte (RN). 1998. 98f. Dissertação (Mestrado em Geofísica) – Programa em Pós-Graduação em Geodinâmica e Geofísica, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 1998.

DVORKIN, J.; DERZHI, N.; FANG, Q.; NUR, A.; NUR, B.; GRADER, A.; BALDWIN, C.; TONO, H.; DIAZ, E. From micro to reservoir scale: Permeability from digital experiments. The Leading Edge, Society of Petroleum Geophysicists. Tulsa, EUA, pp. 1446-1453, 2009.

ERDÓCIA, F. A. B. **Difração de raios X em minerais Bauxitas e análises através de refinamento pelo método de Rietveld**, dissertação de mestrado – programa de pósgraduação em física, Universidade Federal do Pará, Belém do Pará, 2011.

FALCONE, C. L. O. Sedimentação mista carbonato-siliciclástico durante o Albo-aptiano na porção emersa da Bacia Sergipe-Alagoas. 2006. 193f. Tese (Doutorado em Geologia Sedimentar) – Centro de Ciência Exatas e Tecnológicas, Curso de Pós-Graduação em Geologia, Universidade do Vale do Rio dos Sinos, São Leopoldo, 2006.

FEIJÓ, F. J. Bacias de Sergipe e Alagoas. Boletim de Geociências da Petrobrás, Rio de Janeiro, v. 8, n.1, p. 149-161, jan./mar. 1994.

FOLK, R. L. **Spectral Subdivision of Limestone Types**.Symposium American Association Petroleum Geologists memoir, p. 62-84, 1962.

FORMOSO, M. L. L. **Difratometria de Raios** X. In: GOMES, C. B. (Org.). Técnicas Analíticas Instrumentais Aplicadas à Geologia, São Paulo: Edgard Blücher Ltda., p.1-43, 1984.

FRANÇOLIN & SZATMARI (1989). In: DANTAS, E. P. Gravimetria e Sensoriamento
Remoto: uma aplicação ao estudo da tectônica recente entre Macau e São Bento do Norte.
97p. Natal. Dissertação (Mestrado em Geodinâmica e Geofísica). CCET, UFRN, 1998.

GEOLOGIA EM FOCO, disponível em: http://geologia-emfoco.blogspot.com.br/2011/07/petrofisica.html, acessado em: 19 de janeiro de 2017.

GOBBO, L. A. Aplicação da difração de raios X e método Rietveld no estudo de cimento Portland. 251 p. Tese (Doutorado em Recursos Minerais e Hidrogeologia) – Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

GURJÃO, K.G.R.; SOARES, J.A.; BARBOSA, J.A.; GOMES, I.F.; FIGUEIREDO, A.N. **Petrophysics of carbonatic and evaporitic rocks from Araripe Basin**. 13th International Congress of the Brazilian Geophysical Society.Rio de Janeiro, 2013.

JENKINS, R., SNYDER, R. L. Introduction to X-ray Powder Diffractometry.Wiley-Interscience, vol. 138. New York, 1996.

KAHN, H. Difração de Raios X, 2000. 18 p. Disponível em<http://www.angelfire.com/crazy3/qfl2308/1_multipart_xF8FF_2_DIFRACAO.pdf>. Acesso em: 23de Janeiro de 2017.

KAPLAN, I. Física Nuclear. 2 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 727 p., 1978.

KELLNER, A. W. A. Membro Romualdo da Formação Santana, Chapada do Araripe,
CE: Um dos mais importantes depósitos fossilíferos do Cretáceo brasileiro. In: Sítios
Paleontológicos e Geológicos do Brasil. Brasília: DNPM, v.1. p. 122-130, 2002.

KNACKSTEDT, M. A.; LATHAM, S.; MADADI, M.; SHEPPARD, A.; VARSLOT, T.; ARNS, C. Digital rock physics: 3D imaging of core material and correlations to acoustic and flow properties. The Leading Edge, Society of Petroleum Geophysicists. Tulsa, EUA, pp. 28-33, 2009.

KNOLL, G. F. Radiation Detection and Measurement. 3 ed. New York: John Wiley & Sons, Inc. 802 p., 2000.

LUCIA, F.J. Rock-fabric/petrophysical classification of carbonate por espace for reservoir characterization. AAPG Bulletin, V. 79, N° 9, 1275-1300, 1995.

MAYO, S.; CHEN, F.; EVANS, R. Micron-scale 3D imaging of wood and plant microstructure using high-resolution X-ray phase-contrast microtomography. Journal of Structural Biology, 171(2), p. 182 – 188, 2010.

MEDEIROS, L. C. **Petrofísica computacional aplicada.** Trabalho de conclusão do curso de Engenharia de petróleo, Universidade Federal de Campina Grande, 2013.

MEES, F.; SWENNEN, R.; VAN GEET, M. & JACOBS, P. Applications of X-ray computed tomography in the geosciences, in: Applications of X-ray Computed Tomography in the Geosciences, Published by The Geological Society. London, 2003.

NETO, J. M. M. HEGARTY, K; KARNER, G. D. Abordagem preliminar sobre paleotemperatura e evolução do relevo da Bacia do Araripe, Nordeste do Brasil, a partir da análise de traços de fissão em apatita. Boletim de Geociência da Petrobrás, Rio de Janeiro, v. 14, n. 1, p. 113-119, 2005.

NETO, O. C. P; SOARES, U. M; SILVA, J.G. S; ROESNER, E. H; FLORENCIO, C. P; SOUZA, C. A. V. **Bacia Potiguar**. Boletim de Geociência da Petrobrás, Rio de Janeiro, v. 15, n.2, p. 357-369, maio/nov. 2007.

NOVAES, R. L. M. Morcegos da Chapada do Araripe, Nordeste do Brasil, 2014.

PANALYTICAL, X-Pert PRO: X-ray diffraction system. User's Guide. 4 ed. 2002.

PESSOA NETO, O. C.; SOARES, U. M.; SILVA, J.G. F.; ROESNER, E. H.; FLORENCIO, C. P.; SOUZA, C. A. V. **Bacia Potiguar.** Boletim de Geociência da Petrobrás, Rio de Janeiro, v. 15, n.2, p. 4, maio/nov. 2007.

PERCHASKY, V. K., ZAVALIJ, P. Y. Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization os Materials. Springer, USA, 2005.

PONTE, F. C; APPI, C. J; **Proposta de Revisão da Coluna Litoestratigráfica da Bacia do Araripe**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, Natal, Sociedade Brasileira de Geologia, P. 211-226, 1990.

PORTO, A. L. Estimação de propriedades petrofísicas de rochas sedimentares a partir de imagens microtomográficas de raios-x. Tese de doutorado, Centro de Ciências e tecnologia, programa de pós-Graduação em engenharia de processos, Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), 2015. QUEIROZ, A.; KUROSAWA, R.; BARRETO, R. **Difração de Raios-X**, Universidade Federal de São Paulo (USP), Laborátorio Avançado de Física Computacional, 2013.

REVECO, L. A. Introducción a la descripción de Rocas Sedimentarias. Departamento de Geologia da Universidade de Chile, 2005. Disponível em: < http://mct.dgf.uchile.cl/AREAS/mine_mod23.pdf> Acesso em: 18 abr. 2014.

RIBEIRO, G.A.V. **Estudo Petrofísico de Rochas Carbonáticas do Menbro Maruim**, Formação Riachuelo, Bacia de Sergipe. Monografia submetida ao curso de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Campina Grande. 64pp, 2014.

SANTOS, S. C. N. Análise estratigráfica e caracterização faciológica de depósitos sedimentares neocretácicos pertencentes à Formação Açu, Bacia Potiguar emersa-RN. 2009. 60f. Dissertação (Mestrado em Geociências) – Instituto de Geociência, Programa de Pós-Graduação em Geociências, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

SCHALLER, H. **Revisão estratigráfica da Bacia de Sergipe/Alagoas.** Boletim de Geociências da Petrobrás, Rio de Janeiro, v. 12, n.1, p. 21-86, 1969.

SILVA, A. L.**Caracterização mineralógica por difração de raios x e determinação de terras raras por ICP-MS de rochas da região sul da Bahia**, dissertação de mestrado, Belo Horizonte, 2013.

SILVA, M. A. M. Lower Cretaceous unconformity truncating evaporate-carbonate sequence, Araripe Basin, Northeastern Brazil.Revista Brasileira de Geociências, São Paulo, v.16, n.3, p.306-310, 1986.

SOARES, J. A. **Propriedades Físicas das Rochas**. Boletim SBGF. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Geofísica, n.1, 2011.

SOUSA, J. F.; VIDAL, F. W. H. Rochas Carbonáticas, Centro de tecnologia mineral (CETEM), Rio de Janeiro, 2005.

STOA USP – StoaWiki - Universidade de São Paulo, 2009. Disponível em: http://wiki.stoa.usp.br/Usu%C3%A1rio:Clovisdsn> Acesso em: 23 de janeiro de 2017.

STEPPE, K.; CNUDDE, V.; GIRARD, C.; LEMEUR, R.; CNUDDE, J.P.; JACOBS, P.Use of X-ray computed microtomography for non-invasive determination of wood anatomical characteristics. Journal of Structural Biology. v. 148, p. 11–21, 2004.

SUGUIO, K. Geologia Sedimentar. 1. Edição. São Paulo: Blutcher, 2003.

TERRA, G. J. S.; SPADINI, A.; FRANÇA, A.; SOMBRA, C.; ZAMBONATO, E.; JUSCHAKS, L. C.; ARIENTI, L.; ERTHAL, M.; BLAUTH, M.; FRANCO, M. Classificação de rochas carbonáticas aplicável às bacias sedimentares brasileiras, Boletim de Geociências da Petrobras, Rio de Janeiro, v. 18, n. 1, p. 9-29, maio 2010.

TIBANA, P; TERRA, G. J. S. **Sequências carbonáticas do Cretáceo da Bacia Potiguar**. Boletim de Geociências da Petrobrás, Rio de Janeiro, v. 24, n. 3, p. 174-183, 1981.

TUCKER, M. E.; WRIGHT, V. P. Carbonate Sedimentologia. y.1.ed. London: Blackwell, 482p, 1990.

VASCONCELOS, E. P; NETO, F. F. L; ROOS, S. Unidades de correlação da Formação Açu – Bacia Potiguar. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, Natal: Sociedade Brasileira de Geologia, 1990.

VIDAL, F. W. L.; PADILHA, M. W. M.; OLIVEIRA, R. R. Aspectos Geológicos da Bacia do Araripe e do Aproveitamento dos Rejeitos da Pedra Cariri-Ceará. In: V° simpósio de rochas ornamentais do nordeste, Pernambuco, 2005.

VIDAL, A.D. Quantificação da Macro e Micro Porosidade e sua Conectividade em Rochas Carbonáticas por Microtomografia de Raios X. Monografia submetida ao curso de Engenharia de Petróleo da Universidade Federal de Campina Grande. 19pp, 2016.

WERNERSSON, E.L.G.; BRUN, A.; C.L.L.HENDRIKS.Segmentation of wood fibres in **3D CT images using graph cuts**. Lecture Notes in Computer Science (LNCS), 2009, volume 5716, p. 92-102, 2009.