

TÉCNICAS DE PREPARAÇÃO DE LÂMINAS PETROGRÁFICAS E DE MOLDES DE POROS NA PETROBRÁS

TECHNIQUES OF PETROGRAPHIC THIN SECTION AND PORE
CAST PREPARATION AT PETROBRÁS

Pedro de Cesero, Luiz Miguel Mauro e Luiz Fernando De Ros⁽¹⁾

RESUMO — Muitos dos maiores progressos recentes da petrologia sedimentar e do estudo de rochas-reservatório de hidrocarbonetos foram produto da evolução das técnicas de preparação de amostras e de análise petrográfica. A simples impregnação de rochas com resinas coloridas para a confecção de lâminas delgadas permitiu desenvolvimentos importantes do conhecimento acerca da geometria e da evolução genética do sistema poroso das rochas-reservatório, bem como a aplicação de técnicas analíticas sofisticadas, como microsonda, catodoluminescência e inclusões fluidas em rochas sedimentares porosas e comumente friáveis. Este trabalho resume as técnicas de preparação de lâminas delgadas e de moldes de poros. Estes moldes são obtidos por dissolução ácida dos minerais de rochas após sua impregnação, técnica desenvolvida no laboratório petrográfico do CENPES. Procurou-se desenvolver métodos simples de impregnação, utilizando-se produtos nacionais, baratos e de fácil manipulação. Para a confecção de lâminas especiais foram desenvolvidas técnicas que empregam vaselina líquida. Os procedimentos, materiais e equipamentos são acessíveis aos laboratórios modestos e resultam em expressivo incremento da qualidade em relação às sistemáticas convencionais de preparação.

ABSTRACT — *Most recent major progress in sedimentary petrology and the study of reservoir rocks has been a product of the evolution of sample preparation and petrographic analysis techniques. The simple impregnation of rock with stained resins for making thin-sections has afforded important developments in our knowledge of the geometry and genetic evolution of the pore systems of reservoir rocks, as well as in the application of sophisticated analytical techniques (such as microprobe, cathodoluminescence, and fluid inclusions) to the porous, commonly friable sedimentary rocks. This paper summarizes a technique for the preparation of thin-sections and pore casts (made by acid dissolution of rock minerals following impregnation) developed at the laboratory of the PETROBRÁS Research Center (CENPES). The aim was to develop simple impregnation procedures using liquid vaseline. The procedures, materials, and equipment are accessible for small laboratories but result in a substantial quality increase over conventional preparation systems.*

(Originais recebidos em 21.02.89.)

1 — INTRODUÇÃO

A petrografia, desenvolvida por Sorby no século passado, constitui hoje uma ferramenta importante praticamente em qualquer trabalho de geologia. Com a demanda crescente de trabalhos de geologia pela indústria do petróleo, a petrografia sedimentar sofreu um impulso muito grande e necessitou se adaptar às suas necessidades.

Mesmo com o desenvolvimento da microscopia eletrônica, da difratometria de raios X e de outras técnicas mais

sofisticadas, a petrografia óptica constitui ainda o ponto de partida de qualquer estudo petrológico mais refinado.

Com o advento dos estudos de catodoluminescência, microsonda e de outras análises petrológicas sofisticadas, realizadas em lâminas delgadas, foi necessário abolir o uso do tradicional bálsamo do Canadá e procurar resinas alternativas para compatibilizar a confecção das lâminas com as condições analíticas destes equipamentos. Estas novas resinas mostram uma série de vantagens, sendo mais baratas, mais re-

1 - CENPES/DIGER/SEGEX
Cidade Universitária, Quadra 7,
Ilha do Fundão, CEP 21910,
Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

sistentes ao tempo, de mais simples manipulação, pois são trabalhadas a frio, e facilmente encontráveis em nosso mercado.

Na geologia de rochas-reservatório de hidrocarbonetos, a análise das relações entre as rochas e seus sistemas porosos vem despertando crescente interesse, desenvolvendo-se trabalhos de petrografia como ferramenta específica para a modelagem do espaço poroso. Para isto, foram desenvolvidas técnicas de impregnação com resinas coloridas. Estas técnicas, além de propiciar uma melhor definição da porosidade, permitem o endurecimento de rochas friáveis, viabilizando a confecção de lâminas de boa qualidade, antes um tormento dos técnicos em laminação. A experiência tem mostrado que a impregnação é de grande valia também para rochas macias não-sedimentares e para confecção de lâminas de paleossolos. São relativamente raras as rochas friáveis não passíveis de serem impregnadas.

A impregnação também propiciou o desenvolvimento de uma nova técnica de estudos de caracterização do espaço poroso através dos moldes de poros. Esta técnica consiste em impregnar a rocha e, posteriormente, dissolver os grãos minerais da mesma. Como produto final têm-se moldes dos poros em três dimensões, que podem ser analisados com lupa estereoscópica ou com o microscópio eletrônico de varredura.

Os laboratórios da PETROBRÁS vêm, por quase três décadas, acumulando experiências na arte de confeccionar lâminas delgadas, porém com pouco ou quase nenhum registro destes desenvolvimentos. A preocupação foi sempre a de desenvolver técnicas cada vez mais eficientes e de baixo custo, buscando alternativas de equipamentos e de materiais disponíveis em nosso mercado.

A maior parte destas técnicas são perfeitamente aplicáveis na confecção de lâminas em rochas de qualquer natureza (ígneas, metamórficas, sedimentares, solos). O presente trabalho busca fornecer, portanto, uma contribuição tecnológica à comunidade das geociências no

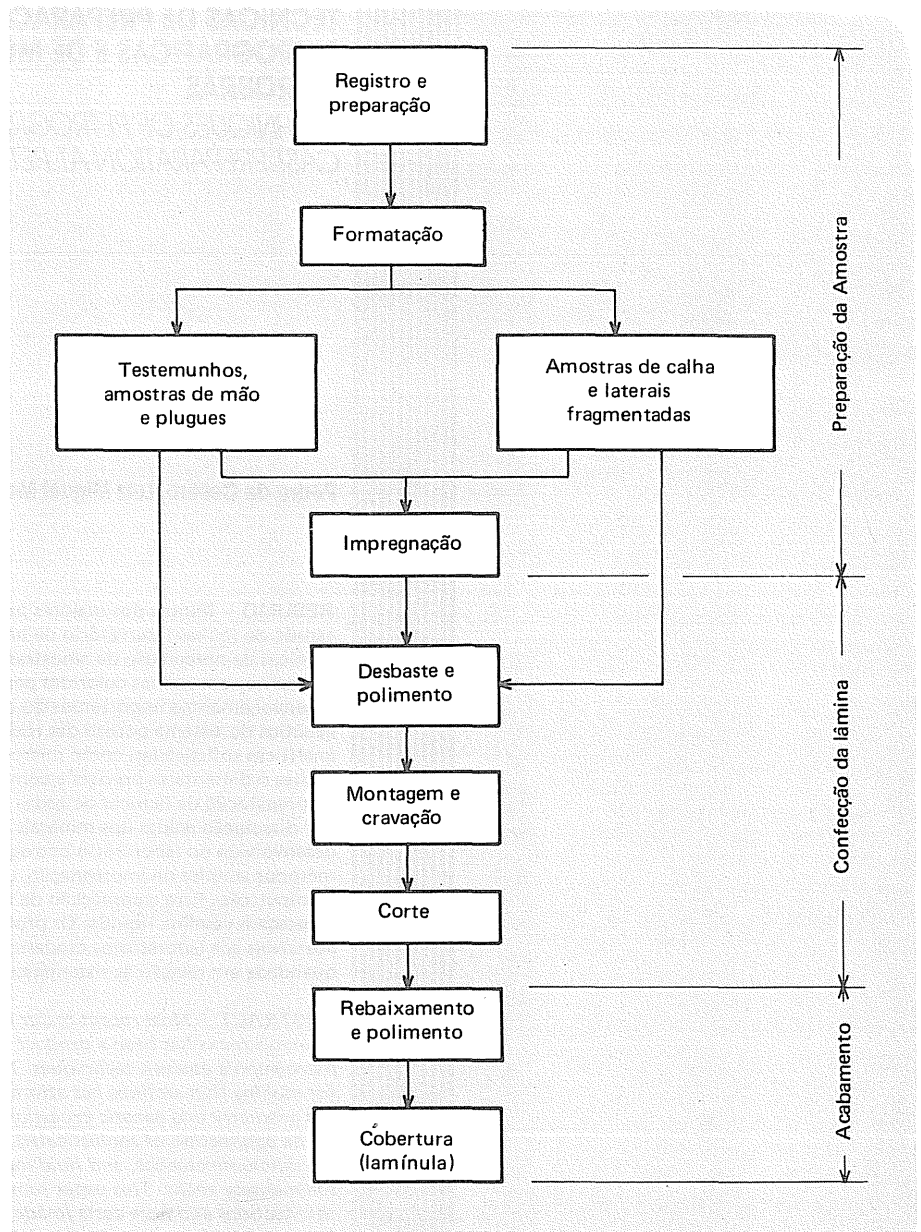


Fig. 1 - Fluxograma dos procedimentos de confecção de lâminas petrográficas (modificado de PETROBRÁS/CONTEC, 1985).

Fig. 1 - Flow chart of petrographic thin-section preparation (modified from PETROBRÁS/CONTEC, 1985).

País.

Parte do que está aqui contido encontra-se na Norma Técnica N-1994 da Comissão de Normas Técnicas da PETROBRÁS (CONTEC).

2 - FLUXOGRAMA DA CONFEÇÃO DE LÂMINAS DELGADAS

A técnica para confecção de lâminas em nossos laboratórios obedece a um fluxograma (fig. 1) que compreende três etapas principais: preparação da amostra, confecção da lâmina propriamente dita e acabamento. Cada uma destas etapas envolve uma série de operações que

serão descritas em detalhe neste trabalho.

3 - PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

3.1 - Registro e Preparação

As amostras de rochas podem ser agrupadas em três tipos: amostras de mão, de testemunhos e fragmentadas. As amostras de mão são coletadas em afloramentos. As de testemunhos são tomadas a partir de testemunhagem (foto 1) ou de corte lateral em paredes de poços.

Em geologia de reservatórios é prática normal confeccionar lâminas petrográfi-

cas a partir das extremidades dos plugues (foto 2) cortados para ensaios petrofísicos de rotina (porosidade, permeabilidade) ou especiais (pressão capilar, permeabilidade relativa). Tal prática permite relacionar os valores das análises petrofísicas (porosidade, permeabilidade, pressão capilar) com os atributos petrográficos da rocha.

As amostras fragmentadas são as triadas de amostras de calha de sondagem ou mesmo de pedaços de amostras laterais coletadas em poços de óleo e/ou de gás.

Para efeitos práticos de preparação para lâminas, as amostras de rocha podem ser agrupadas em dois tipos: as integrais, que incluem as de mão e de testemunhos (fig. 2A), e as fragmentadas (fig. 3A). Como as amostras de plugues também são coletadas de testemunhos, elas podem ser incluídas entre as amostras integrais. Os procedimentos de preparação de lâminas de um e de outro tipo estão ilustrados nas figuras 2 e 3.

Ao chegarem ao laboratório, as amostras recebem um número de registro cronológico. O registro em livro deve conter os dados principais da amostra. No caso das amostras de mão, as indicações de número de projeto, dados geográficos, geológicos e/ou estratigráficos. Os registros das amostras de testemunhos devem conter a sigla do poço, número do testemunho, profundidade da amostra, unidade estratigráfica e categoria da litolo-

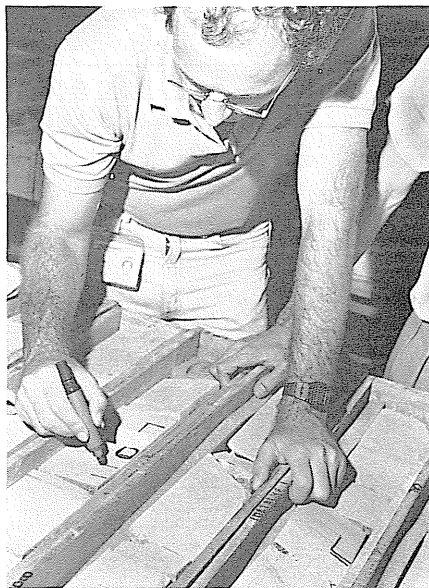


Foto 1 - Seleção dos pontos de corte de lâminas petrográficas de um testemunho.

Photo 1 - Selection of points for petrographic thin-section cut from a core.

gia (folhelho, basalto, arenito, carbonato).

As amostras fragmentadas devem ser identificadas pela sigla do poço, profundidade (intervalo) da amostragem, unidade estratigráfica e todas as informações necessárias à sua localização e interpretação.

É importante observar que este número cronológico constitui a única referência até o final da confecção da lâmina, por isto deve-se ter o cuidado de que o mesmo seja preservado e se mantenha nítido durante todas as operações subsequentes.

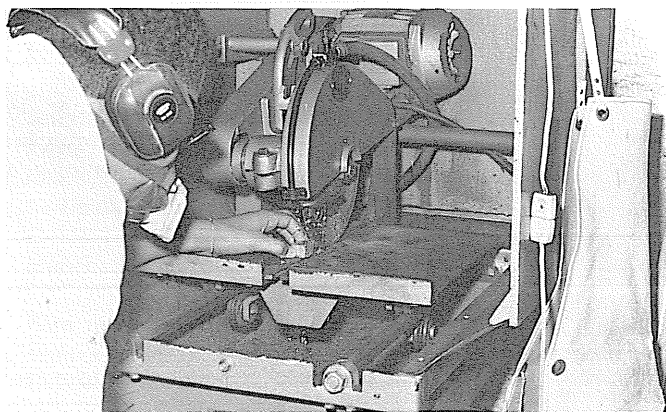


Foto 3 - Serra diamantada para corte de pequenos paralelepípedos ("tijolinhos") de rocha.

Photo 3 - Diamond saw for the cutting of small blocks of rock.

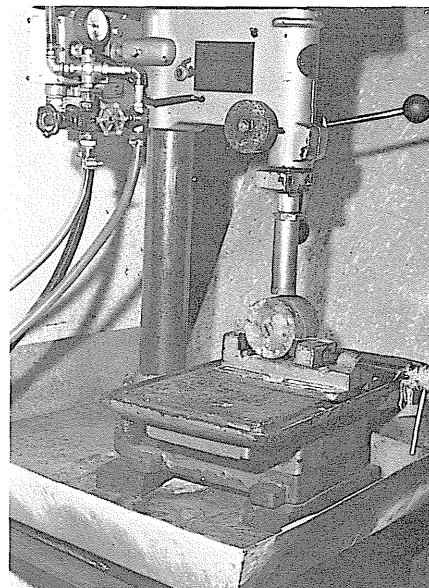


Foto 2 - Máquina de corte de plugues de 1,5 polegadas de diâmetro.

Photo 2 - Device for 1.5-inch diameter plug cuts.

3.2 — Formatação da Amostra

Das amostras de testemunho ou de mão são cortados paralelepípedos com dimensões aproximadas de 2 x 3,5 x 1,5 cm (fig. 2B), comumente chamadas de "tijolinhos", com uma pequena serra diamantada (foto 3) de acordo com a orientação do petrógrafo.

As amostras de plugues são de forma cilíndrica, com altura em torno de 1 cm e diâmetro de 2,5 ou 3,8 cm (1 ou 1,5 polegadas).

Nestes tijolinhos ou cilindros escreve-se o número de registro cronológico com *tinta nanquim* para que se mantenha visível até a colagem da amostra à lâmina. Nas amostras a serem impregnadas com resinas coloridas recomenda-se o uso de uma fita plástica auto-adesiva com estes números em relevo (sistema Dymo ou similar — foto 4), pois os números escritos à tinta normalmente são perdidos neste tipo de operação.

As amostras fragmentadas (fig. 3A), previamente triadas, são colocadas no interior de tampas plásticas, de 2,5 cm de diâmetro e 0,5 cm de altura (fig. 3A) para agrupá-las e obter-se um maior número de fragmentos na lâmina. O uso de tampas plásticas, por sua vez, é recomendável por seu baixo custo e pela facilidade de se remover a montagem após o endurecimento da resina no interior da mesma.

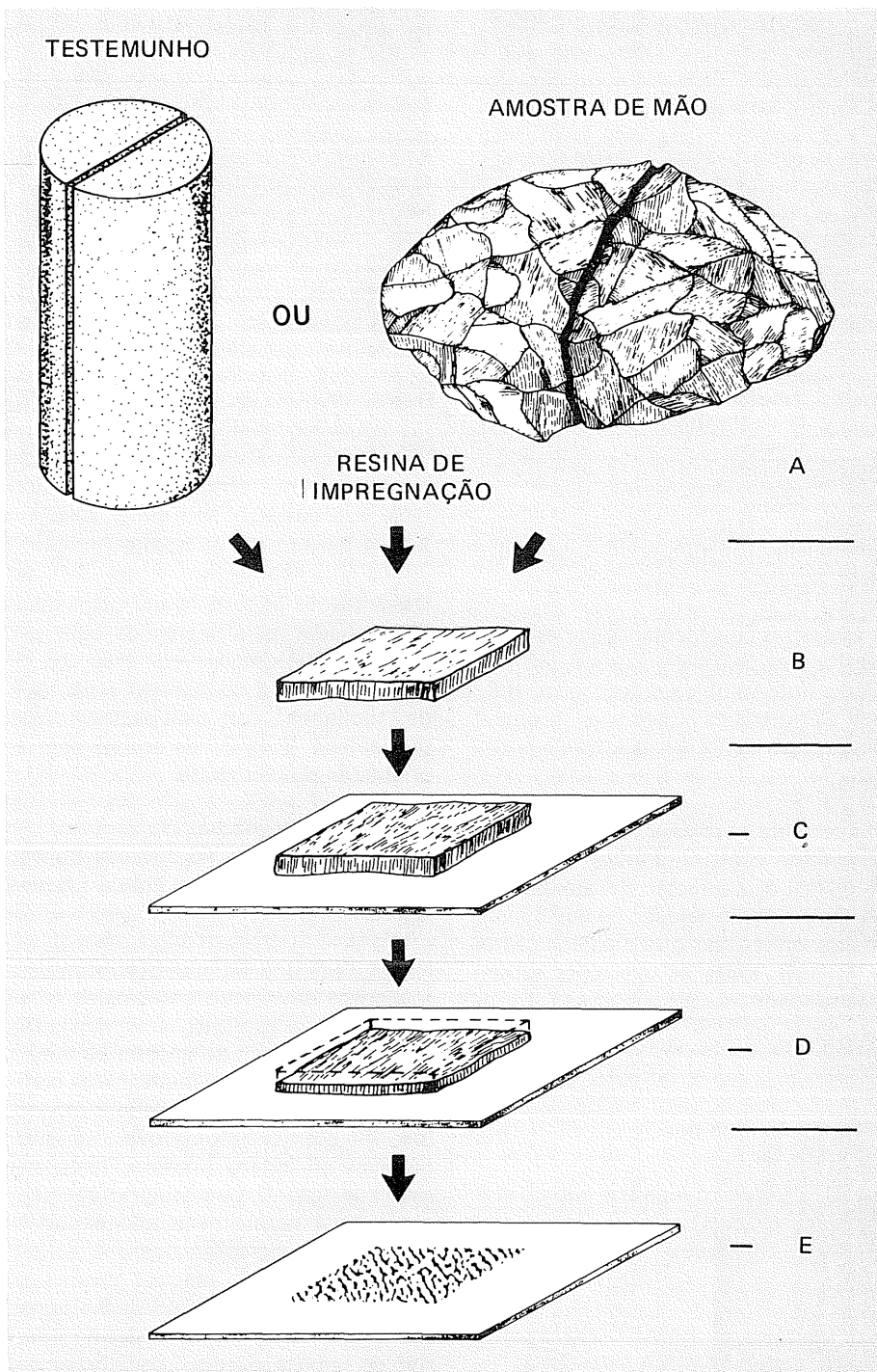


Fig. 2 - Seqüência esquemática da preparação de lâminas impregnadas de amostras integrais (modificado de PETROBRÁS/CONTEC, 1985). A - amostras integrais; B - amostra formatada; C - amostra colada na lâmina; D - amostra cortada com espessura menor que 2 mm; E - amostra rebaixada com o acabamento final.

Fig. 2 - Schematic sequence of preparation of impregnated thin-sections from integral samples (modified from PETROBRÁS/CONTEC, 1985). A - integral samples; B - shaped sample; C - sample glued on glass slide; D - sample cut, less than 2 mm thick; E - thinned and finished thin-section.

As técnicas de preparação de amostras fragmentadas são descritas detalhadamente no item 7.

3.3 - Impregnação

Em essência, a impregnação consiste na introdução de uma resina líquida com endurecedor nos poros das rochas por meio de vácuo. Após algumas horas, estas resinas têm a propriedade de se solidificar, por polimerização, no interior dos poros, promovendo desta forma o endurecimento da rocha.

Obviamente, a rocha só é passível de ser impregnada se possuir alguma porosidade. Esta impregnação confere à rocha uma dureza tal que viabiliza a confecção de lâminas de amostras friáveis, como solos, rochas alteradas ou pouco cimentadas, praticamente impossíveis de serem confeccionadas sem esta preparação.

Quando for desejável destacar os poros, principalmente em estudo de reservatórios de hidrocarbonetos, adiciona-se um corante para colorir a resina e conseqüentemente o espaço poroso. Normalmente, utilizam-se corantes de cor azul da Prússia que sejam completamente solúveis na resina. Os corantes mais comumente usados são o *azul de oracete* da Ciba Geigy ou o *azul de ceres* da Bayer. Escolheu-se o azul por ser uma cor diferente da dos minerais mais comuns. Entretanto, para estudos de lâminas petrográficas com iluminação do microscópio com luz ultravioleta incidente, utiliza-se a rodamina vermelha, que é fluorescente (GIES, 1984).

Nos laboratórios da PETROBRÁS são usados dois métodos de impregnação: por aquecimento e resfriamento e a vácuo.

3.3.1 - Impregnação por Aquecimento e Resfriamento

A impregnação por aquecimento e resfriamento é um método expedito, usado para amostras de mão e de testemunhos quando se têm poucos tijolinhos, sendo que nestes quase sempre se trabalha

com resina incolor.

Sempre que possível, as operações deste processo deverão ser executadas em capela.

O volume de resina a ser preparado deve bastar para que as amostras fiquem completamente submersas ao serem colocadas no interior do recipiente. Os volumes do recipiente e da mistura deverão ser dimensionados com base nos tamanhos e no número das amostras. Deve-se ter em mente que apenas uma pequena parte da resina é absorvida pela amostra (em torno de 15%) e que o restante deve ser descartado.

A aplicação deste método obedece aos seguintes passos:

- Secar a amostra por, pelo menos, quatro horas, à temperatura de 60 °C numa estufa;
- Preparar uma mistura de resina com 90% de araldite MY-757 e 10% em volume de endurecedor HY-951 (Ciba Geigy), num *becker* de vidro dentro de gelo ou água gelada. Usa-se o frio para esta preparação a fim de retardar o endurecimento da mistura;
- Submergir a amostra ainda quente (60 °C) na resina fria. A absorção será maior ou menor, dependendo da permeabilidade da amostra;
- Retirar a amostra do recipiente e deixar secar à temperatura ambiente. Em caso de urgência, coloca-se sobre uma chapa elétrica regulada a 60 °C.

3.3.2 – Impregnação a Vácuo

A impregnação a vácuo é usada para uma preparação mais cuidadosa e para volumes maiores de amostras. O equipamento necessário para esta operação é relativamente simples, como ilustrado na figura 4, junto à estufa e outros acessórios comuns nos laboratórios petrográficos.

Para maior segurança, estas operações, sempre que possível, deverão ser executadas em capela.

A aplicação deste método obedece às seguintes etapas:

- Colocar a amostra para secagem

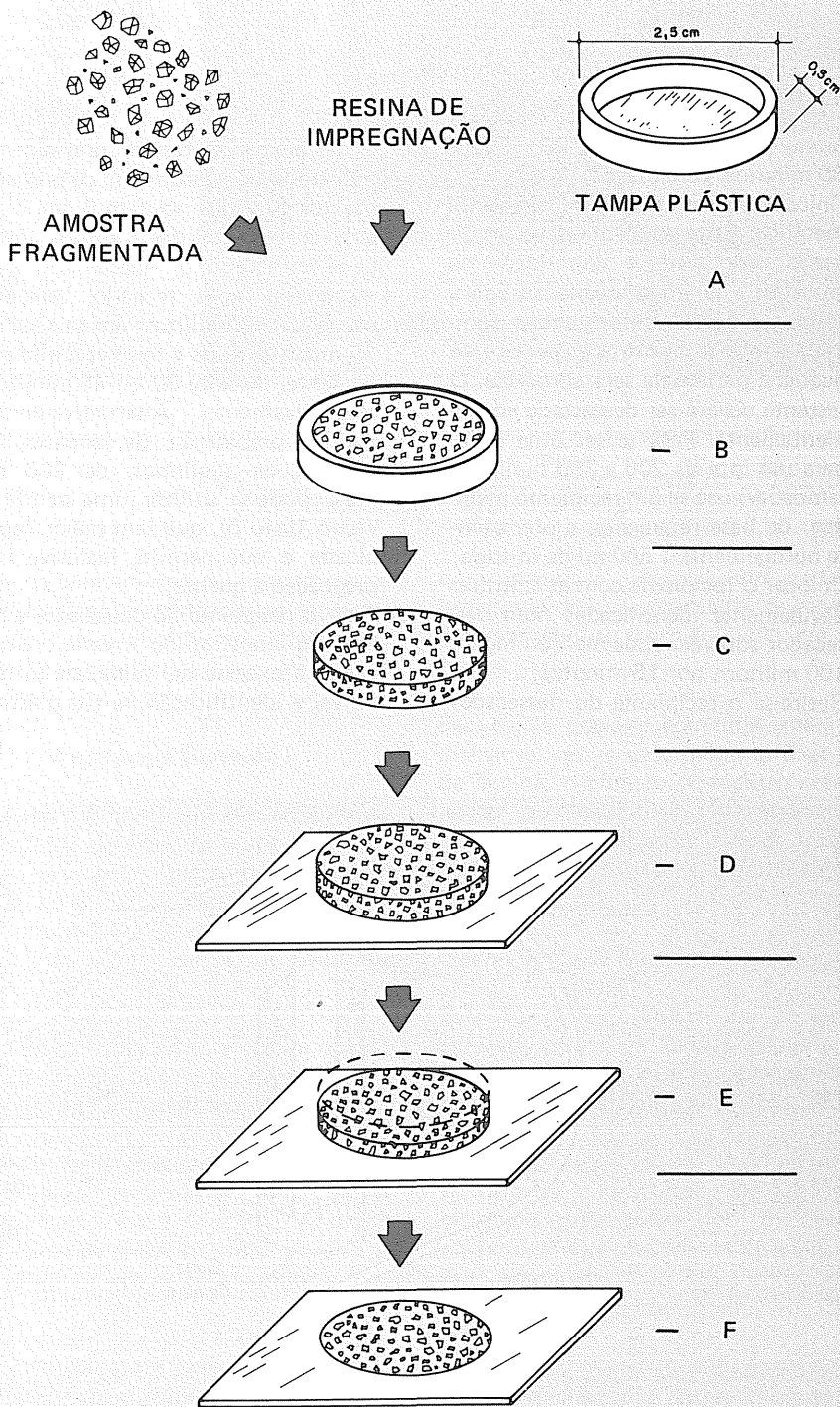


Fig. 3 - Seqüência esquemática da preparação de lâminas impregnadas de amostras fragmentadas (modificado de PETROBRÁS/CONTEC, 1985). A – amostra fragmentada triada; B – amostra no interior da tampa plástica com resina; C – amostra com resina endurecida; D – amostra colada na lâmina; E – amostra cortada a uma espessura menor que 2 mm; F – amostra rebaixada, lâmina acabada.

Fig. 3 - Schematic sequence of preparation of impregnated thin-sections from fragmented samples (cuttings) (modified from PETROBRÁS/CONTEC, 1985). A – selected cuttings; B – cuttings in a plastic cap; C – cuttings with hardened resin; D – sample glued on a glass slide; E – sample cut, less than 2 mm thick; F – thinned and finished thin-section.

numa estufa retilínea a 60 °C por 30 minutos, pelo menos;

- b) Colocar as amostras em recipiente metálico. Este recipiente deve ser dimensionado para a quantidade de amostras a serem impregnadas, pois a resina preparada deverá cobrir completamente as amostras e apenas uma pequena parte dela será absorvida. O restante deverá ser descartado convenientemente. Para se ter uma idéia, para um lote de 200 a 250 tijolinhos (amostras) usa-se um recipiente metálico, de base retangular, e preparam-se normalmente 1 500 ml de mistura;
- c) Colocar o recipiente com as amostras devidamente identificadas num dessecador sob vácuo, de mais ou menos 100 militorr, por 15 minutos;
- d) Retira-se o recipiente do dessecador

e) e derrama-se a resina, previamente preparada de acordo com os procedimentos contidos no item 6, até o recobrimento total das amostras. Coloca-se novamente o recipiente no dessecador e, após fechá-lo, aplica-se vácuo de 100 militorr em sessões de 15 minutos, duas a três vezes alternadamente, durante 30 ou 45 minutos, respectivamente. Alternativamente, para a preparação de quantidades maiores de tijolinhos, de 200 ou mais, pode-se utilizar uma estufa a vácuo (foto 5), que tem maior capacidade e que permite inclusive impregnação a quente;

- e) Tirar o recipiente do dessecador e retirar as amostras do mesmo, removendo o excesso de resina, até tornar visível a identificação na fita plástica

auto-adesiva, colocando-as em bandeja recoberta por papel;

- f) Colocar a bandeja com as amostras sob vácuo por 15 a 30 minutos e, posteriormente, em temperatura ambiente por aproximadamente oito horas até a secagem total.

Cabe lembrar que, em todas as operações com epóxi, deve haver absoluto controle do tempo de cura, pois o excesso do mesmo deve ser descartado antes de endurecer para poder-se identificar convenientemente as amostras e recuperar os recipientes de preparo do mesmo.

Outro cuidado extremamente importante ao se trabalhar com resinas epóxi é sua remoção dos equipamentos e recipientes por lavagem com álcool assim

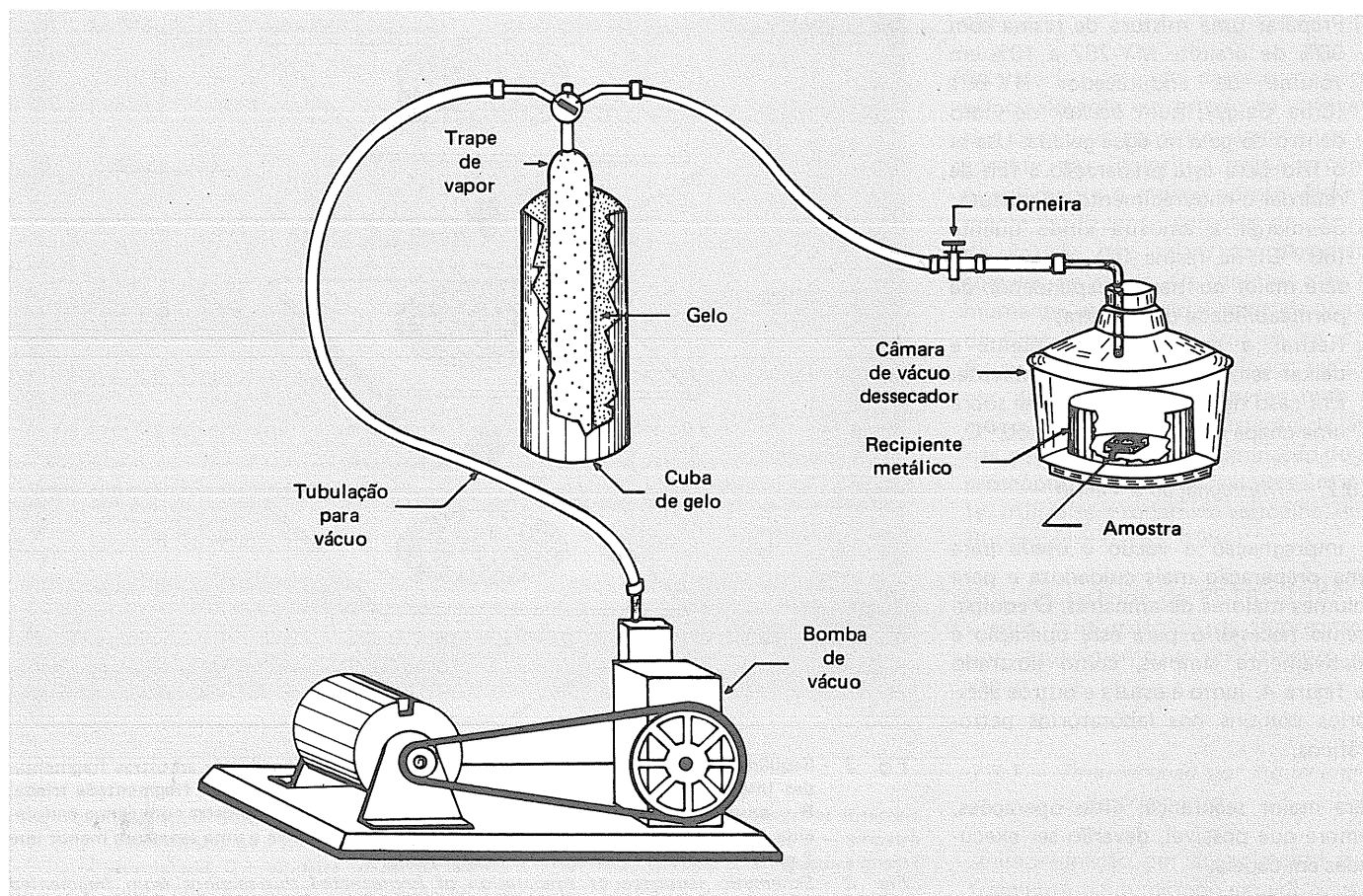


Fig. 4 - Esquema de um equipamento simples para impregnação (PETROBRÁS/CONTEC, 1985).
Fig. 4 - Scheme of a simple impregnation device (PETROBRÁS/CONTEC, 1985).

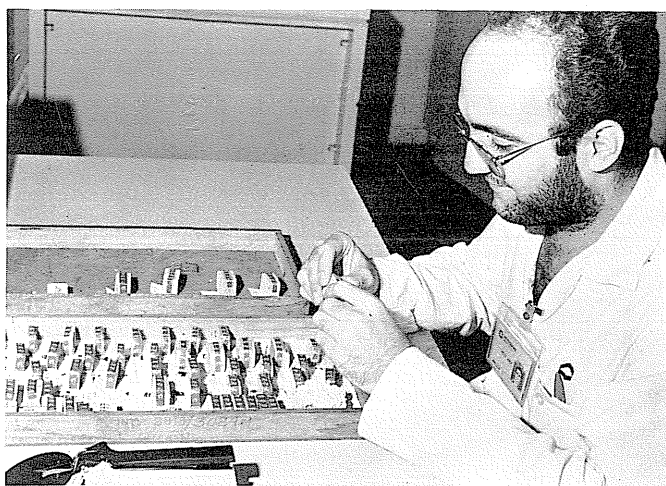


Foto 4 - Identificação das amostras com etiquetas plásticas Dymo.
Photo 4 - Sample identification using Dymo plastic labels.



Foto 5 - Colocação das amostras dentro de recipiente metálico para impregnação em estufa à vácuo.
Photo 5 - Setting of samples within a metallic container for impregnation in vacuum oven.

que for concluída a operação, antes de se iniciar seu endurecimento. A falta deste cuidado traz o risco de perder definitivamente estes equipamentos e recipientes.

Também deve-se lembrar que o descarte da resina e do álcool deve ser feito em tambores, junto ao lixo dos laboratórios, e nunca pelo sistema hidráulico, pois com certeza ele será irremediavelmente entupido.

5 - CONFEÇÃO DA LÂMINA

5.1 - Desbaste e Polimento

Formatada, identificada e impregnada, quando for o caso, a amostra está preparada para a confecção da lâmina propriamente dita.

Esta operação consiste em preparar a face da amostra, normalmente a oposta à da identificação, de maior interesse para ser colada na lâmina de vidro.

Para isto, desbasta-se a face da amostra em questão em politrizes, com uma pasta de abrasivo e água, até a mesma ficar completamente plana e livre de epóxi. O abrasivo a ser usado é o de número 180 ou 320 *mesh* de carboneto de silício, dependendo da dureza da rocha.

É de extrema importância lavar a amostra e manter os discos das politrizes sempre limpos para evitar a contaminação de abrasivos com granulometrias diferentes.

Esta operação deverá ser feita com con-

trole da amostra na lupa estereoscópica para verificar a existência de inclusões de abrasivo e outras imperfeições que poderão comprometer a qualidade da lâmina.

5.2 - Montagem e Gravação

Esta etapa consiste em colar a superfície desbastada da amostra numa lâmina de vidro retangular plana de dimensões 2,5 x 4,5 x 0,2 cm. Para melhor aderência, aconselha-se deixar a superfície da lâmina de vidro a ser colada levemente fosca.

A preparação da mistura é feita num vidro de relógio, mexendo com um bastão de vidro até sua completa homogeneização. Utiliza-se para esta mistura o epóxi MY-750 e o endurecedor HY-837 da Ciba-Geigy nas seguintes proporções volumétricas: 3 x 1,2 x 1 e 1 x 1. O tempo de cura da mistura diminui com o aumento do teor de endurecedor.

Preparadas a amostra, a lâmina e a resina, junta-se a face fosca com a desbastada, ambas com uma gota da mistura, e com fricções laterais eliminam-se todas as bolhas de ar retidas entre elas. A amostra deverá ocupar a parte do meio da lâmina (figs. 2C e 3D), deixando livres mais ou menos 0,5 cm na parte superior e outro tanto na porção oposta para serem escritos os dados identificadores da mesma.

Para uma colagem perfeita, as lâminas devem estar livres de vestígios de gordura. Para isto, é recomendável mantê-las em álcool etílico até seu uso. Também

é recomendável observar uma perfeita horizontalidade das bancadas de serviço onde as lâminas permanecerão em repouso.

Seca a cola, grava-se, com uma caneta de diamante, no verso e próximo à borda da lâmina, o número de registro cronológico do laboratório. Normalmente, utiliza-se a outra parte livre da lâmina para escrever os dados identificadores da amostra.

5.3 - Corte da Amostra

Esta operação consiste em cortar a amostra, colada na lâmina, até uma espessura inferior a 2 mm e perfeitamente paralela à superfície desta (figs. 2D e 3E).

O corte da amostra pode ser feito por máquinas automáticas (foto 6), devendo-se para isto observar os manuais do fabricante. No CENPES, utiliza-se a Microtrin da Microtec modelo 1, 103C (foto 6).

Na falta de máquinas automáticas, pode-se desenvolver um equipamento manual com um motor de esmeril com uma serra de diamante fina, fixada em seu flange, e um braço articulado, com movimento giratório perpendicular a seu eixo. Para a fixação da lâmina recomenda-se um sistema de vácuo, pois os sistemas mecânicos provocam uma perda muito grande por quebra da mesma, com conseqüente queda de produção.

Para uma boa aderência da lâmina no braço (ou no disco de corte automáti-

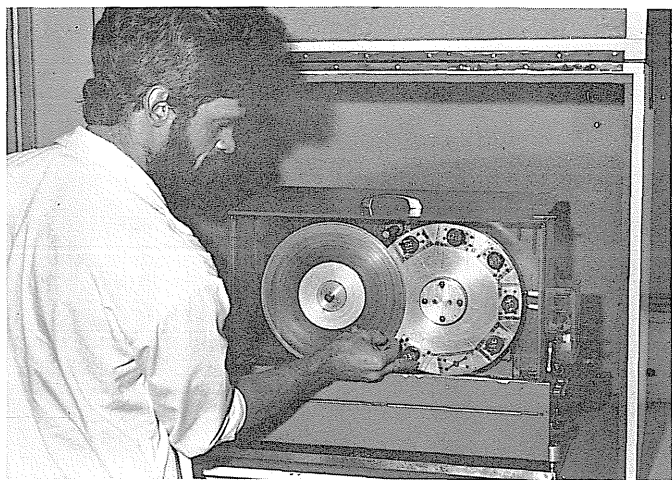


Foto 6 - Equipamento automático Microtrim para corte de amostras já coladas nas lâminas de vidro. Observa-se o disco com fixação a vácuo.

Photo 6 - Automatic Microtrim equipment for cutting samples already glued on glass slides. The sample disc, with vacuum fixation system, is clearly seen.

co), recomenda-se usar um pouco de vaselina entre a superfície da lâmina (a face oposta da amostra) e na porção de sua fixação no braço.

Em ambos os casos a espessura do corte é controlada por um parafuso micrométrico que aproxima da serra diamantada o braço ou o disco da máquina automática.

Embora os equipamentos automáticos sejam eficientes e práticos, a extrema delicadeza de seus acessórios e a dificuldade de se ter uma boa manutenção os tornam, por vezes, problemáticos. Os equipamentos manuais são extremamente simples, baratos, de fácil manutenção, e o produto final é comparável ao das cortadoras automáticas. Desta maneira, as cortadoras manuais competem, por vezes, com vantagem com as automáticas.

6 — ACABAMENTO

6.1 — Rebaixamento e Polimento

A etapa final consiste em rebaixar a amostra até 100 *micra* de espessura através de uma série de politrizes e de abrasivos, preparados sob a forma de pasta, de números 180, 320, 600 e 1 700 *mesh* de carboneto de silício, dependendo da dureza da rocha.

Em seguida, o acabamento e o polimento são feitos em placas de vidro utilizando-se abrasivo de 3 000 *mesh* de carboneto de silício para rochas silicatadas e de óxidos de alumínio para as carbonatadas até atingir a espessura de 30 *micra*.

A verificação da espessura e do paralelismo da amostra na lâmina é feita com o microscópio petrográfico (foto 7). Neste toma-se como referência a birrefringência máxima dos minerais cujas espessuras correspondentes se encontram na tabela de Michel Levy. Sempre que possível, usa-se a birrefringência do quartzo como referência de espessura da amostra na lâmina.

A boa técnica de laminação deve produzir lâminas dentro da espessura padrão, perfeitamente paralelas, polidas e sem aparas (figs. 2E e 3F).

6.2 — Cobertura da Lâmina

Concluída a confecção da lâmina, gravam-se com uma caneta de diamante, no verso e na porção oposta ao número de laboratório, os dados mais importantes da amostra contidos no registro de sua entrada no laboratório.

Tradicionalmente, ao se atingir a espessura de 30 *micra*, cola-se com bálsamo ou epóxi uma lamínula sobre a rocha para melhorar a definição óptica de seus minerais. Entretanto, na PETROBRÁS esta prática foi abandonada, pois a remoção desta lamínula é problemática, impedindo quaisquer outras análises adicionais diretamente sobre a rocha.

Entre os tipos de análises feitas na lâmina descoberta, têm-se os métodos químicos de tingimento, aplicados diretamente na superfície da rocha. Os mais comuns são o método de reconhecimento de carbonatos com uma solução ácida diluída de ferricianeto de potássio e ali-

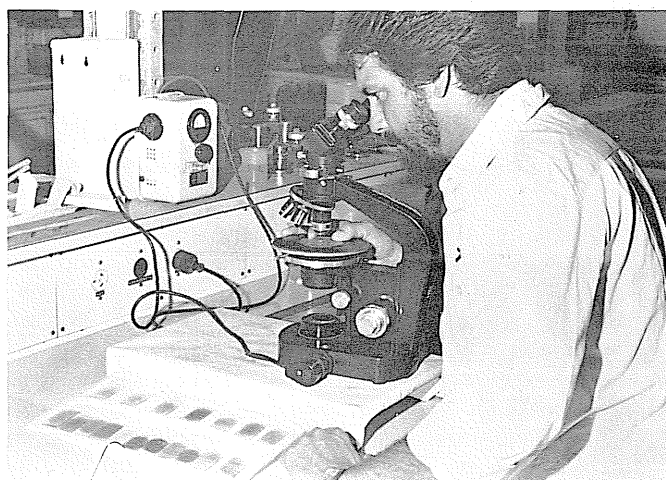


Foto 7 - Controle de qualidade e espessura das lâminas prontas ao microscópio petrográfico.

Photo 7 - Quality and thickness control of finished thin-sections on petrographic microscope.

zarina vermelha S (EVAMY, 1963; CÉSERO, 1987), e o da diferenciação dos feldspatos potássicos com o uso de uma solução de cobaltinitrito de sódio (BAILEY & STEVENS, 1960).

Também a petrografia de catodoluminescência deve ser praticada diretamente sobre a rocha descoberta. Este tipo de análise não pode ser efetuado em lâminas cuja cola é o bálsamo do Canadá, pois este funde-se às elevadas temperaturas do feixe eletrônico.

Os microscópios eletrônicos de varredura permitem uma série de análises sobre a superfície descoberta da lâmina, tais como com microsonda (WDS), elétrons primários (*back-scattering*), energia dispersiva de raios X (EDX) e catodoluminescência.

Na descrição normal usa-se água e recobre-se com lamínula, sem colar, e obtém-se boa definição dos minerais. Outro método é o recobrimento da rocha na lâmina com óleo mineral farmacêutico (Nujol), que, além de dar boa definição de seus minerais, é inerte e proporciona ótimo contraste para fotomicrografia, isso também é muitíssimo mais barato que o óleo de imersão de cedro, normalmente importado. Neste caso, aconselha-se remover este óleo com álcool etílico ou detergente após a análise.

7 — PREPARAÇÃO DE RESINA PARA IMPREGNAÇÃO A VÁCUO

Na preparação da resina epóxi para a impregnação de amostras permeáveis

utilizam-se os reagentes segundo os procedimentos discutidos neste capítulo.

A metodologia de impregnação na PETROBRÁS foi implantada após intenso estudo bibliográfico. Observou-se, contudo, que a maioria utilizava os métodos de vácuo e pressão (RENTON, 1967) de difícil operação e manuseio e que não eliminavam as bolhas de ar retidas na resina.

Além disso, a maior parte dos produtos usados não era encontrada no mercado brasileiro. No trabalho de ÉTIENNE & FOURNIER (1967), obtiveram-se indicações de produtos passíveis de serem encontrados no nosso mercado. Outra referência muito importante foi a obtida nos laboratórios de laminação da SHELL (1979), que mostrou um sistema de impregnação simples e viável para nossas condições. Com os trabalhos de GARDNER (1980) se obteve a constatação experimental da eficiência do sistema de impregnação utilizado nos laboratórios de laminação da PETROBRÁS.

Outro problema foi definir o solvente adequado para diminuir a viscosidade da resina. Os catálogos das resinas apontam como solventes o xilol e a acetona, produtos tóxicos e de difícil manipulação. Após pesquisar tipos alternativos, concluiu-se que o álcool anidro seria o solvente ideal, devido a sua fácil manipulação, baixa toxicidade e alta eficiência.

Cabe salientar que estes procedimentos servem para impregnar rochas de qualquer natureza, bastando para tanto que as mesmas apresentem um mínimo de porosidade.

Optou-se pelo azul por ser uma cor que se distingue dos minerais mais comuns. Entretanto, para a análise da porosidade de rochas em microscopia com iluminação de ultravioleta (UV), tem-se utilizado a Rodamina B, por ser fluorescente. Caso não seja desejável colorir os poros da rocha, pode-se eliminar o corante sem alterar os demais efeitos desta operação.

Os procedimentos aqui descritos serão para um volume de 1 000 ml de resina. Para quantidades diferentes deverá ser observada a proporcionalidade.

a) Reagentes

- azul de oracete (Ciba Geigy) ou de ceres GN (Bayer);
- epóxi Araldite MY 757 (Ciba Geigy);
- catalisador HY 951 (Ciba Geigy);
- álcool anidro.

b) Preparação

Colocar 20 g de azul de Ceres ou 12 g de Oracete em recipiente de vidro de 500 ml. Verter no interior do mesmo 300 ml de álcool anidro (PA) desgaseificado. Misturar bem esta solução e deixar em repouso por algum tempo até decantar a porção não-solúvel do corante. Colocar, em outro recipiente de vidro de 2 000 ml, 105 ml de catalisador e 595 ml de epóxi, misturando-os até a completa homogeneização. Colocar a solução alcoólica de corante no recipiente com epóxi e agitar bem a mistura até sua completa homogeneização.

Para a desgaseificação do álcool, colocá-lo no dessecador da impregnação, deixando sob um vácuo de, no mínimo 100 militorr durante cinco minutos.

Embora os produtos utilizados para esta preparação tenham baixa toxicidade, recomenda-se preparar estas misturas em capelas.

8 — PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS FRAGMENTADAS

As amostras fragmentadas, notadamente as de calha, têm um tratamento prévio para a formatação. Elas são previamente triadas (fig. 3A) em quantidades suficientes para recobrir o fundo de uma tampa plástica de 2,5 cm de diâmetro (fig. 3A). A partir deste ponto, têm-se dois procedimentos, um com resina transparente e outro com epóxi colorido.

No primeiro caso, coloca-se um papel sobre as amostras, no interior da tampa plástica com o número cronológico vol-

tado para cima.

Em vidro de laboratório prepara-se a mistura nas proporções volumétricas de 87% da resina MY-757 e 13% de endurecedor HY-951 da Ciba Geigy. Agita-se a mistura com um bastão de vidro, até a completa homogeneização, deixando-a alguns minutos em repouso. Verte-se a mistura no interior das tampas com as amostras (fig. 3B), tomando-se o cuidado de recobrir levemente o papel, para não mascarar a numeração.

Deixa-se secar, à temperatura ambiente, por mais ou menos oito horas até o endurecimento total. Retiram-se as amostras com resina endurecida sob a forma cilíndrica (pastilha) (fig. 3C).

No caso de preparação de amostras com corante, é preciso tomar os cuidados descritos a seguir.

Procurar colocar no fundo da tampa, na parte externa da mesma, uma etiqueta gomada com o número cronológico.

Para 100 ml de preparação, dissolvem-se 2 g de azul oracete ou de ceres em 5 ml de álcool absoluto (PA). Adicionam-se à solução 15 ml de endurecedor HY-951 e 80 ml de epóxi MY-757 (Ciba Geigy), emulsionando-se a mistura com um bastão de vidro até a homogeneização completa. Antes de adicionar o álcool com o corante à mistura, deixe-o em repouso por três minutos para a precipitação das partículas sólidas em suspensão. Esta mistura serve para 50 amostras.

Despejar cuidadosamente no interior das tampas plásticas a mistura até o recobrimento total das amostras. Deixar secar em temperatura ambiente, por oito a dez horas, até o endurecimento total da resina.

No caso de se querer impregnar a vácuo, introduzir as amostras num dessecador e proceder como numa impregnação convencional, utilizando aproximadamente 1 000 militorr.

Obtido o cilindro endurecido (pastilha), a amostra possui as mesmas características das integrais. Assim sendo, após esta fase, os procedimentos para a confecção

de lâminas devem obedecer às mesmas etapas.

9 – TÉCNICAS ESPECIAIS DE CONFECÇÃO DE LÂMINAS PETROGRÁFICAS

Uma vez que a composição mineralógica de algumas amostras causa problemas ou mesmo inviabiliza a confecção de lâminas, são necessários procedimentos especiais. É o caso, por exemplo, de evaporitos solúveis em água e de argilas esmectíticas (expansivas em presença de água), muito freqüentes em rochas vulcânicas alteradas.

A bibliografia especializada cita várias técnicas para a confecção de lâminas de evaporitos solúveis. Entretanto, estas técnicas são, em sua maioria, complexas e pouco eficientes.

O uso de soluções saturadas de sais de potássio (KCl e KOH) resolve o problema de expansão das esmectitas, mas danifica intensamente o equipamento. O uso de querosene permite a confecção de lâminas de evaporitos, porém ataca a pele das mãos e também danifica o equipamento.

Para resolver estes problemas, testou-se, com sucesso, a vaselina líquida comercial, que, além de impedir a dissolução dos sais solúveis e da expansão das esmectitas, não é tóxica e é de fácil aquisição (PETROBRÁS, patente n.º 8805604 e n.º 8805605, 1988). Outra vantagem apresentada pela vaselina é que ela preserva o equipamento. Assim, uma serra diamantada que dura normalmente seis meses com os procedimentos normais tem sua vida útil multiplicada várias vezes.

Nas serras, a vaselina é usada como veículo de refrigeração, protegendo a rocha e lubrificando o equipamento. Usada no corte, a vaselina pode ser recuperada com uma perda de menos de 20%. Esta recuperação pode ser feita deixando-se decantar os abrasivos e os fragmentos sólidos de rochas e removendo-se a fração em suspensão por filtração.

Verificou-se também que o processo clássico de utilizar abrasivo nas politri-

zes gotejando água sobre o pó provoca grande perda de material, que entra em suspensão. Assim, optou-se por fazer uma pasta de abrasivo, diminuindo as perdas e a poluição (partículas sólidas em suspensão).

Esta prática possibilitou também o uso de uma pasta com vaselina como agente líquido. Desta forma, sempre que necessário, é possível confeccionar lâminas sem água.

Assim, para a confecção de lâminas especiais deve-se observar o seguinte roteiro:

- Formatar a amostra em serra refrigerada com vaselina líquida;
- Desbastar e polir com pasta de abrasivo com vaselina de granulações 320, 600, 1 700 e 3 000 *mesh* de carboneto de silício, sucessivamente, observando a dureza da rocha. Na mudança do abrasivo, tanto o equipamento como a própria amostra devem ser cuidadosamente lavados com vaselina limpa, para remover totalmente os abrasivos e evitar contaminação;
- Em rochas com muita argila esmectítica e pouco porosas, fazer impregnações tópicas (item 3.3.1) na mudança de abrasivo. A vaselina poderá ser removida colocando-se a amostra em estufa a 60 °C;
- No caso de sais solúveis, após o uso do abrasivo 3 000, lavar a amostra com vaselina líquida limpa e secá-la com pano limpo e ar comprimido. Neste caso, a montagem tem de ser imediata, colando-se a amostra na lâmina com o epóxi MY-750 e endurecedor HY-837, ou seus alternativos da Ciba Geigy, na proporção, em volume, de 1 x 1, aguardando-se cerca de oito horas para o endurecimento;
- Após o endurecimento, cortar a amostra, colada na lâmina com serra refrigerada com vaselina com espessura mínima de 2 mm;
- Fazer o desbaste final e o acabamento, iniciando com abrasivo 600 *mesh* de carboneto de silício na politriz e terminando com 1 700 e 3 000 *mesh* de óxidos de alumínio nas placas de vidro, observados os cuidados já mencionados. Estas operações terão de ser acompanhadas sempre com lupa

estereoscópica e microscópio petrográfico para ter-se uma idéia da perda e da espessura da amostra na lâmina;

- Para as amostras com esmectitas, fazer o rebaixamento normalmente, usando sucessivamente as pastas de vaselina com os abrasivos de 320 e 600 *mesh* de carboneto de silício e de 1 700 e 3 000 *mesh* de óxidos de alumínio.

10 – PREPARAÇÃO DE MOLDES DE POROS

As análises petrofísicas limitam-se a fornecer dados numéricos que descrevem de forma pontual e incompleta os atributos e características dos sistemas porosos das rochas-reservatório (porosidade, permeabilidade, distribuição de tamanho dos condutos porosos). Estas técnicas, entretanto, não permitem uma análise mais realista da geometria verdadeira e da grande heterogeneidade dos sistemas porosos naturais. A caracterização desta heterogeneidade nas escalas micro- e mesoscópica é um dos grandes desafios da moderna geologia de reservatórios.

Com os trabalhos de WARDLAW & CASSAN (1978; 1979), entre outros, o estudo de moldes em resina do sistema poroso emergiu como uma ferramenta de grande potencial para, combinada a testes de injeção e extração de mercúrio, caracterizar a geometria tridimensional da porosidade e sua influência na produtividade e na recuperação de hidrocarbonetos das rochas-reservatório.

Com o progresso das técnicas de impregnação, tornou-se possível a introdução de métodos de confecção e análise de moldes de poros na PETROBRÁS. Em essência, o que se exige para a preparação de um molde de poro é uma amostra bem impregnada e um sistema de ataque ácido, incluindo capela especial para trabalho com ácido fluorídrico. Estas capelas têm de estar equipadas com um sistema de caixa especial de descarte. Nesta caixa, é efetuada a neutralização dos ácidos com hidróxido de sódio para se evitar a poluição ambiental. Também é recomendável que as operações com resinas sejam efetuadas em ca-

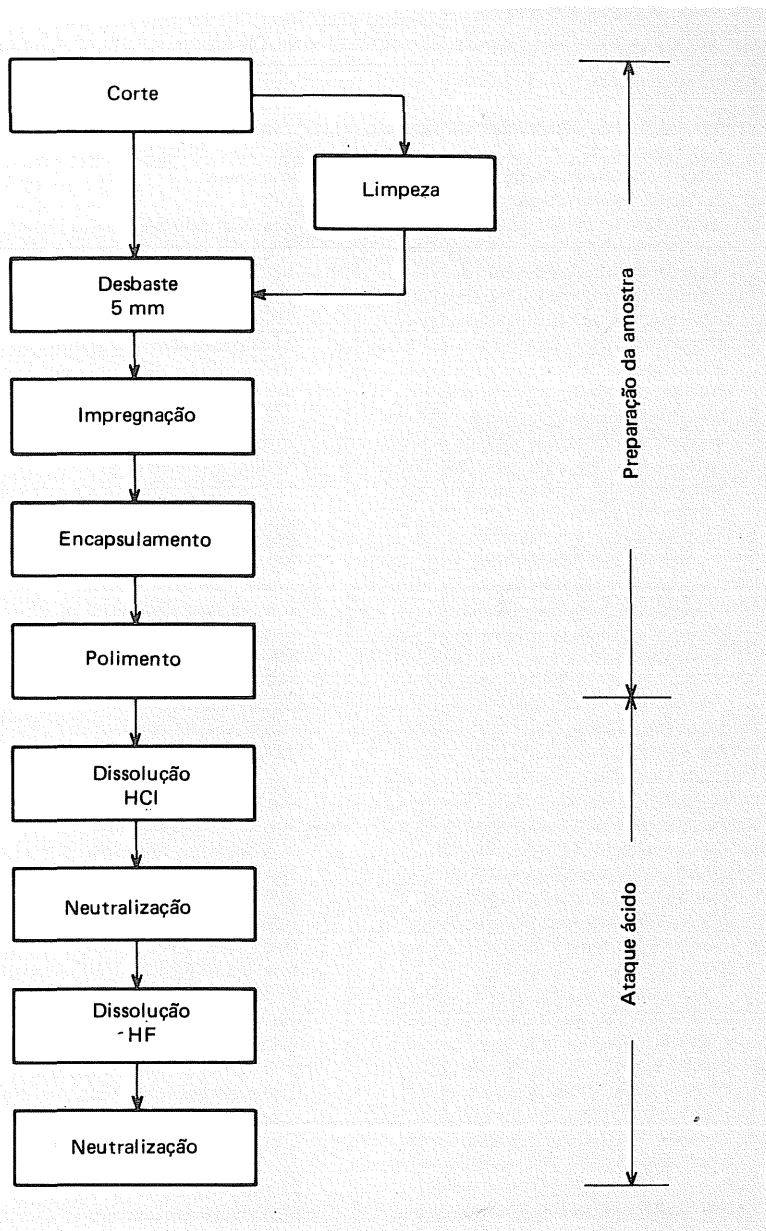


Fig. 5 - Fluxograma dos principais procedimentos para a preparação de moldes de poros.
Fig. 5 - Flow chart of the main procedures in pore cast preparation.

pela.

O procedimento para a preparação sistemática de moldes de poros ora em implantação na PETROBRÁS (fig. 5) consta de:

- a) Amostragem: cortar as amostras em forma de plugues de 2,5 cm (uma polegada) de diâmetro;
- b) Limpá-las, no caso de amostras com óleo com solventes, secando-as a 60 °C, repetindo a operação até a remoção total do mesmo;
- c) Desbastar o plugue até atingir a espessura de 5 mm, secando-o a 60 °C por um dia;
- d) Impregnar com resina epóxi colorida, de acordo com a formulação e o método já citados;

- e) Secar a amostra à temperatura ambiente por algumas horas;
- f) Colocar a amostra no interior de um copinho plástico de 35 ml (são adequados os tipos de poliestireno, usados em cafezinho), identificada com uma etiqueta, e cobrir com resina epóxi incolor, segundo a preparação já descrita na impregnação;
- g) Secar por 12 horas à temperatura ambiente, até a cura total;
- h) Desbastar até que a montagem fique com 7 mm de espessura; polir a superfície de observação;
- i) Colocar as amostras em copos de polietileno de 100 ml, cobrindo-as com uma solução de ácido clorídrico a 30% (em caso de rochas carbonáticas ou de arenitos de granulação fina) ou

a 50% (no caso de arenitos grosseiros), durante o período de três a cinco dias, para a dissolução de carbonatos e sulfatos;

- j) Descartar o ácido dos copos e circular água na caixa especial de neutralização e lavagem. Esta operação envolve um controle do pH de três em três horas, até a completa neutralização (pH = 7);
- l) Obtida a neutralização, secar à temperatura ambiente e verificar, na lupa estereoscópica, se as amostras estão realmente livres de carbonatos e sulfatos; caso não estejam, repetir as operações "i" e "j" até a dissolução total destes minerais;
- m) Colocar as amostras novamente em copos de polietileno, cobrindo-as com uma solução a 40% de ácido fluorídrico, durante o período de três a cinco dias (arenitos mais grosseiros), para a dissolução dos silicatos;
- n) Descartar o ácido, realizando a neutralização de acordo com o item "j";
- o) Após a neutralização, secar à temperatura ambiente e observar no microscópio estereoscópico se a remoção dos grãos foi total; caso não tenha sido, repetir a operação até a dissolução total dos mesmos. Por vezes, alguns minerais pesados ou mesmo alguns carbonatos são resistentes à dissolução.

As observações e medidas da geometria dos sistemas porosos nos moldes são desenvolvidas em microscópios estereoscópicos de grande aumento, mas a documentação fotomicrográfica é bem mais eficiente em microscópio eletrônico de varredura (MEV), graças à maior profundidade de campo focal e à alta definição obtidas com este equipamento (foto 8).

AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de expressar seu reconhecimento pelo trabalho e pelas sugestões dos técnicos do Laboratório de Laminação do Setor de Geologia de Reservatórios da Divisão de Geologia e Engenharia de Reservatórios (SEGEX/DIGER/CENPES), como também dos

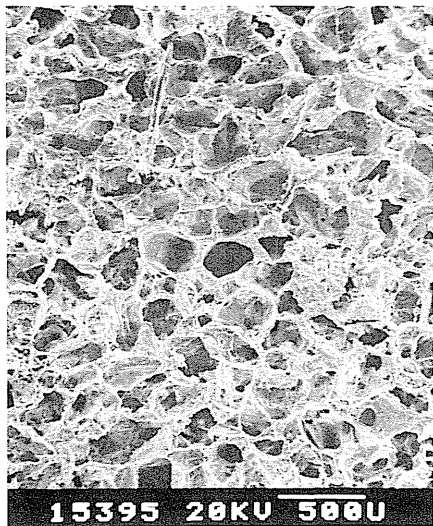


Foto 8 - Molde do sistema poroso de um arenito fotografado em microscópio eletrônico de varredura.

Photo 8 - Sandstone pore cast as seen under scanning electron microscope.

demais colegas que contribuíram para o desenvolvimento das técnicas aqui discutidas. Em especial a geóloga Sylvia M. Couto dos Anjos pela revisão e sugestões.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BAILEY, E. H. & STEVENS, R. E. 1960. Selective staining of K-feldspar and plagioclase on rock slabs and thin sections. *The American Mineralogist*, 45: 1020-5.

CESERO, P. de. 1987. Sobre o método de tingimento para a distinção de carbonatos em lâminas delgadas. *O Testemunho*, Rio de Janeiro, PETROBRÁS. CENPES, 4 (1): 1.

ÉTIENNE, J. & FOURNIER, J. L. 1967. Application des résines synthétiques colorées pour l'étude des propriétés-reservoir des roches en lames minces. *Revue de l'Institut Français du Pétrole*, Paris, 22 (4): 595-630, Avr.

EVAMY, B. D. 1963. The application of a chemical staining technique to a study of dedolomitization. *Sedimentology*, Amsterdam, 2: 164-70.

GARDNER, K. L. 1980. Impregnation technique using colored epoxy to define porosity in petrographic thin sections. *Canadian Journal of Earth Science*, Ottawa, 17 (8): 1104-7, Aug.

GIES, R. M. 1984. *An improved method for viewing micropore systems in rocks with the polarizing microscope*. Richardson, Tx, Society of Petroleum Engineers. (SPE paper, 13136). Apresentado no 59th Ann. Tech. Conf. Exhib.

EXPANDED ABSTRACT

The increasing importance of optical petrography as a tool for the study of oil reservoirs during the last two decades has partially been a product of the enhancement of samples and thin sections preparation techniques. The simple impregnation of reservoir rocks with some type of stained resin or plastic has afforded a much better understanding of the geometry of their pore systems and of the processes which modeled them. New thin-section preparation procedures have also made it possible for sophisticated analytical techniques such as microprobe, cathodoluminescence, and fluid inclusion analyses to be applied to porous and commonly friable reservoir rocks. In studies of pore geometry characterization, the use of impregnated thin-sections was supplemented and expanded by analyses of pore casts made through acid dissolution of the rocks following plastic impregnation, leaving a tridimensional "negative" of their pore systems.

More than twenty years of experience in the development of simplified and practical techniques for thin-section preparation has been accumulated at the laboratories of the PETROBRÁS Research Center (CENPES). This paper represents an effort to record some of the progress made in this area and to present procedures and recently developed techniques for pore cast preparation.

The preparation of solid, integral samples, such as core or hand samples, and of fragmented samples, such as cuttings or grains, begins with a detailed registration of their geographic, geologic, and stratigraphic data. Oil stained samples are cleaned. The selected cuttings are set in small plastic caps. The solid samples are cut in 1.5-inch plugs, or in 4 x 2.5 x 2.5 cm blocks, and all samples are identified with adhesive plastic ribbons (tapes) using the Dymo or some other similar system. The resins used for impregnation were selected in accordance with the criteria of stability, price, and availability on the Brazilian market.

Handling has been greatly simplified through reliance on anhydrous alcohol as a solvent.

Staining normally relies on intense deep blue dye, such as Oracel or Ceres blue.

Impregnation is achieved by simple immersion of the samples, under a vacuum developed within a lab desiccator or vacuum oven. Simple, rapid impregnation for the purposes of sample preservation and hardening can also be achieved through the immersion of heated samples in cold resin. After drying and hardening of the resin, samples are trimmed using a combination of manual and chemical procedures, greatly facilitated by the use of paste abrasives instead of power. Samples with expansive clays or soluble salts (evaporite rocks) are prepared using liquid vaseline for cutting, trimming, and thinning, with excellent results. Once thin-section preparation has been completed, the main sample data are copied on the back of the glass slide using a diamond-point pen.

Preparation of pore casts follows the general impregnation procedures for thin-sections, after which the samples (commonly cut in one-inch diameter plugs) are encapsulated within transparent resin and then cut, trimmed, and polished to a thickness of 7 mm. The samples are then set in a plastic box, immersed in 30 to 50% HGL to dissolve carbonates and sulphates, neutralized with circulating water, immersed in 40% HF to dissolve the silicates, again neutralized, and then dried. The casts are then ready for microscopic examination and photography.

The development of simple but efficient techniques for petrographic sample preparation can be seen as especially important when examined in the light of more recent progress in sedimentary petrography and petrology, most of which has clearly been a direct product of better techniques and analytical tools.

PETROBRÁS. 1988. *Processo para preparação de lâmina de seção delgada*. Patente depositada nº 8805605.

PETROBRÁS. 1988. *Processo de impregnação de rochas friáveis e similares*. Patente depositada nº 8805604.

PETROBRÁS. CONTEC. 1985. *Confecção de lâmina delgada para a análise petrográfica (Procedimentos)*. Rio de Janeiro. 20 p. (Subcomissão 30, N-1994).

RENTON, J. J. 1967. *A pressure chamber for the impregnation of porous rock specimens*. West Virginia, West Virginia Geological and Economic Survey. (Circular series, 5).

SHELL OIL CO. 1979. *Techniques to impregnate and grid petrographic slides for microscopic examination*. Houston, Belaire Research Center. (Internal report 77001).

WARDLAW, N. C. & CASSAN, J. P. 1978. Estimation of recovery efficiency by visual observation of pore system in reservoir rocks. *Bulletin of Canadian Petroleum Geology*, Calgary, 26 (4): 572-85, Jun.

WARDLAW, N. C. & CASSAN, J. P. 1979. Oil recovery efficiency and rock - pore properties of some sandstone reservoir. *Bulletin of Canadian Petroleum Geology*, Calgary, 27 (2): 117-38.