

# TERMOLUMINESCÊNCIA E LUMINESCÊNCIA OPTICAMENTE ESTIMULADA PARA CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE AMOSTRAS DE CALHA DURANTE ACOMPANHAMENTO DE POÇO <sup>1</sup>

William Mozart Henrichs <sup>2</sup>

Thays Desiree Mineli <sup>3</sup>

Andre Oliveira Sawakuchi <sup>4</sup>

## INTRODUÇÃO

As principais reservas convencionais de hidrocarbonetos, petróleo e gás natural, estão contidas em arenitos e rochas carbonáticas. No caso do Brasil, reservatórios em arenitos dominam a produção desses hidrocarbonetos *onshore* (em áreas continentais), como na Bacia do Parnaíba (ARAÚJO, 2015, 6). Já os reservatórios em rochas carbonáticas representam uma das principais fontes de petróleo para o país, como na sucessão pré-sal das bacias de Campos (BASTOS E BASTOS, 2017, 2) e Santos, a última com porosidades de médias a altas (MELANI, 2015, 18).

A caracterização desses reservatórios tem grande importância para estimativa das características permo-porosas que determinam o volume e mobilidade de petróleo ou gás, uma vez que durante a diagênese, os minerais presentes na rocha podem facilitar, ou dificultar, tanto sua permeabilidade quanto sua porosidade (FRANÇA, 2003, 1079). Assim, informações petrológicas obtidas durante a perfuração de poços exploratórios ou produtores é de grande relevância para tomada de decisão, porém é dificultada, devido ao aumento progressivo da eficiência das brocas de perfuração, que têm gerado amostras de calha muito finas para serem analisadas sob lupa.

---

<sup>1</sup> Projeto de Iniciação Científica – Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP), Programa de Formação de Recursos Humanos para o Setor de Petróleo, Gás e Biocombustíveis (PRH43.1)

<sup>2</sup> Graduando do Curso de Geologia da Universidade de São Paulo – USP, willmozart@usp.br;

<sup>3</sup> Doutoranda pelo Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo – USP, thaysdesiree@gmail.com;

<sup>4</sup> Professor orientador: Doutorado, Instituto de Geociências – USP, andreos@usp.br.

Sendo assim, propriedades de luminescência dos minerais podem ser medidas em amostras reduzidas, ou em grãos individuais (MUNYIKWA, 2014, 47), podendo fornecer características da rocha reservatório de forma mais eficaz, tal como o teor de feldspato em arenitos ou teor de cimentos silicosos em calcários. Através das amostras de calha, também chamadas de cascalho, distintos sinais de luminescência são gerados, por meio de uma variação (Sawakuchi, 2020, 5) do protocolo SAR – *Single Aliquot Regenerating-dose* (PREUSSER et al., 2009, 202), mais focada para a sensibilidade, permitindo aumentar o banco de dados sobre essa propriedade dos minerais testados e a partir disso comparar os gráficos gerados para caracterização mineralógica.

Mesmo que muitos trabalhos sejam focados em datação (RHODES, 2011, 461; RIBEIRO et al., 2015, 210; DEL RÍO et al., 2019, 2) a pesquisa foca nos sinais de sensibilidade de luminescência, com potencial de gerar um registro a fim de determinar um padrão de resposta. No laboratório, foram analisadas amostras de material carbonático para avaliar o potencial do uso de sensibilidade para identificar litologias com essa composição, o que pôde ser comprovado com as atuais, porém restritas, amostras, demonstrando a efetividade do método. Assim, é possível com o estudo, além de fornecer mais informações sobre as sensibilidades dos principais minerais formadores de rochas reservatório, desenvolver um método de interpretação de predição de características litológicas em acompanhamentos de perfuração de poços.

## MATERIAIS E MÉTODOS

As atuais amostras, assim como as futuras, foram preparadas no Laboratório de Sedimentologia e no Laboratório de Espectrometria Gama e Luminescência, ambos no Instituto de Geociências da Universidade de São Paulo, sob coordenação do orientador da pesquisa. As leituras de luminescência foram executadas em leitores Risø TL/OSL DA-20 ou *Lexsyg Smart* (*Freiberg Instruments*), ambos equipados com LEDs azuis e infravermelho, sistema de aquecimento, fontes de radiação beta ( $\beta$ ) para indução de sinais OSL e TL e fotomultiplicadora com conjunto de filtros para detecção de luz na faixa do ultravioleta e azul.

As análises foram feitas em alíquotas de proporções conhecidas de minerais, com os principais formadores de rochas das sucessões estratigráficas das bacias petrolíferas, sob distintos tratamentos, químicos e físicos, permitindo selecionar qual seria o método mais

eficiente para quantificação de determinado mineral. Todas as amostras passam por desagregação com martelo e maceradas em pilão para diminuir sua granulação, e posteriormente passadas em peneiras para separação das frações silte (63–180 $\mu$ m) e areia (180–250 $\mu$ m), sendo que cerca de 50g de areia foi usada nos leitores. Para as amostras carbonáticas medidas, apenas houve a desagregação mecânica, seguida da medida de luminescência, porém no caso de análise de amostras quartzo-feldspáticas, seria feito um ataque químico para retirada de compostos usando H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 35% para eliminar matéria orgânica e HCl 10% para carbonatos (SAWAKUCHI, 2020, 3).

Os sinais de luminescência a serem testados, segundo o protocolo usado por Sawakuchi (2020, 5), são: Opticamente Estimulada (*Optically Stimulated Luminescence*, OSL), com estímulo por luz azul ou infravermelho, e Termoluminescência (*Thermoluminescence*, TL) com estimulação térmica. Por enquanto apenas um protocolo foi seguido, para analisar os carbonatos, onde as alíquotas passaram por até 6 séries de etapas no leitor, ou *runs*, sob 4 configurações distintas, ou *sets*, com o aumento de temperatura com o passar de cada *run*. O primeiro *set*, faz medidas de TL, Infravermelho (IR) e OSL, respectivamente, enquanto que segundo é dedicado a medir TL a 450°C, e sem a primeira *run* de limpeza, o terceiro foca em medir o OSL e o quarto em medir o sinal IR.

A primeira *run* tem como objetivo limpar o sinal para as próximas, com uso de LEDs azuis e a 25°C por 100s para o primeiro *set*, 280°C por 40s para o terceiro *set* e 325°C por 200s e com LEDs IR para o quarto *set*. A segunda *run* emite radiação  $\beta$  para recarga de sinal do material sendo 697s para primeiro e segundo *sets* e 2789s para terceiro e quarto *sets*. A terceira mede TL no primeiro *set* (190°C) e no segundo *set* (450°C) e faz um pré-aquecimento (*Pre Heat*) nos terceiro (260°C) e quarto (320°C) *sets*. A quarta *run* faz a medida dos sinais em cada um dos *sets*, sendo respectivamente, do primeiro ao quarto, OSL (60°C com LEDs IR por 300s), TL (450°C), OSL (310°C com LEDs IR por 500s) e OSL (50°C com LEDs IR por 200s). A penúltima *run* apenas ocorre nos primeiro (OSL a 125°C com LEDs azuis por 100s) e quarto (OSL a 290°C com LEDs IR por 200s) *sets* e por fim, no primeiro *set* é feita uma medida de OSL a 125°C com LEDs azuis por 100s. Importante ressaltar que em todas as etapas que envolvem aquecimento, ele ocorre a uma taxa constante de 5°C/s, e é liberado N<sub>2</sub> quando a temperatura é superior a 250°C.

O *output* de cada método de luminescência possui sua forma de comparação para analisar a semelhança entre alíquotas minerais, de acordo com o gráfico gerado nos ensaios. No caso da TL, uma curva com picos em determinadas temperaturas é gerada, sendo as intensidades

e posições no espectro termoluminescente desses picos o foco para a comparação, já que eles seu destaque na mesma temperatura, mas em diferentes amostras, indica uma semelhança na composição mineralógica. Já na OSL, a intensidade inicial da curva de decaimento com o tempo de estimulação descreve a liberação da energia absorvida após a irradiação, sendo esta usada como comparação entre testes em distintas alíquotas.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Até o presente momento, apenas foram feitas análises em minerais carbonáticos para determinar se os sinais gerados em cada uma das alíquotas são semelhantes. As amostras são: LR009, um calcário pisolítico; Taguai T4, veio hidrotermal de carbonato; e um cristal de calcita pura presente no Laboratório de Espectrometria Gama e Luminescência. Pelos sinais de TL gerados, há uma grande semelhança entre a Taguai T4 e o cristal de calcita, porém o mesmo não aconteceu com a LR009, talvez pelo local de onde foi retirada alíquota para a análise, que pode ter sofrido uma contaminação por quartzo e alterado o sinal obtido. De fato, a curva OSL gerada pela amostra LR009 apresentou uma forma (intensidade e decaimento) parecida à do quartzo.

Foi observada a necessidade do uso de Difractometria de Raios-x para a caracterização prévia das amostras, porém ainda não executada devido ao *lockdown* na Universidade.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

Como já visto em trabalho predecessor (FURUKAWA, 2018, 56) há muito potencial no uso de sinais de luminescência para caracterização, por se tratar de uma análise que não exige muito preparo nas amostras, já que a granulometria da amostra de calha já é próxima da usual nas análises, e ser mais rápido que o uso de microscópios ou lupas petrográficas para sua caracterização. Além disso, o método poderia reforçar outros métodos de determinação mineral atualmente muito usados como: Difractometria de Raios-x e Espectrometrias.

**Palavras-chave:** Luminescência; Amostras de Calha; Cascalho; OSL; TL.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço à minha família e namorada com o apoio na pesquisa e toda a documentação envolvida, assim como pelo acolhimento e predisposição do louvável orientador e professor Andre Sawakuchi.

Sou grato a todo o empenho do corpo docente envolvido direta ou indiretamente com o projeto, em especial ao pós-doutorado Ian Aitor Del Río Garcia pelo apoio técnico-teórico, assim como todos os técnicos e auxiliares dos laboratórios do Instituto de Geociências e a Litoteca do Instituto de Geociências da USP que cedeu algumas de suas amostras para ampliar o atual banco de dados.

Também agradeço a oportunidade de participar do Programa de Formação de Recursos Humanos para o Setor de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP), com participação também da Financiadora de Estudos e Projetos (FINEP) e do Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações (MCTI) .

## REFERÊNCIAS

de Araújo, D. B. *Bacia do Parnaíba: Sumário Geológico e Setores em Oferta, Superintendência de Definição de Blocos (SDB)*. Agência Nacional Do Petróleo, Gás E Biocombustíveis. 2015. Disponível em:

[http://rodadas.anp.gov.br/arquivos/Round\\_13/areas\\_oferecidas\\_r13/Sumarios\\_Geologicos/Sumario\\_Geologico\\_Bacia\\_Parnaiba\\_R13.pdf](http://rodadas.anp.gov.br/arquivos/Round_13/areas_oferecidas_r13/Sumarios_Geologicos/Sumario_Geologico_Bacia_Parnaiba_R13.pdf) Acessado em: 30 de agosto de 2020;

Bastos, G., Bastos, I.P. *Bacia De Campos: Sumário Geológico e Setores em Oferta, Superintendência de Definição de Blocos (SDB)*. Agência Nacional Do Petróleo, Gás E Biocombustíveis. 2017. Disponível em:

[http://rodadas.anp.gov.br/arquivos/Round14/Mapas/sumarios/Sumario\\_Geologico\\_R14\\_Campos.pdf](http://rodadas.anp.gov.br/arquivos/Round14/Mapas/sumarios/Sumario_Geologico_R14_Campos.pdf) Acessado em: 30 de agosto de 2020;

Del Río, I., Sawakuchi, A.O., González, G. 2019. *Luminescence dating of sediments from central Atacama Desert, northern Chile. Quaternary Geochronology*, v. 53, p. 101002, 2019;

França, A. B., Araújo, L. M., Maynard, J. B., Potter, P. E. 2003. *Secondary porosity formed by deep meteoric leaching: Botucatu eolianite, southern South America*. AAPG Bulletin, v.87(7): 1073-1082;

Furukawa, L.Y. 2018. *Estimativa do teor de feldspato em arenitos por termoluminescência e luminescência opticamente estimulada*. 65pg (Graduação em Geologia) – Universidade de São Paulo, Instituto de Geociências, São Paulo, 2018;

Melani, L. H. *Caracterização Petrofísica De Reservatório Carbonático*. 2015. 79f. Dissertação de Mestrado - Instituto de Geociências da Universidade Estadual de Campinas, Campinas. 2015;

Munyikwa, T. 2014. *Luminescence chronology. Geochronology: Methods and Case Studies*. InTechOpen, pp. 31-71. DOI: 10.5772/58554;

Preusser, F., Chithambo, M.L., Götte, T., Martini, M., Ramseyer, K., Sendezera, E.J., Susino, G.J., Wintle, A.G. 2009. *Quartz as a natural luminescence dosimeter*. Earth-Science Reviews v. 97 (1-4): 184-214;

Ribeiro, L.M.A.L., Sawakuchi, A.O., Wang, H., Filho, W.S., Nogueira, L. 2015. *OSL dating of Brazilian fluvial carbonates (tufas) using detrital quartz grains*. Quaternary International, v. 362, p. 146-156, 2015;

Rhodes, E. J. 2011. *Optically Stimulated Luminescence Dating of Sediments over the Past 200,000 Years*. Annu. Rev. Earth Planet. Sci. 2011. v.39: 461-488;

Sawakuchi A.O., Rodrigues F.C.G., Mineli T.D., Mendes V.R., Melo D.B., Chiessi C.M., Giannini P.C.F. 2020. *Optically Stimulated Luminescence Sensitivity of Quartz for Provenance Analysis. Methods Protoc.* 2020 Jan 13;3(1):6. doi: 10.3390/mps3010006. PMID: 31941007; PMCID: PMC7189674.