

Microtomografía de rayos X: preparación de muestras de rocas para una mejor visualización y caracterización del espacio poroso

¹ Sandra Vega,¹ Gerardo Carrasco-Núñez,¹ Dante Arteaga Martínez,¹ Héctor E. Cid,¹ Vlad C. Manea

Resumen

La microtomografía de rayos X es una técnica que ayuda a visualizar la estructura interna de objetos en 3D. En el caso particular de muestras de rocas, lo primordial es diferenciar el espacio poroso del sólido y poder distinguir su microestructura. Esta innovadora tecnología es muy poderosa; sin embargo, es necesario tener un buen protocolo de preparación de muestras para que pueda ser usada óptimamente. Por ello, el presente artículo se enfoca en la presentación de un protocolo innovador de preparación de muestras de rocas, especialmente para aquellos que están apenas incursionando en su uso en las geociencias. Para ejemplificar, exponemos aquí su aplicación en dos muestras de roca, con lo cual se explica claramente cómo esta técnica aporta a una mejor visualización y caracterización de estos medios porosos.

Palabras clave

Microtomografía, rayos X, rocas, 3D, imagen, microestructura.

Abstract

X-ray microtomography is a technique that helps to visualize the internal structure of materials in 3D. In the case of rock samples, the main goal is to

¹Laboratorio Universitario de Microtomografía de Rayos X (LUMIR), Centro de Geociencias, UNAM campus Juriquilla

differentiate the porous phase from the solid one, and to distinguish the microstructure. This innovative technology is powerful. However, to optimize its use, there is a need to have an available protocol to prepare samples for studies in geosciences. For this reason, we propose an innovative protocol to prepare rock samples, which is especially useful for those that have been just introduced to this field. We show also its practical application in two samples. Finally, with all this, we expose how the technique clearly supports a better visualization and characterization of rocks and their porous network.

Key words:

X-Rays, Microtomography, rock, 3D image, microstructure

Introducción

La microtomografía de rayos X es una técnica relativamente nueva en México que ayuda a visualizar la estructura interna (microestructura) de objetos en 3D, a resoluciones mayores de los 50 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ ($50 \times 10^{-6} \text{ m}/\text{vóxel}$). Un vóxel es la menor medida digital tridimensional de una imagen, equivalente a un pixel en 1D y 2D.

El principio físico para obtener imágenes 3D usando microtomografía de rayos X está basado en la interacción de los rayos X con la materia. Las imágenes se obtienen a través de la correspondiente respuesta (rayosX-materia), mediante tomas o proyecciones en diferentes ángulos (figura 1). La energía de los rayos X que es absorbida por la materia se muestra en las imágenes con tonalidades claras que dependen de la densidad del material; de tal manera, materiales poco densos —como el aire— se revelan con tonalidades oscuras. En otras palabras, entre más

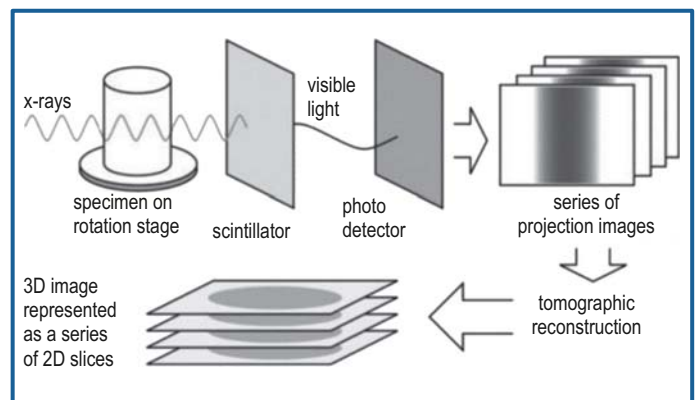


Figura 1. Esquema de la adquisición de imágenes 3D usando microtomografía de rayos X (Landis y Keane, 2010).

clara la tonalidad obtenida en las imágenes, mayor es el grado de absorción, debido a su mayor densidad. Las imágenes finales resultan, entonces, en una serie de tonalidades de grises y despliegan las características del material a estudiar.

En el caso particular de las imágenes provenientes de muestras de rocas, se necesita un procesamiento especial para visualizar más claramente las diferentes características de su microestructura. En síntesis, este procesamiento de imágenes consta de dos etapas principales:

Primera etapa

Filtrado, el cual se usa para depurar el ruido y los artefactos que no son propios de la muestra;

Segunda etapa

Segmentación, que se usa principalmente para resaltar y diferenciar mejor la fase sólida de la porosa. Para una revisión más completa de principios, ventajas, limitaciones, usos y procesamientos de la microtomografía de rayos X en las geociencias, se recomienda la publicación de Cnudde y Boone (2013).

Es de notar que, aunque hay abundante literatura referente a la microtomografía de rayos X en rocas (ej. Ketcham y Carlson, 2001; Andra *et al.*, 2013; Jouini, Vega y Al-Ratrou, 2015; Cid, Carrasco-Núñez y Manea, 2017), hay un déficit importante en la descripción detallada del proceso para la preparación de muestras; por ello, es necesario establecer y ofrecer un protocolo aplicado específicamente a rocas, en especial para quienes apenas comienzan a hacer este tipo de estudios. En el presente artículo, proponemos un protocolo innovador de preparación de muestras de rocas, para obtener un mejor aprovechamiento de la microtomografía de rayos X en las geociencias. Como ejemplo práctico, exponemos su aplicación en dos muestras; estas aplicaciones se realizaron en el Laboratorio Universitario de Microtomografía de Rayos X (LUMIR) de la UNAM, campus Juriquilla, en Querétaro (<http://lumir.geociencias.unam.mx/>).

Método

El protocolo para la preparación de muestras de rocas descrito a continuación está basado en el uso del microtomógrafo marca Zeiss, modelo Xradia 510 Versa. El diagrama de flujo de este protocolo se

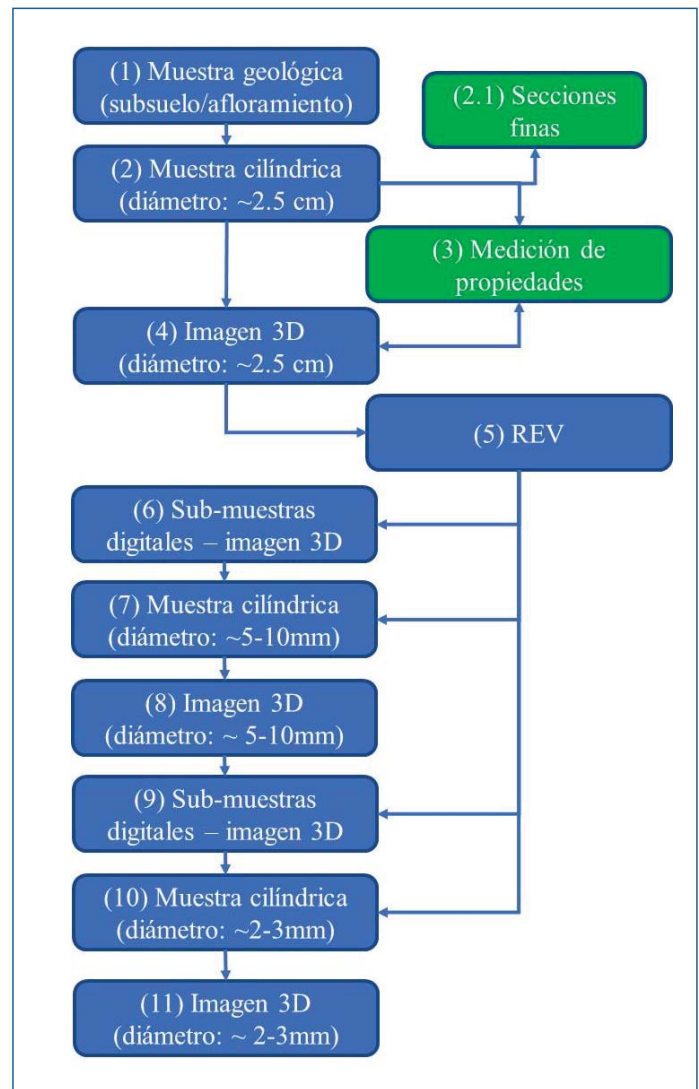


Figura 2. Diagrama de flujo del protocolo propuesto para la preparación de muestras usadas en microtomografía de rayos X. Los pasos 2.1) y 3) no son parte del uso en el microtomógrafo; sin embargo, son importantes para complementar la caracterización de la muestra.

encuentra resumido en la figura 2.

- 1) Una vez que se obtiene la muestra a estudiar, ya sea proveniente del subsuelo o de un afloramiento geológico, se hace un escaneo, dependiendo de las dimensiones y limitaciones del equipo.
- 2) Se toma una muestra cilíndrica (la que denominamos tapón) de 2.5-2.55 cm de diámetro, con un taladro especial, y 2.1) se obtienen secciones de los extremos del tapón para hacer secciones finas que serán usadas posteriormente en los microscopios óptico y de barrido (SEM).
- 3) Se miden las propiedades de las rocas en condiciones ambientales con métodos no destructivos, tales como porosidad y permeabilidad. Es de hacer notar que la mayoría de los equipos experimentales miden muestras cilíndricas

(tapones) de 2.54 o 3.81 cm de diámetro; por lo tanto, es importante hacer tales mediciones en esta etapa, antes de pasar a hacer la toma de tapones de dimensiones más pequeñas.

- 4) Se adquieren las imágenes 3D de los tapones a la máxima resolución posible¹ (~50-30 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$).
- 5) Se determina el volumen elemental representativo (REV), a partir de la visualización y el análisis de la imagen del tapón de 2.54 cm de diámetro, y así sucesivamente en los siguientes tapones.
- 6) Se toman submuestras digitales a mayores resoluciones que la del tapón original (i.e resoluciones mayores que 30 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ ¹). Las submuestras digitales son secciones seleccionadas más pequeñas que la muestra original, que se obtienen a través de ampliaciones hechas con lentes ópticos sin destruir la muestra, y son generalmente cúbicas por razones prácticas.
- 7) En caso de que las imágenes provenientes de las submuestras digitales no logren resolver los detalles de la roca, se toman físicamente tapones más pequeños, de 5 a 10 mm de diámetro, a partir del de 2.54 cm de diámetro.
- 8) Se adquieren las imágenes 3D de estos últimos tapones a la máxima resolución posible (~10-20 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ ¹).
- 9) Se toman submuestras digitales a las mayores resoluciones (>20 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ ^a).
- 10) Se toman tapones aún más pequeños, de 1 a 5 mm de diámetro, a partir de los tapones de 5 a 10 mm de diámetro.
- 11) Finalmente, se adquieren las imágenes 3D de estos últimos tapones a la máxima resolución posible (~0.5-5 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$).

Cabe hacer notar que la razón para emplear tapones cada vez más pequeños es porque la resolución aumenta (mejora) inversamente con el tamaño de las muestras; entonces, para obtener resoluciones mayores, se va disminuyendo gradualmente el tamaño de las muestras hasta donde se puedan captar mejor las características topológicas y geométricas de la microestructura, o hasta llegar al límite de resolución del equipo. Para el caso de microtomógrafos que no puedan tomar submuestras digitales, el protocolo es el mismo, solo que eliminando la adquisición de esas submuestras.

Resultados

Aquí presentamos un ejemplo y una aplicación del procedimiento descrito anteriormente en dos muestras: muestra A y muestra B.

Muestra A.

Esta muestra proviene de un núcleo grande de unos 9 cm de diámetro. Siguiendo el protocolo explicado en la sección previa y de acuerdo con la figura 2, se obtuvo lo siguiente:

- 1) La muestra original es relativamente irregular (figura 3a); en este caso en particular, escanear la muestra (160 kV, 1601 proyecciones, 1010x1904x1904 vóxeles, 52.8 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$, filtro de difusión de anisotropía) no resolvió los rasgos de la microestructura (figura 3b).
- 2) Se tomó ahora el tapón de 2.55 cm de diámetro (figura 4).
- 3) Se realizaron las mediciones de las propiedades físicas de porosidad y permeabilidad en el Laboratorio de Petrofísica y Geología Aplicada del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica (IPICYT). Esta muestra presentó porosidad de 13.17% y permeabilidad al aire de 0.678 mD.
- 4) Se adquirió la imagen 3D (160 kV, 1601 proyecciones, 1875x1903x1918 vóxeles, 14.42 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$, filtro de difusión de anisotropía) del tapón (figura 5a).
- 5) En este caso, la muestra era heterogénea, por lo que se decidió tomar varios tapones de 3.3 mm de diámetro (figura 6), a partir del de 2.55 cm, para abarcar la mayor parte del volumen elemental representativo (REV).
- 6) Se tomó entonces una submuestra digital del tapón de 2.55 cm de diámetro (figura 5b) y se obtuvo una imagen 3D de 14.42 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ (160 kV, 1601 proyecciones, 600x600x600 vóxeles, filtro de difusión de anisotropía). Se observa que se extraen siempre submuestras digitales cúbicas para evitar efectos de bordes.
- 7) Se tomaron los tapones de 3.3 mm (figura 6).
- 8) Se escanearon entonces estos últimos tapones a una resolución de 3.25 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ (45 kV, 1601 proyecciones, 988x1014x1463 vóxeles, filtro de difusión de anisotropía), ejemplo mostrado en la figura 7.
- 9 y 11) Con el tapón de 3.3 mm montado en el microtomógrafo, se tomó la submuestra digital, la cual fue de la mayor resolución obtenida posible, i.e. de 3.25 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ (45 kV, 1601 proyecciones, 600x600x600 vóxeles, filtro de difusión de anisotropía), ejemplo mostrado en la figura 8.
- 10) En este caso en particular, se tomaron tapones del mismo tamaño de las submuestras digitales, a partir de los tapones de 3.3 mm de diámetro. Al escanearse estas últimas muestras, resultaron imágenes de 0.5 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ (55 kV, 4000 proyecciones, 960x968x995 vóxeles en la muestra completa y 600x600x600 vóxeles en la submuestra cúbica, filtro de difusión de anisotropía y de procesos morfológicos).

Muestra A

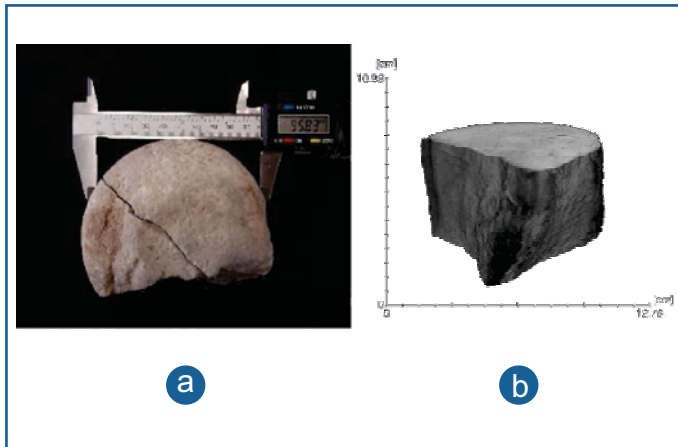


Figura 3. Muestra A: (a) foto de la muestra; (b) imagen 3D a resolución de $52.80 \mu\text{m}/\text{vóxel}$.



Figura 6. Muestra A: tapón de la figura 3b perforado para obtener tapones más pequeños de 3 mm de diámetro.

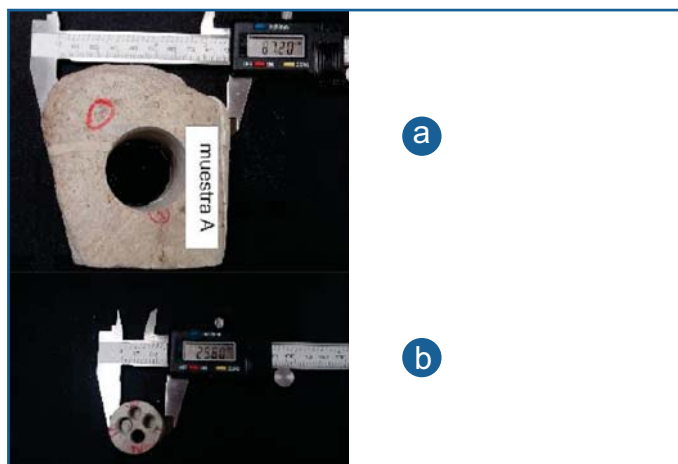


Figura 4: (a) muestra A, proveniente de un núcleo; (b) tapón de 2.55 cm de diámetro tomado de (a).

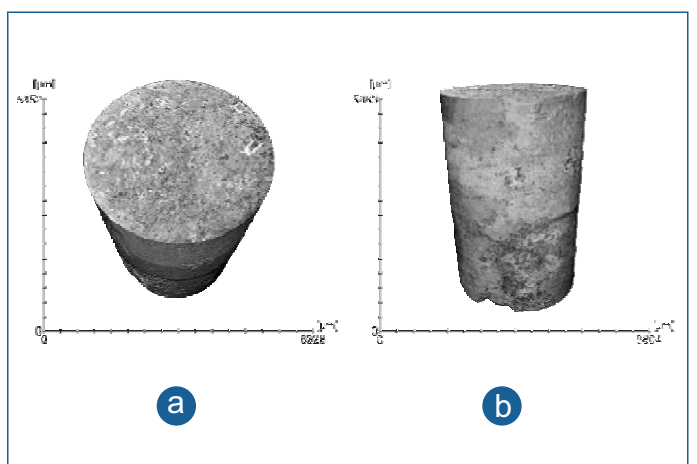


Figura 7. Muestra A: imagen 3D de uno de los tapones de 3.3 mm de diámetro (figura 5) a $3.25 \mu\text{m}/\text{vóxel}$ de resolución.

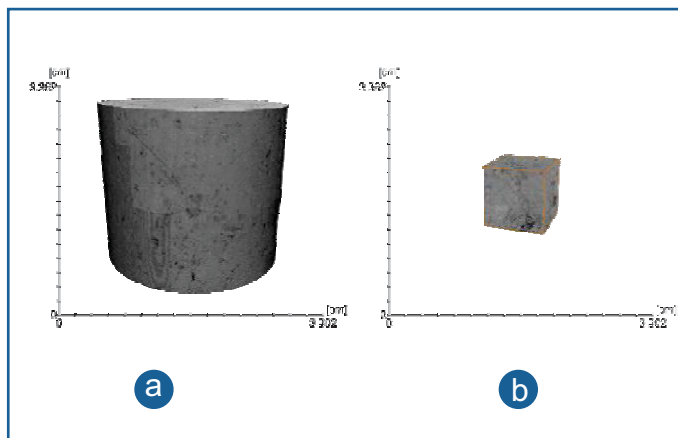


Figura 5. Muestra A: (a) imagen 3D del tapón. Figura 3b: (b) submuestra digital de (a) a $14.42 \mu\text{m}/\text{vóxel}$ de resolución.

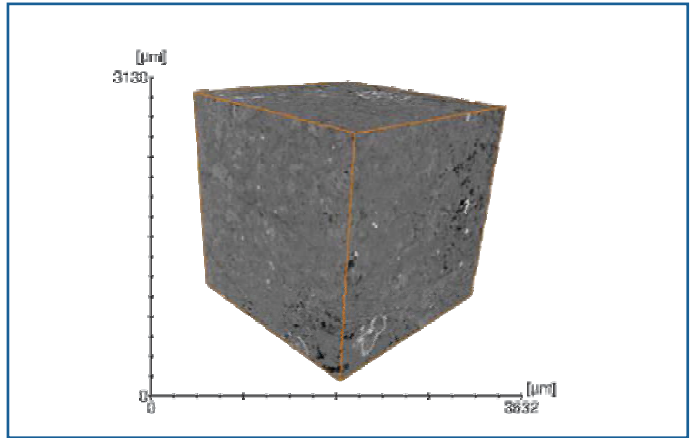


Figura 8. Muestra A: submuestra tomada de uno de los tapones de 3.3 mm de diámetro (figuras 5 y 6), $3.25 \mu\text{m}/\text{vóxel}$ de resolución.

Muestra B

La muestra B también proviene de un núcleo de unos 9 cm de diámetro. Siguiendo el protocolo explicado en la sección previa y de acuerdo con la figura 2, se obtuvo lo siguiente:

- 1) La muestra del núcleo original no estuvo disponible para ser escaneada, por lo que se procedió con los siguientes pasos.
- 2) Se obtuvo un tapón de 2.54 cm de diámetro.
- 3) Se realizaron las mediciones de las propiedades físicas de porosidad y permeabilidad. Esta muestra presentó una porosidad de 14.51% y una permeabilidad al aire de 0.122 mD. La porosidad y la permeabilidad de la muestra B es 1.1 veces mayor y 0.18 veces menor, respectivamente, en relación con la muestra A.
- 4) Se adquirió la imagen 3D del tapón de 2.54 cm de diámetro (160 kV, 1601 proyecciones, 1872x1872x1872 vóxeles, 14.33 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$, filtro de difusión y promedios no-locales), ejemplo mostrado en la figura 9a.
- 5) En este caso, debido a las características de la muestra, proveniente de una roca relativamente más homogénea que la del caso anterior, se decidió tomar solo un tapón de 3 mm de diámetro a partir del de 2.40 cm.
- 6) Se extrajo una submuestra digital del tapón de 2.54 cm de diámetro (figura 9b) y se obtuvo una imagen cúbica 3D (160 kV, 1601 proyecciones, 1220x1220x1220 vóxeles, 14.33 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$, filtro de difusión y promedios no-locales).
- 7) Se tomó un solo tapón de 3 mm.
- 8 y 10) En este caso en particular, se escaneó el tapón completo de 3 mm a dos resoluciones diferentes 5 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ (45 kV, 992x1014x1006 vóxeles, 1601 proyecciones, filtro de difusión y promedios no-locales) y 10 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ (40 kV, 1000x1024x1018 vóxeles, 1601 proyecciones, filtro de difusión y promedios no-locales), mostradas en las figuras 10a y 10b, respectivamente.
- 9) A partir de las imágenes del tapón de 3 mm, se pasó a extraer las submuestras cúbicas digitales de 5 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ (45 kV, 1601 proyecciones, 650x650x650 vóxeles, filtro de difusión y promedios no-locales) y 10 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ (40 kV, 650x650x650 vóxeles, 1601 proyecciones, filtro de difusión y promedios no-locales), mostradas en las figuras 10c y 10d, respectivamente.
- 11) Finalmente, se extrajeron submuestras cúbicas digitales a las máximas resoluciones de 0.5 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ (50 kV, 3201 proyecciones, 650x650x650 vóxeles, filtro de difusión y promedios no-locales) y 1 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$ (45 kV, 3201 proyecciones, 650x650x650 vóxeles filtro de difusión y promedios no-locales), mostradas en la figura 11.

Discusión

El uso de imágenes obtenidas a través de la microtomografía de rayos X es muy versátil. Por ejemplo, la figura 12 presenta la visualización del espacio poroso de la muestra A a bajas resoluciones. Se puede ver que, a la menor resolución obtenida de 52.8 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$, no se pudieron resolver todos los poros (figuras 12a y 12b), y que, al incrementar la resolución a 14.42 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$, empiezan a verse más poros (figuras 12c y 12d), hasta llegar a la resolución más alta, donde el espacio poroso es mucho más claro (figura 13). Asimismo, para la muestra B (figura 14) se observa cómo el espacio poroso es mejor visualizado a mayores resoluciones (figura 14c y 14d).

Por otro lado, es de observarse que la muestra B presenta visualmente una mayor porosidad, así como poros relativamente más grandes ($[1.3 \times 10^{-1}, 3.7 \times 10^8] \mu\text{m}^3$) que en la muestra A ($[1.6 \times 10^{-2} - 1.9 \times 10^8] \mu\text{m}^3$). Además, se observa en las imágenes que los poros de la muestra B están en grupos o clústers y menos conectados que los de la muestra A, lo cual explica el resultado de las mediciones, con una permeabilidad 0.18 veces menor y una porosidad 1.1 veces mayor para la muestra B.

Esto muestra cómo las imágenes 3D obtenidas usando microtomografía de rayos X pueden ayudar a visualizar la distribución tridimensional del espacio poroso de las rocas. Además, estos resultados evidencian que, a diferentes resoluciones, se detectan diferentes tamaños de poros. De hecho, las figuras 13 y 14d muestran claramente la distribución del espacio poroso y su mayor conectividad a la resolución de 0.5 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$, la cual no es observada a resoluciones menores (figuras 12, 14a y 14b).

Conclusiones

Tener un protocolo de preparación de muestras de rocas para ser usadas en microtomografía de rayos X apoya considerablemente los estudios de visualización y análisis, y favorece su producción en forma ordenada y sistemática.

Hemos visto también que es importante extraer imágenes a diferentes resoluciones, de tal manera que se puedan resolver las características topológicas y geométricas de la microestructura de las muestras a estudiar.

Muestra B

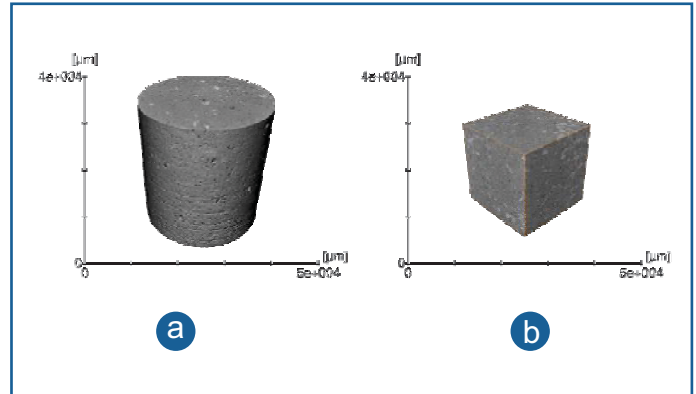


Figura 9. Muestra B ($14.33 \mu\text{m}/\text{vóxel}$): (a) imagen 3D del tapón de 2.54 cm de diámetro; (b) submuestra digital de (a).

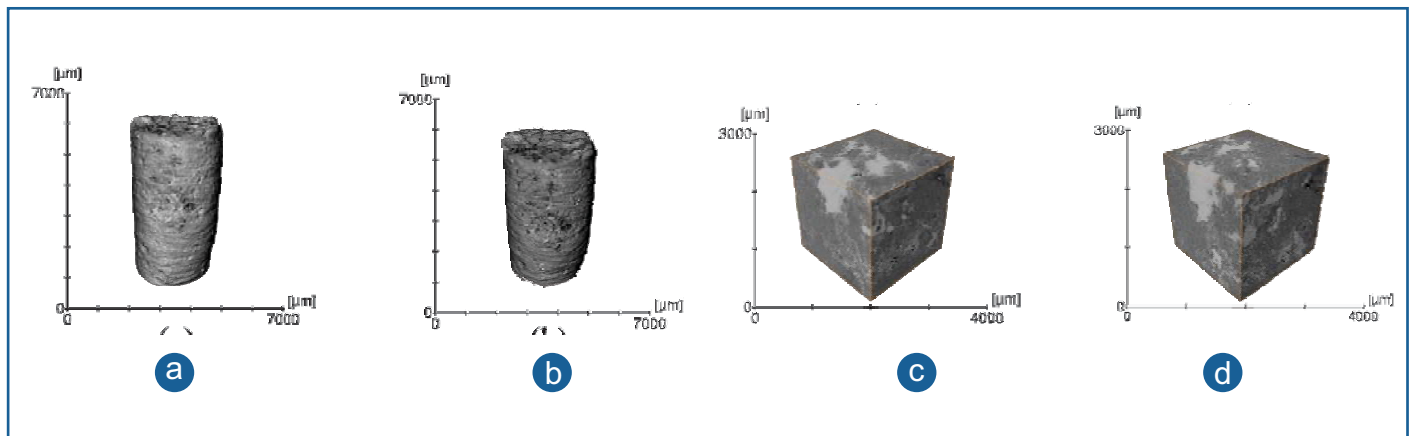


Figura 10. Muestra B: (a) imagen 3D del tapón de 3 mm de diámetro a $10 \mu\text{m}/\text{voxel}$ de resolución; (b) imagen 3D del tapón de 3 mm de diámetro a $5 \mu\text{m}/\text{vóxel}$ de resolución; (c) submuestra del tapón de 3 mm de diámetro a $10 \mu\text{m}/\text{vóxel}$ de resolución; (d) submuestra del tapón de 3 mm de diámetro a $5 \mu\text{m}/\text{vóxel}$ de resolución.

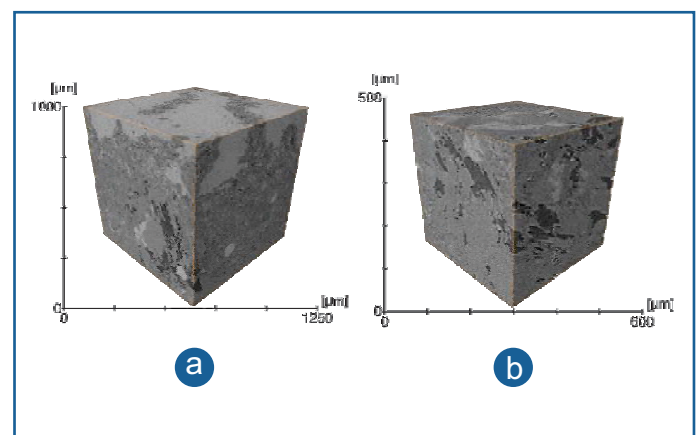


Figura 11. Muestra B: (a) submuestra del tapón de 3 mm de diámetro a $1.0 \mu\text{m}/\text{voxel}$ de resolución; (d) submuestra del tapón de 3 mm de diámetro a $0.5 \mu\text{m}/\text{vóxel}$ de resolución.

Imágenes obtenidas a través de la microtomografía de rayos X

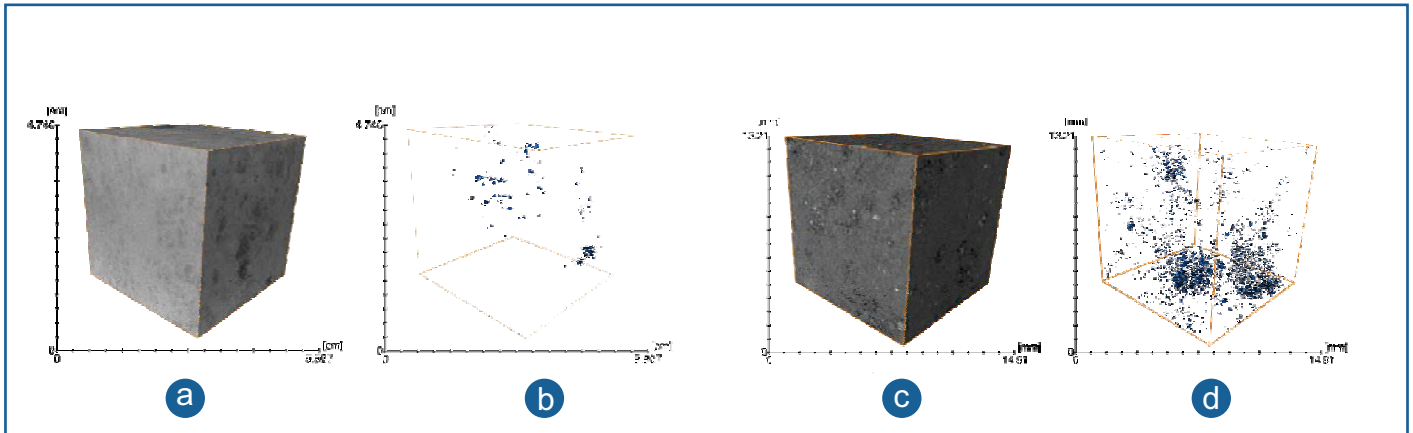


Figure 12. Muestra A: (a) y (b) submuestra digital proveniente de la muestra original (figura 3a), a la resolución de 52.8 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$: (a) imagen en tonos de grises y (b) poros resaltados en color azul; (c) y (d) submuestra del tapón de 2.5 cm de diámetro (figura 4b) a la resolución de 14.42 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$: (c) imagen en tonos de grises y (d) poros resaltados en color azul.

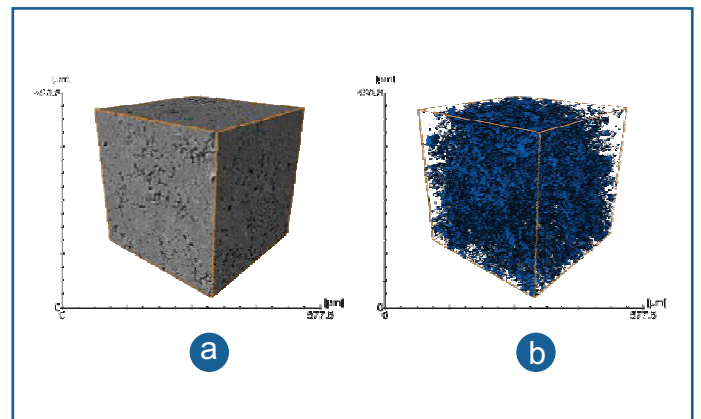


Figura 13. Muestra A: visualización del espacio poroso a resolución de 0.5 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$: (a) imagen en tonos de grises y (b) poros resaltados en color azul.

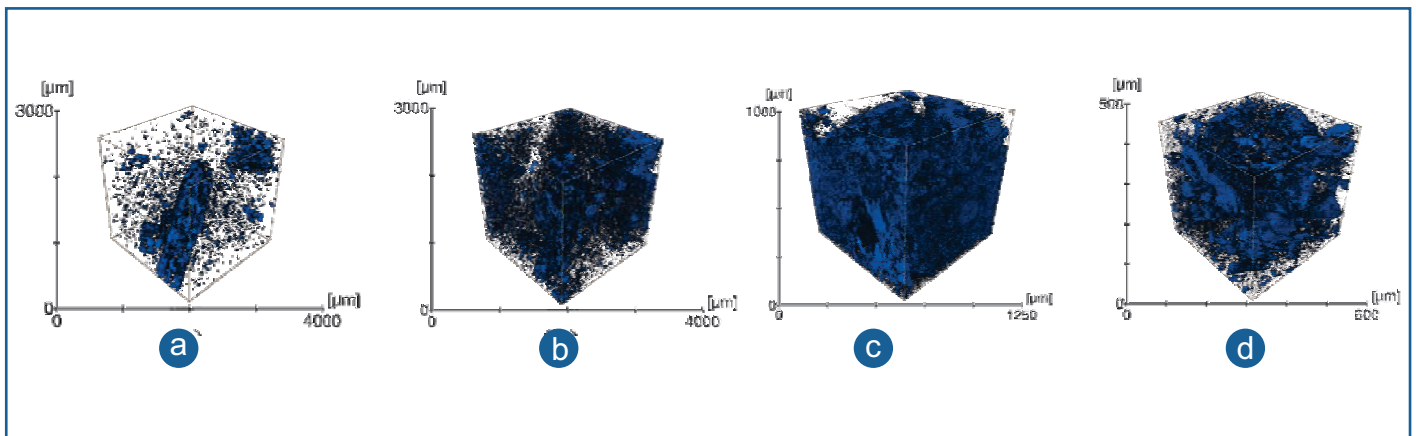


Figura 14. Muestra B: comparación del espacio poroso visto a diferentes resoluciones: (a) 10 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$; (b) 5 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$; (c) 1 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$; (d) 0.5 $\mu\text{m}/\text{vóxel}$.

Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo proporcionado por el proyecto P0-5 del consorcio CeMIEGeo núm. 2007032, financiado por el Fondo de Sustentabilidad SENER-CONACYT.

Se agradece el apoyo del Dr. Pablo Dávila, responsable del laboratorio de petrofísica de rocas del IPYCIT (SLP).

Se agradece también al proyecto 4.5 del Consorcio GEMEX (Fondo SENER:CONACYT 268074).

Referencias

Andra 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 (2013). Digital Rock Physics benchmarks—part I: imaging and segmentation, *Computers & Geosciences*, 50, 33-43. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.cageo.2012.09.005>

Cid HE, Carrasco-Núñez G y Manea VC (2017). Improved method for effective rock microporosity estimation by X-ray microtomography, *Micron*, 97, 11-21. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.micron.2017.01.003>

Cnudde V y Boone MN (2013). High-resolution X-ray computed tomography in geosciences: a review of the current technology and applications, *Earth-Sciences Reviews*, 123, 1-17. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2013.04.003>

Jouini MS, Vega S y Al-Ratroun A (2015). Numerical estimation of carbonate rock properties using multiscale images, *Geophysical Prospecting*, 63, 405-421. Disponible en: <https://doi.org/10.1111/1365-2478.12156>

Ketcham RA y Carlson WD (2001). Acquisition, optimization and interpretation of x-ray computed tomographic imagery: applications to the geosciences. *Computers and Geosciences*, 27, 381-400. Disponible en: [https://doi.org/10.1016/S0098-3004\(00\)00116-3](https://doi.org/10.1016/S0098-3004(00)00116-3)