Informes Técnicos Ciemat



PROYECTO PmaCO₂: Porosidad y Mecanismos de Atrapamiento de CO₂. La Formación Utrillas en el Sondeo SD-1 (Tejada-Burgos): Porosidad y Modelización del Sistema Poroso

R. Campos I. Barrios A. M. González



MINISTERIO DE ECONOMÍA Y COMPETITIVIDAD

iemat

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas



PROYECTO $PmaCO_2$: Porosidad y Mecanismos de Atrapamiento de CO_2 . La Formación Utrillas en el Sondeo SD-1 (Tejada-Burgos): Porosidad y Modelización del Sistema Poroso

R. Campos I. Barrios A. M. González

Departamento de Medio Ambiente

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Información y Documentación, Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas, Ciudad Universitaria, 28040-MADRID, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

Los descriptores se han seleccionado del Thesauro del DOE para describir las materias que contiene este informe con vistas a su recuperación. La catalogación se ha hecho utilizando el documento DOE/TIC-4602 (Rev. 1) Descriptive Cataloguing On-Line, y la clasificación de acuerdo con el documento DOE/TIC.4584-R7 Subject Categories and Scope publicados por el Office of Scientific and Technical Information del Departamento de Energía de los Estados Unidos.

Se autoriza la reproducción de los resúmenes analíticos que aparecen en esta publicación.

Catálogo general de publicaciones oficiales <u>http://www.060.es</u>

Depósito Legal: M -26385-2011 ISSN: 1135 - 9420 NIPO: 721-13-015-9

Editorial CIEMAT

CLASIFICACIÓN DOE Y DESCRIPTORES

S58 CARBON DIOXIDE; CARBON SEQUESTRATION; POROSITY; GEOLOGIC STRUCTURES; SIMULATION; MERCURIC; SAMPLING

PROYECTO PmaCO₂: Porosidad y Mecanismos de Atrapamiento de CO₂ La Formación Utrillas en el Sondeo SD-1 (Tejada - Burgos): Porosidad y Modelización del Sistema Poroso

Campos, R.; Barrios, I.; González, A. M. 226 pp. 78 refs. 29 figs. 3 tablas

Resumen:

El proyecto $PmaCO_2$, financiado por la Secretaria de Estado e Investigación del MINECO (CGL2011-24768) tiene como finalidad estudiar la microestructura porosa de las formaciones almacén y así contribuir a la viabilidad del secuestro de CO₂ en formaciones geológicas.

La estructura microporosa de las rocas almacén juega un importante papel no solo en la prevalencia de un determinado mecanismo de atrapamiento, sino también en la cantidad de CO_2 inmovilizado. Se investigan las facies de Utrillas como representantes de un almacenamiento en acuífero salino profundo y en esta publicación se resumen parte de los trabajos realizados en el primer año de trabajo del proyecto. Se presenta el estudio de la microestructura de las areniscas de Utrillas, muestreadas en sondeo, aplicando la técnica de porosimetría por intrusión de Hg para la determinación experimental de la porosidad y parámetros asociados, se modeliza el medio poroso mediante el código de simulación PoreCor a partir de las curvas de intrusión-extrusión.

PmaCO₂ Project: Porosity and CO₂ Trapping Mechanisms The Utrillas Formation in SD-1 borehole (Tejada - Burgos): Porosity and Porous Media Modelling

Campos, R.; Barrios, I.; González, A. M. 226 pp. 78 refs. 29 figs. 3 tablas

Abstract:

The aim of $PmaCO_2$ project, supported by the Secretary of State and Research MINECO (CGL2011-24768) is to increase the knowledge of the microstructure of porous storage formations and thus contribute to the viability of CO_2 sequestration in geological formations.

The microporous structure plays an important role not only in the prevalence of a particular trapping mechanism, but also on the amount of CO_2 immobilized. Utrillas facies are investigated in this project as representatives of a deep saline aquifer storage. This publication is a summary of the work done in the first year of the project. We present a study on microestructure of sandstones Utrillas, sampled in borehole, by applying the mercury intrusion porosimetry technique for the experimental determination of porosity and associated parameters. The porous medium was modeled with the PoreCor simulation code based in intrusion-extrusion curves.

AGRADECIMIENTOS:

Este estudio se está realizando dentro del proyecto CGL2011-24768: El sistema poroso de las facies Utrillas: Caracterización de sus propiedades y su influencia en los mecanismos de atrapamiento de CO2 en AGPs, financiado por la Secretaria de Estado e Investigación, del MINECO.

Agradecemos a I.Suárez y R. Martínez del IGME el haber puesto a nuestra disposición los datos geológicos y geofísicos así como las muestras del sondeo SD1. Así mismo agradecemos su disponibilidad al personal encargado de la litoteca del IGME.

Agradecemos al Dr. Aracil de AGS, la supervisión de las diagrafías del sondeo SD1.

Agradecemos al Dr. Rodríguez–López del Grupo de Análisis de Cuencas Sedimentarias del Departamento de Estratigrafía-Instituto de Geología Económica UCM-CSIC de Madrid, la supervisión de las muestras estudiadas y las ideas aportadas respecto a la interpretación sedimentológica de las facies cortadas en el sondeo SD1.

<u>ÍNDICE</u>

1.- ANTECEDENTES - OBJETIVOS

2.- POROSIMETRÍA POR INTRUSIÓN DE MERCURIO

- 2.1.- Método
- 2.2.- Instrumentación

2.3.- Parámetros determinados mediante porosimetría por intrusión de Mercurio

3.- GEOLOGÍA - SELECCIÓN DE MUESTRAS

4.- PREPARACIÓN DE MUESTRAS Y CONDICIONES ESPECÍFICAS DE MEDIDA PARA LA POROSIMETRÍA

5.- RESULTADOS DE LA POROSIMETRÍA POR INTRUSIÓN DE MERCURIO

- 5.1.- Interpretación de resultados Muestra 25.4
- 5.2.- Interpretación de resultados Muestra 35.4
- 5.3.- Interpretación de resultados Muestra 38.0
- 5.4.- Interpretación de resultados Muestra 61.3
- 5.5.- Interpretación de resultados Muestra 63.0
- 5.6.- Interpretación comparativa de resultados

6.- MODELIZACIÓN: CÓDIGO DE MODELIZACIÓN PoreCor

- 6.1.- Optimización Del Modelo: Modelo Híbrido Recocido Simulado- Simplex.
 - 6.1.1.- Recocido Simulado
 - 6.1.2.- Algoritmo Simplex
- 6.2.- Resultados de la Modelización

REFERENCIAS

ANEXO 1- Resultados de la porosimetría por intrusión de Hg

ANEXO 2- Resultado de la modelización en Pore-Cor

FIGURAS

- Figura 1 .- Contribución de los mecanismos de atrapamiento al AGP de CO2 (modificado de IPCC (2005), Class, (2008)).
- Figura 2 .- Flujo de fluidos en medios porosos a diferentes escalas (Modificado de Kobus et al., 1996; Kopp, 2009).
- Figura 3 .- Esquema del atrapamiento residual de CO2 (Kaldi y Gibson Poole, 2008).
- Figura 4 .- Relación entre la presión aplicada al mercurio y la porosidad ocupada (Webb, 2001).
- Figura 5.- Representación de la curva de intrusión de Hg en función de los incrementos de presión. La presión umbral está definida gráficamente por Katz y Thompson (1987) y corresponde con el punto de inflexión a partir del cual la curva se hace convexa ascendente.
- Figura 6 .- (a) Mapa geológico simplificado de la Cordillera Ibérica mostrando el área de estudio de Rodríguez-López et al., (2009), en la que hemos posicionado (punto rojo) el sondeo SD-1 (IGME 2010) para la localización del área de estudio de este trabajo. (b) Esquema del registro sedimentario mostrando la localización de las Formaciones Escucha y Utrillas según Rodríguez-López et al., (2009). (c) Panel de correlación estratigráfica de Rodríguez-López et al.,(2009) en el que se muestra la Superficie de Discontinuidad Regional (SDR) que separa la Sucesión Sedimentaria Inferior (SSI) y Superior.
- Figura 7 .- Posición del Sondeo SD-1 sobre la cartografía geológica MAGNA modificada.
- Figura 8 Muestras 1 y 2. Posición de las muestras 1 y 2 sobre la testificación geológica y geofísica del sondeo SD-1.
- Figura 9.- Muestra 3. Posición de la muestra 3 sobre la testificación geológica y geofísica del sondeo SD-1.
- Figura 10. Muestra 4. Posición de la muestra 4 sobre la testificación geológica y geofísica del sondeo SD-1.
- Figura 11 Muestra 5. Posición de la muestra 5 sobre la testificación geológica y geofísica del sondeo SD-1.
- Figura 12.- Muestras 6 y 7. Posición de las muestras 6 y 7 sobre la testificación geológica y geofísica del sondeo SD-1.
- Figura 13 -- (a) Variación de la porosidad en cada una de las seis medidas realizadas sobre las cinco muestras. (b) Variación del volumen de mercurio total intruido en las mismas muestras.
- Figura 14 .- Área total de poros (m²/g) para cada una de las seis medidas de las cinco muestras.
- Figura 15.- Radio medio de poro para las seis medidas de cada una de las cinco muestras estudiadas.
- Figura 16 .- Curvas de intrusión extrusión de Hg y de distribución de tamaños de poros para las seis medidas de la muestra 25.4m.
- Figura 17 Curvas de intrusión extrusión de Hg y de distribución de tamaños de poros para las seis medidas de la muestra 35.4m.
- Figura 18 Curvas de intrusión extrusión de Hg y de distribución de tamaños de poros para las seis medidas de la muestra 38.0m.
- Figura 19 Curvas de intrusión extrusión de Hg y de distribución de tamaños de poros para las seis medidas de la muestra 61.3m.

- Figura 20 Curvas de intrusión extrusión de Hg y de distribución de tamaños de poros para las seis medidas de la muestra 63.0m.
- Figura 21 .- Doble gráfica de las curvas de Intrusión-Extrusión (ejes inferior e izquierdo) y curvas de distribución de tamaños de poros (ejes superior y derecho) para cada muestra. Los ejes superior e inferior tienen su correspondencia basada en la ecuación de Washburn (1921).
- Figura 22 .- Estructura en celda unitaria de poros y gargantas generada en PoreCor. Los poros (en naranja) se sitúan en cada uno de los 1000 nodos de la celda unitaria y éstos están conectados por poros menores, cilíndricos (en azul) que representan las conexiones entre poros o gargantas.
- Figura 23.- Tipos de estructuras generadas en PoreCor (A) al azar (random) (B) bandeada horizontal con poros que varían de finos a gruesos en la vertical (C) bandeada horizontal con poros variando de gruesos a finos hacia el centro (D) bandeada vertical (E) radial con variación de gruesos a finos en el interior (F) radial con variación de finos en el exterior a gruesos en el interior. Todos los modelos excepto la estructura random presentan niveles de correlación superiores a 0.6.
- Figura 24. Conexiones y numeración de poros en la celda unitaria.
- Figura 25. 4-Simplex en un espacio 3D
- Figura 26. Representación gráfica del movimiento de un 4-Simplex, en un espacio tridimensional X, Y,Z.
- Figura 27.- Evolución del simplex. (a) Reflexión. (b) Expansión. (c) Contracción. (d) Encogimiento. Tomado de Pérez López, (2005).
- Figura 28. Ejemplo de modelización de la red de poros en la muestra 35.4(6). Explicación en el texto.
- Figura 29. Espacio de poros intruido por Hg bajo una presión de confinamiento de 7380 kPa (A), y bajo diferentes presiones entre 10 y 100000 kPa (B a F)

TABLAS

- Tabla 1 .- Clasificación de tamaños de poros de Boucher (1976), adoptada por la IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) y aceptada en la Norma ISO 15901-1:2005.
- Tabla 2 .- Resumen de resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio en las seis medidas realizadas a cada una de las cinco muestras.
- Tabla 3 -- Resultados de la modelización del sistema poroso, a partir de los resultados de porosimetría por inyección de Hg, mediante la utilización del código CorePor.

FOTOS

- Foto 1 .- Laboratorio de Caracterización Petrofísica del Ciemat. Porosímetro de inyección de Hg, Autopore IV – 9500 - Micromeritics
- Foto 2 .- Muestra 3 25.40 m SD-1. Arenas de grano medio-fino con signos de oxidación (a) nícoles paralelos y (b) nícoles cruzados.
- Foto 3.- Muestra 3 25.40 m SD-1. Arenas de grano medio-fino con cementos carbonáticos tapizando los bordes de grano (a) nícoles paralelos y (b) nícoles cruzados
- Foto 4 Muestra 4 35.40 m SD-1. Arenas de grano medio-fino con importantes cementaciones carbonáticas (a) vista general con nícoles paralelos, (b) vista general con nícoles cruzados.
- Foto 5.- Muestra 4 35.40 m SD-1. Arenas de grano medio-fino con importantes cementaciones carbonáticas, (a) y (b) vista de detalle de rellenos mostrando la presencia de algunos cristales.
- Foto 6 .- Muestra 5 38.0m Sondeo D1 Clastos de cuarzo fisurados sobre una matríz de idéntica composición, arenosa de grano fino. Nícoles cruzados.
- Foto 7. Muestra 5 38.0m Sondeo D1 Clastos de cuarzo heterométricos (100-250 mm) sobre una matriz de idéntica composición y grano fino, (a) nícoles paralelos (b) nícoles cruzados.

1.- ANTECEDENTES - OBJETIVOS

La concentración de gases de efecto invernadero en la atmósfera ha aumentado debido al enorme consumo de combustibles fósiles desde la revolución industrial y lo más probable es que ésta sea la causa del aumento global de temperatura observado. Como actualmente no existe ninguna tecnología eficiente para la reducción de las emisiones, la captura y almacenamiento de CO2 (CAC) se presenta como una opción que puede contribuir notablemente a la reducción de la emisión de gases con efecto invernadero a la atmósfera.

El procedimiento para poder proceder con esta opción de mitigación, es la elección del tipo de almacenamiento y la selección de áreas y formaciones geológicas adecuadas (Ruiz et al., 2008), a esta fase le sucede otra en la que es imprescindible la demostración de la idoneidad tanto del tipo, como del área y formación elegida en una serie de investigaciones dirigidas a ello. La selección es una tarea difícil puesto que confluyen infinidad de criterios geológicos y socioeconómicos a diferentes escalas espaciales y temporales (Kopp et al., 2009a y b), además por lo general, hay pocos datos geológicos subsuperficiales disponibles y el pronóstico de los procesos que se producen después de la inyección de CO2 es aún incierto.

El almacenamiento geológico de CO2 se podrá realizar principalmente en alguno de los siguientes escenarios: acuíferos salinos profundos, campos de petróleo y gas exhaustos, y en capas de carbón no explotables. Se distingue entre el exclusivo propósito de almacenar CO2, y el uso de CO2 inyectado para mejorar la recuperación de petróleo (EOR) y gas natural (EGR), o metano desde yacimientos de carbón (ECBM). Todas las opciones son posibles, alguna de ellas más probable que otra ya que los costes de su puesta en marcha están compensados por el beneficio económico generado. En España sin embargo, el almacenamiento en acuíferos salinos profundos se manifiesta como la opción más viable.

La inyección en acuíferos salinos profundos es posible y actualmente está en

operación en Noruega en el marco del proyecto Sleipner, se está inyectando 1 Mt CO2/año desde 1996 en la Fm. Arenosa Utsira a 1100 m de profundidad (Torp y Gale, 2004). En el campo de gas de SnØhvit, en el mar de Barent, también en Noruega, se han invectado, desde mayo del 2008, aproximadamente 0.75 Mt CO2 por año. Otro ejemplo es el de In-Salah en Argelia, donde se invecta en una formación de areniscas a 1800 m de profundidad desde el año 2004. En Australia a través del proyecto comercial Joint Venture de Gorgona, actualmente se invecta 3 Mt CO2 anuales en una formación salina a 2300 m de (International profundidad Enerav Agency Greenhouse Gas R&D Programme, 2008).

Otros lugares que están siendo actualmente



los mecanismos de atrapamiento al AGP de CO2 (modificado de IPCC (2005), Class, (2008)) investigados mediante plantas piloto de inyección son Nagaoka en Japón (Consorcio Nagaoka Project, 2009), Frio Project (Hovorka et al., 2006), CO2SINK en el acuífero salino del anticlinal de Ketzin, próximo a Berlín (Alemania - Consorcio Proyecto CO2SINK, 2009). En España, la CIUDEN está desarrollando una planta piloto de desarrollo tecnológico para la inyección de CO2. Estos proyectos abordan la efectividad y seguridad del almacenamiento a través del estudio del comportamiento y estabilidad del CO2 durante y después de la inyección.

La efectividad y la seguridad del almacenamiento de CO2 dependerá de una combinación de mecanismos de captura, físicos y geoquímicos que estarán activos y variarán su contribución al total del almacenamiento a diferentes escalas temporales (*Figura 1*) y espaciales (*Figura 2*).



Figura 2.- Flujo de fluidos en medios porosos a diferentes escalas (Modificado de Kobus et al., 1996; Kopp et al., 2009).

El proyecto PmaCO2, en el que se realiza este trabajo tiene como finalidad ahondar en el conocimiento de las formaciones almacén abordando la efectividad del almacenamiento, para contribuir a la selección de áreas y formaciones de interés, así como a minimizar la incertidumbre asociada al estudio de los procesos post-inyección mediante el estudio de la microestructura porosa de la roca almacén.

Una vez inyectado el gas en la formación, estará sujeto a procesos de flotación debido a la diferencia de densidad con el agua residente en la roca (agua de formación), por lo que el CO2 tenderá a migrar a zonas menos profundas. Para impedir esta migración se necesitará una trampa estructural y/o estratigráfica que lo retenga. Esta trampa se denomina sello y está caracterizado por ser una zona de baja permeabilidad y el mecanismo de atrapamiento es un mecanismo físico. Relacionado con este atrapamiento se puede producir un atrapamiento hidrodinámico que se origina cuando el CO2, es atrapado por el flujo hidrogeológico natural en acuíferos salinos regionales, con tiempos de residencia o tránsito significativos. El CO2 en este caso se irá disolviendo (atrapamiento por solubilidad) o será atrapado residualmente.

El atrapamiento residual (*Figura 3*), de especial importancia en la investigación que se plantea, se produce cuando el CO2 queda inmovilizado en los poros de la roca por la acción de fuerzas capilares (escala mm y μ m, en *Figura 2*). Este mecanismo se produce con posterioridad al cese de la inyección de CO2 y puede inmovilizar grandes cantidades del mismo (20-25 %), en función del tipo

de formación (Ennis-King y Paterson, 2001; Flett et al., 2005), al quedar como fase residual inmóvil se puede ir disolviendo en el agua con el tiempo (Kaldi y Gibson Poole, 2008). Finalmente se puede hablar también de un atrapamiento mineral en el que las reacciones geoquímicas juegan un importante papel, cuando por precipitación de nuevos minerales parte del carbonato queda retenido de forma estable (Flett et al., 2004).

De manera general, el atrapamiento estructural / estratigráfico será el principal mecanismo de almacenamiento en las etapas iniciales (*Figura 1*). A medida que transcurra el tiempo se irá reteniendo una mayor cantidad de CO2 en los poros de manera residual, o se irá disolviendo en el agua de la



Figura 3.- Esquema del atrapamiento residual de CO2 (Kaldi y Gibson Poole, 2008).

formación, incrementándose la seguridad del almacenamiento. En último término, puede tener lugar el atrapamiento mineral, reteniéndose el CO2 de manera permanente (IPCC, 2005).

El papel de la estructura microporosa de la formación almacén en el mecanismo de atrapamiento, cuyo estudio se plantea en este proyecto, juega un importante papel no solo en el tipo, sino también en la tasa de atrapamiento, o lo que es lo mismo, en la contribución al total de CO2 inmovilizado. Intentando llevar aún más lejos este razonamiento, podemos decir que la estructura microporosa de la roca en la cual se inyecta el CO2, además va a jugar un papel determinante en la seguridad del almacenamiento, debido a que determinadas estructuras microporosas serán más favorables para el atrapamiento residual, incrementando así el CO2 inmovilizado y el disponible para disolución, frente al CO2 móvil y susceptible de escape.

En este encuadre es donde opera el Proyecto que se presenta, en la caracterización y evaluación del reservorio y en la simulación numérica del medio como etapa previa e indispensable para entender los procesos que se generarán después de la inyección. Se lleva a cabo en este proyecto una investigación fundamental abordando los procesos subvacentes a la invección de CO2 en formaciones geológicas. Serán investigadas las facies Utrillas de la Cadena Ibérica porque es la mejor representante del tipo de roca almacén de un almacenamiento en acuífero salino profundo, que por otra parte constituye la opción más probable en territorio español. Además se plantean dos cuestiones estratégicas, la primera es la existencia de una formación "sello", la Formación Picofrentes, cuyo estudio no abordamos en este proyecto, aunque si se contempla para proyectos futuros, y la segunda cuestión estratégica está relacionada con la proximidad de los principales focos de emisión de CO2, como son las centrales térmicas de Escucha, Teruel 1, 2 y 3 y Escatrón. Estas cuestiones se desarrollan en el apartado 5 que hace referencia a los beneficios, difusión y explotación de los resultados del proyecto.

2.- POROSIMETRÍA POR INTRUSIÓN DE MERCURIO

Desde un punto de vista físico las rocas, pueden ser consideradas sistemas trifásicos, constituidos por una fase sólida, que son las partículas que definen la fábrica, una fase líquida, generalmente agua, ya sea gravitacional o asociada a las partículas mediante adsorción, y una fase gaseosa, habitualmente aire con vapor de agua.

La porosidad puede describirse según la expresión:

E=Vh/Vt=Vh/(Vh+Vs)=e/(1+e)

Siendo: (Vh) el espacio ocupado por poros; (Vs) el espacio ocupado por partículas sólidas; (Vt) el volumen total; (E) la porosidad y (e) el índice de poros (e=Vh/Vs).

La caracterización de los materiales porosos implica normalmente la determinación del volumen total de poros (o porosidad), así como la determinación de la curva de distribución de tamaño de poro. En ocasiones, también puede ser necesario estudiar la morfología de los poros y su conectividad o determinar la superficie específica interna y externa para tener un análisis completo del sistema.

Los métodos comúnmente utilizados para esta caracterización son la porosimetría de mercurio (MIP) y la adsorción de gases.

En la MIP los poros son llenados con mercurio por efecto de una presión aplicada, este llenado y vaciado a presión controlada, genera las curvas de intrusión y extrusión características para cada material, en el rango de tamaño de poros comprendido entre 0.003 y 360 µm (30-3600000 Å), mientras que la adsorción de gases, trabaja en el rango de tamaños comprendidos entre 0.3 µm (3000 Å) y $3 \cdot 10^{-4}$ µm (3 Å) y los poros son caracterizados mediante las isotermas de adsorción de un gas, como el Nitrógeno, a temperatura de Nitrógeno líquido.

La MIP no solo resulta de enorme interés por cubrir un amplio rango de tamaño de poro (cinco órdenes de magnitud), sino porque los datos que proporciona, volumen de mercurio intruido en función de la presión aplicada, es indicativo de diversas características del espacio poroso y puede correlacionarse con diferentes propiedades físicas del material (Webb y Orr, 1997; Webb, 2001).

2.1.- Método

La medida con el porosímetro de mercurio (Normas ASTMD 4284-03 y 4404-84) se basa en la capilaridad generada por el Hg, que no moja el sólido con el que está en contacto. El mercurio no penetra espontáneamente en los conductos capilares sino que precisa una presión que es inversamente proporcional al diámetro (D) de los conductos o poros por los que intruye. Para el caso de líquidos no humectantes como el mercurio, y poros cilíndricos este fenómeno se expresa según la ecuación de Washburn (Washburn, 1921):

$D = -4\gamma \cos \theta / P$

Donde (P) es la presión aplicada, (D) es el diámetro de poro, (θ) es el ángulo de contacto entre el sólido y el mercurio y (γ) es la tensión superficial del fluido.

La tensión superficial del mercurio (γ) varía con la pureza del mismo, pero está normalmente aceptado el valor de 485 dinas/cm. El ángulo de contacto (θ) también puede variar con la composición del sólido pero se recomienda un valor de 130°, si no existe otra información específica que señale lo contrario.

Este método permite conocer el volumen de la muestra (Vc) y el volumen de los poros rellenos con mercurio (Vporos) con lo que la porosidad efectiva, abierta a la penetración del Hg, (E%) se determina de la siguiente forma:



Figura 4. – Relación entre la presión aplicada al mercurio y la porosidad ocupada (Webb, 2001).

E (%)=(Vporos/Vc) x 100

La porosidad total (Et%), abierta más cerrada, no se puede calcular mediante MIP, en su cálculo intervienen las densidades de la muestra.

Et (%)=100 x (1-Db/Dr),

Donde (Db) es la densidad del conjunto (Bulk density), determinada como la relación entre la masa seca y el volumen de la probeta y (Dr) es la densidad real (skeletal density), de la fase mineral o grano (peso específico), obtenida a partir del ensayo de picnometría de Helio.

2.2.- Instrumentación

El porosímetro de mercurio disponible en el Laboratorio de Petrofísica del Ciemat corresponde al modelo AutoPore Serie IV 9500 (*Foto 1*), de la casa



Foto 1-. .- Laboratorio de Caracterización Petrofísica del Ciemat. Porosímetro de inyección de Hg, Autopore IV – 9500 - Micromeritics

Micromeritics. Permite mediante la intrusión forzada de mercurio, la medida de diámetros de poros en un rango comprendido entre 0.003 μ m y 360 μ m, trabajando a unas presiones máximas de 33000 psia (228 MPa).

Consta de dos medidas consecutivas, una medida a baja presión, y otra a alta presión, hasta alcanzar la máxima proporcionada por el equipo y su consiguiente despresurización. En el rango de bajas presiones (50 psia – 345 kPa) se intruyen poros con diámetros comprendidos entre 360 μ m y 3.6 μ m, mientras que en el puerto de alta presión se alcanzan las presiones máximas (33000 psia – 228 MPa), el rango de poros estudiados varia entre 6 μ m y 0.0055 μ m de diámetro.

Los portamuestras de vidrio (penetrómetros – *Figura 4*) disponen de un capilar recubierto, conductor, que permite registrar el volumen de mercurio en él a través de su capacitancia, así como su variación en los sucesivos incrementos de presión.

2.3.- Parámetros determinados mediante porosimetría por intrusión de Mercurio

Los parámetros obtenidos mediante MIP de carácter general, relativos a la muestra, que se recogen en el Anexo 1, son los siguientes:

• <u>Volumen total de intrusión</u>: es el volumen total de mercurio introducido en la muestra durante el ensayo, medido en mL/g. Incluye el llenado interpartícula y los efectos de la compresibilidad del material. Este parámetro por sí sólo, da una idea de la porosidad del material. *Es equivalente al volumen de poros específico, o* volumen total de poros por gramo de muestra (mL/g), y se corresponde con el máximo volumen de mercurio que penetra en la muestra como respuesta a la aplicación de la máxima presión del ensayo.

• <u>Área total de poros</u>: La técnica de la MIP se basa en el modelo de Washburn, que supone que la geometría de los poros es cilíndrica. Partiendo de esta premisa, es posible calcular el área de los poros (A) correspondiente a cada incremento de volumen de poros mediante la ecuación:

A = 4 V/D

Siendo (D) el diámetro de poro correspondiente a la presión aplicada y (V) el volumen de poros deducido del volumen de Hg introducido a dicha presión.

• <u>Diámetro medio de poro (en función del volumen o del área)</u>: Es el diámetro de poro (µm) que corresponde al valor medio del volumen específico de intrusión o al valor medio del área total de poros.

• <u>Valor medio de diámetro de poro (4V/A)</u>: Se calcula a partir del volumen total intruido (V) y del área total de poros (A) como 4V/A.

• <u>Densidad aparente</u> del fragmento de muestra a una presión determinada, 0.38 psia (0.00262 MPa). Corresponde a la 'Bulk density' y generalmente se calcula al inicio del análisis, el equipo reduce la presión del sistema hasta 0.00262 MPa e introduce mercurio en el portamuestras junto con la muestra. Dado que el mercurio es un fluido no humectante, no penetrará en la muestra a esta presión y se limita a rodear la muestra envolviéndola. Entonces es posible determinar el volumen del fragmento introducido a partir del volumen del portamuestras vacío (y calibrado) y el volumen de mercurio que ha penetrado.

• <u>Densidad esqueletal</u>, también denominada "peso específico aparente", es la densidad de la parte sólida de la muestra, sin vacíos. Se calcula a la presión máxima del ensayo, a la cual se supone que los poros han sido llenados en su "totalidad" con mercurio.

• <u>Porosidad</u> (E%) que se define como la relación entre el volumen total de poros (Vporos) y el volumen total de la muestra (Vc), incluyendo todos los poros (E%=(Vporos/Vc)100).

• <u>Porcentaje de capilar usado del penetrómetro</u>: Al principio del ensayo, este capilar se llena de Hg y a medida que va transcurriendo el análisis, el mercurio abandona este capilar empujado por la presión aplicada y penetra en los poros de la muestra. La variación de volumen de Hg en el interior del capilar provoca una variación de capacitancia del sistema.

Los parámetros obtenidos mediante MIP relativos a la descripción de la estructura porosa son los siguientes:

• <u>Presión umbral (PU)</u>: Es la presión a la cual el fluido empieza a percolar atravesando el medio poroso. Se considera que corresponde a la presión en el primer punto de inflexión de la curva de intrusión acumulada (*Figura 5*) donde

ésta se hace convexa ascendente, según Katz y Thompson (1986 y 1987), esta presión corresponde а la presión a la cual el mercurio atravesar comienza la а muestra. comenzando el proceso de precolación.

• <u>Longitud característica</u> (<u>LPU)</u>: Es el diámetro de poro correspondiente a la presión umbral definida anteriormente (Pt), también se encuentra descrita por Katz y Thompson (1986, 1987).

 <u>Distribución de tamaño</u> <u>de partícula:</u> Independientemente de la morfología



Figura 5.- Representación de la curva de intrusión de Hg en función de los incrementos de presión. La presión Umbral está definida gráficamente por Katz y Thompson (1987) y corresponde con el punto de inflexión a partir del cual la curva se hace convexa ascendente.

real de las partículas, esta distribución de tamaño de partículas corresponde a esferas. Aplicando el modelo matemático de Pospech y Schneider (1989), se busca la curva de distribución de tamaño de partículas esféricas que mejor reproduce la curva experimental de intrusión de mercurio.

• <u>Relación entre tamaño de poro y tamaño de conexión o garganta:</u> En ocasiones huecos o canales de pequeño tamaño pueden conectar poros de mayor tamaño en el interior del material. A los primeros se les llama

"conexiones o gargantas" y a los segundos "poros". La diferencia entre ambos se refleja en la histéresis de las curvas de intrusión-extrusión.

Otros parámetros relativos a la estructura porosa deducidos durante el ensayo MIP son el factor de tortuosidad y la tortuosidad (véase Santiago, 2008).

Finalmente comentar que aunque existen numerosas clasificaciones de tamaños de poros en la literatura científica (Choquette y Pray, 1970; Russel, 1927; Setzer, 1990), se ha utilizado la clasificación de la IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry), que adopta la clasificación de Boucher (1976) para los tamaños de poros mostrados en la *tabla 1*.

Tamaño de poro	Radio	Diámetro
Macroporos	R >25 nm	D >50 nm (500 Å)
Mesoporos	25 > R > 1 nm	50 > D > 2 nm (20 Å)
Microporos	R < 1 nm	D <2 nm (20 Å)

Tabla 1.- Clasificación de tamaños de poros de Boucher (1976), adoptada por la IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) y aceptada en la Norma ISO 15901-1:2005.

Teniendo en cuenta las presiones de inyección del porosímetro utilizado, la porosidad medida mediante la intrusión de mercurio queda restringida a la macroporosidad y una parte de la mesoporosidad. La existencia y cuantificación de las poblaciones de microporos (D<2 nm) se ha realizado mediante la técnica de adsorción física.

3.- GEOLOGÍA - SELECCIÓN DE MUESTRAS

El avance del conocimiento asociado al estudio de los depósitos detríticos de las Facies Utrillas en los últimos 30 años ha sido muy intenso y ha posibilitado además del análisis detallado de los mismos, el acuñamiento de nuevas interpretaciones relacionadas con los ambientes sedimentarios en los cuales se generaron. La existencia de estas nuevas aportaciones al mundo científico no debe menoscabar el trabajo geológico realizado con anterioridad, ya que son estos trabajos la base del conocimiento actual y probablemente sin ellos no hubiera sido posible una visión global para estas nuevas interpretaciones aún en revisión.

Dado que este trabajo no aporta nuevas interpretaciones sobre la estratigrafía y/o ambientes sedimentarios asociados a los depósitos de Utrillas, sino que lo que pretende es profundizar en el campo de la microestructura de poros y propiedades físicas de la formación, en sus diferentes facies y de cara a la evaluación de los procesos de flujo y/o retención de CO2 a través de la roca, nuestra opción es tener en cuenta y respetar al máximo todos los trabajos geológicos realizados hasta el momento sobre estos materiales.

Desde la definición de Fallot y Bataller (1927) la cual a su vez fue precedida por otros trabajos de investigación, hasta las últimas investigaciones de Rodríguez López et al., (2012), las Formaciones Arenas de Utrillas y Lignitos de Escucha han sido abordados continuamente desde un punto de vista científico y en ocasiones económico.

En 1927 Fallot y Bartaller incluyeron en una misma unidad a todos los depósitos terrígenos que se sitúan sobre las facies calcáreas del Aptiense y por debajo de las del Cretácico Superior y tienen que pasar casi 50 años para que Aguilar et al., en 1971, diferenciaran en estas rocas dos unidades que denominaron Formación Lignitos de Escucha del Aptiense superior – Albiense inferior y Formación Arenas de Utrillas del Albiense superior – Cenomaniense inferior. Esta individualización en dos unidades supuso un gran cambio en la forma de abordar el estudio de estos materiales y desde entonces el conocimiento asociado a ambas formaciones ha avanzado de una forma constante (Gil et al., 2004).

Entre las principales contribuciones, destacar los trabajos que se presentaron en el II Coloquio del Cretácico en España en 1982, así como todo el trabajo recogido en el plan MAGNA, además de los trabajos de García et al., (1978 y 1989); Carenas (1987) y García Hidalgo et al., (1997, 1998, 2001 y 2003) entre otros. Queremos destacar especialmente los trabajos de Pardo (1974, 1977 y 1979), y Pardo y Villena (1977, 1979 y 1981) que aborda en su Tesis Doctoral el estudio estratigráfico y sedimentológico de las Formaciones Escucha y Utrillas en el Bajo Aragón e interpreta la Formación Utrillas como un depósito de un sistema fluvial. El mismo autor, años después (Pardo et al.,1991) señala la posible existencia de influencia mareal.

Entre 1985 y 1990 también se aborda el estudio de ambas formaciones desde un punto de vista industrial, y entre los trabajos desarrollados bajo este enfoque, podemos destacar los de Martín et al., (1986) y Querol (1988 y 1990).



Figura 6.- (a) Mapa geológico simplificado de la Cordillera Ibérica mostrando el área de estudio de Rodríguez-López et al., (2009b), en la que hemos posicionado (punto rojo) el sondeo SD-1 (IGME 2010) para la localización del área de estudio de este trabajo. (b) Esquema del registro sedimentario mostrando la localización de las Formaciones Escucha y Utrillas según Rodríguez-López et al., (2009b). (c) Panel de correlación estratigráfica de Rodríguez-López et al.,(2009b) en el que se muestra la Superficie de Discontinuidad Regional (SDR) que separa la Sucesión Sedimentaria Inferior (SSI) y Superior (SSS).

La mayor precisión en los trabajos realizados, pone de manifiesto el carácter diacrónico de las facies Utrillas y mientras la edad atribuida en su área tipo se sitúa entre el Albiense y Cenomaniense, los estudios realizados en el Sistema Central le atribuyen una edad Turoniense superior-Coniaciense. Según Gil et al., (2004) se admite una edad comprendida entre el Aptiense (Arias, 1978), y el Santoniense (Gil, 2002). Hasta este momento se considera que son un

conjunto de cuerpos de roca con diferencias de facies, edad y disposición paleogeográfica. La interpretación más extendida es que estos depósitos constituyen las terminaciones terrígenas de las plataformas carbonatadas desarrolladas en el Surco Ibérico hacia el Macizo Hespérico, durante los diferentes episodios deposicionales del Cretácico Superior (Gil et al., 2004).

Los estudios estratigráficos y sedimentológicos llevados a cabo muy recientemente, entre el año 2005 y el año 2012 (*Figura 6* – Rodríguez-López, 2008 y Rodríguez-López et al., 2005, 2006a y b, 2007a y b, 2008a y b, 2009 a y b, 2010 y 2012), aportan nuevos datos e interpretaciones que sugieren que los tramos arenosos, arcillosos y limosos de la parte alta de la Formación Escucha y la totalidad de la Formación Utrillas constituyen el registro sedimentario del primer sistema desértico Cretácico de Europa.

Este sistema desértico se desarrolla, según los autores, sobre una superficie de discontinuidad regional (SDR) que se encuentra dentro del registro de la Formación Escucha y que marca la desaparición de los niveles de carbón. Según los trabajos citados esta SDR separa dos sucesiones estratigráficas, una inferior (SSI) que contiene niveles de carbón y otra superior (SSS) formada por areniscas y en menor proporción arcillas y limos.

Haciendo un resumen de los estudios recientes y citados en los párrafos anteriores, la SDR tiene las siguientes características:

- Se localiza en el registro sedimentario de la Formación Escucha.

- Marca la desaparición regional de las capas de carbón, por lo que separa dos sucesiones sedimentarias diferentes.

- Es reconocible en varios sectores de la Cordillera Ibérica, marcando una discontinuidad regional.

- Está asociada a una etapa de erosión puesto que la discontinuidad afecta a diferentes tramos infrayacentes.

- Se produce con posterioridad a un episodio tectónico distensivo que afecta a la SSI, que muestra fallas lístricas y discontinuidades (Rodríguez-López et al., 2006b, 2007a y b).

La Sucesión Sedimentaria Superior (SSS) abarca la parte superior de la Formación Escucha que incluye areniscas, limos y arcillas y la totalidad de la Formación Utrillas, que presenta también areniscas limos y arcillas. Esta sucesión superior se sitúa entre la Superficie de Discontinuidad Regional (SDR) y las plataformas carbonatadas del Cretácico Superior y constituye según Rodríguez–López., (2009), un sistema desértico arenoso (erg) que se extiende en las provincias de Zaragoza, Teruel y Soria, teniendo uno de sus límites occidentales (back-erg) hacia la provincia de Burgos (Rodríguez-López, com.per.).

La SSS presenta potentes tramos arenosos muy homométricos con estratificación cruzada. El estudio sedimentológico llevado a cabo por los autores citados concluye que se trata de facies eólicas, entre las que se reconocen dunas, sandsheets, interdunas, depositos de sabkha y depositos extraduna tipo lagoon, que siendo depósitos coetáneos constituyen la arquitectura de un sistema desértico arenoso, zonado, desde las regiones proximales situadas hacia el NO, hasta las zonas distales situadas hacia el SE.

Este sistema desértico presentaría la zonación descrita por Porter (1986) en tres sectores, desde una posición proximal (back-erg) hacia una posición central (central-erg) hasta una posición distal (fore-erg). En la zona proximal se produce la interacción entre los sistemas fluviales efímeros y el viento, mostrando facies asociadas a ciclos fluvio-eólicos.

El back-erg a su vez presenta dos dominios, uno interno (inner back-erg) y otro externo (outer back-erg), en el que se encuentran potentes acumulaciones de arenas eólicas interestratificadas con conglomerados depositados en sistemas fluviales efímeros.

La presencia de tramos arenosos-arcillosos podría corresponder a una llanura de inundación efímera, o a depósitos de Mud-Playa, que señalan la proximidad de la línea de costa y la consecuente influencia de los ambientes sedimentarios más característicos del fore-erg.

Precisamente es en esta zona donde realizamos el primer muestreo para el estudio de la porosidad en el ámbito del proyecto PmaCO2, ya que disponemos de un sondeo de 63 m de profundidad realizado prácticamente en su totalidad en las Facies Utrillas.

El Sondeo de Tejada CD-SO-01 (IGME, 2010), en adelante SD-1, se encuentra muy próximo a la localidad de Tejada, a unos 600 m en dirección NW, en la hoja del MTN número 314 (Cilleruelo de Abajo) y en las coordenadas X e Y, UTM (m) 455121, 4645113, a una cota de 1110m, s.n.m.

En la *figura 7* se encuentra reflejada la posición del sondeo sobre la cartografía MAGNA simplificada de la zona y un extracto de la leyenda en la que se señala la formación almacén.

Según la testificación geológica realizada por el IGME en sus campañas de campo, se diferencian en el sondeo Tejada SD-1, dos tramos uno inferior, con areniscas, conglomerados y arcillas que corresponde a la Formación Utrillas y uno superior, con margas y calizas margosas y que corresponde con las formaciones Picofrentes, Santa María de las Hoyas y Cabrejas del Pinar.

Según la memoria de la hoja 314 (Cilleruelo de Abajo) el espesor de la Formación Utrillas es de unos 200 m. La formación se asienta sobre una discordancia basal en la que se pueden desarrollar procesos de exposición y alteración subaérea, microkarstificación e incluso suelos lateríticos (García Hidalgo et al., 1997).

La Formación Utrillas se compone de materiales terrígenos formando una macrosecuencia granodecreciente que incluye varias secuencias granodecrecientes con un espesor variable entre 10 y 15 m. Comienzan por conglomerados o areniscas de grano muy grueso, con clastos de cuarzo y cuarcita principalmente y matriz areno-arcillosa de composición caolinífera. En la parte media de las secuencias aparecen arenas gruesas a finas en el techo, con matriz arenoso-arcillosa y abundante caolín. La parte superior de las secuencias está formada por limos arenosos y arcillas de colores verdosos o rojizos.

En la cartografía MAGNA se atribuyen a estos depósitos un carácter continental, con cursos fluviales de tipo braided, con áreas madres situadas hacia el oeste y noroeste y de naturaleza ígnea y siliclástica. También se

definen ambientes de deltas dominados por mareas y facies de llanura mareal y otros depósitos. Según los últimos estudios citados los depósitos pertenecerían a un ambiente de borde desértico con una influencia mareal, es decir un ambiente desértico muy próximo a la línea de costa (Rodríguez López, com.per).

En la serie de Tejada, a techo de la Formación Utrillas aparece un nivel centimétrico ferruginoso, que marca probablemente una interrupción en la sedimentación y sitúa el límite entre las unidades Utrillas y la superior (S.M.Hoyas + Cabrejas del P. + Picofrentes) en la que aparecen restos fosilíferos de tipo marino que por debajo están ausentes.



Figura 7.- Posición del Sondeo SD-1 sobre la cartografía geológica MAGNA modificada.

En la base de esta unidad se dispone una sucesión de 5 m de espesor, pero de gran continuidad lateral constituida por arenas con niveles de ostréidos en la base (Fm. Santa María de las Hoyas, Floquet et al., 1982) y alternancia de calizas y margas con abundante fauna hacia techo (Fm. Cabrejas del Pinar, Alonso et al., 1993), en esta zona como estas dos formaciones aparecen con espesor muy reducido, se incorporan a la formación suprayacente que es la Formación Margas de Picofrentes, constituida por margas de color verde y gris,

con nódulos calcáreos y abundantes restos fosilíferos, el espesor medio es de 50m.

El conjunto es de edad Cenomaniense medio - Cenomaniense terminal-Turoniense inferior, y se interpretan como depósitos de plataforma somera, rampa externa y plataforma abierta respectivamente.

Según la testificación llevada a cabo por el IGME el sondeo SD-1 corta hasta el metro 13.80, margas y calizas margosas y a partir de este metro y hasta final de sondeo (64.30m) areniscas, conglomerados y arcillas de la Formación Utrillas. La parte alta del sondeo se ha considerado como la Fm. Picofrentes, mientras que el resto se ha considerado la Fm. Utrillas.

El muestreo en el sondeo SD-1 ha cubierto las variaciones de facies existentes, siempre teniendo en cuenta que existen tramos donde no ha sido posible la recuperación de testigo continuo debido a la naturaleza deleznable de esta formación.

La muestra 1 (*Figura 8*) está tomada a 10.30 m de profundidad en el sondeo SD-1, según la testificación geológica llevada a cabo por el IGME corresponde a un tramo de arenas margo-arcillosas de grano fino, que se extiende desde el metro 9.30 al 10.55, dado su carácter predominantemente arenoso podría corresponder a la formación Santa María de las Hoyas, como se ha mencionado en párrafos anteriores las formaciones Picofrentes, Santa Mª de las Hoyas y Cabrejas del Pinar constituyen una única unidad cartográfica en esta zona de trabajo.

La muestra 2 está tomada a 11.00 m de profundidad en el sondeo SD-1 en un tramo limo-arenoso-arcilloso que se extiende desde el metro 11.65 al metro 11.80 (*Figura 8*). Igual que la muestra anterior constituyen la base de las formaciones suprayacentes, englobadas bajo el nombre de Picofrentes y por el momento no son objeto de estudio ya que no corresponden estrictamente a la formación almacén.

La muestra 3 (*Figura 9*) está tomada a 25.40 m de profundidad en el sondeo SD-1 en un tramo de arenas de grano medio-fino con importantes procesos de oxidación (*Foto 2 a y b*), que se extiende desde el metro 24.80 al 25.85. Presenta matriz arcillosa y algunos cementos carbonáticos (*Foto 3 a y b*).

<u>La muestra 4</u> es muy parecida a la anterior (*Figura 10*) está tomada a 35.4 m de profundidad en un tramo de arenas de grano medio-fino con tonalidades versicolores que denotan una alto contenido en arcillas, se observan también abundantes cementos carbonáticos que no solo tapizan los clastos sino que rellenan cavidades (*Fotos 4 y 5 (a y b*)).

<u>La muestra 5</u> (*Figura 11*) es una arena de grano medio-grueso tomada a 38.00m de profundidad. Presenta zonas oxidadas y la matriz caolinítica es más abundante que en muestras anteriores. En la testificación geológica realizada por el IGME esta muestra estaría tomada en un tramo de arenas versicolores de grano fino, sin embargo su observación y estudio al microscopio indica que se trata de una arena de grano medio – grueso, heterométrica, con presencia de algunos clastos fisurados (*Foto 6*) de tamaño muy próximo a los microconglomerados, en una matriz de idéntica composición y grano fino (*Foto 7 a y b*).

Finalmente las <u>muestras 6 y 7</u> (*Figura 12*) corresponden a arenas blancas de tamaño de grano grueso, muy caolinizadas. Se tomaron a 61.30 y 63.00m de profundidad en el sondeo SD1. Ambas pueden presentar zonas de oxidación y algún clasto de mayor tamaño de cuarzo o cuarcita. Corresponden a los dos últimos tramos que se testifican en el sondeo entre 61.00 y 64.30m.



Foto 2.- Muestra 3 - 25.40 m - SD-1. Arenas de grano medio-fino con signos de oxidación (a) nícoles paralelos y (b) nícoles cruzados.



Foto 3.- Muestra 3 - 25.40 m - SD-1. Arenas de grano medio-fino con cementos carbonáticos tapizando los bordes de grano (a) nícoles paralelos y (b) nícoles cruzados.



Foto 4.- Muestra 4 - 35.40 m - SD-1. Arenas de grano medio-fino con importantes cementaciones carbonáticas (a) vista general con nícoles paralelos, (b) vista general con nícoles cruzados.



Foto 5.- Muestra 4 - 35.40 m - SD-1. Arenas de grano medio-fino con importantes cementaciones carbonáticas, (a) y (b) vista de detalle de rellenos mostrando la presencia de algunos cristales.



Foto 6- Muestra 5 - 38.0 m – Sondeo D1 - Clastos de cuarzo fisurados sobre una matríz de idéntica composición, arenosa de grano fino. Nícoles cruzados.



Foto 7.- Muestra 5 - 38.0 m – Sondeo D1 - Clastos de cuarzo heterométricos (100-250 mm) sobre una matríz de idéntica composición y grano fino, (a) nícoles paralelos (b) nícoles cruzados.


Figura 8.- Muestras 1 y 2. Posición de las muestras 1 y 2 sobre la testificación geológica y geofísica del sondeo SD-1



Figura 9.- Muestra 3. Posición de la muestra 3 sobre la testificación geológica y geofísica del sondeo SD-1



Figura 10. - Muestra 4. Posición de la muestra 4 sobre la testificación geológica y geofísica del sondeo SD-1



Figura 11. - Muestra 5. Posición de la muestra 5 sobre la testificación geológica y geofísica del sondeo SD-1



Figura 12. - Muestras 6 y 7. Posición de las muestras 6 y 7 sobre la testificación geológica y geofísica del sondeo SD-1

4.- PREPARACIÓN DE MUESTRAS Y CONDICIONES ESPECÍFICAS DE MEDIDA PARA LA POROSIMETRÍA

En general las muestras no necesitan un pre-tratamiento específico para el análisis, únicamente han sido cuarteadas a los tamaños adecuados para los portamuestras del porosímetro de mercurio (penetrómetros) con cortadoras de disco de diamante y antes de ser analizadas, para conseguir una medida óptima, las muestras se han secado en estufa a 110°C durante 24 horas. Con ello se consigue optimizar la medida del peso, necesario para todos los cálculos de porosimetría y se optimiza también la fase de desgasificación mediante evacuación. Esta desgasificación se realiza con el fin de eliminar de los poros los gases y vapores (generalmente agua), de forma que el tiempo de evacuación en muestras secadas en estufa previamente, se reduce drásticamente.

Las condiciones de medida en la porosimetría por inyección de mercurio se pueden variar dependiendo del objetivo y de la precisión requerida en la medida (Gregg y Sing, 1982). Estas condiciones varían con respecto a tres parámetros: (1) respecto al modo de realizar la evacuación previa a la medida, (2) respecto a la presión aplicada y (3) respecto a los parámetros relativos al mercurio.

Para el desarrollo de este proyecto se han establecido, después de una serie de pruebas, unas condiciones específicas con las que se han medido todas las muestras. Estas condiciones de medida están archivadas en diferentes ficheros de modo que son reproducibles en cualquier otro momento y para cualquier otra muestra.

En resumen las condiciones de análisis son las siguientes: Se ha evacuado la muestra a una medida inicial de 5 psia/min (1.8 mmHg/min), con un límite de succión de 500 μ mHg y un vacío máximo de 50 μ mHg. Esta evacuación se ha mantenido durante unos minutos antes de proceder con la inyección de mercurio.

La presión creciente aplicada para el ensayo se ha distribuido en 109 puntos de medida para cada ensayo, comprendidos entre 0.0026 MPa y 220.08 MPa, siendo 0.2001 MPa la divisoria entre la alta y la baja presión. La presión decreciente para la determinación de la rama de extrusión de la curva se ha aplicado entre 220.08 y 0.0634 MPa con un total de 54 puntos de medida. La curva de intrusión-extrusión para cada muestra presenta un total de 163 puntos.

En cuanto a los parámetros referentes al mercurio, se ha considerado, teniendo constante la temperatura del laboratorio que la densidad del Hg no varía y es de 13.5335 g/mL, la tensión superficial de 485.00 dinas/cm y el ángulo de contacto de avance y retroceso en el proceso intrusión y extrusión de 139°.

Tiempo de equilibrado del Hg desde la inyección ha sido de 10 segundos, tanto en baja como en alta presión, este tiempo es imprescindible para la estabilización del mercurio en el stem o vástago antes de la medida.

Unidades	Sample ID:	D1-25,40 (1)	D1-25,40 (2)	D1 25,40 (3)	D1-25,40 (4)	D1-25,40 (5)	D1 25,40 (6)	V.Medios
mL/g	Total Intrusion Volume =	0.08	0.0568	0.0616	0.0706	0.0772	0.0762	0.0708
m²/g	Total Pore Area =	4.982	3.22	3.672	3.437	4.153	5.137	4.1002
μm	Median Pore Radius (Volume) =	0.1804	0.1102	0.1214	0.2124	0.2126	0.1268	0.1606
μm	Median Pore Radius (Area) =	0.0102	0.0121	0.011	0.0109	0.0101	0.0102	0.0108
μm	Average Pore Radius (2V/A) =	0.0332	0.0353	0.0335	0.0411	0.0372	0.0297	0.0350
g/mL	Bulk Density at 0.38 psia =	2.1708	2.2912	2.2515	2.2285	2.1851	2.19	2.2195
g/mL	Apparent (skeletal) Density =	2.6451	2.634	2.6139	2.6447	2.6282	2.6286	2.6324
%	Porosity =	17.9315	13.0141	13.8654	15.7376	16.8594	16.6854	15.6822
Мра	Threshold Pressure:	0.0031	0.0034	0.0028	0.0027	0.0300	0.0034	0.0076
μm	Characteristic length =	238.5707	213.6714	256.7542	262.2411	21.9733	213.5522	201.1272
	Tortuosity =	7.3772	7.8777	7.7452	7.3644		7.7203	7.6170
	Sample ID:	D1-35.40 (1)	D1-35.40 (2)	D1-35.40 (3)	D1-35.40 (4)	D1-35.40 (5)	D1 35.40 (6)	
mL/a	Total Intrusion Volume =	0.0728	0.0675	0.0737	0.0661	0.0646	0.0813	0.0710
m²/a	Total Pore Area =	1.785	1.538	1.516	1.71	1.562	1.503	1.6023
um	Median Pore Radius (Volume) =	0.4032	0.4092	0.386	0.2843	0.3045	0.5137	0.3835
um	Median Pore Radius (Area) =	0.0225	0.0244	0.029	0.0237	0.0249	0.0298	0.0257
um	Average Pore Radius (2V/A) =	0.0815	0.0878	0.0973	0.0774	0.0827	0.1081	0.0891
a/mL	Bulk Density at 0.0026 MPa =	2.1891	2.2244	2.1841	2.2327	2.2418	2.159	2.2052
a/mL	Apparent (skeletal) Density =	2.6039	2.6176	2.6032	2.6194	2.6216	2.6185	2.6140
%	Porosity =	15.9308	15.0213	16.0997	14.764	14,4875	17,5483	15.6419
Мра	Threshold Pressure:	0.0043	0.0035	0.0053	0.0038	0.0045	0.0038	0.0042
um	Characteristic length =	168.4632	209.0301	138.2712	190.5505	164.3472	191.4681	177.0217
	Tortuosity =	7.2966	6.9582	9.0299	8.5307	7.3398	8.0233	7.8631
	Samula ID:	D4 29 00 (4)	D4 29 00 (2)	D4 29 00 (2)	D1 39 00 (4)	D4 29 00 /5)	D1 29 00 (C)	
mal (a	Sample ID: Total Intrusion Valuma =	0.0004	0.0542	0.1044	D 1-30,00 (4)	0.0710	0.0716	0.0750
m∟/g m²/n	Total Intrusion Volume -	0.0604	0.0042	0.1044	0.0000	0.0710	0.0716	0.0752
mizy um	Nedion Dero Dediue (Volume) =	4.016	0.175	3.000	0.073	0.040	4.200	4.0390
hw	Median Pore Radius (Volume) =	0.1005	0.0122	1.0002	0.0632	0.0303	0.0000	0.4070
hui	Average Date Dedius (Area) -	0.0106	0.0122	0.0125	0.0134	0.0121	0.0099	0.0242
prn a /ml	Rulk Depaity at 0.0000 MDa =	0.0301	0.0342	0.054	0.0291	0.0246	0.0336	0.0040
g/m∟ a/mL	Approximation (algorithm)	2.2537	2.2001	2.0556	2.1501	2.2221	2.1007	2,1931
g/mc	Apparent (skeletal) Density –	2.0000	2.0121	2.017	2.0001	2.0430	2.000	16 2515
// Maa	Threshold Dressure:	0.0020	0.0009	21.4324	0.0000	0.0000	0.0027	0.0024
тира	Characteristic length =	102 221 4	0.0020	167.0044	0.0029	0.0020	100.0037	0.0034
рш	Tortugaity =	9 5516	7 9091	9 2229	7 4716	7 9167	7 2767	7 9906
		0.3310	7.0001	0.2223	7.4710	7.0107	7.5707	7.0000
	Sample ID:	D1-61,30 (1)	D1-61,30 (2)	D1-61,30 (3)	D1-61,30 (4)	D1 61,30 (5)	D1 61,30 (6)	
mL/g	Total Intrusion Volume =	0.1244	0.1451	0.1559	0.1297	0.1024	0.1317	0.1315
m²/g	Total Pore Area =	0.893	0.705	0.512	0.498	1.105	1.078	0.7985
μm	Median Pore Radius (Volume) =	4.4952	11.7831	19.0951	13.4457	0.5839	2.123	8.6877
μm	Median Pore Radius (Area) =	0.0763	0.0933	0.1217	0.1187	0.0615	0.064	0.0893
μm	Average Pore Radius (2V/A) =	0.2785	0.4118	0.6091	0.5209	U.1854	U.2443	0.3750
g/mL	Bulk Density at UUUU26 MPa =	1.9714	1.8572	1.853	1.9466	2.0488	1.9267	1.9340
g/mL	Apparent (skeletal) Density =	2.6121	2.542	2.606	2.6039	2.593	2.582	2.5898
%	Porosity =	24.5262	26.9391	28.896	25.2446	20.9841	25.381Z	25.3285
Мра	Threshold Pressure:	0.0031	0.0034	0.0031	0.0027	0.0031	0.0031	0.0031
μm	Characteristic length =	238.0169	212.7623	237.0663	267.662	236.7555	236.6561	238.1532
	lortuosity =	7.7189	8.4062	7.4938	7.6134	7.355	7.6448	7.7054
	Sample ID:	D1-63,00 (1)	D1-63,00 (2)	D1-63,00 (3)	D1-63,00 (4)	D1 63,00 (5)	D1-63,00 (6)	
mL/g	Total Intrusion Volume =	0.1315	0.1239	0.1277	0.122	0.1393	0.1154	0.1266
m²/g	Total Pore Area =	1.408	1.299	1.569	1.574	0.941	1.61	1.4002
μm	Median Pore Radius (Volume) =	9.1305	7.0946	7.6309	7.362	5.3445	6.7002	7.2105
μm	Median Pore Radius (Area) =	0.0392	0.0411	0.0368	0.0364	0.0841	0.0327	0.0451
μm	Average Pore Radius (2V/A) =	0.1868	0.1907	0.1628	0.1551	0.296	0.1433	0.1891
g/mL	Bulk Density at 0.0026 MPa =	1.9376	1.9685	1.9557	1.9693	1.8808	1.9846	1.9494
g/mL	Apparent (skeletal) Density =	2.6003	2.6034	2.6066	2.5923	2.5485	2.5739	2.5875
%	Porosity =	25.4869	24.3856	24.9711	24.0314	26.1981	22.8955	24.6614
Мра	Threshold Pressure:	0.0028	0.0034	0.0029	0.0028	0.0042	0.0039	0.0033
μm	Characteristic length =	257.7812	215.1627	256.2956	260.7577	174.2271	189.9886	225.7022
	Tortuosity =	7.1909	6.8836	7.4721	7.6101	8.3496	8.543	7.6749

Tabla 2 – Resumen de resultados de la porosimetría por intrusión de mercurio en las seis medidas realizadas a cada una de las cinco muestras.
La última columna (en azul) indica los valores medios de cada parámetro.
(Para realizar un análisis completo de las medidas experimentales véase el Anexo 1).

5.- RESULTADOS DE LA POROSIMETRÍA POR INTRUSIÓN DE MERCURIO

Los resultados de los análisis realizados a las muestras mediante porosimetría por intrusión de mercurio se muestran completos en el Anexo 1, mientras que en este apartado se realiza un resumen de los principales parámetros obtenidos.

En la *tabla 2* se muestran las medidas de porosidad realizadas en las cinco muestras seleccionadas. Dado que esta medida es muy dependiente de la microestructura de la roca, se ha realizado el análisis de seis fragmentos diferentes de cada una de las cinco muestras, obteniéndose el valor medio de cada parámetro.

La variación de la porosidad dentro de una misma muestra se visualiza en la *figura 13a*. En esta figura se representan las seis medidas de cada una de las cinco muestras y se pueden observar los valores extremos de porosidad para cada conjunto.

La primera observación hace referencia a la diferencia entre las muestras 25.4, 35.4 y 38.0, con respecto a las muestras 61.3 y 63.0. El valor de las primeras es mucho más bajo que el de las segundas. Las tres primeras muestran una





porosidad del 15-16%, mientras que las dos últimas muestran una porosidad del 24-25%, a diferencia es notable obedece clarav mente al diferente grado de alteración y/o caolinización de las mismas.

En la tabla 2 además se refleian otros asociaparámetros dos a la determinación experimental de la porosidad y que pueden tener interés en la modelización del medio y en la simulación de determinados procesos. Entre estos parámetros destacar el volumen total de mercurio intruido en mL/g (*Figura* 13b), equivalente al volumen de poros y equivalente también a la porosidad. Este parámetro proporciona una idea clara de la capacidad de la roca para admitir un fluido a la presión considerada, que en el caso de la MIP, es la máxima presión del ensayo. De forma análoga a la porosidad, el comportamiento de este parámetro en las muestras 25.4, 35.4 y 38.0 difiere con respecto al de las muestras 61.3 y 63.0. Presenta un valor máximo de 0.1559 mL/g en la muestra más porosa (28.9%) la 61.3(3) y un valor mínimo de intrusión de 0.0542 mL/g, en la muestra 38.0(2).

El área total de poros $(Tabla 2 - m^2/g y)$ Figura 14) es otro parámetro importante para la caracterización del sistema poros. Es de equivalente la а superficie específica y se calcula mediante una aproximación. considerando los poros con geometrías cilíndricas.

No presenta un comportamiento solidario con la porosidad, de hecho las

muestras 25.4 y 38.0, de porosidades 15 y 16% presentan un área de poros mayor que las muestras más porosas. Cuando este parámetro presenta valores altos (máximo = $6.073 \text{ m}^2/\text{g}$ en nuestro estudio en la muestra 38.00(4) – *Tabla 2*) está indicando la existencia de una proporción alta de poros de menor tamaño, que se traduce en un área de poros mayor. Es decir valores altos en el área de poros, supondrá la existencia de familias de poros en el tamaño

mesoporoso y de hecho las muestras 25.4 y 38.0 son las únicas que presentan una población de mesoporos considerable (véanse apartados 5.1 y 5.3).

En esta misma figura (*Figura 14*) se observa como las muestras con mayor porosidad 61.3 y 63.0 presentan valores de área total de poros (m2/g) bajos, lo que se traduce en una



Figura 15. - Radio medio de poro para las seis medidas de cada una de las cinco muestras estudiadas.



Figura 14 .- Área total de poros (m²/g) para cada una de las seis medidas de las cinco muestras.

proporción de mesoporos muy escasa o nula, frente a la población de macroporos (véanse apartados 5.2, 5.4 y 5.5).

La combinación de una alta porosidad, que permitirá la inyección de un volumen de CO2 importante, con un área total de poros alta, que indicará una población de mesoporos considerable y por lo tanto alta capacidad de inmovilización del CO2, son parámetros muy importantes en la caracterización de la roca almacén. Por una parte la porosidad abierta y conectada condicionará la movilidad del gas a través de la roca y el área de poros condicionará la capacidad de retención por adsorción en su superficie o por retención física en los poros de menor tamaño. Por esta razón este análisis se completa con el estudio del radio medio de poro (*Figura 15*), en el cual se confirma que las muestras que poseen un radio de poro menor son las correspondientes a la 25.4 y 38.0 (con excepción de la 38.0(3)).

Otro de los parámetros asociados a la medida de porosidad e interesante para la caracterización del sistema de poros es la Presión Umbral (MPa - *Tabla 2*), indica la presión a partir de la cual el fluido empieza a percolar atravesando la muestra. Marca el punto de presión a partir del cual el fluido ha encontrando el inicio de un camino por donde atravesar la muestra. Es un parámetro que al menos nos puede proporcionar una medida comparativa entre muestras indicando la mayor o menor disponibilidad de la roca para que un fluido se desplace a través de ella, en este sentido sería la muestra 25.4 la que presenta un valor más alto de presión.

A este parámetro se encuentra asociado otro: la longitud característica de poro a esta Presión Umbral (Characteristic length en la *Tabla 2*), en realidad no se refiere a una longitud, sino al diámetro de poro intruido a esa Presión Umbral. Si observamos la *tabla 2* vemos que a Presiones Umbral bajas, unos 0.0043 MPa (0.62 psia) se intruyen poros con un diámetro medio de unas 212 micras (0.2mm). Hay que tener en cuenta que la presión mínima en las condiciones de almacenamiento para mantener el CO2 en estado supercrítico a 31.1°C es de 7.38 MPa (1070 psia).

Estos dos parámetros son decisivos en el cálculo de la permeabilidad de la muestra según la relación empírica de Katz y Thompson (1986), para un sólido saturado con una fase líquida simple, de forma que:

$$K = c(LPU)^2(s/s_0)$$

Donde (K) es la permeabilidad, (c) es una constante del orden de 1/226, (s) es la conductividad de la roca saturada con una salmuera de conductividad (s₀) y finalmente (LPU) es la longitud (diámetro) de poro a la presión umbral PU (*Tabla 2*) o a la presión crítica de confinamiento.

Finalmente la tortuosidad calculada por MIP del sistema de poros (*Tabla 2*), es la relación entre la distancia recorrida entre dos puntos y la mínima distancia entre esos dos puntos y caracteriza de alguna forma la eficiencia en el traslado de un fluido a través del medio poroso. Existe una alta dependencia entre la tortuosidad y la permeabilidad, y su estudio se abordará en futuros trabajos junto con el análisis de imágenes de las muestras tomadas mediante microscopía y tomografía.

5.1.- Interpretación de resultados - Muestra 25.4

La porosidad de la muestra 25.4m varia entre 13.01 y 17.93%. En la *figura 16* se representan las seis curvas de intrusión–extrusión y su curva media (en rojo y trazo grueso). Se observa una uniformidad enorme en el trazado de las curvas de intrusión, variando casi exclusivamente la altura de la curva, la cual viene condicionada por el volumen de Hg total intruido por gramo de muestra.

Los volúmenes intruidos (mínimo y máximo), 0.0568 y 0.0800 mL/g, indican una capacidad de la roca moderada para admitir un fluido de acuerdo con su porosidad.

En la *figura 16*, se representa también el radio de poro frente a su intrusión diferencial (incremento de volumen de Hg por gramo de muestra), es decir representa cuanto mercurio ha intruido a un determinado radio de poro, lo que se traduce en una medida de la cantidad de poros que existen de un tamaño determinado. Se observa que el tamaño de poro de todas las muestras presenta un patrón muy similar. Se definen dos máximos a 0.2 y 0.01 µm, que corresponden a macroporos y mesoporos respectivamente según la clasificación de la IUPAC. El máximo relativo a 200 µm corresponde a una porosidad interpartícula difícil de estudiar por este método ya que se sitúa en el

límite superior de detección de la técnica. Así mismo la población de mesoporos representada por el máximo a 0.01 µm, está truncada por el límite inferior de detección de la técnica, hay que tener cuenta en que la técnica MIP mide la macroporosidad y una parte de la mesoporosidad v que este análisis se completa con la medida de la meso y microporosidad por adsorción física de N2.

En las curvas de intrusión de la figura 16 también se observa como éstas no coinciden las con curvas de extrusión. dando lugar а histéresis. Esta histéresis represen-





Figura 16. - Curvas de intrusión extrusión de Hg y de distribución de tamaños de poros para las seis medidas de la muestra 25.4m

tada por el diferente trazado de las curvas, responde al fenómeno de que aún cesando la presión de inyección sobre la muestra, el mercurio no extruye de las cavidades, el mercurio queda atrapado en el interior de los poros. La causa principal de este atrapamiento es la presencia de cavidades conectadas por conductos de menor tamaño conocidos como gargantas, o cuellos de botella. La conclusión es importante: la conectividad y el tamaño de poro determina la extrusión que se produce cuando la presión disminuye y ello se refleja en la histéresis que se observa en las gráficas, que evidencian la existencia de poros en los cuales queda atrapado Hg de forma irreversible.

La diferencia entre volumen de Hg intruido en la rama de intrusión y en la rama de extrusión, para una presión determinada, es la porosidad atrapada para esa presión. Por ejemplo para la intrusión media (curva roja de trazo grueso) la diferencia entre el volumen de mercurio intruido y el extruido una presión de 0.1 MPa, es de 0.0308 mL/g, lo que supone un 43% del volumen total intruido.

5.2.- Interpretación de resultados - Muestra 35.4

La porosidad de la muestra 35.4m varia entre 14.48 y 17.54%. En la *figura 17* se representan las seis curvas de intrusión–extrusión y su curva media (en rojo

y trazo grueso). Se observa en este caso también una gran uniformidad en el trazado de las curvas de intrusión, variando como en el caso anterior, exclusivamente la

altura de la curva (V.Total intruido).

Los volúmenes específicos intruidos (mínimo y máximo), 0.0646 y 0.0813 mL/g, indican una capacidad moderada para admitir un fluido.

En la segunda grafica de la figura 17, se definen dos valores máximos muy próximos que se pueden englobar en un único máximo de radio de poro medio 0.1-0.8 um que V corresponde en su



Figura 17.- Curvas de intrusión extrusión de Hg y de distribución de tamaños de poros para las seis medidas de la muestra 35.4m

totalidad a macroporos según la clasificación de la IUPAC. El máximo relativo a 200 µm corresponde a una porosidad interpartícula.

Iqual que en el caso anterior. la no coincidencia de las curvas de intrusión y extrusión indican la existencia de porosidad atrapada en cavidades conectadas por cuellos de botella aue disminuven la conectividad. En este caso la diferencia entre volumen de Ha intruido en la rama de intrusión V en la rama de extrusión, para una presión de 0.1 MPa, es de 0.0349 mL/g, lo que supone un 49% del volumen total intruido.



Figura 18. - Curvas de intrusión extrusión de Hg y de distribución de tamaños de poros para las seis medidas de la muestra 38.0m

5.3.- Interpretación de resultados - Muestra 38.0

La porosidad de la muestra 38.0m presenta un rango de variación amplio, entre 12.40 y 21.45%. En la *figura 18* se representan las seis curvas de intrusión–extrusión y su curva media (en rojo y trazo grueso).

La uniformidad en el trazado de las muestras ya no se mantiene como en los casos anteriores, sino que se presentan dos tipos de curvas. Las muestras 4 y 5, presentan un patrón ligeramente diferente del resto ya que muestran una rampa de intrusión más pronunciada entre 20 y 80 MPa de presión. Esta rampa en la curva de intrusión está indicando la presencia de una familia de mesoporos muy dominante con radio medio de 0.015µm.

La diferencia entre las muestras se hace más visible en la figura que representa la distribución de los tamaños de poros (*Figura 18*). En esta figura se observa el predominio de mesoporos sobre el resto de los tamaños de poro, sobre todo en las muestras 4 y 5.

Los volúmenes específicos intruidos varían entre 0.0542 y 0.1044 mL/g (valores mínimo y máximo respectivamente) que indican una capacidad moderada para admitir un fluido.

Igual que en el caso anterior, la no coincidencia de las curvas de intrusión y extrusión indican la existencia de porosidad atrapada en cavidades conectadas por cuellos de botella que disminuyen la conectividad. En este caso la diferencia entre volumen de Hg intruido en la rama de intrusión y en la rama de extrusión, para una presión de 0.1 MPa, supone un 35% del volumen total intruido, es decir una porosidad atrapada del 35% de la porosidad abierta, un 6% de la roca.



5.4.- Interpretación de resultados - Muestra 61.3

Figura 19. - Curvas de intrusión extrusión de Hg y de distribución de tamaños de poros para las seis medidas de la muestra 61.3m

tamaños de poros con la presencia del máximo que se forma en torno a 12 μ m de radio medio que representa una familia de macroporos. Además existe otra familia de poros agrupada en un radio medio de 0.2 μ m. Ambas corresponden

La porosidad de la muestra 61.3m es diferente a las anteriores, es mucho más alta, como corresponde con su litología mucho más alterada y varia entre el 20.98 y el 28.89%.

En la *figura 19* están representadas las seis curvas de intrusiónextrusión y su curva media (en rojo y trazo grueso). En el trazado de las curvas de intrusión se observa una rama continua ascendente, que se hace más pendiente en el rango de bajas presiones (0.01 - 0.1 MPa), sobre todo en las muestras 2, 3 y 4. Este aumento de pendiente está reflejando un aumento de poros intruidos a esa baja presión, lo que se confirma en la distribución de a macroporos según clasificación IUPAC y la presencia de mesoporos es prácticamente nula. Así se puede adelantar que la alteración de la arenisca por caolinización de los feldespatos conlleva a una destrucción de la mesoporosidad y consiguiente aumento de la macroporosidad.

Los volúmenes específicos intruidos (mínimo y máximo) 0.1024 y 0.1559 mL/g, indican una capacidad moderada - alta para alojar un fluido, lo que está de acuerdo también con su alta porosidad. Además se refleja una porosidad atrapada ligeramente menor que en las muestras anteriores, un 25%, lo que denota una mejor conectividad de la red de poros. La porosidad atrapada igual que en los casos anteriores se ha calculado mediante la diferencia entre volumen de Hg intruido en la rama de intrusión y en la rama de extrusión, para una presión de 0.1 MPa y supone un 25% de la porosidad abierta.

5.5.- Interpretación de resultados - Muestra 63.0

Por último la porosidad de la muestra 63.0m varia entre 22.89 y 26.19%. En figura 20 la se representan las seis curvas de intrusiónextrusión y su curva media (en rojo y trazo grueso). Se observa de nuevo una gran uniformidad en el trazado de las curvas de intrusión. variando casi exclusivamente la altura de la curva, es decir el volumen total intruido de Hg por gramo de muestra.

Los volúmenes específicos intruidos (mínimo y máximo) 0.1154 y 0.1393 mL/g, indican una capacidad moderada-alta para alojar un fluido, lo que está de acuerdo también con su alta porosidad.

En la segunda gráfica en la que se representa el radio de poro frente a su intrusión diferencial (*Figura 20*), se definen





Figura 20. - Curvas de intrusión extrusión de Hg y de distribución de tamaños de poros para las seis medidas de la muestra 63.0m

dos familias de macroporos de radios medios 15 y 0.05µm, esta última con parte de su población en el terreno mesoporoso. El máximo relativo a 200µm corresponde a una porosidad interpartícula que como se ha comentado en párrafos anteriores no debe estudiarse mediante esta técnica.

Igual que en la muestra 61.3, la porosidad atrapada es menor. Se ha calculado mediante la diferencia entre volumen de Hg intruido en la rama de intrusión y en la rama de extrusión, para una presión de 0.1 MPa y supone un 26% de la porosidad abierta, un 6.4% del volumen total de roca.

5.6.- Interpretación comparativa de resultados

Por último comentar una gráfica comparativa de los valores medios de las diferentes litofacies muestreadas en el sondeo D1 (*Figura 21*) en la cual se ponen de manifiesto las analogías y diferencias entre las cinco muestras estudiadas.

En esta doble gráfica se representan las curvas medias de intrusión-extrusión y la distribución media de tamaños de poros para cada una de las cinco muestras estudiadas. Es un gráfico combinado cuyas curvas de intrusión están referidas a los ejes inferior e izquierdo, y cuyas curvas de distribución de tamaños de poros están referidas a los ejes superior y derecho. Los ejes superior (radio de poro) e inferior (presión) están relacionados a través de la ecuación de Washburn (1921) la que manifiesta una dependencia entre la presión aplicada y el radio del poro intruido por el Hg.

La primera observación en esta gráfica es que existen dos grupos de muestras, uno de mayor porosidad (muestras 61.3 y 63.0 m) con una porosidad del 24-25% y otro grupo de menor porosidad (muestras 25.4, 35.4 y 38.0 m) con una porosidad del 15-16%. Estos dos grupos están claramente separados por la altura que alcanzan las curvas de intrusión.

Las primeras presentan exclusivamente macroporosidad distribuida principalmente en dos familias de poros, una con valores modales entre 12.00 y 21.00 μ m de radio medio y otra con radio de poro mucho más pequeño y valores modales entre 0.06 y 0.20 μ m de radio medio. Corresponden a facies de Utrillas muy caolinizadas, lo que puede explicar el aumento de porosidad respecto a las facies menos alteradas. La caolinización destruye la mesoporosidad de la muestra aumentando la macroporosidad así como el valor total de poros.

El segundo grupo, de menor porosidad, presenta unos tamaños medios de poros muy próximos al límite macro-mesoporosidad, la muestra 25.4 presenta dos máximos a 0.5 y 0.011 μ m, la muestra 35.4 otros dos máximos a 0.7 y 0.09 μ m y la muestra 38.0, un único máximo a 0.012 μ m. Esta última es la muestra más alterada de las tres, con procesos de caolinización incipientes y un cierto grado de oxidación.

Un parámetro importante para la caracterización del sistema de poros es el área total de poros (*Tabla 2* - m²/g). Ya hemos visto en párrafos anteriores que no presenta un comportamiento solidario con la porosidad, de hecho las

muestras 25.4 y 38.0, de porosidades 15 y 16% presentan un área de poros mayor que las muestras más porosas, es decir denota la existencia de poros de menor tamaño, que aumentan el área específica. Como la caolinización hemos visto que tiende a disminuir la población de mesoporos, se puede concluir que esta alteración disminuye el área superficial de la roca. La combinación de una alta porosidad, que permitirá la inyección de un volumen considerable de CO2, con un área total de poros alta, que indicará una población del CO2, son parámetros muy importantes en la caracterización de la roca almacén.

Por una parte la porosidad abierta y conectada condicionará la movilidad del gas a través de la roca y el área de poros condicionará la capacidad de retención por adsorción en su superficie o por retención física en los poros de menor tamaño.

Para terminar con este capítulo de interpretación de datos comentar que se están realizando las Tomografías Computadas de todas las muestras para completar, mediante el análisis de imágenes de las mismas, el estudio textural de las muestras y su posible variación tras la inyección de CO2.



Figura 21.- Doble gráfica de las curvas de Intrusión-Extrusión (ejes inferior e izquierdo) y curvas de distribución de tamaños de poros (ejes superior y derecho) para cada muestra. Los ejes superior e inferior tienen su correspondencia basada en la ecuación de Washburn (1921). Se han representado los valores medios de las seis medidas realizadas a cada muestra (véase Tabla 2).

6.- MODELIZACIÓN: CÓDIGO DE MODELIZACIÓN PoreCor

Los modelos que se utilizaban hasta hace unos años para la interpretación de las curvas de porosimetría de mercurio eran demasiado simplificados como para poder obtener resultados realistas sobre la estructura de los materiales, sus poros y sus conexiones entre poros. En la actualidad PoreCor¹ genera modelos más realistas, que además ya han sido probados y utilizados por diversos autores para modelar una variedad de materiales tales como suelos, rocas, membranas, papel etc., (Ridgway et al., 2002; Johnson et al., 2003; Schoelkopf et al., 2003; Laudone et al., 2005 y 2006; Bodurtha et al., 2005; Matthews, el al., 1993 y 2006). PoreCor se ha utilizado también como una herramienta de predicción de la absorción en materiales (Ridgway y Gane, 2002) y en este trabajo se pretende utilizar como herramienta de comparación entre la microestructura de una roca arenisca pre y postinyección de CO2. Esta comparación tiene por objetivo final el estudio de la influencia de la microestructura en los mecanismos de atrapamiento de CO2.



Figura 22. - Estructura de poros y gargantas en la celda unitaria generada en PoreCor. Los poros (en naranja) se sitúan en cada uno de los 1000 nodos de la celda unitaria y éstos están conectados por poros menores, cilíndricos (en azul) que representan las conexiones entre poros o gargantas. PoreCor representa el espacio poroso de un material, como una serie de unidad. idénticas celdas е interconectadas. Cada celda unidad presenta una disposición de 1000 nodos, distribuidos de forma regular en un espacio cúbico cartesiano. Los poros, que se representan como cubos, se disponen con su centro en cada uno de los nodos y están conectados unos a otros mediante pequeños poros cilíndricos orientados en las tres direcciones cartesianas. Estos poros cilíndricos más finos los denominamos gargantas o accesos de poros. En la figura 22 se muestra una celda unidad generada en PoreCor.

La primera y mayor ventaja de este modelo es que permite diferenciar poros y conexiones entre poros (poros y accesos o gargantas), siendo estas últimas de dimensiones menores, por lo que es posible simular una estructura de poros de gran tamaño rodeados de conexiones estrechas. Este tipo de

poros "en cuello de botella" son muy comunes en materiales geológicos, y solo serán penetrados por el mercurio cuando la presión aplicada supere la

¹ PoreCor es un software de modelización de la estructura de materiales a partir de las curvas de porosimetría por inyección de Hg, desarrollado por el "Environmental and Fluid Modelling Group " de la Universidad de Plymouth en Inglaterra.

correspondiente a la necesaria para intruir el tamaño de la conexión o de la garganta.

La estructura resultante de PoreCor sigue sin ser realista del todo, porque los poros en la realidad no son cúbicos, ni las conexiones entre poros son cilíndricas, pero al menos es un modelo considerablemente más complejo y real que los utilizados hasta el momento. Además, y a diferencia del resto, proporciona parámetros que describen la red porosa, su conectividad y tortuosidad, así como sus propiedades hidráulicas.

El ajuste a la porosidad experimental se realiza alterando el espaciado entre los nodos, alterando las longitudes de las gargantas, lo que produce una aproximación o distanciamiento entre poros, variando el tamaño de los poros y/o el radio de los cilindros que representan las gargantas.



Figura 23. - Tipos de estructuras generadas en PoreCor (A) al azar (random) (B) bandeada horizontal con poros que varían de finos a gruesos en la vertical (C) bandeada horizontal con poros variando de gruesos a finos hacia el centro (D) bandeada vertical (E) radial con variación de gruesos a finos en el interior (F) radial con variación de finos en el exterior a gruesos en el interior. Para este ejemplo todos los modelos excepto la estructura random presentan niveles de correlación superiores a 0.6.

PoreCor genera varios tipos de estructuras, que hemos resumido en la *figura* 23 y que elegimos, antes de iniciar el proceso de ajuste, en función de de nuestro material y de las observaciones geológicas asociadas a este material. Estas estructuras son: random (*Figura 23A*) que representa una estructura totalmente aleatoria, bandeada horizontal con disposición de poros que varían

de finos a gruesos en la vertical (*Figura 23B*) o con poros variando de gruesos a finos hacia el centro (*Figura 23C*) o bandeada vertical (*Figura 23D*) o finalmente una estructura radial con dos variaciones de gruesos a finos en el interior (*Figura 23E*) o de finos a gruesos en el interior (*Figura 23F*). El modelo resultante se podrá ajustar a la estructura elegida con un coeficiente de correlación variable (podemos también fijarlo) que será tanto más pequeño cuanto más aleatoria (o random) sea el modelo resultante. Los modelos que se presentan en la *figura 23* tienen, excepto el random, coeficientes de correlación altos, superiores a 0.6, para mostrar con mayor nitidez el tipo de estructura generada.

La elección del tipo de estructura que se aplicará en la modelización así como la permisividad en el coeficiente de correlación del modelo resultante con la estructura elegida, es una de las primeras decisiones a tomar. Hay que señalar que las estructuras radiales en materiales geológicos son poco frecuentes, por otra parte la diferenciación entre las estructuras bandeadas verticales y horizontales solo tendrán importancia en el caso de tratar con muestras de roca orientadas en el espacio. En una muestra no orientada se ajustará igualmente un modelo bandeado horizontal o vertical. Tradicionalmente se reservan los bandeados horizontales para materiales geológicos, para rocas tipo arcillas o arenas granoseleccionadas y los bandeados verticales para suelos o materiales tratados en el suelo. Una estructura muy común en rocas es la random, o bien alguno de los tipos de estructura que ofrece PoreCor pero con clara tendencia random, es decir con coeficientes de correlación muy bajos.

Una vez elegida el tipo de estructura y la permisividad en el ajuste, se simula la porosidad obtenida experimentalmente mediante intrusión de mercurio en la celda unitaria. En esta celda unitaria los poros están numerados de izquierda a derecha, de delante a atrás, y de abajo a arriba (*Figura 24*), en ella para la simulación de los parámetros hidráulicos se considera que todos los fluidos penetran de arriba hacia abajo,

en sentido vertical.

Los parámetros que utiliza PoreCor para la modelización son los siguientes:

Pore coordination number: Es el número de conexiones que tiene un poro con los poros adyacentes (Figura 24). Hay un número de coordinación para cada poro y puede variar entre 0 y 6, cero sería para un poro aislado mientras que seis indicaría poro cúbico un comunicado en todas sus decir con caras. es una garganta en cada una de sus caras.



Figura 24. - Conexiones y numeración de poros en la celda unitaria.

Derivado de este número de coordinación se define la <u>Conectividad</u> como el promedio de los números de coordinación de todos los poros de la celda unidad, estará comprendido entre cero, que representaría una celda unidad con todos los poros aislados, y 6, que representaría una porosidad totalmente conectada en todas las direcciones del espacio, en este caso cada poro cúbico tendría cada una de sus seis caras conectadas a otro poro adyacente a través de una garganta. Como PoreCor modeliza la porosidad conectada e intruida por mercurio, trabaja con una estructura porosa conectada, con una conectividad >2.1.

<u>Throat Skew</u>, es el sesgo o la asimetría en la distribución de tamaños de poros que describe la cantidad o proporción entre gargantas y poros. El Throat Skew fuerza el sesgo de la distribución hacia tamaños más pequeños si es negativo, o hacia tamaños más grandes si es positivo.

<u>Pore skew</u>, es un factor de escala que multiplica a todos los tamaños de poro. El rango en el que puede moverse este parámetro es: $1 \le$ Pore Skew \le dmáx/dmin, donde el dmax y dmin son los diámetros máximo y mínimo de poro detectados en la experimentación.

6.1.- Optimización Del Modelo: Modelo Híbrido Recocido Simulado- Simplex

Existe una inmensa bibliografía referente a la optimización de funciones a partir de diferentes algoritmos. Como método de optimización local destaca el método propuesto por Nelder y Mead (1965), el método Simplex, de concepción puramente geométrica, fácil de aplicar y muy intuitivo. Como método de optimización global uno de los más conocidos es el Recocido Simulado, denominado en la literatura Simulated Annealing (SA), de naturaleza estocástica que imita el proceso natural del recocido de un sólido en busca del estado de mínima energía correspondiente al equilibrio térmico. Este algoritmo nace del propuesto por Metropolis y Hastings a partir del método de Monte Carlo y publicado por Metropolis et al. (1953) y simula la evolución de un sólido en un baño de calor, a una temperatura específica, a través de una caminata estocástica entre configuraciones de átomos.

En problemas de optimización con múltiples variables, soluciones locales, discontinuidades y otras múltiples limitaciones que complican la obtención de una solución global, o incluso es complicado discernir la región que contiene a una solución aceptable, los métodos de optimización local combinados con métodos heurísticos de naturaleza global mejoran el rendimiento (Pérez López, 2005). De esta forma se combina el potencial que tienen los métodos estocásticos para explorar el espacio de soluciones y acercarse a la región que contiene a la solución global, con la rapidez de convergencia del método de optimización local.

En el caso de combinar una técnica global con el método de Nelder Mead, se comprobó que el rendimiento en términos de coste computacional experimenta una mejoría significativa (Pérez López y Basterrechea, 2004). Básicamente, el método global se deja evolucionar hasta que se alcanza una solución que, o

bien converge muy lentamente, o ya está suficientemente depurada, y posteriormente se ejecuta el optimizador local.

6.1.1.- Recocido Simulado

Como hemos comentado el *Simulated Annealing* es un método de optimización global de naturaleza estocástica que imita el proceso natural del recocido de un sólido en busca del estado de mínima energía correspondiente al equilibrio térmico. Es un Algoritmo de Aproximación para la resolución de problemas de alta complejidad en el campo de la Combinatoria. El sistema pasa de una configuración a otra siempre que no exista gasto energético y este paso de una configuración a otra se realiza hasta el equilibrio térmico. Imita el proceso de enfriamiento de un material fundido cuando se le baja la temperatura muy lentamente y sus partículas se agrupan en un arreglo donde la energía interna del sistema es mínima.

Kirkpatrick et al., (1983) proponen un método que básicamente conjuga una búsqueda aleatoria, que permite los movimientos en cualquier dirección durante las etapas iniciales, con una especie de descenso por gradiente en las últimas iteraciones, cuando la temperatura ya es muy baja y se acerca al valor nulo.



6.1.2.- Algoritmo Simplex

El Algoritmo Nelder-Mead o Algoritmo de búsqueda Simplex, originalmente publicado por Nelder y Mead en 1965, es uno de los algoritmos mejor conocidos

Figura 25. - 4-Simplex en un espacio 3D

para minimizar una función en un espacio multidimensional sin restricciones. El método utiliza el movimiento de un Simplex que es una geometría de N+1 vértices en N dimensiones (*Figura 25*). Este algoritmo es muy adecuado para



Figura 26. - Representación gráfica del movimiento de un 4-Simplex, en un espacio tridimensional X,Y,Z.

estimar parámetros en problemas estadísticos donde los valores de la función pueden ser variables y en algunos casos inciertos. Dependiendo de la naturaleza del problema, este método puede ser capaz de llegar a encontrar una solución óptima en un espacio con múltiples soluciones locales (*Figura 26*). Frente a los métodos basados en gradiente, mucho más complicados y dependientes del punto de arranque, el método basado en Simplex ofrece una visión mucho más intuitiva del problema y de la optimización en sí.

En la modelización en PoreCor, el espacio tridimensional que recorre el simplex (*Figura 26*) está definido por los parámetros Throat Skew (X), Conectividad (Y) y la distancia entre el modelo experimental y simulado (Z), es el grado de ajuste entre el modelo calculado y la experimentación.

Simplex realiza una serie de pasos que pueden consistir alternativamente en una de las cuatro siguientes maniobras (*Figura 27*): reflexión, expansión, contracción y encogimiento. El objetivo de estos movimientos es buscar el mínimo global de la superficie que define la distancia entre los datos experimentales y el modelo matemático (Z - Figura 26). El algoritmo calcula la Z para cada vértice y cada vez que encuentra un punto mejor (más bajo), sustituye uno de los vértices del triángulo inicial, el de valor más alto.



Figura 27 - Evolución del símplex. (a) Reflexión. (b) Expansión. (c) Contracción. (d) Encogimiento. Tomado de Pérez López, (2005).

Estos movimientos se ejecutan en una secuencia lógica hasta que el Simplex converge en una solución satisfactoria o hasta donde defina el usuario. La prueba de terminación a menudo se compone de tres partes diferentes, (1) si el valor que buscamos es suficientemente pequeño, (2) si los valores de la función están muy próximos en sucesivas iteraciones o (3) si se da por fallido cuando el número de iteraciones supera el prescrito por nosotros mismos. El algoritmo termina tan pronto como se produce una de las tres opciones.

6.2.- Resultados de la Modelización

La modelización del sistema de poros tal y como se ha descrito en este capítulo, utilizando el código de modelización PoreCor, se ha realizado en cada una de las 30 muestras medidas mediante la técnica de inyección de mercurio. De aquí que la presentación de resultados no sea fácil y se haya optado por mostrarlos en un anexo independiente (Anexo 2). En este apartado mostramos solo los resultados de una de las muestras (*Figura 28* – Muestra 35.4 (6)) para que sirva como ejemplo del trabajo ejecutado, y un resumen tabulado de los resultados obtenidos en las 30 muestras modelizadas (*Tabla 3*).



Figura 28. - Ejemplo de modelización de la red de poros en la muestra 35.4(6). Explicación en el texto.

En la *figura 28* observamos de forma esquemática la modelización de una de las 30 muestras tratadas. En la figura 28A se refleja el ajuste conseguido entre

la experimentación real (línea amarilla) y el modelo propuesto (línea roja). En este ejemplo se modeliza una muestra con una porosidad experimental de 15.11%, consiguiéndose una porosidad simulada del 15.098% y una distancia entre los modelos simulado y experimental (Z en figura 26) de 1.30, lo que indica un buen ajuste. La figura 28B representa la red de poros y gargantas. Los poros se simulan, como ya se ha indicado en párrafos anteriores, como cubos y están representados en color naranja, y las gargantas o accesos de poros, se han representado como cilindros azules. Los diámetros investigados, tanto de poros como de gargantas abarcan desde 0.0066 a 557.97 µm. El espaciado entre las filas y columnas de poros y gargantas en este caso, es 822.47 micras por lo que la celda unidad mide 8224.7 micras (8.2mm). La distribución de gargantas tiene un sesgo negativo de -26.27, mientras que la distribución de poros presenta un sesgo de 2.77, que indica una distribución normal, no sesgada, ni asimétrica. La conectividad del sistema es de 3.14, que corresponde a una conectividad media, tres de las seis caras del cubo, están conectadas a otros poros a través de gargantas. El nivel de correlación del modelo propuesto a un tipo de estructura con un cierto bandeado en la distribución de poros es 0.307. Es un nivel de correlación relativamente bajo, lo que indica una clara tendencia a la distribución tipo ramdom.

La *Figura 28C* representa la misma red de poros, a la que se le han añadido las partículas sólidas, modelizadas como esferas (moradas). Se ha simulado la parte del espacio de poros que se quedaría intruida por Hg a diferentes presiones y bajo una presión de confinamiento de 7380 kPa, que es la presión a partir de la cual el CO2 se encontraría en estado supercrítico, bajo una temperatura de 31.1°C (*Figura 29*). Hay que hacer notar que bajo una presión de confinamiento próxima a la presión "crítica" del CO2, una importante parte de poros quedaría sin intruir por el mercurio.



Figura 29. - Espacio de poros intruido por Hg bajo una presión de confinamiento de 7380 kPa (A), y bajo diferentes presiones entre 10 y 100000 kPa (B a F)

En este mismo modelo se ha estudiado en qué condiciones se produce la percolación (breakthrougth) es decir cuando el fluido, y en que condiciones, ha atravesado completamente la muestra desde la cara superior a la inferior de la celda unitaria. Los resultados (poros y gargantas grises en *Figura 28C*) muestran que el fluido ha salido por la cara inferior, en concreto por el poro numero 13 (breakthrough al pore number), que tiene un diámetro de 1.15 μ m, y esta percolación se produce cuando se ha inyectado un 51.68% del volumen de Hg que cabe en la muestra, es decir es necesario inyectar algo más de la mitad de Hg en la muestra para que se produzca percolación. Este es un dato muy interesante porque da una idea del porcentaje de poros ocupados por el fluido (en este caso Hg) en el momento en que este fluido atraviesa completamente la muestra 35.4(6) de 1276.8 kPa, muy por debajo de los 7380 kPa que indican el punto de criticidad del CO2 a 31.1°C.

Después de esta breve interpretación para la muestra 35.4(6) a modo de ejemplo, reflejamos en la *tabla 3*, los resultados de las 30 muestras modelizadas que junto con los datos del Anexo 2 constituyen el trabajo completo de modelización de las muestras pre-inyectadas y deben constituir el patrón con el cual comparar la modelización que se realice en la muestra después de la inyección de CO2.

Nombre MUESTRA	25.4(1)	25.4(2)	25.4(3)	25.4(4)	25.4(5)	25.4(6)
Porosidad Experimental (%)	17.36	11.45	13.50	13.37	15.29	15.32
Porosidad Simulada (%)	17.34	11.44	13.49	13.35	15.28	15.31
Distancia entre modelos Exp-Sim	1.57	1.49	1.60	1.90	1.69	1.55
Tipo de Estructura	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS
Geometría de gargantas	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica
Anisotropía	1	1	1	1	1	1
Diámetro de garganta mínimo (µm)	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
Diámetro de garganta máximo (µm)	558	558	560	559	555	556
Espaciado de poros (µm)	804.73	957.38	978.28	893.67	751.21	936.10
Tamaño Celda Unidad (µm)	8047.30	9573.80	9782.80	8936.7	7512.10	9361.00
Throat Skew	-42.62	-17.78	-49.99	-30.11	-41.42	-46.38
Throat Spread	0.86	0.93	1.00	0.94	0.94	0.98
Conectividad	3.30	3.07	3.17	3.23	3.27	3.21
Pore Skew	1.97	1.72	3.80	1.48	1.01	4.54
Nivel de Correlación	0.15	0.08	0.00	0.09	0.17	0.06
Percolación en el poro número	19	56	72	85	83	94
Percolación a un diámetro de poro (µm)	0.73	0.41	0.15	1.15	0.13	0.52
Percolación a un vol. intruido de (%)	37.42	41.94	53.27	33.47	56.59	35.87
Percolación a una presión (kPa)	2017.07	3577.76	10018.62	1274.86	11255.64	2849.32

Tabla 3 (continua)

Nombre MUESTRA	35.4(1)	35.4(2)	35.4(3)	35.4(4)	35.4(5)	35.4(6)
Porosidad Experimental (%)	15.89	13.34	15.28	13.39	14.21	15.11
Porosidad Simulada (%)	15.88	13.33	15.27	13.38	14.20	15.10
Distancia entre modelos Exp-Sim	1.52	1.33	1.24	1.38	1.25	1.30
Tipo de Estructura	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS
Geometría de gargantas	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica
Anisotropía	1	1	1	1	1	1
Diámetro de garganta mínimo (µm)	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
Diámetro de garganta máximo (µm)	558	558	557	555	554	558
Espaciado de poros (µm)	923.47	903.48	929.48	958.66	954.22	822.47
Tamaño Celda Unidad (µm)	9234.70	9034.80	9294.80	9586.60	9542.20	8224.70
Throat Skew	-8.00	-5.70	-29.44	-29.34	-1.01	-26.27
Throat Spread	0.94	0.96	0.94	0.98	0.95	0.73
Conectividad	3.42	3.41	3.41	3.41	3.44	3.14
Pore Skew	3.61	1.36	3.55	2.40	3.32	2.77
Nivel de Correlación	0.08	0.06	0.09	0.09	0.10	0.31
Percolación en el poro número	8	22	22	22	8	13
Percolación a un diámetro de poro (µm)	1.62	1.62	1.45	1.29	1.28	1.15
Percolación a un vol. intruido de (%)	36.27	37.66	42.96	41.61	36.99	51.69
Percolación a una presión (kPa)	905.55	905.19	1016.50	1141.23	1142.70	1276.83

Tabla 3 (cont)

Nombre MUESTRA	38.0(1)	38.0(2)	38.0(3)	38.0(4)	38.0(5)	38.0(6)
Porosidad Experimental (%)	11.26	11.44	21.37	17.20	13.33	15.32
Porosidad Simulada (%)	11.25	11.43	21.35	17.18	13.32	15.31
Distancia entre modelos Exp-Sim	1.89	1.35	1.74	2.02	1.24	1.44
Tipo de Estructura	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS
Geometría de gargantas	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica
Anisotropía	1	1	1	1	1	1
Diámetro de garganta mínimo (µm)	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
Diámetro de garganta máximo (µm)	563	565	557	559	560	555
Espaciado de poros (µm)	944.04	849.52	856.61	854.34	949.27	783.77
Tamaño Celda Unidad (µm)	9440.40	8495.20	8566.10	8543.40	9492.70	7837.70
Throat Skew	-37.67	-32.67	-4.93	-49.95	-11.14	-39.37
Throat Spread	0.91	0.84	0.98	0.89	0.98	0.79
Conectividad	2.94	3.14	4.03	3.26	3.17	3.48
Pore Skew	2.14	1.22	4.77	1.99	2.80	1.89
Nivel de Correlación	0.26	0.23	0.27	0.11	0.13	0.31
Percolación en el poro número	4	79	23	82	44	73
Percolación a un diámetro de poro (µm)	0.08	0.15	0.41	0.26	0.07	0.13
Percolación a un vol. intruido de (%)	55.72	56.95	64.22	49.33	53.36	61.90
Percolación a una presión (kPa)	17743.00	9996.53	3579.51	5651.16	19917.84	11263.27

Tabla 3 (cont)

Nombre MUESTRA	61.3(1)	61.3(2)	61.3(3)	61.3(4)	61.3(5)	61.3(6)
Porosidad Experimental (%)	23.50	25.50	28.81	24.81	20.77	25.49
Porosidad Simulada (%)	23.48	25.49	28.79	24.79	20.76	25.48
Distancia entre modelos Exp-Sim	1.17	1.34	1.41	1.59	1.64	1.26
Tipo de Estructura	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS
Geometría de gargantas	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica
Anisotropía	1	1	1	1	1	1
Diámetro de garganta mínimo (µm)	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
Diámetro de garganta máximo (µm)	5560	558	558	559	557	556
Espaciado de poros (µm)	712.72	807.66	759.91	780.02	710.63	642.73
Tamaño Celda Unidad (µm)	7127.20	8076.60	7599.10	7800.20	7106.30	6427.30
Throat Skew	-2.60	-12.91	-9.50	-1.51	-14.21	-25.58
Throat Spread	0.62	0.97	0.91	0.81	0.68	0.72
Conectividad	3.39	4.40	4.55	4.23	3.08	3.58
Pore Skew	4.56	2.50	2.57	2.76	2.42	1.58
Nivel de Correlación	0.35	0.10	0.18	0.19	0.18	0.24
Percolación en el poro número	14	47	39	61	79	4
Percolación a un diámetro de poro (µm)	1.62	17.97	28.44	5.72	0.72	1.29
Percolación a un vol. intruido de (%)	61.71	54.42	52.69	66.08	65.17	65.86
Percolación a una presión (kPa)	906.83	81.75	51.65	256.61	2020.03	1139.90

Tabla 3 (cont)

Nombre MUESTRA	63.0(1)	63.0(2)	63.0(3)	63.0(4)	63.0(5)	63.0(6)
Porosidad Experimental (%)	25.00	24.42	24.93	23.78	26.40	22.50
Porosidad Simulada (%)	24.98	24.40	24.91	22.77	26.38	22.48
Distancia entre modelos Exp-Sim	1.55	1.75	1.45	1.59	1.20	1.66
Tipo de Estructura	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS	H-band-LS
Geometría de gargantas	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica	Cilíndrica
Anisotropía	1	1	1	1	1	1
Diámetro de garganta mínimo (µm)	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007	0.007
Diámetro de garganta máximo (µm)	564	564	563	555	554	555
Espaciado de poros (µm)	784.41	701.61	706.70	713.75	704.65	799.83
Tamaño Celda Unidad (µm)	7844.10	7016.10	7067.00	7137.50	7046.50	7998.30
Throat Skew	0.71	22.25	3.46	0.05	4.09	-0.90
Throat Spread	0.84	0.72	0.81	0.80	0.77	0.79
Conectividad	4.05	3.75	3.80	3.80	3.86	3.79
Pore Skew	3.39	1.99	1.54	1.61	1.96	3.95
Nivel de Correlación	0.27	0.36	0.26	0.29	0.30	0.26
Percolación en el poro número	11	21	34	34	45	34
Percolación a un diámetro de poro (μ m)	11.44	3.24	9.09	10.11	2.86	10.11
Percolación a un vol. intruido de (%)	60.45	63.56	59.37	59.34	62.21	58.52
Percolación a una presión (kPa)	128.39	453.02	161.61	145.40	512.49	145.36

Tabla 3 .-. Resultados de la modelización del sistema poroso, a partir de los resultados de porosimetría por inyección de Hg, mediante la utilización del código Core Por.
REFERENCIAS

- Aguilar, M.J; Ramírez del Pozo, J; Riba, O. (1971): Algunas precisiones sobre la sedimentación y paleontología del Cretácico inferior en la zona de Utrillas-Villarroya de los Pinares. Estudios Geológicos, 27: 497-512.
- Alonso, A; Floquet M; Mas, J. R.; Meléndez, A. (1993): Late Cretaceous Plattorms: Origin and evolution, Iberian Range, Spain. En: Cretaceous Carbonate Platforms, (J.A.T. Simo, R.W. Scott; J.P. Masse, Eds.). American Association of Petroleum Geologists A.A.P.G; Spec. Vol; 56, 297-313.
- Arias, C. (1978): Estratigrafía y paleogeografía del Jurásico superior y Cretácico inferior del nordeste de la provincia de Albacete. Seminarios de Estratigrafía, Serie Monografías, 3, 299 p.
- Bodurtha, P; Matthews, G.P; Kettle, J.P; Roy, I.M; (2005): Influence of anisotropy on the dynamic wetting and permeation of paper coatings. Journal of Colloid and Interface Science 283, 171–189.
- Boucher, E.A. (1976): Porous materials: Structure, Properties and Capillary Phenomena. Journal of Materials Science, Vol. 11, pp. 1734-1750.
- Carenas, B. (1987): El Cretácico medio de la región de Liria-Ademuz (Valencia). Tesis doctoral, Univ. Complutense de Madrid, 868 p.
- Choquette, P.W.; Pray, L.C. (1970): Geologic nomenclature and classification of porosity in sedimentary carbonates. The American Association of Petroleum Geologist Bulletin, Vol. 54, pp.207-250.
- Class, H. (2008): Models for Non-Isothermal Compositional Gas-Liquid Flow and Transport in Porous Media. Habilitation, Institut f• ur Wasserbau, Universit• at Stuttgart, Germany.
- Ennis-King, J. and Paterson, L. (2001): Reservoir engineering issues in the geological disposal of carbon dioxide. In: D.J. Williams, R.A. Durie, P. McMullan, C.A.J. Paulson & A.Y. Smith (Eds.) Greenhouse Gas Control Technologies: Proceedings of the Fifth International Conference on Greenhouse Gas Control Technologies, CSIRO Publishing, Cairns, Australia, 13-16 August 2000, 290-295.
- Fallot, P.; Bataller, J.R. (1927): Sur l'allure d'ensamble et sur l'age des plissements dans les montagnes du bas Aragón et du Maestrazgo. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, 182: 398-400.
- Flett, M; R. Gurton, and I. Taggart (2004): The function of gas- water relative permeability hysteresis in the sequestration of carbon dioxide in saline formations, SPE Pap. 88485-MS, Soc. of Pet. Eng; Richardson, Tex.
- Flett, M, Gurton, R; Taggart, I. (2005): The function of gas-water relative permeability hysteresis in the sequestration of carbon dioxide in saline formations. Society of Petroleum Engineers SPE 88485-MS.
- Floquet, M; Alonso, A.; Meléndez, A. (1982): Cameros-Castilla. El Cretácico superior. En: El Cretácico de España (A. García, Ed.). Univ. Complutense de Madrid, 387-456
- García, A; Mas, J.R; Arias, C; Vilas, L; Alonso, A.; Rincón, R. (1978): Evolution sedimentaire des facies terrigenes mixtes et carbonates de l'Albien Superieur–Cenomanien dans la region de Cuenca–Almansa. Cahiers de Micropaléontologie, 4: 11-19.
- García, A Segura, M Calonge, A.; Carenas, B. (1989): Unidades estratigráficas para la organización de la sucesión sedimentaria de la Plataforma del Albiense-Cenomaniense de la Cordillera Ibérica. En: División de unidades estratigráficas en el análisis de cuencas (J. A. Vera, Ed.). Revista de la Sociedad Geológica de España, 2 (3-4):303-333.
- García-Hidalgo, J.F; Segura, M.; García, A. (1997): El Cretácico del borde septentrional de la Rama Castellana de la Cordillera Ibérica. Revista de la Sociedad Geológica de España, 10: 39-53.

- García-Hidalgo, J.F; Segura, M; Ruiz, G.; García, A. (1998): Progradational structures in the upper Cretaceous of Alhama de Aragón área, Aragonian Iberian Ranges, Spain. 15 th International Sedimentology Congress, Abstracts: 365-367.
- García-Hidalgo, J.F; Gil, J.; Segura, M. (2001): Sedimentología de la sucesión cretácica basal en el borde sur del Sistema Central (Madrid). Geotemas, 3, 197-200
- García-Hidalgo, J.F; Gil, J.; Segura, M. (2003): Sedimentología de los términos basales de la sucesión cretácica en el borde sur del Sistema Central. Journal of Iberian Geology, 29: 57-72.
- Gil, J. (2002): Estratigrafía de alta resolución en el Turoniense Superior-Coniaciense Inferior de la Cordillera Ibérica Septentrional. Tesis doctoral, Univ. Complutense de Madrid, 218 p.
- Gil, J; Carenas, B; Segura, M, García-Hidalgo, J.F; García, A. (2004): Revisión y correlación de las unidades litoestratigráficas del Cretácico Superior en la región central y oriental de España. Revista de la Sociedad Geológica de España, 17: 249-266.
- Gregg S. J. and Sing K. S. (1982): Adsorption, Surface Area and Porosity. Academic Press.
- Hovorka SD, Benson SM, Doughty C, Friefeld BM, Sakurai S, Daley TM (2006): Measuring permanence of CO2 storage in saline formations: the Frio experiment. Environ Geosci 13:1–17.
- IGME (2010): Selección y caracterización de áreas de estructuras geológicas favorables para el almacenamiento geológico de CO2 en España. Informe confidencial. Código Dto.: 63.981.
- IPCC (2005): Carbon Dioxide Capture and Storage. Bert Metz, Ogunlade Davidson, Heleen de Coninck, Manuela Loos and Leo Meyer (Eds.) Cambridge University Press, UK. pp 431. IPCC, Geneva, Switzerland. Pp 53.
- ISO 15901-1 (2005): Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption Part 1: Mercury porosimetry.
- Johnson, A; Roy, I.M; Matthews, G.P; Patel, D. (2003): An improved simulation of void structure water retention and hydraulic conductivity in soil, using the Pore-Cor three-dimensional network. European Journal of Soil Science 54, 477–489.
- Kaldi, J.G. & Gibson-Poole, C.M. (2008): Storage Capacity Estimation, Site Selection and Characterisation for CO2 Storage Projects, CO2CRC Report №: RPT08-1001.
- Katz, A.J.; Thompson, A.H. (1986): A quantitative prediction of permeability in porous rocks. Phys. Rev. B, Vol. 34 (11), pp. 8179-8181
- Katz, A.J.; Thompson, A.H. (1987): Prediction of rock electrical conductivity from mercury injection measurements. Journal of Geophysical research, Vol 92, Nº B1, pages 599-607
- Kirkpatrick,S; Gelatt,D; Vecchi,M.P. (1983): Optimization by simulated annealing. Science, Vol. 220, No. 4598, May 1983, pp. 671-680.
- Kobus, H; Barczewski, B; Koschitzky, H. (1996): Groundwater and Subsurface Remediation. Springer, Berlin.
- Kopp, A; Class, H, Helmig, R (2009a): Investigations on CO2 storage capacity in saline aquifers - Part 1: Dimensional analysis of ow processes and reservoir characteristics. International Journal of Greenhouse Gas Control, 3(3), 263{276.
- Kopp, A; Class, H, Helmig, R (2009b): Investigations on CO2 storage capacity in saline aquifers - Part 2: Estimation of storage capacity coe_cients. International Journal of Greenhouse Gas Control, 3(3), 277{287.
- Laudone, G.M; Matthews, G.P; Gane, P.A.C; Ridgway, C.J; Schoelkopf, J; (2005): Estimation of the effective particle sizes within a paper coating layer using a void network model. Chemical Engineering Science 60, 6795–6802.
- Laudone, G.M; Matthews, G.P; Gane, P.A.C; (2006). Modelling the shrinkage in pigmented coatings during drying: a stick-slip mechanism. Journal of Colloid and Interface Science 304, 180–190.

- Martín, L; Leyva, F.; Arteaga, R. (1986): Síntesis geológico-minera de las cuencas lignitíferas de Oliete-Ariño, Utrillas Aliaga y Castellote. IGME, Madrid, 231 p.
- Matthews, G.P; Moss, A.K; Spearing, M.C. and Voland, F. (1993): Network calculation of mercury intrusion and absolute permeability in sandstone and other porous media. Powder technology, Vol. 76, pp. 95-107.
- Matthews, G.P; Canonville, C.F.; Moss, A.K. (2006): Use of a void network model to correlate porosity, mercury porosimetry, thin section, absolute permeability and NMR relaxation time data for sandstone rocks. Physical review E 73, 031307.
- Metropolis, N; Rosenbluth, A; Rosenbluth, N; Teller, A; Telle, E. (1953): Equation of state calculations by fast computing machines. J. Chem. Phys. 21: 1087-1092
- Nelder, J.A; Mead, R. (1965): A simplex method for function minimization. TheComputer Journal, Vol. 7, No. 4, January 1965, pp. 308-313.
- Norma ASTM D 4284-03, (2003): Standard Test Meted for Determining Pore Volume Distribution of Catalysts by Mercury Intrusion Porosimetry.
- Norma ASTM D 4404-84 (1984 reapproved 1992): Standard Test Method for Determination of Pore Volume and Pore Volume Distribution of Soil and Rock by Mercury Intrusion Porosimetry.
- Pardo, G. (1974): Nota previa sobre las características litoestratigráficas de las formaciones «Arenas de Utrillas» y «Lignitos de Escucha». Acta Geológica Hispánica, 27: 497-512.
- Pardo, G. (1979): Estratigrafía y sedimentología de las formaciones detríticas del Cretácico inferior terminal del Bajo Aragón Turolense. Tesis Doctoral, Univ. de Zaragoza, 473 p.
- Pardo, G.; Villena, J. (1977): Estudio sedimentológico de las Arenas de Utrillas, en las Cuencas de Utrillas y Estercuel. En: Comunicaciones del VIII Congreso Nacional de Sedimentología.
- Pardo, G.; Villena, J. (1979): Características sedimentológicas y paleogeográficas de la Fm. Escucha. Cuadernos de Geología Ibérica, 5: 407-418.
- Pardo, G.; Villena, J. (1981): Geología de la Región de Montalbán-Utrillas. En: XV Curso de Geología Práctica de Teruel, 161-194.
- Pardo, G; Ardevol, L.; Villena, J. (1991): Mapa Geológico de España E 1:200.000, hoja nº40 (Daroca). ITGE, Madrid.
- Pérez López, J.R (2005): Contribución a los métodos de optimización basados en procesos naturales y su aplicación a la medida de antenas en campo próximo. Tesis Doctoral, Santander, Octubre de 2005, Univ. Cantabria.
- Pérez López, JR; Basterrechea, J (2004): Aplicación de algoritmos genéticos y recocido simulado a la reconstrucción del diagrama de radiación de antenas, XIX Symposium Nacional de la URSI, Barcelona, Septiembre 2004, Cd-rom.
- Porter, M.L. (1986): Sedimentary record of erg migration. Geology, 14: 497-500.
- Pospech, R.; Schneider, P. (1989): Powder particle sizes from Mercury Porosimetry. Powder Technology Vol. 59: 163
- Querol, X. (1988): Estudio geológico de la Formación lignitos de Escucha en la Cuenca del Maestrazgo, Cordillera Ibérica Oriental. Tesis de Licenciatura. Dto. de G.P.P.G. Univ. De Barcelona, 261 p.
- Querol, X. (1990): Distribución de la materia mineral y azufre en los carbones de la Fm. Escucha. Relación con los factores geológicos, sedimentológicos y diagenéticos. Tesis Doctoral, Univ. de Barcelona, 509 p.
- Ridgway, C.J; Gane, P.A.C; (2002): Dynamic absorption into simulated porous structures. Colloids and Surfaces. A Physicochemical and Engineering Aspects 206, 217–239.
- Ridgway, C.J; Gane, P.A.C; Schoelkopf, J; (2002): Effect of capillary element aspect ratio on the dynamic imbibition within porous networks. Journal of Colloid and Interface Science 252, 373–382.

- Rodríguez-López, J.P. (2008): Sedimentología y evolución del sistema desértico arenoso (erg) desarrollado en el margen occidental del Tethys durante el Cretácico Medio, Cordillera Ibérica. Provincias de Teruel y Zaragoza. Tesis Doctoral,Univ. Complutense de Madrid, 500 p.
- Rodríguez-López, J.P; Meléndez, N; Soria, A.R. (2005): Arquitectura estratigráfica de la Fm. Escucha (Albiense) en el flanco sur del Sinclinal de Cueva Foradada. Subcuenca de Oliete (Teruel), Cuenca Ibérica Central. Geo-temas, 8: 95-98.
- Rodríguez-López, J. P; de Boer, P. L; Meléndez, N; Soria, A. R; Pardo, G. (2006a): Windblown desert sands in coeval shallow marine deposits a key for the recognition of coastal ergs; mid-Cretaceous Iberian Basin, Spain. Terra Nova, 18:314–320.
- Rodríguez-López, J.P; Meléndez, N; Soria, A.R; Liesa, C.L. (2006b): Tectónica extensional sinsedimentaria de la Formación Escucha en el sector meridional de la subcuenca cretácica de Oliete. Revista de la Sociedad Geológica de España, 19: 99-112.
- Rodríguez-López, J.P; Liesa, C.L; Meléndez, N; Soria, A. R. (2007a): Normal fault development in a sedimentary succession with multiple detachment levels: the Lower Cretaceous Oliete sub-basin, Eastern Spain. Basin Research, 19: 409-435.
- Rodríguez-López, J.P; Meléndez, N; Soria, A. R; Liesa, C.L; Van Loon, A.J. (2007b): Lateral variability of ancient seismites related to differences in sedimentary facies (the syn-rift Escucha Formation, mid-Cretaceous, eastern Spain). Sedimentary Geology, 201: 461-484.
- Rodríguez-López, J.P; Meléndez, N de Boer, P.L; Soria, A.R. (2008a): Aeolian sand-sea development along the mid-Cretaceous western Tethyan margin (Spain); erg sedimentology and paleoclimate implications.Sedimentology, 55: 1253-1292.
- Rodríguez-López, J.P; Meléndez, N; Soria, A.R; de Boer,P.L. (2008b): Una nueva interpretación de las Fms Escuchay Utrillas en su área tipo: sedimentología y evolución de un sistema desértico arenoso (erg) en el margen oriental de Iberia. Geo-Temas, 10: 179-182.
- Rodríguez-López, J.P; Meléndez, N; de Boer, P.L; Soria, A.R. (2009): Sedimentology, stratigraphic architecture and cyclicity of a marine erg-margin system; midcretaceous, Spain. 27th International Association of Sedimentologists Regional Meeting, Alghero, Italia.
- Rodríguez-López, J.P; Meléndez, N; Soria, A.R; de Boer, P.L. (2009): Reinterpretación estratigráfica y sedimentológica de las Formaciones Escucha y Utrillas de la Cordillera Ibérica. Revista de la Sociedad Geológica de España, 22(3-4): 163-219.
- Rodríguez-López, J.P; Meléndez, N; de Boer, P.L; Soria, A.R. (2010): The action of wind and water in a mid-Cretaceous subtropical erg-margin system, Spain. Sedimentology, doi: 10.1111/j.1365-3091.2010.01147.x: 1-42.
- Rodríguez-López, J.P; Meléndez, N; de Boer, P.L; Soria, A.R. (2012): Controls on marine-erg margin cycle variability: aeolian-marine interaction in the mid-Cretaceous Iberian Desert System, Spain. Sedimentology, 59(2): 466-501.
- Ruiz, C; Prado, A. J; Campos, R; Hurtado, A; Pelayo, M; de la Losa, A; Martínez, R; Ortiz, G; Sastre, J; Pérez del Villar, L; Eguilior, S; Lomba, L; Recreo, F. (2008): Almacenamiento geológico de CO2: Criterios de selección de emplazamientos. En: CONAMA 2008.
- Russel, S.A. (1927): Stone preservation committee report (Appendix I). H.M. Stationary Office, London
- Santiago de, C. (2008): La porosimetría de mercurio. Fundamentos físicos, estado del arte, normativa, descripción del equipo y procedimiento experimental. Informe Técnico CEDEX. Lab. Geotecnia.
- Schoelkopf, J; Gane, P.A.C; Ridgway, C.J; (2003): Pigment coating permeability: measurement and correlation with wetting front penetration. 2003 TAPPI 8th Advanced Coating Fundamentals Symposium, Chicago, May 2003, TAPPI Press.

- Setzer, M. J. (1990): Interaction of Water with Hardened Cement Paste. In Ceramic Transactions, Vol. 16: Advances in Cementitious Materials, Ed. Sidney Mindness. The American Ceramic Society, pp. 415-439
- Torp, T.A. and Gale, J. (2004): Demonstrating Storage of CO2 in Geological Reservoirs: The Sleipner and Sacs Projects. Energy, 29, 1361-1369.
- Washburn, E.W. (1921): Note on a method of determining the distribution of pore sizes in a porous material. Proc. Nat. Acad. Sci. Vol 7, pp. 115-116
- Webb, P.A and Orr; C. (1997): Analytical methods in Fine Particle Technology. Micromeritics Instrument Corp. 285pp.
- Webb, P.A. (2001): An introduction to the physical characterization of materials by mercury intrusión porosimetry with emphasis on reduction and presentation of experimental data Micromeritics Instrument Corp. Norcross 2001.

<u>ANEXO 1</u>

Resultados de la porosimetría por intrusión de Hg



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 1

Sample ID: D1-25,40 (1) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-001.SMP

 LP Analysis Time:
 12/07/2011 11:04:59
 Sample Weight:
 2.1577 g

 HP Analysis Time:
 12/07/2011 12:25:22
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013 8:56:23
 Show Neg. Int:
 No

Summary Report

Penetrometer parameters

		i enecioniei	er parameters			
Penetrometer:	15-0436 3cc, 1.1	90 Stem, Sol	id			
Pen. Constant:	22.285	µL/pF	Pen. Weight:		59.8628	g
Stem Volume:	1.1900	mL	Max. Head Pressure:		4.6800	psia
Pen. Volume:	4.3409	mL	Assembly Weight:		107.3163	g
		Hg Pa	rameters			
Adv. Contact Angle:	139.000	degrees	Rec. Contact Angle:		139.000	degrees
Hg Surface Tension:	485.000	dynes/cm	Hg Density:		13.5335	g/mL
		Low P	ressure:			
	Evacuation Pressure:		50	µmHg		
	Evacuation Time:		5	mins		
	Mercury Filling Pressure:		0.38	psia		
	Equilibration Time:		10	secs		
		High P	Pressure:			
	Equilibration Time:		10	secs		
		No Blank	Correction			

(From Pressure 0.10 to 60000.00 psia)

Intrusion Data Summary

Total Intrusion Volume =	0.0826	mL/g
Total Pore Area =	4.982	m²/g
Median Pore Diameter (Volume) =	0.3609	μm
Median Pore Diameter (Area) =	0.0205	μm
Average Pore Diameter (4V/A) =	0.0663	μm
Bulk Density at 0.38 psia =	2.1708	g/mL
Apparent (skeletal) Density =	2.6451	g/mL
Porosity =	17.9315	%
Stem Volume Used =	15	% ****
Pore Structu	re Summary	
Characteristic length =	477.1415	μm
BET Surface Area =	1.0000	m²/g
Pore shape exponent =	1.00	
Tortuosity factor =	2.027	

Tortuosity =

3.8657



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 2

Sample ID: D1-25,40 (1) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-001.SMP

LP Analysis Time: 12/07/2011 11:04:59 HP Analysis Time: 12/07/2011 12:25:22 Report Time: 08/02/2013 8:56:23 Sample Weight: 2.1577 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1-25,40 (1) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-001.SMP

LP Analysis Time: 12/07/2011 11:04:59 HP Analysis Time: 12/07/2011 12:25:22 Report Time: 08/02/2013 8:56:23 Sample Weight: 2.1577 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 1/1 Sample ID: D1-25,40 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-002.SMP LP Analysis Time: 13/07/2011 9:34:22 Sample Weight: 2.2603 g HP Analysis Time: 13/07/2011 10:54:06 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Show Neg. Int: No

		Summ	ary Report			
		Penetrome	ter parameters			
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-0220 3cc Bulb 0.392 Stem solido 11.007 μL/pF Pen. Weight: 0.3920 mL Max. Head Pressure: 3.6677 mL Assembly Weight: Hg Parameters				62.2539 4.6412 100.8000	g psia g
Adv. Contact Angle:	1:	39.000 degrees	Rec. Contact An	gle:	139.000	degrees
Hg Surface Tension:	48	85.000 dynes/cm	Hg Density:		13.5335	g/mL
Dorom 1:	0.000	Dorom 2:		Dorom 2:	0.00	0
	0.000	Low	Pressure:	Falalli 5.	0.00	0
	Evacuation Pressu Evacuation Time: Mercury Filling Pre Equilibration Time:	ire: ssure: : Hiab	Pressure	50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs		
	Equilibration Time	. Ingir	riessure.	10 secs		
				10 3003		
		No Blan	k Correction			
		(From Pressure	0.10 to 60000.00	psia)		
		Intrusion	Data Summary			
	Tota Median Pore E Median Por Average Pol Bulk Dens Apparent S	I Intrusion Volume Total Pore Area Diameter (Volume) Te Diameter (Area) Te Diameter (4V/A) sity at 0.38 psia (skeletal) Density Porosity tem Volume Used	= 0.0568 $= 3.220$ $= 0.2204$ $= 0.0243$ $= 0.0705$ $= 2.2912$ $= 2.6340$ $= 13.0141$ $= 33$	8 mL/g 0 m²/g 4 µm 8 µm 5 µm 2 g/mL 0 g/mL % 8 %		
		Pore Struc	ture Summary			
	T Ch Por	Threshold Pressure aracteristic length BET Surface Area = e shape exponent Tortuosity factor Tortuosity	e: 0.50 = 427.3428 = 1.0000 = 1.00 = 2.083 = 3.9988) psia (Calculated) } µm) m²/g) }		

Page 1



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-25,40 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-002.SMP

LP Analysis Time: 13/07/2011 9:34:22 HP Analysis Time: 13/07/2011 10:54:06 Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Sample Weight: 2.2603 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Cumulative Intrusion vs Pressure



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1-25,40 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-002.SMP

LP Analysis Time: 13/07/2011 9:34:22 HP Analysis Time: 13/07/2011 10:54:06 Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Sample Weight: 2.2603 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 1

Sample ID: D1 25,40 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-003.SMP

 LP Analysis Time:
 13/07/2011
 12:04:32
 Sample Weight:
 2.0329 g

 HP Analysis Time:
 13/07/2011
 13:21:36
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013
 8:56:24
 Show Neg. Int:
 No

		Sun	nmar	y Report		
		Penetro	mete	r parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-1	0251 3CC Bulb, 0.39 S 11.007 µL/pF 0.3900 mL 3.5642 mL Hg	Stem,	Solid Pen. Weight: Max. Head Pres Assembly Weig ameters	ssure: ht:	61.7285 g 4.6800 psia 99.7778 g
Adv. Contact Angle:		139.000 degrees	i	Rec. Contact A	ngle:	139.000 degrees
Hg Surface Tension:		485.000 dynes/c	m	Hg Density:		13.5335 g/mL
		Use	er Par	rameters		
Param 1:	0.000	Param 2:		0.000	Param 3:	0.000
		LC	w Pr	essure:		
	Evacuation F Evacuation T Mercury Filli Equilibration	Pressure: Fime: ng Pressure: I Time:			50 μmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
		-т: -т:	gn Pr	essure:	10	
	Equilibration	lime:			10 secs	
		No B	lank (Correction		
		(From Pressure	0.	10 to 60000.00	psia)	
		Intrusio	on Da	ata Summary		
	Median Medi Avera Bul Ap	Total Intrusion Volur Total Pore Ar Pore Diameter (Volum an Pore Diameter (Are ge Pore Diameter (4V/ k Density at 0.38 ps parent (skeletal) Dens Poros Stem Volume Us	ne = ea = e) = a) = A) = sia = ity = ity = ed =	0.061 3.67 0.242 0.021 0.067 2.251 2.613 13.865 3	6 mL/g 2 m²/g 9 μm 9 μm 1 μm 5 g/mL 9 g/mL 4 % 2 %	
		Pore St	ructu	ire Summary		
		Threshold Press Characteristic leng BET Surface Are Pore shape expone Tortuosity fac Tortuos	ure: hth = ent = for = ity =	0.4 513.508 1.000 1.0 2.07 3.955	1 psia (Calculated) 5 μm 0 m²/g 0 3 4	



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 2

Sample ID: D1 25,40 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-003.SMP

LP Analysis Time: 13/07/2011 12:04:32 HP Analysis Time: 13/07/2011 13:21:36 Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Sample Weight: 2.0329 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1 25,40 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-003.SMP

LP Analysis Time: 13/07/2011 12:04:32 HP Analysis Time: 13/07/2011 13:21:36 Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Sample Weight: 2.0329 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 1

Sample ID: D1-25,40 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-004.SMP

 LP Analysis Time:
 13/01/2012
 8:41:07
 Sample Weight:
 1.9959 g

 HP Analysis Time:
 13/01/2012
 10:10:30
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013
 8:56:24
 Show Neg. Int:
 No

		Su	nma	ry Report			
		Penetro	met	er parameters			
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	15-0669	- 3 Bulb, 1.190 S 22.285 µL/pF 1.1900 mL 4.3445 mL	item, g Par	Solid Pen. Weight: Max. Head Pres Assembly Weigh rameters	sure: nt:	59.6886 4.6800 108.3599	g psia g
Adv. Contact Angle:	1	39.000 degree	3	Rec. Contact Ar	igle:	139.000	degrees
Hg Surface Tension:	4	85.000 dynes/c	m_	Hg Density:		13.5335	g/mL
		Use	er Pa	arameters			
Param 1:	0.000	Param 2:	n	0.000	Param 3:	0.00	0
		L	ow P	ressure:			
	Evacuation Press	ure:			50 µmHg		
	Evacuation Time: Moreury Filling Pr	accura:			o mins		
	Equilibration Time				10 secs		
		,. Hi	ah P	ressure:	10 3003		
	Equilibration Time):	J		10 secs		
		No F	lank	Correction			
			ank	Correction			
		(From Pressure	0	.10 to 60000.00	psia)		
		Intrusi	on D	ata Summary			
	Tota	al Intrusion Volu	ne =	0.0706	3 mL/g		
		Total Pore A	ea =	3.437	7 m²/g		
	Median Pore	Diameter (Volun	1e) =	0.424	γμm		
	Median Po	ore Diameter (Are	ea) =	0.0218	βµm Dum		
	Average PC	ore Diameter (4V	(A) =	0.0622	2μm Sa/ml		
		isity at 0.30 p it (skeletal) Deng	sia =	2.220	7 g/mL		
	Лрранов	Poros	sitv =	15 7376	3 %		
	S	Stem Volume Us	ed =	12	2 % ****		
		Pore S	ruct	ure Summary			
		Threshold Pres	sure.	0.40) psia (Calculated)		
	C	haracteristic len	ath =	524.482	l um		
	•	BET Surface Ar	ea =	1.0000) m²/g		
	Po	re shape expon	ent =	1.00)		
		Tortuosity fac	tor =	2.052	2		
		Tortuos	sity =	3.8033	3		



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 2

Sample ID: D1-25,40 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-004.SMP

LP Analysis Time: 13/01/2012 8:41:07 HP Analysis Time: 13/01/2012 10:10:30 Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Sample Weight: 1.9959 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1-25,40 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-004.SMP

LP Analysis Time: 13/01/2012 8:41:07 HP Analysis Time: 13/01/2012 10:10:30 Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Sample Weight: 1.9959 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





Port: 1/1

Page 1

Sample ID: D1-25,40 (5) Utrillas Operator: Aan M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-005.SMP

Serial: 808

AutoPore IV 9500 V1.09

LP Analysis Time: 24/02/2012 8:55:56 Sample Weight: 2.4304 g HP Analysis Time: 24/02/2012 10:31:53 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Show Neg. Int: No

		Su	mmar	y Report		
		Penetro	omete	r parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-022	20 3cc Bulb 0.392 3 11.007 µL/pF 0.3920 mL 3.6677 mL	Stem : g Para	solido Pen. Weight: Max. Head Pre Assembly Wei ameters	essure: ght:	62.3065 g 4.6412 psia 99.3211 g
Adv. Contact Angle:		139.000 degrees	S	Rec. Contact A	139.000 degrees	
Hg Surface Tension:		485.000 dynes/c	m	Hg Density:		13.5335 g/mL
		Use	er Par	ameters		
Param 1:	0.000	Param 2:	_	0.000	Param 3:	0.000
		L	ow Pr	essure:		
	Evacuation Pre Evacuation Tim Mercury Filling Equilibration Ti	ssure: e: Pressure: me: u i	iah Pr	occuro.	50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	Equilibration Ti	me.	girri	essure.	10 5005	
		ine.			10 3603	
		No E	Blank (Correction		
		(From Pressure	e 0.	10 to 60000.0	0 psia)	
		Intrusi	on Da	ta Summary		
	T Median Po Median Average Bulk D Appar	otal Intrusion Volu Total Pore A re Diameter (Volun Pore Diameter (Are Pore Diameter (4V ensity at 0.38 p rent (skeletal) Dens Poros Stem Volume Us	me = rea = ne) = ea) = /A) = sia = sity = sity = sity = sed =	0.07 4.1 0.42 0.02 0.07 2.18 2.62 16.85	72 mL/g 53 m ² /g 52 µm 03 µm 43 µm 51 g/mL 32 g/mL 94 % 48 %	
		Pore S	tructu	ire Summary		
		Threshold Press Characteristic leng BET Surface Ar Pore shape expone Tortuosity fac Tortuos	sure: gth = ea = ent = stor = sity =	4.8 43.940 1.000 1.0 2.03 27.30	83 psia (Calculate 67 μm 00 m²/g 00 39 13	d)



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-25,40 (5) Utrillas Operator: Aan M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-005.SMP

LP Analysis Time: 24/02/2012 8:55:56 HP Analysis Time: 24/02/2012 10:31:53 Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Sample Weight: 2.4304 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1-25,40 (5) Utrillas Operator: Aan M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-005.SMP

LP Analysis Time: 24/02/2012 8:55:56 HP Analysis Time: 24/02/2012 10:31:53 Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Sample Weight: 2.4304 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





Port: 2/1

Page 1

Sample ID: D1 25,40 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-006.SMP

 LP Analysis Time: 29/02/2012 9:51:05
 Sample Weight: 2.0329 g

 HP Analysis Time: 29/02/2012 11:24:32
 Correction Type: None

 Report Time: 08/02/2013 8:56:24
 Show Neg. Int: No

		Sun	nmar	y Report			
		Penetro	mete	r parameters			
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-(0251 3CC Bulb, 0.39 S 11.007 µL/pF 0.3900 mL 3.5642 mL Hg	Stem, Para	Solid Pen. Weight: Max. Head Pres Assembly Weig ameters	ssure: ht:	61.5677 g 4.6800 p 99.2739 g	sia
Adv. Contact Angle:		139.000 degrees		Rec. Contact Ar	ngle:	139.000 d	egrees
Hg Surface Tension:		485.000 dynes/ci	n	Hg Density:		13.5335 g	/mL
		Use	r Par	ameters			
Param 1:	0.000	Param 2:	_	0.000	Param 3:	0.000	
		Lo	w Pr	essure:			
	Evacuation F Evacuation T Mercury Fillin Equilibration	Pressure: Time: ng Pressure: Time:	nh Dr	05511101	50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs		
	Equilibration	Timo:	JILLI	essure.	10 0000		
	Equilibration	rime.			TO SECS		
		No B	ank (Correction			
		(From Pressure	0.	10 to 60000.00	psia)		
		Intrusio	on Da	ta Summary			
	Median Media Avera Bul Ap	Total Intrusion Volun Total Pore Ard Pore Diameter (Volum an Pore Diameter (Are ge Pore Diameter (4V/ k Density at 0.38 ps parent (skeletal) Dens Poros Stem Volume Use	ne = ea = a) = A) = ita = ity = ity = ed =	0.076 5.13 0.253 0.020 0.059 2.190 2.628 16.685 4	2 mL/g 7 m²/g 7 μm 3 μm 3 μm 0 g/mL 6 g/mL 4 % 0 %		
		Pore St	ructu	ire Summary			
		Threshold Press Characteristic leng BET Surface Are Pore shape expone Tortuosity fact Tortuos	ure: th = ea = ent = cor = ity =	0.5 427.104 1.000 1.0 2.04 4.014	0 psia (Calculated) 4 μm 0 m²/g 0 1 4		

Serial: 808

AutoPore IV 9500 V1.09



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 2

Sample ID: D1 25,40 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-006.SMP

LP Analysis Time: 29/02/2012 9:51:05 HP Analysis Time: 29/02/2012 11:24:32 Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Sample Weight: 2.0329 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1 25,40 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\254-006.SMP

LP Analysis Time: 29/02/2012 9:51:05 HP Analysis Time: 29/02/2012 11:24:32 Report Time: 08/02/2013 8:56:24 Sample Weight: 2.0329 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 1/1 Sample ID: D1-35,40 (1) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-001.SMP LP Analysis Time: 24/06/2011 10:03:41 Sample Weight: 2.6317 g HP Analysis Time: 24/06/2011 11:45:27 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:23 Show Neg. Int: No

		Summa	ry Report		
		Penetromet	er parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-025 <i>°</i>	1 3CC Bulb, 0.39 Sten 11.007 μL/pF 0.3900 mL 3.5642 mL Hg Pa	n, Solid Pen. Weight: Max. Head Pres Assembly Weigh rameters	sure: nt:	61.9180 g 4.6800 psia 96.5161 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:		139.000 degrees 485.000 dynes/cm User Pa	Rec. Contact An Hg Density: arameters	gle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000	Param 2:	0.000	Param 3:	0.000
		Low F	Pressure:		
	Evacuation Pres Evacuation Time Mercury Filling P Equilibration Tim	ssure: e: Pressure:		50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	Equilibration	High F	Pressure:		
	Equilibration Tim	ne:		10 secs	
		No Blank	Correction		
		(From Pressure (0.10 to 60000.00	psia)	
		Intrusion D	Data Summary		
	To Median Pore Median F Average F Bulk De Appare	otal Intrusion Volume = Total Pore Area = e Diameter (Volume) = Pore Diameter (Area) = Pore Diameter (4V/A) = ensity at 0.38 psia = ent (skeletal) Density = Porosity = Stem Volume Used = Pore Struc : Characteristic length = BET Surface Area = Pore shape exponent = Tortuosity factor = Tortuosity =	 0.0728 1.785 0.8064 0.0450 0.1631 2.1891 2.6039 15.9308 50 ture Summary 336.9263 1.0000 1.0000 2.050 3.7783 	B mL/g 5 m ² /g 4 μm 9 μm g/mL 9 g/mL 9 % 9 % 9 % 9 m ² /g 9	

Page 1



AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 1/1 Sample ID: D1-35,40 (1) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-001.SMP LP Analysis Time: 24/06/2011 10:03:41 Sample Weight: 2.6317 g

LP Analysis Time: 24/06/2011 10:03:41 HP Analysis Time: 24/06/2011 11:45:27 Report Time: 08/02/2013 10:47:23 Sample Weight: 2.6317 g Correction Type: None Show Neg. Int: No Page 2





Page 3

AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 1/1 Sample ID: D1-35,40 (1) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-001.SMP LP Analysis Time: 24/06/2011 10:03:41 Sample Weight: 2.6317 g HP Analysis Time: 24/06/2011 11:45:27 Correction Type: None

Report Time: 08/02/2013 10:47:23

Intrusion for Cycle 1 0.035 0.030 0.025 Log Differential Intrusion (mL/g) 0.020 0.015 0.010 0.005-0.000-100 10 0.1 0.01 1 Pore size Diameter (µm)

Log Differential Intrusion vs Pore size

Show Neg. Int: No


AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 2/1 Sample ID: D1-35,40 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-002.SMP LP Analysis Time: 27/06/2011 10:06:47 Sample Weight: 2.9371 g HP Analysis Time: 27/06/2011 12:30:13 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:23 Show Neg. Int: No

		Sun	nmar	y Report		
		Penetro	mete	er parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13	-0220 3cc Bulb 0.392 S 11.007 μL/pF 0.3920 mL 3.6677 mL Hg	tem	solido Pen. Weight: Max. Head Pres Assembly Weig ameters	ssure: ht:	62.2263 g 4.6412 psia 96.9304 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:		139.000 degrees 485.000 dynes/cr Use	n r Pa r	Rec. Contact Ar Hg Density: rameters	ngle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000	Param 2:		0.000	Param 3:	0.000
		Lo	w Pr	essure:		
	Evacuation Evacuation Mercury Fill Equilibratio	Pressure: Time: ing Pressure: n Time:			50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	- 94	Hig	gh Pr	essure:		
	Equilibratio	n Time:			10 secs	
		No Bl	ank (Correction		
		(From Pressure	0.	10 to 60000.00	psia)	
		Intrusio	on Da	ata Summary		
	Median Mec Aver Bu Aj	Total Intrusion Volum Total Pore Are Pore Diameter (Volum lian Pore Diameter (Are age Pore Diameter (4V/, Ik Density at 0.38 ps oparent (skeletal) Densi Porosi Stem Volume Use Pore St	ne = e) = a) = A) = ita = ity = ed = ructu	0.067 1.53 0.818 0.048 0.175 2.224 2.617 15.021 5 ire Summary	5 mL/g 8 m²/g 5 μm 7 μm 6 μm 4 g/mL 6 g/mL 3 % 1 %	
		Characteristic leng	th =	418.060	1 µm	
		BET Surface Are Pore shape expone Tortuosity fact Tortuos	a = nt = or = ity =	1.000 1.0 2.06 3.579	0 m²/g 0 9	



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 2

Sample ID: D1-35,40 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-002.SMP

LP Analysis Time: 27/06/2011 10:06:47 HP Analysis Time: 27/06/2011 12:30:13 Report Time: 08/02/2013 10:47:23 Sample Weight: 2.9371 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1-35,40 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-002.SMP

LP Analysis Time: 27/06/2011 10:06:47 HP Analysis Time: 27/06/2011 12:30:13 Report Time: 08/02/2013 10:47:23 Sample Weight: 2.9371 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 1/1 Page 1 Sample ID: D1-35,40 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-003.SMP LP Analysis Time: 28/06/2011 8:49:51 Sample Weight: 2.4738 g HP Analysis Time: 28/06/2011 10:08:05 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:23 Show Neg. Int: No

		Summar	y Report		
	Ре	netromete	er parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-0251 3CC Bulb, 11.007 μL 0.3900 m 3.5642 m	0.39 Stem ./pF L L Hg Par	, Solid Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh ameters	sure: t:	61.6769 g 4.6800 psia 97.0583 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:	139.000 de 485.000 dy	egrees mes/cm User Pa	Rec. Contact Ang Hg Density: rameters	gle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000 Param 2:		0.000	Param 3:	0.000
		Low Pi	ressure:		
	Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time:			50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
		High P	ressure:		
Equilibration Time: 10 secs					
		No Blank	Correction		
	(From Pre	ssure 0.	.10 to 60000.00 p	osia)	
	In	ntrusion Da	ata Summary		
	Total Intrusion Total Por Median Pore Diameter (\ Median Pore Diamete Average Pore Diamete Bulk Density at 0 Apparent (skeletal) Stem Volum	Volume = ore Area = Volume) = er (Area) = er (4V/A) = 0.38 psia = Density = Porosity = ne Used = Dre Struct	0.0737 1.516 0.7719 0.0579 0.1945 2.1841 2.6032 16.0997 47 ure Summary	mL/g m²/g µm µm g/mL g/mL % %	
	Characteristi	ic length =	276.5424	um	
	BET Surfa Pore shape e Tortuosi To	ce Area = xponent = ity factor = ortuosity =	1.0000 1.00 2.048 4.6812	m²/g	



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-35,40 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-003.SMP

LP Analysis Time: 28/06/2011 8:49:51 HP Analysis Time: 28/06/2011 10:08:05 Report Time: 08/02/2013 10:47:23 Sample Weight: 2.4738 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Cumulative Intrusion vs Pressure



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1-35,40 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-003.SMP

LP Analysis Time: 28/06/2011 8:49:51 HP Analysis Time: 28/06/2011 10:08:05 Report Time: 08/02/2013 10:47:23 Sample Weight: 2.4738 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 2/1 Sample ID: D1-35,40 (4) Utrillas Operator: Ana M. gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-004.SMP LP Analysis Time: 22/02/2012 11:41:07 Sample Weight: 2.1130 g HP Analysis Time: 22/02/2012 13:36:04 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:24 Show Neg. Int: No **Summary Report Penetrometer parameters** Penetrometer: 13-0220 3cc Bulb 0.392 Stem solido Pen. Constant: 11.007 µL/pF Pen. Weight: 61.9264 g Stem Volume: 0.3920 mL Max. Head Pressure: 4.6412 psia Pen. Volume: 3.6677 mL Assembly Weight: 100.8682 g **Hg Parameters** Adv. Contact Angle: 139.000 degrees Rec. Contact Angle: 139.000 degrees

Hg Surface Tension: 485.000 dynes/cm Hg Density: 13.5335 g/mL **User Parameters** 0.000 Param 1: 0.000 Param 2: 0.000 Param 3: Low Pressure: Evacuation Pressure: 50 µmHg Evacuation Time: 5 mins Mercury Filling Pressure: 0.38 psia Equilibration Time: 10 secs **High Pressure:** Equilibration Time: 10 secs No Blank Correction

> (From Pressure 0.10 to 60000.00 psia)

Intrusion Data Summary

Total Intrusion Volume =	0.0661 ml/a
Total Pore Area =	1.710 m²/g
Median Pore Diameter (Volume) =	0.5686 µm
Median Pore Diameter (Area) =	0.0473 µm
Average Pore Diameter (4V/A) =	0.1547 µm
Bulk Density at 0.38 psia =	2.2327 g/mL
Apparent (skeletal) Density =	2.6194 g/mL
Porosity =	14.7640 %
Stem Volume Used =	36 %
Pore Structure S	Summary
Characteristic length =	381.1011 µm
BET Surface Area =	1.0000 m²/g
Pore shape exponent =	1.00
Tortuosity factor =	2.063
•	

4.3813 Tortuosity =



 AutoPore IV 9500 V1.09
 Serial: 808
 Port: 2/1
 Page 2

Sample ID: D1-35,40 (4) Utrillas Operator: Ana M. gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-004.SMP

LP Analysis Time: 22/02/2012 11:41:07 HP Analysis Time: 22/02/2012 13:36:04 Report Time: 08/02/2013 10:47:24 Sample Weight: 2.1130 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





 AutoPore IV 9500 V1.09
 Serial: 808
 Port: 2/1

Sample ID: D1-35,40 (4) Utrillas Operator: Ana M. gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-004.SMP

LP Analysis Time: 22/02/2012 11:41:07 HP Analysis Time: 22/02/2012 13:36:04 Report Time: 08/02/2013 10:47:24 Sample Weight: 2.1130 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Log Differential Intrusion vs Pore size



AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 1/1 Sample ID: D1-35,40 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-005.SMP LP Analysis Time: 23/02/2012 9:05:21 Sample Weight: 2.2987 g HP Analysis Time: 23/02/2012 10:26:24 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:24 Show Neg. Int: No

		Sum	mary Repo	rt		
		Penetror	neter parar	neters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-0220) 3cc Bulb 0.392 Si 11.007 μL/pF 0.3920 mL 3.6677 mL Hg	em solido Pen. W Max. H Assem Parameter s	eight: ead Press bly Weigh s	sure: t:	62.2618 g 4.6412 psia 100.3202 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:		139.000 degrees 485.000 dynes/cm User	Rec. Co Hg Der Paramete	ontact Ang isity: r s	gle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000	Param 2:	0.00	0	Param 3:	0.000
		Lov	v Pressure	:		
	Evacuation Press Evacuation Time Mercury Filling P Equilibration Tim	sure: : ressure: ie:			50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	- 40	Hig	h Pressure	:		
	Equilibration Tim	ie:			10 secs	
		No Bla	ank Correct	ion		
		(From Pressure	0.10 to 6	0000.00 p	osia)	
		Intrusio	n Data Sum	mary		
	To Median Pore Median P Average F Bulk De Appare	tal Intrusion Volum Total Pore Are Diameter (Volume ore Diameter (Area Pore Diameter (4V/A Insity at 0.38 psi Int (skeletal) Densit Porosit Stem Volume Use Pore Str Characteristic lengt BET Surface Area ore shape exponer Tortuosity facto	e = a = b) = b) = b) = ba = y = d = ucture Sun h = ba = bit = br = y =	0.0646 1.562 0.6090 0.0499 0.1654 2.2418 2.6216 14.4875 38 mary 328.6944 1.0000 1.00 2.066 3.7627	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % %	



AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-35,40 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-005.SMP

LP Analysis Time: 23/02/2012 9:05:21 HP Analysis Time: 23/02/2012 10:26:24 Report Time: 08/02/2013 10:47:24

Sample Weight: 2.2987 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1-35,40 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-005.SMP

LP Analysis Time: 23/02/2012 9:05:21 HP Analysis Time: 23/02/2012 10:26:24 Report Time: 08/02/2013 10:47:24 Sample Weight: 2.2987 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





Port: 2/1

Page 1

Sample ID: D1 35,40 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-006.SMP

Serial: 808

AutoPore IV 9500 V1.09

 LP Analysis Time:
 01/03/2012
 13:04:25
 Sample Weight:
 1.8918 g

 HP Analysis Time:
 01/03/2012
 14:25:55
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013
 10:47:24
 Show Neg. Int:
 No

		:	Summai	ry Report		
		Pene	etromete	er parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-02	220 3cc Bulb 0.39 11.007 μL/p 0.3920 mL 3.6677 mL	92 Stem F Hg Par	solido Pen. Weight: Max. Head Pres Assembly Weigh ameters	sure: ht:	61.9069 g 4.6412 psia 101.5769 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:		139.000 degr 485.000 dyne I	ees s/cm User Pa	Rec. Contact An Hg Density: rameters	gle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000	Param 2:		0.000	Param 3:	0.000
			Low P	ressure:		
	Evacuation Pr Evacuation Tir Mercury Filling	essure: ne: J Pressure: Time:			50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	Equilibration		High P	ressure:		
	Equilibration 1	ime:	Ū		10 secs	
		Ν	o Blank	Correction		
		(From Press	ure 0	.10 to 60000.00	psia)	
		Intro	usion Da	ata Summary		
	Median Pe Mediar Averag Bulk Appa	Total Intrusion Vo Total Pore Diameter (Vo Pore Diameter (Vo Pore Diameter (Pore Diameter (Density at 0.38 arent (skeletal) Do Por Stem Volume Pore Characteristic I BET Surface Pore shape exp Tortuosity	blume = e Area = $ ume\rangle =$ (Area) = (4V/A) = 8 psia = ensity = 0 rosity = Used = ength = ength = factor = uosity =	0.0813 1.503 1.0273 0.0596 0.2163 2.1590 2.6185 17.5483 40 ure Summary 382.9362 1.0000 1.00 2.032 4.1976	3 mL/g 3 m ² /g 3 μm 5 μm 9 μm 9 g/mL 5 g/mL 5 % 9 % 2 μm 9 m ² /g	



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 2

Sample ID: D1 35,40 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-006.SMP

LP Analysis Time: 01/03/2012 13:04:25 HP Analysis Time: 01/03/2012 14:25:55 Report Time: 08/02/2013 10:47:24 Sample Weight: 1.8918 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1 35,40 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\354-006.SMP

LP Analysis Time: 01/03/2012 13:04:25 HP Analysis Time: 01/03/2012 14:25:55 Report Time: 08/02/2013 10:47:24 Sample Weight: 1.8918 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 1/1 Pay Sample ID: D1-38,00 (1) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-001.SMP LP Analysis Time: 06/06/2011 9:32:01 Sample Weight: 2.3410 g HP Analysis Time: 06/06/2011 11:39:51 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:24 Show Neg. Int: No

		Current and a second se	an a Dan ant		
		Summ	ary Report		
D ()	45 0 400 0	Penetrome	ter parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	15-043636 2 1 4	cc, 1.190 Stem, Sc 2.285 μL/pF .1900 mL .3409 mL Ha Pa	Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh	sure: t:	59.5638 g 4.6800 psia 106.5949 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:	13 48	9.000 degrees 5.000 dynes/cm User P	Rec. Contact Ang Hg Density: arameters	gle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000	Param 2:	0.000	Param 3:	0.000
		Low	Pressure:		
	Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time:			50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	Equilibration Time:	nigh	riessuie.	10 secs	
	Equilibration nine.			10 3003	
		No Blan	k Correction		
	(1	From Pressure	0.10 to 60000.00 p	osia)	
		Intrusion	Data Summary		
	Total Median Pore Di Median Pore Average Pore Bulk Dens Apparent Ste Cha E Pore	Intrusion Volume = Total Pore Area = iameter (Volume) = e Diameter (Area) = e Diameter (4V/A) = ity at 0.38 psia = (skeletal) Density = Porosity = em Volume Used = Pore Struc aracteristic length = BET Surface Area = e shape exponent = Tortuosity factor =	= 0.0604 = 4.016 = 0.2010 = 0.0211 = 2.2537 = 2.6086 = 13.6038 = 12 cture Summary = 386.6628 = 1.0000 = 1.000 = 2.076	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % % % **** μm m²/g	
		Tortuosity	= 4.3605		



AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-38,00 (1) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-001.SMP

LP Analysis Time: 06/06/2011 9:32:01 HP Analysis Time: 06/06/2011 11:39:51 Report Time: 08/02/2013 10:47:24 Sample Weight: 2.3410 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 1/1 Sample ID: D1-38,00 (1) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-001.SMP LP Analysis Time: 06/06/2011 9:32:01 Sample Weight: 2.3410 g HP Analysis Time: 06/06/2011 11:39:51 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:24 Show Neg. Int: No

Intrusion for Cycle 1 0.030 0.025 Log Differential Intrusion (mL/g) 0.020 0.015 0.010 0.005-0.000-0.01 100 10 0.1 1 Pore size Diameter (µm)

Log Differential Intrusion vs Pore size



AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 2/1 Page 1 Sample ID: D1-38,00 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-002.SMP LP Analysis Time: 08/06/2011 10:23:38 Sample Weight: 2.0976 g HP Analysis Time: 08/06/2011 12:28:46 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:25 Show Neg. Int: No

		Summa	ry Report		
		Penetromet	er parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	15-0669 - 3 E 22.: 1.19 4.34	Bulb, 1.190 Stem, 285 µL/pF 900 mL 445 mL Hg Pa i	Solid Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh rameters	sure: t:	60.1158 g 4.6800 psia 108.6028 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:	139.0 485.0	000 degrees 000 dynes/cm User P a	Rec. Contact Ang Hg Density: trameters	gle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000 Pa	ram 2:	0.000	Param 3:	0.000
		Low P	ressure:		
	Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressu Equilibration Time:	ire:		50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
		High P	ressure:		
	Equilibration Time:			10 secs	
		No Blank	Correction		
	(Fro	om Pressure C	.10 to 60000.00 p	osia)	
		Intrusion D	ata Summary		
	Total In Median Pore Diar Median Pore D Average Pore D Bulk Density Apparent (sk Stem Chara BE Pore s T	trusion Volume = Total Pore Area = neter (Volume) = Diameter (Area) = Diameter (4V/A) = at 0.38 psia = keletal) Density = Porosity = n Volume Used = Pore Struct in Cteristic length = T Surface Area = hape exponent = Tortuosity factor =	0.0542 3.175 0.2355 0.0244 0.0683 2.2881 2.6121 12.4061 10 ure Summary 517.5922 1.0000 1.00 2.090	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % % % ***** μm m²/g	
		Tortuosity =	3.9959		



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 2

Sample ID: D1-38,00 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-002.SMP

LP Analysis Time: 08/06/2011 10:23:38 HP Analysis Time: 08/06/2011 12:28:46 Report Time: 08/02/2013 10:47:25 Sample Weight: 2.0976 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1-38,00 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-002.SMP

LP Analysis Time: 08/06/2011 10:23:38 HP Analysis Time: 08/06/2011 12:28:46 Report Time: 08/02/2013 10:47:25 Sample Weight: 2.0976 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 1/1 Pa Sample ID: D1-38,00 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-003.SMP LP Analysis Time: 20/06/2011 10:22:39 Sample Weight: 2.0678 g HP Analysis Time: 20/06/2011 11:51:48 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:25 Show Neg. Int: No

		Summa	ary Report		
		Penetrome	ter parameters		
Penetrometer:	15-0669 - 3 Bulb	, 1.190 Stem	n, Solid		
Pen. Constant:	22.285	µL/pF	Pen. Weight:		59.7793 g
Stem Volume:	1.1900	mL	Max. Head Pres	ssure:	4.6800 psia
Pen. Volume:	4.3445	mL Ha Da	Assembly Weig	ht:	107.0297 g
	400.000	пуга		l	120.000 destress
Ha Surface Tension:	139.000	degrees	Ha Density:	ngle:	139.000 degrees
rig Surface Tension.	405.000	User P	arameters		13.3333 g/IIIL
Param 1·	0.000 Param	1 2·	0.000	Param 3.	0 000
	0.000 1 didii	Low I	Pressure:	r didin 0.	0.000
	Evacuation Pressure:			50 umHa	
	Evacuation Time:			5 mins	
	Mercury Filling Pressure:			0.38 psia	
	Equilibration Time:			10 secs	
		High	Pressure:		
	Equilibration Time:			10 secs	
		No Blan	k Correction		
		_			
	(From	Pressure	0.10 to 60000.00	psia)	
		Intrusion I	Data Summary		
	Total Intrus	ion Volume :	= 0.104	4 mL/g	
	Tota	al Pore Area :	= 3.86	5 m²/g	
	Median Pore Diamete	er (Volume) =	= 3.760	5 µm	
	Median Pore Dian	neter (Area) :	= 0.024	9 µm	
	Average Pore Dian	neter (4V/A) :	= 0.108	0μm	
	Bulk Density at	0.38 psia :	= 2.055	6 g/mL	
	Apparent (skele	Porosity	= 2.017 - 21.452	0 g/mL 4 %	
	Stem Vo	lume Used :	= 21.452	+ /0 8 % ****	
		Doro Struc	- ·	0 /0	
	Characte	Pore Struc	cure Summary	F	
		ristic length :	= 335.728	$5 \mu m$	
	Pore shan	e exponent -	- 1.000	0 m7g 0	
	Torti	uosity factor :	= 1.98	8	
	1014	Tortuosity :	= 4.419	3	
		, ,			



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-38,00 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-003.SMP

LP Analysis Time: 20/06/2011 10:22:39 HP Analysis Time: 20/06/2011 11:51:48 Report Time: 08/02/2013 10:47:25 Sample Weight: 2.0678 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1-38,00 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-003.SMP

LP Analysis Time: 20/06/2011 10:22:39 HP Analysis Time: 20/06/2011 11:51:48 Report Time: 08/02/2013 10:47:25 Sample Weight: 2.0678 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Port: 1/1

Page 1

Sample ID: D1-38,00 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gomzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-004.SMP

Serial: 808

 LP Analysis Time:
 12/01/2012
 10:13:07
 Sample Weight:
 1.9154 g

 HP Analysis Time:
 12/01/2012
 11:39:55
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013
 10:47:25
 Show Neg. Int:
 No

	Summ	ary Report		
	Penetrome	ter parameters		
15-043	6 3cc, 1.190 Stem, Sc 22.285 μL/pF 1.1900 mL 4.3409 mL Hg Pa	lid Pen. Weight: Max. Head Pres Assembly Weigh trameters	sure: nt:	59.9385 g 4.6800 psia 108.5453 g
	139.000 degrees 13.5335 g/mL			
0.000	Param 2:	0.000	Param 3:	0.000
	Low	Pressure:		
Evacuation Pres Evacuation Time Mercury Filling F Equilibration Tir	ssure: e: Pressure: me:		50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	High	Pressure:		
Equilibration Time:				
	No Blan	k Correction		
	(From Pressure	0.10 to 60000.00	psia)	
	Intrusion	Data Summary		
Te Median Por Median I Average Bulk D Appar	otal Intrusion Volume : Total Pore Area : e Diameter (Volume) : Pore Diameter (Area) : Pore Diameter (4V/A) : ensity at 0.38 psia : ent (skeletal) Density : Stem Volume Used : Porosity : Stem Volume Used : BET Surface Area = Pore shape exponent : Tortuosity factor : Tortuosity :	= 0.0885 $= 0.0267$ $= 0.0267$ $= 0.0583$ $= 2.1501$ $= 2.6551$ $= 19.0201$ $= 14$ eture Summary $= 511.7870$ $= 1.0000$ $= 1.000$ $= 2.015$	5 mL/g 3 m ² /g 5 μm 7 μm 9 μm 9/mL 9/mL % % **** 9 μm 9 m ² /g	
	0.000 Evacuation Pres Evacuation Tim Mercury Filling I Equilibration Tim Equilibration Tim Median Por Median Por Median Por Average Bulk D Appar	Summa Penetrome 15-0436 3cc, 1.190 Stem, So 22.285 µL/pF 1.1900 mL 4.3409 mL Hg Pa 139.000 degrees 485.000 dynes/cm User P 0.000 Param 2: Low I Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Mercury Filling Pressure: Fore Stane Volume I Stem Volume Used The Prosity Filling Pressure: Fore Shape exponent Fore Stane Fore Shape exponent Fore Tortuosity factor Filling Pressure: Fore Shape exponent Fore Tortuosity factor Filling Pressure: Fore Shape exponent Fore Fore Filling Pressure: Fore Shape exponent Fore	Summary Report Penetrometer parameters 15-0436 3cc, 1.190 Stem, Solid 22.285 µL/pF Pen. Weight: 1.1900 mL Max. Head Press 4.3409 mL Assembly Weight 139.000 degrees Rec. Contact An 485.000 dynes/cm Hg Density: User Parameters 0.000 Param 2: 0.000 Low Pressure: Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: No Blank Correction (From Pressure) 0.10 to 60000.00 Equilibration Time: 0.10 to 60000.00 Median Pore Diameter (Area) 0.0885 Total Intrusion Volume = 0.0885 Total Pore Area = 6.073 Median Pore Diameter (Area) = 0.0267 Average Pore Diameter (Area) = 0.0267 Average Pore Diameter (Area) = 0.0267 Average Pore Diameter (Area) = 0.0267 <	Summary Report Peretrometers 15-0436 3cc, 1.190 Stem, Solit 22.285 µL/pF Per. Weight: 22.285 µL/pF Per. Weight: 1.1900 mL Max. Head Pressure: 4.3409 mL Assembly Weight: 139.000 degrees Rec. Contact Angle: 485.000 dynes/cm Hg Density: User Parameters 0.000 Param 3: 0.000 Param 3: 50 µmHg Evacuation Pressure: 50 µmHg Evacuation Time: 5 mins Mercury Filling Pressure: 0.38 psia Equilibration Time: 10 secs Mo Blank Correction Intrusion Volume 0.0885 mL/g Goad pointer (Area) 0.0885 mL/g Total Intrusion Volume 0.0885 mL/g Total Intrusion Volume 0.0885 mL/g Colspan="2">Areage Pore Diameter (Area) 0.0267 µm Average Pore Diameter (Area)



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-38,00 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gomzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-004.SMP

LP Analysis Time: 12/01/2012 10:13:07 HP Analysis Time: 12/01/2012 11:39:55 Report Time: 08/02/2013 10:47:25 Sample Weight: 1.9154 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Cumulative Intrusion vs Pressure



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1-38,00 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gomzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-004.SMP

LP Analysis Time: 12/01/2012 10:13:07 HP Analysis Time: 12/01/2012 11:39:55 Report Time: 08/02/2013 10:47:25 Sample Weight: 1.9154 g Correction Type: None Show Neg. Int: No




Port: 1/1

Sample ID: D1-38,00 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-005.SMP

Serial: 808

AutoPore IV 9500 V1.09

 LP Analysis Time: 13/01/2012 10:59:07
 Sample Weight: 1.4405 g

 HP Analysis Time: 13/01/2012 12:48:38
 Correction Type: None

 Report Time: 08/02/2013 10:47:25
 Show Neg. Int: No

		Sumn	ary Report			
		Penetrom	eter parameter	s		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	15-(0436 3cc, 1.190 Stem, S 22.285 μL/pF 1.1900 mL 4.3409 mL Hg P	olid Pen. Weight: Max. Head F Assembly W arameters	Press eight	ure: ::	59.9997 g 4.6800 psia 111.4145 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:		139.000 degrees 485.000 dynes/cm User	Rec. Contac Hg Density: Parameters	t Ang	jle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000	Param 2:	0.000		Param 3:	0.000
	0.000	Low	Pressure:		r diam o.	0.000
	Evacuation F Evacuation T Mercury Fillin Equilibration	Pressure: Fime: ng Pressure: Time:		(50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	Equiloration	High	Pressure:		10 0000	
	Equilibration	Time:			10 secs	
		No Blar	k Correction			
		(From Pressure	0.10 to 60000	.00 p	osia)	
		Intrusion	Data Summary	,		
	Median Medi Avera Bul Ap	Total Intrusion Volume Total Pore Area Pore Diameter (Volume) an Pore Diameter (Area) age Pore Diameter (4V/A) k Density at 0.38 psia parent (skeletal) Density Porosity Stem Volume Used	$\begin{array}{rcrcrc} = & 0.0\\ = & 5.\\ = & 0.0\\ = & 0.0\\ = & 0.0\\ = & 2.2\\ = & 2.6\\ = & 15.9\\ = \end{array}$	0718 .845 0765 0242 0491 2221 0436 0450 9	mL/g m²/g µm µm g/mL g/mL % % ****	
		Pore Stru	cture Summary	y		
		Characteristic length BET Surface Area Pore shape exponent Tortuosity factor Tortuosity	= 520.1 = 1.0 = 2. = 2. = 4.0	351 0000 1.00 .050 426	μm m²/g	

Page 1



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-38,00 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-005.SMP

LP Analysis Time: 13/01/2012 10:59:07 HP Analysis Time: 13/01/2012 12:48:38 Report Time: 08/02/2013 10:47:25 Sample Weight: 1.4405 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Cumulative Intrusion vs Pressure



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1-38,00 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-005.SMP

LP Analysis Time: 13/01/2012 10:59:07 HP Analysis Time: 13/01/2012 12:48:38 Report Time: 08/02/2013 10:47:25 Sample Weight: 1.4405 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





Port: 2/1

Sample ID: D1-38,00 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-006.SMP

Serial: 808

 LP Analysis Time: 23/02/2012 11:30:06
 Sample Weight: 1.6730 g

 HP Analysis Time: 23/02/2012 12:53:25
 Correction Type: None

 Report Time: 08/02/2013 10:47:26
 Show Neg. Int: No

AutoPore IV 9500 V1.09

	Sumi	nary Report		
	Penetrom	eter parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-0251 3CC Bulb, 0.39 St 11.007 μL/pF 0.3900 mL 3.5642 mL Hg I	em, Solid Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh Parameters	sure: t:	61.5969 g 4.6800 psia 101.1614 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:	139.000 degrees 485.000 dynes/cm User	Rec. Contact Ang Hg Density: Parameters	gle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000 Param 2:	0.000	Param 3:	0.000
	Lov	Pressure:		
	Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time:		50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	Higl	Pressure:		
	Equilibration Time:		10 secs	
No Blank Correction				
	(From Pressure	0.10 to 60000.00 p	osia)	
	Intrusior	Data Summary		
	Total Intrusion Volume Total Pore Area Median Pore Diameter (Volume Median Pore Diameter (Area Average Pore Diameter (4V/A Bulk Density at 0.38 psia Apparent (skeletal) Density Porosity Stem Volume Used	$\begin{array}{rcl} e = & 0.0716\\ a = & 4.265\\ 0 = & 0.4936\\ 0 = & 0.0199\\ 0 = & 0.0672\\ a = & 2.1887\\ r = & 2.5958\\ r = & 15.6816\\ 1 = & 31 \end{array}$	mL/g m²/g µm µm g/mL g/mL % %	
	Pore Stru	cture Summary		
	Characteristic length BET Surface Area Pore shape exponen Tortuosity facto Tortuosity	$\begin{array}{rcl} n = & 393.3489 \\ = & 1.0000 \\ t = & 1.00 \\ r = & 2.053 \\ r = & 3.8145 \end{array}$	µm m²/g	

Page 1



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 2

Sample ID: D1-38,00 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-006.SMP

LP Analysis Time: 23/02/2012 11:30:06 HP Analysis Time: 23/02/2012 12:53:25 Report Time: 08/02/2013 10:47:26 Sample Weight: 1.6730 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Cumulative Intrusion vs Pressure



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1-38,00 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\380-006.SMP

LP Analysis Time: 23/02/2012 11:30:06 HP Analysis Time: 23/02/2012 12:53:25 Report Time: 08/02/2013 10:47:26 Sample Weight: 1.6730 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Sample ID: D1 61,30 (7) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-00~1.SMP LP Analysis Time: 13/09/2012 10:17:01 Sample Weight: 2.4810 g HP Analysis Time: 13/09/2012 11:44:21 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:26 Show Neg. Int: No

		Summa	ry Report			
		Penetromet	er parameters			
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	15-0436 3cc Solido 1.116-1.1 22.285 μL/pF 1.1900 mL 4.3401 mL Hg Pa		90-4.68 Pen. Weight: Max. Head Pressure: Assembly Weight: rameters		59.8521 g 4.6800 ps 104.0384 g	ia
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:	139.000 degrees Rec. Contact Angle: 485.000 dynes/cm Hg Density: User Parameters				139.000 de 13.5335 g/r	grees nL
Param 1:	0.000 F	Param 2:	0.000	Param 3:	0.000	
		Low P	ressure:			
	Evacuation Pressur Evacuation Time: Mercury Filling Pres Equilibration Time:	e: sure:		50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs		
	- 1	High P	Pressure:			
	Equilibration Time:	-		10 secs		
No Blank Correction						
(From Pressure 0.10 to 60000.00 psia)						
		Intrusion D	ata Summarv			
	Total Median Pore Di Median Pore Average Pore Bulk Densi Apparent (Ste Cha B Pore	Intrusion Volume = Total Pore Area = ameter (Volume) = biameter (Area) = c Diameter (Area) = c Diameter (4V/A) = ity at 0.38 psia = (skeletal) Density = Porosity = em Volume Used = Pore Struct aracteristic length = c Shape exponent = Tortuosity factor = Tortuosity =	0.1244 0.893 8.9903 0.1527 0.5570 1.9714 2.6121 24.5262 26 ture Summary 476.0338 1.0000 1.000 1.953 4.2418	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % %		

Port: 1/1

Page 1



 AutoPore IV 9500 V1.09
 Serial: 808
 Port: 1/1
 Page 2

Sample ID: D1 61,30 (7) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-00~1.SMP

LP Analysis Time: 13/09/2012 10:17:01 HP Analysis Time: 13/09/2012 11:44:21 Report Time: 08/02/2013 10:47:26 Sample Weight: 2.4810 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1 61,30 (7) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-00~1.SMP

LP Analysis Time: 13/09/2012 10:17:01 HP Analysis Time: 13/09/2012 11:44:21 Report Time: 08/02/2013 10:47:26 Sample Weight: 2.4810 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 1

Sample ID: D1-61,30 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-002.SMP

 LP Analysis Time:
 11/07/2011 11:20:54
 Sample Weight:
 2.1704 g

 HP Analysis Time:
 11/07/2011 13:00:35
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013 10:47:27
 Show Neg. Int:
 No

	Summa	ry Report				
	Penetromet	er parameters				
15-0669 - 3 Bu 22.28 1.190 4.344	lb, 1.190 Stem, 5 μL/pF 0 mL 5 mL Hg Par	Solid Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh rameters	sure: t:	59.8110 4.6800 104.9621	g psia g	
139.00 485.00	0 degrees 0 dynes/cm User P a	Rec. Contact Ang Hg Density: rrameters	gle:	139.000 13.5335	degrees g/mL	
0.000 Para	ım 2:	0.000	Param 3:	0.000)	
	Low P	ressure:				
Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure Equilibration Time:	9:		50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs			
- 1	High P	ressure:				
Equilibration Time:	_		10 secs			
No Blank Correction						
(From Pressure 0.10 to 60000.00 psia)						
	Intrusion D	ata Summary				
Total Intru To Median Pore Diame Median Pore Dia Average Pore Dia Bulk Density a Apparent (ske Stem V Charact BET 3 Pore sha To	usion Volume = tal Pore Area = eter (Volume) = ameter (Area) = ameter (4V/A) = t 0.38 psia = letal) Density = Porosity = /olume Used = Pore Struct teristic length = Surface Area = ape exponent = rtuosity factor = Tortuosity =	0.1451 0.705 23.5662 0.1866 0.8235 1.8572 2.5420 26.9391 27 ure Summary 425.5245 1.0000 1.00 1.926 4.7218	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % %			
	15-0669 - 3 Bu 22.28 1.190 4.344 139.00 485.00 0.000 Para Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure Equilibration Time: Equilibration Time: (From Total Intru To Median Pore Diame Median Pore Diame Median Pore Diame Average Pore Dia Bulk Density a Apparent (ske Stem M Charact BET s Pore sha To	Summa Penetromet 15-0669 - 3 Bulb, 1.190 Stem, 22.285 µL/pF 1.1900 mL 4.3445 mL Hg Par 139.000 degrees 485.000 dynes/cm User Pa 0.000 Param 2: Cow P Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: No Blank (From Pressure 0 Intrusion D Guntrusion Volume = Total Pore Area = Median Pore Diameter (Volume) = Median Pore Diameter (Area) = Average Pore Diameter (Area) = Average Pore Diameter (Area) = Average Pore Diameter (Area) = Average Pore Diameter (Area) = Apparent (skeletal) Density = Porosity = Stem Volume Used = Pore Staruet Characteristic length = BET Surface Area = Pore shape exponent = Tortuosity factor = Tortuosity factor = Tortuosity factor =	Summary ReportPenetrometer parameters $15-0669 - 3$ Bulb, 1.190 Stem, Solid $22.285 \ \mu L/pF$ Pen. Weight: $1.1900 \ mL$ Max. Head Press $4.3445 \ mL$ Assembly WeighHg Parameters $139.000 \ degrees$ Rec. Contact Ang $485.000 \ dynes/cm$ Hg Density:User Parameters 0.000 Param 2: 0.000 Low Pressure:Evacuation Pressure:Evacuation Time:Mercury Filling Pressure:Mercury Filling Pressure:Image: Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2">Colspan="2"Equilibration Time:High Pressure:Equilibration Time:Image: Colspan="2">Colspan="2"Mercury Filling Pressure:Image: Colspan="2">Colspan="2"Equilibration Time:No Blank Correction(From Pressure)0.10 to 60000.00 ptIntrusion Volume =0.1451Total Intrusion Volume =0.1451Total Pore Area =0.705Median Pore Diameter (Volume) =23.5662Median Pore Diameter (Volume) =23.5662Median Pore Diameter (Area) =0.1866Average Pore Diameter (Area) =0.1866Average Pore Diameter (Area) =0.1866Average Pore Diameter (Volume) =23.5662Median Pore Diameter (Area) =0.1866Average Pore Diameter (Area) =0.2355Bulk Density at0.38 psia =Istem Volume Used	Summary Report Penetrometer parameters 15-0669 - 3 Bulb, 1.190 Stem, Solid 2.285 µL/pF Pen. Weight: 1.900 mL Max. Head Pressure: 1.900 mL Max. Head Pressure: 4.3445 mL Max. Head Pressure: 4.3445 mL Max. Head Pressure: 139.000 degrees Rec. Contact Angle: 485.000 dynes/cm Hg Density: User Parameters 0.000 Param 3: 0.000 Param 3: 50 µmHg Evacuation Pressure: 50 µmHg Evacuation Time: 5 mins Mercury Filling Pressure: 0.38 psia Equilibration Time: 50 µmHg Keracuation Time: 50 µmHg Fore Dressure: 10 secs Mercury Filling Pressure: 0.38 psia Gut Intrusion Volume = 0.1451 mL/g Total Intrusion Volume = 0.1451 mL/g <td col<="" td=""><td>Summary ReportPenetrometer parameters15-0669 - 3 Bulb, 1.190 Stem, Solid22.285 μL/pFPen. Weight:59.81102.2.285 μL/pFPen. Weight:104.9621Hg Parameters100 mLMax. Head Pressure:4.68004.3800 daynesAssembly Weight:104.9621Hg Parameters139.000 degreesRec. Contact Angle:139.000485.000 dynes/cmHg Density:13.5335User Parameters0.000Param 3:0.000Levacuation Pressure:50 µmHgEvacuation Pressure:50 µmHgEvacuation Time:5 minsMercercury Filling Pressure:0.38 psiaEquilibration Time:10 secsNo Blank CorrectionIntrusion Data SummaryTotal Intrusion Data SummaryTotal Intrusion Volume =0.1451 mL/gTotal Pore Diameter (Volume) =23.5662 µmMedian Pore Diameter (Volume) =23.5662 µmMedian Pore Diameter (Aur/A) =0.8235 µmBulk Density at0.38 psia =1.8572 g/mLApparent (skeletal) Density =2.5420 g/mLApparent (skeletal) Density =2.5420 g/mLApparent (skeletal) Density =2.5420 g/mLApparent (skeletal) Density =</td></td>	<td>Summary ReportPenetrometer parameters15-0669 - 3 Bulb, 1.190 Stem, Solid22.285 μL/pFPen. Weight:59.81102.2.285 μL/pFPen. Weight:104.9621Hg Parameters100 mLMax. Head Pressure:4.68004.3800 daynesAssembly Weight:104.9621Hg Parameters139.000 degreesRec. Contact Angle:139.000485.000 dynes/cmHg Density:13.5335User Parameters0.000Param 3:0.000Levacuation Pressure:50 µmHgEvacuation Pressure:50 µmHgEvacuation Time:5 minsMercercury Filling Pressure:0.38 psiaEquilibration Time:10 secsNo Blank CorrectionIntrusion Data SummaryTotal Intrusion Data SummaryTotal Intrusion Volume =0.1451 mL/gTotal Pore Diameter (Volume) =23.5662 µmMedian Pore Diameter (Volume) =23.5662 µmMedian Pore Diameter (Aur/A) =0.8235 µmBulk Density at0.38 psia =1.8572 g/mLApparent (skeletal) Density =2.5420 g/mLApparent (skeletal) Density =2.5420 g/mLApparent (skeletal) Density =2.5420 g/mLApparent (skeletal) Density =</td>	Summary ReportPenetrometer parameters15-0669 - 3 Bulb, 1.190 Stem, Solid22.285 μ L/pFPen. Weight:59.81102.2.285 μ L/pFPen. Weight:104.9621Hg Parameters100 mLMax. Head Pressure:4.68004.3800 daynesAssembly Weight:104.9621Hg Parameters139.000 degreesRec. Contact Angle:139.000485.000 dynes/cmHg Density:13.5335User Parameters0.000Param 3:0.000Levacuation Pressure:50 µmHgEvacuation Pressure:50 µmHgEvacuation Time:5 minsMercercury Filling Pressure:0.38 psiaEquilibration Time:10 secsNo Blank CorrectionIntrusion Data SummaryTotal Intrusion Data SummaryTotal Intrusion Volume =0.1451 mL/gTotal Pore Diameter (Volume) =23.5662 µmMedian Pore Diameter (Volume) =23.5662 µmMedian Pore Diameter (Aur/A) =0.8235 µmBulk Density at0.38 psia =1.8572 g/mLApparent (skeletal) Density =2.5420 g/mLApparent (skeletal) Density =2.5420 g/mLApparent (skeletal) Density =2.5420 g/mLApparent (skeletal) Density =



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 2

Sample ID: D1-61,30 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-002.SMP

LP Analysis Time: 11/07/2011 11:20:54 HP Analysis Time: 11/07/2011 13:00:35 Report Time: 08/02/2013 10:47:27 Sample Weight: 2.1704 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1-61,30 (2) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-002.SMP

LP Analysis Time: 11/07/2011 11:20:54 HP Analysis Time: 11/07/2011 13:00:35 Report Time: 08/02/2013 10:47:27 Sample Weight: 2.1704 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 1

Sample ID: D1-61,30 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-003.SMP

 LP Analysis Time:
 12/07/2011
 8:39:05
 Sample Weight:
 1.9526 g

 HP Analysis Time:
 12/07/2011
 9:58:44
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013
 10:47:27
 Show Neg. Int:
 No

	Summa	ry Report			
	Penetromet	er parameters			
15-0669 - 3 2 1 4	3 Bulb, 1.190 Stem, 2.285 μL/pF .1900 mL .3445 mL Hg Par	Solid Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh rameters	sure: t:	59.7867 g 4.6800 psia 106.2746 g	
139.000 degrees Rec. Contact Angle: 485.000 dynes/cm Hg Density: User Parameters			139.000 degrees 13.5335 g/mL		
0.000	Param 2:	0.000	Param 3:	0.000	
	Low P	ressure:			
Evacuation Pressur Evacuation Time: Mercury Filling Pres Equilibration Time:	re: ssure:	(50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs		
	High P	ressure:			
Equilibration Time:	_		10 secs		
No Blank Correction					
(From Pressure 0.10 to 60000.00 psia)					
	Intrusion D	ata Summary			
Total Median Pore D Median Pore Average Pore Bulk Dens Apparent St Cha E Pore	Intrusion Volume = Total Pore Area = iameter (Volume) = e Diameter (Area) = e Diameter (AV/A) = ity at 0.38 psia = (skeletal) Density = Porosity = em Volume Used = Pore Struct aracteristic length = BET Surface Area = e shape exponent = Tortuosity factor = Tortuosity =	0.1559 0.512 38.1903 0.2435 1.2182 1.8530 2.6060 28.8960 26 ure Summary 474.1325 1.0000 1.000 1.903 4.2567	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % %		
	15-0669 - 3 2 1 4 13 48 0.000 Evacuation Pressur Evacuation Pressur Evacuation Time: Mercury Filling Press Equilibration Time: Equilibration Time: ((Total Median Pore D Median Pore D Median Pore D Median Pore D Median Pore D Median Pore S Average Pore Bulk Dens Apparent St Cha E	Summa Penetromet 15-0669 - 3 Bulb, 1.190 Stem, 22.285 µL/pF 1.1900 mL 4.3445 mL Hg Par 139.000 degrees 485.000 dynes/cm User Pa 0.000 Param 2: 0.000 Param 2: Cow P Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: No Blank (From Pressure 0 Intrusion D Fotal Intrusion Volume = Total Pore Area = Median Pore Diameter (Volume) = Median Pore Diameter (Area) = Average Pore Diameter (Area) = Average Pore Diameter (Area) = Average Pore Diameter (Av/A) = Bulk Density at 0.38 psia = Apparent (skeletal) Density = Porosity = Stem Volume Used = Pore Staruet	Summary ReportPenetrometer parameters $15-0669 - 3$ Bulb, 1.190 Stem. Solid $22.285 \ \mu L/pF$ Pen. Weight: $1.1900 \ mL$ Max. Head Press $4.3445 \ mL$ Assembly WeighHg Parameters $139.000 \ degrees$ Rec. Contact Ang $485.000 \ dynes/cm$ Hg Density:User Parameters 0.000 Param 2: 0.000 Levacuation Pressure:Evacuation Time:Mercury Filling Pressure:Mercury Filling Pressure:Ithic for Pressure:Equilibration Time:High Pressure:Equilibration Time:No Blank Correction(From Pressure)0.10 to 60000.00 grIntrusion Volume =0.1559Total Intrusion Volume =0.1559Total Intrusion Volume =0.2435Average Pore Diameter (Area) =0.2435Average Pore Diameter (Area) =0.2435Average Pore Diameter (AV/A) =1.2182Bulk Density at0.38 psia =Bulk Density at0.38 psia =Apparent (skeletal) Density =2.6060Porosity =28.8960Stem Volume Used =26Para Sturface Area =1.0000Pore shape exponent =1.000Pore shape exponent =1.000Pore shape exponent =1.001Tortuosity factor =1.903Tortuosity factor =1.903Tortuosity factor =1.903Tortuosity factor =1.903Tortuosity factor =1.903<	Summary Report Peretrometer parameters 15-0669 - 3 Bulb, 1.190 Stem, Solid 22.285 µL/pF Pen. Weight: 1.1900 mL Max. Head Pressure: 4.3445 mL 1.1900 mL Max. Head Pressure: 4.3445 mL 4.3445 mL Max. Head Pressure: 4.3445 mL 139.000 degrees Rec. Contact Angle: 4.85.000 dynes/cm 485.000 dynes/cm Hg Density: User Parameters 0.000 Param 2: 0.000 Param 3: Evacuation Time: 50 µmHg Sesia 10 secs Equilibration Time: 10 secs No Blank No secs Iteration Time: 0.10 to 6000.00 psia) Notal Pore Area = 0.5	



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-61,30 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-003.SMP

LP Analysis Time: 12/07/2011 8:39:05 HP Analysis Time: 12/07/2011 9:58:44 Report Time: 08/02/2013 10:47:27 Sample Weight: 1.9526 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1-61,30 (3) Utrillas Operator: Ana Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-003.SMP

LP Analysis Time: 12/07/2011 8:39:05 HP Analysis Time: 12/07/2011 9:58:44 Report Time: 08/02/2013 10:47:27 Sample Weight: 1.9526 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 1

Sample ID: D1-61,30 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-004.SMP

 LP Analysis Time:
 12/01/2012 15:11:22
 Sample Weight:
 1.1755 g

 HP Analysis Time:
 12/01/2012 16:35:48
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013 10:47:27
 Show Neg. Int:
 No

		Sum	mar	y Report		
		Penetror	nete	r parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	15-0436 3cc, 1.190 Stem, Solid 22.285 μL/pF F 1.1900 mL Γ 4.3409 mL / Hg Para			d Pen. Weight: Max. Head Pressure: Assembly Weight: rameters		59.3983 g 4.6800 psia 111.1488 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:	139.000 degrees Rec. Contact Angle: 485.000 dynes/cm Hg Density: User Parameters				139.000 degrees 13.5335 g/mL	
Param 1:	0.000	Param 2:		0.000	Param 3:	0.000
		Lo	w Pr	essure:		
	Evacuation Pr Evacuation Ti Mercury Filling Equilibration	ressure: me: g Pressure: Fime:			50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	- 40	Hig	jh Pr	essure:		
	Equilibration -	Time:			10 secs	
No Blank Correction						
		(From Pressure	0.	10 to 60000.00 j	osia)	
		Intrusio	n Da	ta Summary		
	Median P Media Averag Bulk App	Total Intrusion Volum Total Pore Are ore Diameter (Volume n Pore Diameter (Area e Pore Diameter (4V// Density at 0.38 ps arent (skeletal) Densi Porosi Stem Volume Use Pore Str Characteristic lengt BET Surface Are Pore shape exponent Tortuosity factor	ne = ea = ea) = a) = ty = ed = ty = ed = th = nt = or =	0.1297 0.498 26.8914 0.2374 1.0419 1.9466 2.6039 25.2446 13 ire Summary 535.3241 1.0000 1.00	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % % % ****	
		Tortuosi	ty =	4.2077		



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-61,30 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-004.SMP

LP Analysis Time: 12/01/2012 15:11:22 HP Analysis Time: 12/01/2012 16:35:48 Report Time: 08/02/2013 10:47:27 Sample Weight: 1.1755 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1-61,30 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-004.SMP

LP Analysis Time: 12/01/2012 15:11:22 HP Analysis Time: 12/01/2012 16:35:48 Report Time: 08/02/2013 10:47:27 Sample Weight: 1.1755 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





Port: 1/1

Sample ID: D1 61,30 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-005.SMP

Serial: 808

AutoPore IV 9500 V1.09

 LP Analysis Time: 29/02/2012 12:05:23
 Sample Weight: 2.1134 g

 HP Analysis Time: 29/02/2012 13:29:25
 Correction Type: None

 Report Time: 08/02/2013 10:47:27
 Show Neg. Int: No

		Summar	y Report		
	Pen	etromete	er parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-0220 3cc Bulb 0.3 11.007 μL/μ 0.3920 mL 3.6677 mL	992 Stem pF Hg Par a	solido Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh ameters	sure: t:	62.2756 g 4.6412 psia 100.0659 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:	139.000 deg 485.000 dyn	jrees es/cm User Pa	Rec. Contact Ang Hg Density: rameters	gle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000 Param 2:		0.000	Param 3:	0.000
		Low Pi	essure:		
	Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time:			50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
		High P	ressure:		
	Equilibration Time:			10 secs	
No Blank Correction					
	(From Press	sure 0.	10 to 60000.00 p	osia)	
	Int	rusion Da	ata Summary		
	Total Intrusion V Total Por Median Pore Diameter (Ve Median Pore Diameter Average Pore Diameter Bulk Density at 0.3 Apparent (skeletal) D Por Stem Volume Por Characteristic BET Surface Pore shape ex	f(0) (olume = re Area = olume) = (Area) = f(4V/A) = 38 psia = Density = e Used = re Structor length = e Area = ponent =	0.1024 1.105 1.1678 0.1231 0.3709 2.0488 2.5930 20.9841 56 ure Summary 473.5109 1.0000 1.00	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % %	
	Tortuosity Tor	y factor = rtuosity =	1.993 3.9441		

Page 1



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1 61,30 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-005.SMP

LP Analysis Time: 29/02/2012 12:05:23 HP Analysis Time: 29/02/2012 13:29:25 Report Time: 08/02/2013 10:47:27 Sample Weight: 2.1134 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Cumulative Intrusion vs Pressure



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1 61,30 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-005.SMP

LP Analysis Time: 29/02/2012 12:05:23 HP Analysis Time: 29/02/2012 13:29:25 Report Time: 08/02/2013 10:47:27 Sample Weight: 2.1134 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





Serial: 808

Port: 1/1

Sample ID: D1 61,30 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-006.SMP

AutoPore IV 9500 V1.09

 LP Analysis Time:
 01/03/2012
 10:59:18
 Sample Weight:
 1.9787 g

 HP Analysis Time:
 01/03/2012
 12:20:43
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013
 10:47:28
 Show Neg. Int:
 No

		Summa	ry Report		
		Penetromet	er parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-0251 30 1° 0. 3.	CC Bulb, 0.39 Stem 1.007 µL/pF 3900 mL 5642 mL Hg Pa i	, Solid Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh rameters	sure: t:	61.9582 g 4.6800 psia 98.2742 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:	139.000 degrees Rec. Contact Angle: 485.000 dynes/cm Hg Density: User Parameters				139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000 F	Param 2:	0.000	Param 3:	0.000
		Low P	ressure:		
	Evacuation Pressure Evacuation Time: Mercury Filling Press Equilibration Time:	e: sure:		50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
	_ q	High P	ressure:		
	Equilibration Time:	-		10 secs	
No Blank Correction					
	(F	From Pressure 0	.10 to 60000.00 j	osia)	
		Intrusion D	ata Summary		
	Total I Median Pore Dia Median Pore Average Pore Bulk Densi Apparent (Ste Cha B	Intrusion Volume = Total Pore Area = ameter (Volume) = Diameter (Area) = Diameter (AV/A) = ty at 0.38 psia = skeletal) Density = Porosity = em Volume Used = Pore Struct racteristic length = ET Surface Area =	0.1317 1.078 4.2460 0.1281 0.4886 1.9267 2.5820 25.3812 68 ure Summary 473.3123 1.0000	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % % %	
	Pore	shape exponent = Tortuosity factor = Tortuosity =	1.00 1.943 4.2343	J	

Page 1



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1 61,30 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-006.SMP

LP Analysis Time: 01/03/2012 10:59:18 HP Analysis Time: 01/03/2012 12:20:43 Report Time: 08/02/2013 10:47:28 Sample Weight: 1.9787 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1 61,30 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\613-006.SMP

LP Analysis Time: 01/03/2012 10:59:18 HP Analysis Time: 01/03/2012 12:20:43 Report Time: 08/02/2013 10:47:28 Sample Weight: 1.9787 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 1

Sample ID: D1-63,00 (1) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-001.SMP

LP Analysis Time: 20/05/2011 9:03:01 Sample Weight: 1.8047 g HP Analysis Time: 20/05/2011 10:52:56 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 11:19:55 Show Neg. Int: No

	Summa	ary Report			
	Penetrome	ter parameters			
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	15-0669 - 3 Bulb, 1.190 Stem 22.285 μL/pF 1.1900 mL 4.3445 mL Hg Pa	, Solid Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh rameters	sure: t:	60.0892 g 4.6800 psia 108.0849 g	
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:	139.000 degrees 485.000 dynes/cm User P	139.000 degrees 13.5335 g/mL			
Param 1:	0.000 Param 2:	0.000	Param 3:	0.000	
	Low	Pressure:			
	Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time:	(50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs		
	High	Pressure:			
	Equilibration Time:		10 secs		
No Blank Correction					
(From Pressure 0.10 to 60000.00 psia)					
	Intrusion I	Data Summary			
	Total Intrusion Volume = Total Pore Area = Median Pore Diameter (Volume) = Median Pore Diameter (Area) = Average Pore Diameter (4V/A) = Bulk Density at 0.38 psia = Apparent (skeletal) Density = Porosity = Stem Volume Used = Pore Struc Characteristic length = BET Surface Area = Pore shape exponent = Tortuosity factor = Tortuosity =	= 0.1315 $= 1.408$ $= 18.2610$ $= 0.0785$ $= 0.3736$ $= 2.6003$ $= 25.4869$ $= 20$ ture Summary $= 515.5625$ $= 1.0000$ $= 1.00$ $= 1.942$ $= 3.9821$	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % % **** μm m²/g		



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1-63,00 (1) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-001.SMP

LP Analysis Time: 20/05/2011 9:03:01 HP Analysis Time: 20/05/2011 10:52:56 Report Time: 08/02/2013 11:19:55 Sample Weight: 1.8047 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1-63,00 (1) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-001.SMP

LP Analysis Time: 20/05/2011 9:03:01 HP Analysis Time: 20/05/2011 10:52:56 Report Time: 08/02/2013 11:19:55 Sample Weight: 1.8047 g Correction Type: None Show Neg. Int: No




AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Sample ID: D1- 63,00 (2) Utrillas

Operator: Lujan Submitter: I.Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-002.SMP

 LP Analysis Time:
 01/06/2011 12:09:32
 Sample Weight:
 1.9715 g

 HP Analysis Time:
 01/06/2011 13:28:40
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013 10:47:28
 Show Neg. Int:
 No

			Summa	ry Report			
		P	enetromete	er parameters			
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	15-04	l36 3cc, 1.190 22.285 μ 1.1900 r 4.3409 r	0 Stem, Soli JL/pF nL nL Hg Par	d Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh ameters	sure: t:	59.5659 4.6800 106.7311	g psia g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:		139.000 c 485.000 c	degrees dynes/cm User Pa	Rec. Contact An Hg Density: rameters	gle:	139.000 13.5335	degrees g/mL
Param 1:	0.000	Param 2	2:	0.000	Param 3:	0.00	0
			Low P	ressure:			
	Evacuation Pr Evacuation Tin Mercury Filling Equilibration T	essure: me: g Pressure: lime:			50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs		
			High P	ressure:			
	Equilibration 7	Time:			10 secs		
			No Blank	Correction			
		(From Pr	essure 0	.10 to 60000.00	osia)		
			Intrusion Da	ata Summary			
	Median P Mediar Averag Bulk Appa	Total Intrusio Total I ore Diameter n Pore Diame e Pore Diame Density at arent (skeleta Stem Volu	n Volume = Pore Area = (Volume) = ter (Area) = ter (4V/A) = 0.38 psia = I) Density = Porosity = ume Used =	0.1239 1.299 14.1893 0.0821 0.3814 1.9685 2.6034 24.3856 21	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % % ****		
		F	Pore Struct	ure Summary			
		Characteris BET Surf Pore shape Tortuo	stic length = face Area = exponent = poity factor = Tortuosity =	430.3253 1.0000 1.00 1.954 3.7805	µm m²/g		

Page 1

Port: 1/1



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1- 63,00 (2) Utrillas Operator: Lujan Submitter: I.Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-002.SMP

LP Analysis Time: 01/06/2011 12:09:32 HP Analysis Time: 01/06/2011 13:28:40 Report Time: 08/02/2013 10:47:28 Sample Weight: 1.9715 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Cumulative Intrusion vs Pressure



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1- 63,00 (2) Utrillas Operator: Lujan Submitter: I.Barrios File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-002.SMP

LP Analysis Time: 01/06/2011 12:09:32 HP Analysis Time: 01/06/2011 13:28:40 Report Time: 08/02/2013 10:47:28 Sample Weight: 1.9715 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Log Differential Intrusion vs Pore size



AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 2/1 Sample ID: D1-63,00 (3) Utrillas Operator: Ana M. Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-003.SMP LP Analysis Time: 03/06/2011 9:28:47 Sample Weight: 2.0213 g HP Analysis Time: 03/06/2011 11:26:57 Correction Type: None Report Time: 08/02/2013 10:47:28 Show Neg. Int: No

Summary Report

	F	Penetromet	er parameters			
Penetrometer:	15-0669 - 3 Bulb,	1.190 Stem,	Solid			
Pen. Constant:	22.285	µL/pF	Pen. Weight:		59.6795	g
Stem Volume:	1.1900 ו	mL	Max. Head Press	sure:	4.6800	psia
Pen. Volume:	4.3445 1	mL	Assembly Weigh	t:	106.5097	g
		Hg Par	ameters			
Adv. Contact Angle:	139.000 (degrees	Rec. Contact Ang	gle:	139.000	degrees
Hg Surface Tension:	485.000 0	dynes/cm	Hg Density:		13.5335	g/mL
		User Pa	rameters			
Param 1:	0.000 Param 2	2:	0.000	Param 3:	0.00	0
		Low P	ressure:			
	Evacuation Pressure:			50 µmHg		
	Evacuation Time:			5 mins		
	Mercury Filling Pressure:			0.38 psia		
	Equilibration Time:			10 secs		
		High P	ressure:			
	Equilibration Time:			10 secs		
		No Blank	Correction			
(From Pressure 0.10 to 60000.00 psia)						
Intrusion Data Summary						
	Total Intrusio	on Volume =	0.1277	mL/g		
	Total	Pore Area =	1.569	m²/g		
	Median Pore Diameter	· (Volume) =	15.2618	μm		
	Median Pore Diame	eter (Area) =	0.0736	μm		
	Average Pore Diame	eter (4V/A) =	0.3255	μm		
	Bulk Density at	0.38 psia =	1.9557	g/mL		
	Apparent (skeleta	al) Density =	2.6066	g/mL		
		Porosity =	24.9711	%		
	Stem Volu	ume Used =	22	% ****		
		Pore Struct	ure Summary			
	Characteris	stic length =	512.5912	μm		
	BET Sur	face Area =	1.0000	m²/g		
	Pore shape	exponent =	1.00	-		
	Tortuc	osity factor =	1.948			
		Tortuosity =	4.1207			

Page 1



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 2

Sample ID: D1- 63,00 (3) Utrillas Operator: Ana M. Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-003.SMP

LP Analysis Time: 03/06/2011 9:28:47 HP Analysis Time: 03/06/2011 11:26:57 Report Time: 08/02/2013 10:47:28 Sample Weight: 2.0213 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1- 63,00 (3) Utrillas Operator: Ana M. Submitter: Iciar File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-003.SMP

LP Analysis Time: 03/06/2011 9:28:47 HP Analysis Time: 03/06/2011 11:26:57 Report Time: 08/02/2013 10:47:28 Sample Weight: 2.0213 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Log Differential Intrusion vs Pore size



Port: 2/1

Page 1

Sample ID: D1-63,00 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-004.SMP

Serial: 808

AutoPore IV 9500 V1.09

 LP Analysis Time: 28/02/2012 8:45:43
 Sample Weight: 1.7873 g

 HP Analysis Time: 28/02/2012 10:08:52
 Correction Type: None

 Report Time: 08/02/2013 10:47:29
 Show Neg. Int: No

	S	Summa	ry Report		
	Pene	tromete	er parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-0220 3cc Bulb 0.39 11.007 μL/pF 0.3920 mL 3.6677 mL	2 Stem - Hg Par	solido Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh ameters	sure: t:	61.9623 g 4.6412 psia 101.1038 g
Adv. Contact Angle: Hg Surface Tension:	139.000 degre 485.000 dyne L	ees s/cm Jser Pa	Rec. Contact Ang Hg Density: rameters	gle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
Param 1:	0.000 Param 2:		0.000	Param 3:	0.000
		Low P	ressure:		
	Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time:			50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
		High P	ressure:	10 0000	
	Equilibration Time:	•		10 secs	
	No	o Blank	Correction		
(From Pressure 0.10 to 60000.00 psia)					
Intrusion Data Summary					
	Total Intrusion Vo Total Pore Median Pore Diameter (Vol Median Pore Diameter (A Average Pore Diameter (A Bulk Density at 0.38 Apparent (skeletal) De Po Stem Volume Pore Characteristic le BET Surface Pore shape expor Tortuosity f	dume = $Area =$ $ume) =$ $Area) =$ $4V/A) =$ $yration between terms and the second second$	0.1220 1.574 14.7241 0.0729 0.3102 1.9693 2.5923 24.0314 56 ure Summary 521.5154 1.0000 1.00 1.958 4.1712	mL/g m²/g μm μm g/mL g/mL % %	



AutoPore IV 9500 V1.09 Serial: 808 Port: 2/1

Sample ID: D1-63,00 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-004.SMP

LP Analysis Time: 28/02/2012 8:45:43 HP Analysis Time: 28/02/2012 10:08:52 Report Time: 08/02/2013 10:47:29 Sample Weight: 1.7873 g Correction Type: None Show Neg. Int: No Page 2





AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1-63,00 (4) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-004.SMP

LP Analysis Time: 28/02/2012 8:45:43 HP Analysis Time: 28/02/2012 10:08:52 Report Time: 08/02/2013 10:47:29 Sample Weight: 1.7873 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Log Differential Intrusion vs Pore size



Port: 1/1

Sample ID: D1 63,00 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-005.SMP

Serial: 808

 LP Analysis Time: 28/02/2012 12:05:10
 Sample Weight: 2.0003 g

 HP Analysis Time: 28/02/2012 13:33:19
 Correction Type: None

 Report Time: 08/02/2013 10:47:29
 Show Neg. Int: No

AutoPore IV 9500 V1.09

		Summa	ry Report		
	Ре	netromete	er parameters		
Penetrometer: Pen. Constant: Stem Volume: Pen. Volume:	13-0251 3CC Bulb, (11.007 µL 0.3900 ml 3.5642 ml	0.39 Stem ./pF L L Hg Par	, Solid Pen. Weight: Max. Head Press Assembly Weigh ameters	sure: t:	61.9867 g 4.6800 psia 97.8299 g
Adv. Contact Angle:	139.000 de	grees	Rec. Contact Ang	gle:	139.000 degrees
Hg Surface Tension:	485.000 dy	nes/cm User Pa	Hg Density: rameters		13.5335 g/mL
Param 1:	0.000 Param 2:		0.000	Param 3:	0.000
		Low P	ressure:		
	Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure:			50 μmHg 5 mins 0.38 psia	
	Equilibration Time:	High P	rassura.	TU SECS	
	Equilibration Time:	Ingili	lessure.	10 secs	
No Blank Correction					
(From Pressure 0.10 to 60000.00 psia)					
Intrusion Data Summary					
	Total Intrusion Total Por Median Pore Diameter (\ Median Pore Diamete Average Pore Diamete Bulk Density at 0 Apparent (skeletal)	Volume = pre Area = volume) = r (Area) = er (4V/A) = .38 psia = Density = Porosity = ne Used = pre Struct	0.1393 0.941 10.6889 0.1683 0.5919 1.8808 2.5485 26.1981 72 ure Summary	mL/g m²/g µm µm g/mL g/mL % %	
	Characteristi	c length -	3/18 /5/1	1100	
	BET Surfa BET Surfa Pore shape e: Tortuosi	c length = ce Area = xponent = ity factor = ortuosity =	1.0000 1.00 1.934 4.6619	m²/g	

Page 1



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 2

Sample ID: D1 63,00 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-005.SMP

LP Analysis Time: 28/02/2012 12:05:10 HP Analysis Time: 28/02/2012 13:33:19 Report Time: 08/02/2013 10:47:29 Sample Weight: 2.0003 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Cumulative Intrusion vs Pressure



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 1/1

Page 3

Sample ID: D1 63,00 (5) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-005.SMP

LP Analysis Time: 28/02/2012 12:05:10 HP Analysis Time: 28/02/2012 13:33:19 Report Time: 08/02/2013 10:47:29 Sample Weight: 2.0003 g Correction Type: None Show Neg. Int: No





Port: 2/1

Page 1

Sample ID: D1-63,00 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-006.SMP

Serial: 808

AutoPore IV 9500 V1.09

 LP Analysis Time:
 02/03/2012
 12:11:32
 Sample Weight:
 2.4632 g

 HP Analysis Time:
 02/03/2012
 13:37:47
 Correction Type:
 None

 Report Time:
 08/02/2013
 10:47:29
 Show Neg. Int:
 No

	Summ	ary Report		
	Penetrom	eter parameters		
13-02	51 3CC Bulb, 0.39 Ste 11.007 μL/pF 0.3900 mL 3.5642 mL Hg P	m, Solid Pen. Weight: Max. Head Pre Assembly Weig arameters	ssure: yht:	61.6262 g 4.6800 psia 95.5282 g
	139.000 degrees 485.000 dynes/cm User l	Rec. Contact A Hg Density: Parameters	ngle:	139.000 degrees 13.5335 g/mL
0.000	Param 2:	0.000	Param 3:	0.000
	Low	Pressure:		
Evacuation Pre Evacuation Tir Mercury Filling Equilibration T	essure: ne: J Pressure: Time:		50 µmHg 5 mins 0.38 psia 10 secs	
Equilibration	High	Pressure:		
Equilibration T	ime:		10 secs	
No Blank Correction				
(From Pressure 0.10 to 60000.00 psia)				
	Intrusion	Data Summary		
Median Po Mediar Averago Bulk Appa	Total Intrusion Volume Total Pore Area ore Diameter (Volume) Pore Diameter (Area) Pore Diameter (4V/A) Density at 0.38 psia arent (skeletal) Density Porosity Stem Volume Used Pore Stru Characteristic length BET Surface Area Pore shape exponent Tortuosity factor	= 0.115 $= 1.61$ $= 0.065$ $= 0.286$ $= 0.286$ $= 2.573$ $= 22.895$ $= 7$ cture Summary $= 379.977$ $= 1.000$ $= 1.000$ $= 1.07$ $= 4.648$	4 mL/g 0 m ² /g 4 μm 3 μm 6 g/mL 9 g/mL 5 % 3 % 2 μm 0 m ² /g 0 1	
	0.000 Evacuation Pr Evacuation Tir Mercury Filling Equilibration T Equilibration T Median Po Mediar Average Bulk Appa	Summ Penetroma 13-0251 3CC Bulb, 0.39 Ste 11.007 µL/pF 0.3900 mL 3.5642 mL Hg Pa 139.000 degrees 485.000 dynes/cm User P 0.000 Param 2: Low Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Median Pressure: Median Pore Diameter (Area) Average Pore Diameter (Volume) Median Pore Diameter (Volume) Median Pore Diameter (Area) Average Pore Bore Area Area (Area) Average Pore Diameter (Area) Average Pore Bore Area (Area) Average Pore Bore Area (Area) Average Pore Bore Area (Area) Average Pore Bore Area (Area) Average Pore Area (Area) Average Pore Area (Area)	Summary Report Penetrometer parameters 13-0251 3CC Bulb, 0.39 Stem, Solid 11.007 µL/pF Pen, Weight: 0.3900 mL Max. Head Pres 3.5642 mL Assembly Weight: 0.3900 mL Max. Head Pres 3.5642 mL Assembly Weight: 139.000 degrees Rec. Contact A 485.000 dynes/cm Hg Density: User Parameters 0.000 Param 2: 0.000 Low Pressure: Evacuation Pressure: Evacuation Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Mercury Filling Pressure: Equilibration Time: Mercury Filling Pressure: No Blank Correction (From Pressure) 0.10 to 60000.00 (From Pressure) 0.115 Total Pore Area = 1.61 Median Pore Diameter (Volume) = 1.61 Median Pore Diameter (Volume) = 1.62 Median Pore Diameter (Volume) = 1.61 Median Pore Diameter (Volume) = 1.61 Median Pore Diameter (Area) =<	Summry Report Penetrometers 13-0251 3CC Bulb, 0.39 Stem. Solid 11.007 µL/pF Pen. Weight: 0.3900 mL Max. Head Pressure: 3.5642 mL Assembly Weight: Assembly Weight: 139.000 degrees Rec. Contact Angle: 485.000 dynes/cm Hg Density: User Parameters 0.000 Param 3: 50 µmHg Solid persesure: 50 µmHg 485.000 dynes/cm Hg metameters 0.000 Param 3: 50 µmHg Evacuation Pressure: 50 µmHg Sol µmHg Evacuation Time: 50 µmHg 10 secs Mercury Filling Pressure: 10 secs Mercury Filling Pressure: 10 secs Intrusion Volume = 0.10 to 6000.00 psia) Intrusion Volume = 0.1154 mL/g Cotal Intrusion Volume = 0.1154 mL/g



 AutoPore IV 9500 V1.09
 Serial: 808
 Port: 2/1
 Page 2

Sample ID: D1-63,00 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-006.SMP

LP Analysis Time: 02/03/2012 12:11:32 HP Analysis Time: 02/03/2012 13:37:47 Report Time: 08/02/2013 10:47:29 Sample Weight: 2.4632 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Cumulative Intrusion vs Pressure



AutoPore IV 9500 V1.09

Serial: 808

Port: 2/1

Page 3

Sample ID: D1-63,00 (6) Utrillas Operator: Ana M. Gonzalez Lujan Submitter: Iciar Barrios Virtus File: J:\PRIVADA\3ICIAR~1\POROSI~1\UTRILL~1\630-006.SMP

LP Analysis Time: 02/03/2012 12:11:32 HP Analysis Time: 02/03/2012 13:37:47 Report Time: 08/02/2013 10:47:29 Sample Weight: 2.4632 g Correction Type: None Show Neg. Int: No



Log Differential Intrusion vs Pore size

<u>ANEXO 2</u>

Resultado de la modelización en Pore-Cor

Sample name: D1-25_40 (1) Utrillas

Experimentalporosity: 17.36 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.573213

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006659264µm Maximum throat diameter: 558.8269 µm Simulatedporosity: 17.3434 % 804.73µm Pore row spacing: Unit cellsize: 8047.3µm Throat skew: -42.622 Throat spread: .86161 Connectivity: 3.3016 Pore skew: 1.9695 Correlation level: .14633

atporenumber:	19
atporediameter:	0.7287807 µm
atvolume:	37.41883 %
atpressure:	2017.068 kPa





Sample name: D1-25_40 (2) Utrillas

Experimental porosity: 11.45 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.488169

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

Structuretype: **H-Band LS** Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657411µm Maximum throat diameter: 558.3485 µm Simulatedporosity: 11.4417 % Pore row spacing: 957.38µm Unit cellsize: 9573.8µm Throat skew: -17.784 .93178 Throat spread: Connectivity: 3.0675 Pore skew: 1.7165 8.E-02 Correlation level:

Breaktinough	
atporenumber:	56
atporediameter:	0.4108709 µm
atvolume:	41.93529 %
atpressure:	3577.766 kPa





Sample name: D1 25_40 (3) Utrillas

Experimental porosity: 13.5 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.641264

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657951µm Maximum throat diameter: 560.1346 µm Simulatedporosity: 13.48882 % Pore row spacing: 978.28µm Unit cellsize: 9782.8µm Throat skew: -49.998 Throat spread: .99928 Connectivity: 3.1795 Pore skew: 3.8092 Correlation level: 1.E-03

• • • • • • • • • • • • • • • • • • •	
atporenumber:	72
atporediameter:	0.1467268 µm
atvolume:	53.27129 %
atpressure:	10018.62 kPa





Sample name: D1-25_40 (4) Utrillas

Experimental porosity: 13.37 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.60872

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657664µm Maximum throat diameter: 559.8785 µm Simulatedporosity: 13.35865 % Pore row spacing: 893.67µm Unit cellsize: 8936.7µm Throat skew: -30.117 .94299 Throat spread: Connectivity: 3.2235 Pore skew: 1.4828 Correlation level: 9.E-02

Breakthrough	
atporenumber:	85
atporediameter:	1.153067µm
atvolume:	33.47908 %
atpressure:	1274.861 kPa





Sample name: D1-25_40 (5) Utrillas

Experimentalporosity: 15.29 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.690223

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006658671µm Maximum throat diameter: 555.9778 µm Simulatedporosity: 15.27538 % Pore row spacing: 751.21µm Unit cellsize: 7512.1µm Throat skew: -41.425 Throat spread: .93851 Connectivity: 3.2768 Pore skew: 1.0056 Correlation level: .17099

Breakthrough	
atporenumber:	83
atporediameter:	0.1306012 µm
atvolume:	56.59653 %
atpressure:	11255.64 kPa







Sample name: D1 25_40 (6) Utrillas

Experimental porosity: 15.32 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.54984

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657796µm Maximum throat diameter: 556.3071 µm Simulatedporosity: 15.30679 % Pore row spacing: 936.10µm Unit cellsize: 9361 µm Throat skew: -46.375 Throat spread: .98303 Connectivity: 3.2066 Pore skew: 4.5366 Correlation level: 6.E-02

Dicaktinough	
atporenumber:	94
atporediameter:	0.5159135 µm
atvolume:	35.86789 %
atpressure:	2849.315 kPa





Sample name: D1-35_40 (1) Utrillas

Experimental porosity: 15.89 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.523211

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006658252µm Maximum throat diameter: 558.0022 µm Simulatedporosity: 15.87695 % Pore row spacing: 923.47µm Unit cellsize: 9234.7µm Throat skew: -8 Throat spread: .9426 Connectivity: 3.427 Pore skew: 3.6061 Correlation level: .077

atporenumber:	8
atporediameter:	1.623315µm
atvolume:	36.26944 %
atpressure:	905.5541 kPa





Sample name: D1-35_40 (2) Utrillas

Experimental porosity: 13.34 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.331517

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657764µm Maximum throat diameter: 558.4977 µm Simulatedporosity: 13.3301 % Pore row spacing: 903.48µm Unit cellsize: 9034.8µm Throat skew: -5.7001 Throat spread: .96337 Connectivity: 3.4073 Pore skew: 1.3629 Correlation level: 6.E-02

22
1.623953µm
37.66896 %
905.1985 kPa





Sample name: D1-35_40 (3) Utrillas

Experimental porosity: 15.28 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.246021

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006658024µm Maximum throat diameter: 556.7646 µm Simulatedporosity: 15.26765 % Pore row spacing: 929.48µm Unit cellsize: 9294.8µm Throat skew: -29.445 Throat spread: .94288 Connectivity: 3.4143 Pore skew: 3.5514 9.E-02 Correlation level:

Breakthrough	
atporenumber:	22
atporediameter:	1.44613 µm
atvolume:	42.96237 %
atpressure:	1016.506 kPa





Sample name: D1-35_40 (4) Utrillas

Experimentalporosity: 13.39 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.382663

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

Stochasticgeneration number: 1 Structuretype: **H-Band LS** Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657677µm Maximum throat diameter: 555.299µm 13.37979 % Simulatedporosity: Pore row spacing: 958.66µm Unit cellsize: 9586.6µm Throat skew: -29.341 Throat spread: .97868 Connectivity: 3.4147 Pore skew: 2.3968 Correlation level: 9.E-02

SIMULATED PROPERTIESOFCLEANSAMPLE

Breakthrough atporenumber: 22 atporediameter: 1.28808 µm atvolume: 41.61243 % atpressure: 1141.234 kPa





Sample name: D1-35_40 (5) Utrillas

Experimental porosity: 14.21 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.250051

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

Structuretype: H-Band LS Cylindrical Throat conicality: Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006659107µm Maximum throat diameter: 553.5837 µm Simulatedporosity: 14.19738 % Pore row spacing: 954.22µm Unit cellsize: 9542.2µm Throat skew: -1.0161 .95731 Throat spread: Connectivity: 3.4423 Pore skew: 3.3288 Correlation level: .10019

SIMULATED PROPERTIESOFCLEANSAMPLE Breakthrough atporenumber: 8

arporonanioon	•
atporediameter:	1.286378µm
atvolume:	36.99983 %
atpressure:	1142.744 kPa





Sample name: D1 35_40 (6) Utrillas

Experimental porosity: 15.11 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.301804

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .00665775µm Maximum throat diameter: 557.9734 µm Simulatedporosity: 15.09829 % Pore row spacing: 822.47µm Unit cellsize: 8224.7µm Throat skew: -26.272 Throat spread: .72656 3.1476 Connectivity: Pore skew: 2.7710 .30710 Correlation level:

atporenumber:	13
atporediameter:	1.15129 µm
atvolume:	51.68749 %
atpressure:	1276.829 kPa





Sample name: D1-38_00 (1) Utrillas

Experimentalporosity: 11.26 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.896344

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

Stochasticgeneration number: 1 Structuretype: H-Band LS Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657674µm Maximum throat diameter: 563.2145 µm 11.25208 % Simulatedporosity: Pore row spacing: 944.04µm Unit cellsize: 9440.4µm Throat skew: -37.674 Throat spread: .91398 Connectivity: 2.9353 Pore skew: 2.1440 Correlation level: .25659

4
8.284941E-02 μm
55.71975 %
17743.04 kPa





Sample name: D1-38_00 (2) Utrillas

Experimental porosity: 11.44 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.355042

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657853µm Maximum throat diameter: 564.7098 µm Simulatedporosity: 11.43267 % Pore row spacing: 849.52µm Unit cellsize: 8495.2µm Throat skew: -32.670 Throat spread: .84243 Connectivity: 3.1371 Pore skew: 1.2183 Correlation level: .23136

atporenumber:	79
atporediameter:	0.1470511 µm
atvolume:	56.9467 %
atpressure:	9996.527 kPa




Sample name: D1-38_00 (3) Utrillas

Experimental porosity: 21.37 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.743281

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657388µm Maximum throat diameter: 557.6028 µm 21.35749 % Simulatedporosity: Pore row spacing: 856.61µm 8566.1µm Unit cellsize: Throat skew: -4.9335 Throat spread: .98737 4.0305 Connectivity: Pore skew: 4.7762 .27746 Correlation level:

atporenumber:	23
atporediameter:	0.4106703 µm
atvolume:	64.22009 %
atpressure:	3579.514 kPa





Sample name: D1-38_00 (4) Utrillas

Experimental porosity: 17.2 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 2.022159

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657396µm Maximum throat diameter: 559.9756 µm 17.18854 % Simulatedporosity: Pore row spacing: 854.34µm Unit cellsize: 8543.4µm Throat skew: -49.958 Throat spread: .88502 Connectivity: 3.2612 Pore skew: 1.9971 Correlation level: .11392

atporenumber:	82
atporediameter:	0.2601237 µm
atvolume:	49.23122 %
atpressure:	5651.158 kPa





Sample name: D1-38_00 (5) Utrillas

Experimental porosity: 13.33 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.238205

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657838µm Maximum throat diameter: 560.4605 µm Simulatedporosity: 13.3199 % Pore row spacing: 949.27µm Unit cellsize: 9492.7µm Throat skew: -11.141 Throat spread: .98919 Connectivity: 3.1704 Pore skew: 2.8014 Correlation level: .13228

atporenumber:	44
atporediameter:	7.380319E-02 μm
atvolume:	53.36204 %
atpressure:	19917.84 kPa





Sample name: D1-38 00 (6) Utrillas

Experimental porosity: 15.32 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.436119

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

Stochasticgeneration number: 1 Structuretype: **H-Band LS** Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657674µm Maximum throat diameter: 554.7774 µm 15.30794 % Simulatedporosity: Pore row spacing: 783.77µm Unit cellsize: 7837.7µm Throat skew: -39.372 Throat spread: .78791 Connectivity: 3.4833 Pore skew: 1.8941 Correlation level: .30696

SIMULATED PROPERTIESOFCLEANSAMPLE

Breakthrough	
atporenumber:	73
atporediameter:	0.1305127 µm
atvolume:	61.90049 %
atpressure:	11263.27 kPa





Sample name: D1 61_30 (1) Utrillas

Experimental porosity: 23.5 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.174971

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

Stochasticgeneration number: 1 Structuretype: **H-Band LS** Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006613444µm Maximum throat diameter: 560.3876 µm Simulatedporosity: 23.4857 % Pore row spacing: 712.72µm 7127.2µm Unit cellsize: Throat skew: -2.6009 Throat spread: .62310 Connectivity: 3.3870 Pore skew: 4.5633 Correlation level: .34605

SIMULATED PROPERTIESOFCLEANSAMPLE

Breakthrough atporenumber: 14 atporediameter: 1.621028µm atvolume: 61.71366 % atpressure: 906.8319 kPa





Sample name: D1-61_30 (2) Utrillas

Experimentalporosity: 25.5 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.339361

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

Stochasticgeneration number: 1 Structuretype: **H-Band LS** Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657662µm Maximum throat diameter: 558.1221 µm Simulatedporosity: 25.48655 % Pore row spacing: 807.60µm 8076 µm Unit cellsize: Throat skew: -12.914 .97562 Throat spread: Connectivity: 4.4031 Pore skew: 2.5086 Correlation level: .10323

SIMULATED PROPERTIESOFCLEANSAMPLE

Breakthrough atporenumber: 47 atporediameter: 17.97991µm atvolume: 54.4213 % atpressure: 81.75791 kPa





Sample name: D1-61_30 (3) Utrillas

Experimental porosity: 28.81 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.409239

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006659515µm Maximum throat diameter: 558.5296 µm Simulatedporosity: 28.78878 % Pore row spacing: 759.71µm 7597.1µm Unit cellsize: Throat skew: -9.5037 Throat spread: .91122 Connectivity: 4.5503 Pore skew: 2.5737 Correlation level: .18524

atporenumber:	39
atporediameter:	28.44321µm
atvolume:	52.69376 %
atpressure:	51.68193 kPa





Sample name: D1-61_30 (4) Utrillas

Experimental porosity: 24.81 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.595983

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657715µm Maximum throat diameter: 559.3404 µm 24.79012 % Simulatedporosity: Pore row spacing: 780.02µm 7800.2µm Unit cellsize: Throat skew: -1.5130 Throat spread: .80978 Connectivity: 4.2325 Pore skew: 2.7619 .19402 Correlation level:

Dicaktinough	
atporenumber:	61
atporediameter:	5.72848 µm
atvolume:	66.08836 %
atpressure:	256.6126 kPa





Sample name: D1 61_30 (5) Utrillas

Experimental porosity: 20.77 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.63983

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

Structuretype: H-Band LS Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657945µm Maximum throat diameter: 557.0063 µm 20.75929 % Simulatedporosity: Pore row spacing: 710.63µm Unit cellsize: 7106.3µm Throat skew: -14.210 .68354 Throat spread: 3.0873 Connectivity: Pore skew: 2.4299 Correlation level: .17711

SIMULATED PROPERTIESOFCLEANSAMPLE Breakthrough atporenumber: 79

alporenumber.	17
atporediameter:	0.7277121 µm
atvolume:	65.1706 %
atpressure:	2020.03 kPa





Sample name: D1 61_30 (6) Utrillas

Experimental porosity: 25.49 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.263721

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657569µm Maximum throat diameter: 556.7021 µm Simulatedporosity: 25.48037 % Pore row spacing: 642.73µm Unit cellsize: 6427.3µm Throat skew: -25.584 .72364 Throat spread: Connectivity: 3.5853 Pore skew: 1.5818 Correlation level: .32715

atporenumber:	4
atporediameter:	1.28958 µm
atvolume:	65.86933 %
atpressure:	1139.906 kPa





Sample name: D1-63_00 (1) Utrillas

Experimental porosity: 25%

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.557037

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

Structuretype: H-Band LS Cylindrical Throat conicality: Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657533µm Maximum throat diameter: 563.817µm 24.98295 % Simulatedporosity: 784.41µm Pore row spacing: Unit cellsize: 7844.1µm Throat skew: .71151 .84884 Throat spread: 4.0564 Connectivity: Pore skew: 3.3898 Correlation level: .27878

atporenumber:	11
atporediameter:	11.44864µm
atvolume:	60.45821 %
atpressure:	128.3995 kPa





Sample name: D1- 63_00 (2) Utrillas

Experimental porosity: 24.42 %

SIMPLEX FITTING

Distance between simuln and expt: 1.754423 **OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS** Stochasticgeneration number: 1 Structuretype: **H-Band LS** Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657398µm Maximum throat diameter: 563.7711 µm Simulatedporosity: 24.40651 % 701.61µm Pore row spacing: Unit cellsize: 7016.1µm Throat skew: 22.258 .72570 Throat spread: Connectivity: 3.7578 Pore skew: 1.9958 Correlation level: .36186

Dicaktinougn	
atporenumber:	21
atporediameter:	3.244849µm
atvolume:	63.56638 %
atpressure:	453.0256 kPa





Sample name: D1- 63_00 (3) Utrillas

Experimental porosity: 24.93 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.449222

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657684µm Maximum throat diameter: 563.0374 µm 24.91257 % Simulatedporosity: Pore row spacing: 706.70µm Unit cellsize: 7067 µm Throat skew: 3.4652 Throat spread: .80876 3.7987 Connectivity: Pore skew: 1.5438 .26144 Correlation level:

atporenumber:	34
atporediameter:	9.095427µm
atvolume:	59.37378 %
atpressure:	161.6197 kPa





Sample name: D1-63_00 (4) Utrillas

Experimentalporosity: 23.78 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.586233

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657598µm Maximum throat diameter: 555.3801 µm Simulatedporosity: 23.77032 % Pore row spacing: 713.75µm Unit cellsize: 7137.5µm Throat skew: .05 Throat spread: .802 3.798 Connectivity: Pore skew: 1.607 Correlation level: .2941

atporenumber:	34
atporediameter:	10.10989µm
atvolume:	59.34467 %
atpressure:	145.4022 kPa





Sample name: D1 63_00 (5) Utrillas

Experimental porosity: 26.4 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.202251

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

Structuretype: H-Band LS Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657418µm Maximum throat diameter: 554.6586 µm Simulatedporosity: 26.38189 % Pore row spacing: 704.65µm Unit cellsize: 7046.5µm Throat skew: 4.0919 Throat spread: .77669 3.8605 Connectivity: Pore skew: 1.9643 Correlation level: .30009

SIMULATED PROPERTIESOFCLEANSAMPLE

Breakthiough	
atporenumber:	45
atporediameter:	2.86834 µm
atvolume:	62.21571 %
atpressure:	512.4915 kPa





Sample name: D1-63_00 (6) Utrillas

Experimentalporosity: 22.5 %

SIMPLEX FITTING Distance between simuln and expt: 1.659321

OPTIMUMVALUESOFFITTINGPARAMETERS

H-Band LS Structuretype: Throat conicality: Cylindrical Anisotropy: 1 Minimum throat diameter: .006657206µm Maximum throat diameter: 555.6159 µm Simulatedporosity: 22.4842 % Pore row spacing: 799.83µm Unit cellsize: 7998.3µm Throat skew: -.90316 Throat spread: .79444 3.7989 Connectivity: Pore skew: 3.9522 Correlation level: .26077

atporenumber:	34
atporediameter:	10.11245µm
atvolume:	58.52058 %
atpressure:	145.3653 kPa





