

**DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA OPTIMIZACIÓN DE UN
FLUIDO DE PERFORACIÓN MEDIANTE EL ANÁLISIS DE LA INFORMACIÓN
OBTENIDA EN UN PROGRAMA DE CORAZONAMIENTO**

JOSÉ RAÚL RODRÍGUEZ FLORÉZ

SERGIO ANDRES RODRIGUEZ RODRIGUEZ

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD CIENCIAS FISICO-QUÍMICAS
ESCUELA INGENIERÍA DE PETROLEOS
BUCARAMANGA**

2014

**DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA OPTIMIZACIÓN DE UN
FLUIDO DE PERFORACIÓN MEDIANTE EL ANÁLISIS DE LA INFORMACIÓN
OBTENIDA EN UN PROGRAMA DE CORAZONAMIENTO**

JOSÉ RAÚL RODRÍGUEZ FLORÉZ

SERGIO ANDRÉS RODRÍGUEZ RODRÍGUEZ

**Trabajo de Grado presentado como requisito para optar al título de Ingeniero
de petróleos**

Director:

**WERNEY DE JESÚS MACHUCA BOADA
Ingeniero de Petróleos**

Co-director:

**CARLOS ALBERTO CHACÓN ÁVILA
Magister en Física**

**WILMER JAIR CAMACHO CADENA
Ingeniero de Petróleos**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD CIENCIAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA INGENIERÍA DE PETROLEOS
BUCARAMANGA**

2014

DEDICATORIA

A **DIOS** por darme salud y bendiciones que me han permitido alcanzar este logro y seguramente muchos más.

A mi **mamá**, Ana Lucia, por ser esa mujer de temperamento fuerte, pero a la vez dulce y humana que con su apoyo, paciencia y comprensión, es la mejor mamá y papá del mundo.

A mi **papá**, Ignacio, que desde el cielo me va guiando por el camino correcto.

A toda mi **familia** porque siempre han creído en mí y me han dado el aliento y cariño cuando más lo he necesitado.

A todos mis **amigos**, por su alegría y compañerismo que me brindaron en los buenos y malos momentos.

A mi **novia**, Ludy Jazmin, por ser la mejor amiga, confidente y darme esas ganas de salir adelante y mejorar cada día.

Finalmente quiero dedicarles este logro a todos ustedes, por contribuir positivamente en el desarrollo de este logro.

Sergio Andrés Rodríguez Rodríguez

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a la Universidad Industrial de Santander y sus profesores por brindarnos los conocimientos y el apoyo necesario para alcanzar este logro.

Al Ingeniero Werney de Jesús Machuca Boada, por guiarnos, exigirnos y acompañarnos como director de nuestro proyecto de grado.

Al ingeniero Wilmer Jair Camacho, y el Magister Carlos Alberto Chacón, por su colaboración, información y orientación permanente durante el desarrollo de este proyecto.

Muchas gracias a todos, Dios los bendiga.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	21
1 FORMACIONES ARCILLOSAS Y EVALUACIÓN DE LA INESTABILIDAD QUIMICA DEL POZO	24
1.1 LUTITAS	25
1.1.1 Principales componentes de las lutitas.....	25
1.1.2 Tipos de lutitas.....	26
1.2 FUNDAMENTOS QUE INFLUYEN EN LA INESTABILIDAD DEL POZO EN FORMACIONES ARCILLOSAS.....	27
1.2.1 Presión de hinchamiento.	27
1.2.2 Movimiento de agua e iones dentro o fuera de la lutita.	28
1.2.3 Flujo osmótico.....	28
1.2.4 Flujo difusivo.....	29
1.3 INESTABILIDAD DEL POZO	29
1.3.1 Interacción entre los fluidos de perforación y la formación.	30
1.3.2 Problemas asociados a la inestabilidad química del pozo.....	32
1.3.3 Evaluación de la inestabilidad de pozo.....	36
1.4 PROGRAMA DE CORAZONAMIENTO EN LA ZONA SUPRAYACANTE A LA FORMACIÓN PRODUCTORA	39
1.4.1 Desarrollo de un programa de corazonamiento de zonas suprayacentes a la formación productora.	42

2	TÉCNICAS DE LABORATORIO PARA LA CARACTERIZACIÓN DE CORAZONES DE FORMACIONES ARCILLOSAS.	47
2.1	CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO.....	48
2.1.1	Prueba de azul de metileno (MBT).	49
2.2	DIFRACCIÓN DE RAYOS X (XRD)	51
2.2.1	Fundamento físico de XRD.....	51
2.2.2	Preparación de la muestra para el análisis por XRD.	53
2.2.3	Difractómetro de polvo de rayos X.....	61
2.2.4	Análisis cuantitativo de minerales arcillosos.	67
2.2.5	Criterios para realizar la lectura del difractograma.	68
2.3	ANÁLISIS DE SECCIÓN DELGADA.....	70
2.3.1	Elaboración de una lámina delgada.....	71
2.3.2	Elementos de un microscopio petrográfico	74
2.1.3	Aplicaciones para el análisis petrográfico de lutitas.....	77
2.4	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	83
2.4.1	Componentes del equipo SEM.	84
2.4.2	Selección de las muestras.	89
2.4.3	Preparación de la muestra y desarrollo de la prueba SEM.....	91
2.4.4	Análisis EDX para minerales.	92
3	EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LOS SISTEMAS WBM CON NÚCLEOS DE FORMACIONES ARCILLOSAS.	95
3.1	PRUEBAS DE INTERACCIÓN ROCA-FLUIDO.	96

3.1.1	Prueba de hinchamiento lineal.....	96
3.1.2	Prueba de dispersión – Rolado en caliente.	101
3.1.3	Prueba de tiempo de succión capilar.....	103
3.1.4	Prueba de dureza bulk.....	106
3.1.5	Prueba desarrollo de la fractura.....	108
3.1.6	Prueba de inmersión visual.....	111
3.1.7	Prueba de acreción.....	111
3.2	SELECCIÓN DEL SISTEMA WBM CON MEJOR DESEMPEÑO EN LAS PRUEBAS DE INTERACCIÓN ROCA-FLUIDO.....	112
3.3	INHIBIDORES PARA FORMACIONES ARCILLOSAS	114
3.3.1	Inhibidores inorgánicos de lutitas.....	115
3.3.2	Inhibidores orgánicos de lutitas.	118
3.4	ADITIVOS PARA EL SELLADO FISICO EN LAS LUTITAS	120
3.5	LODOS BASE AGUA DE ALTO RENDIMIENTO (HPWBM).....	121
3.5.1	Composición química de un HPWBM.....	124
3.5.2	Propiedades de un HPWBM.....	129
3.6	CRITERIOS PARA SELECCIONAR EL FLUIDO DE PERFORACIÓN.....	131
3.6.1	Factores ambientales.....	131
3.6.2	Condiciones de seguridad.	131
3.6.3	Condiciones del pozo.....	131
3.6.4	Aspectos económicos.....	132
4	CASOS APLICADOS.....	133
4.1	LUTITA DE BAJA REACTIVIDAD	133

4.1.1	Programa de perforación con tubería flexible en la cuenca Anadarko del año 2005.....	134
4.1.2	Caracterización de las muestras.....	136
4.1.3	Análisis de la prueba de desarrollo de fractura.....	141
4.1.4	Experiencia en el campo Anardako en el año 2007.....	144
4.2	LUTITAS DE REACTIVIDAD ALTA A MODERADA	145
4.2.1	Fases de estudio.	146
4.2.2	Sistemas WBM formulados.....	147
4.2.3	Aplicaciones de los aditivos usados	148
4.2.4	Evaluación técnica de las formulaciones realizadas de los fluidos de perforación.....	150
4.2.5	Comparación del desempeño técnico de los sistemas WBM.	157
4.2.6	Evaluación ambiental de las formulaciones realizadas de los fluidos de perforación.....	157
5	CONCLUSIONES.....	160
6	RECOMENDACIONES.....	162
	BIBLIOGRAFIA.....	163
	ANEXOS.....	167

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Modelo para comprender el fenómeno de embolamiento con sus respectivas zonas.	33
Figura 2. Etapas de un programa de corazonamiento.....	39
Figura 3. Fases de planeación de un programa de corazonamiento.....	41
Figura 4. Broca corazonadora PDC y correlación de registros de rayos gamma en laboratorio.....	45
Figura 5. Barrido por TC de un núcleo entero y obtención de plugs a partir de un núcleo entero.	45
Figura 6. Equipo para realizar la prueba de azul de metileno.....	49
Figura 7. Prueba de gotículas para el punto final de la titulación con azul de metileno.	50
Figura 8. Difracción de rayos X por los planos de un cristal.	52
Figura 9. Diagrama representativo correspondiente a la separación y caracterización de la fracción arcillosas.....	55
Figura 10. Separación y traslado de la fracción arcillosa.....	57
Figura 11. Membrana sintética usada.....	58
Figura 12. Equipo destilación al vacío.....	58
Figura 13. Filtración de la fracción arcillosa.....	58
Figura 14. Obtención del filtrado de arcilla.....	59
Figura 15. Agregados orientados sobre la membrana sintética.....	59
Figura 16. Portamuestras usado y adhesión de los agregados orientados de arcilla sobre el portamuestras.....	60
Figura 17. Traslado del portamuestra al horno.....	60
Figura 18. Obtención de agregados orientados de arcilla sobre el portamuestra..	60
Figura 19. Equipo de difracción de rayos X.....	67
Figura 20. Plug de un corazón con su respectiva sección delgada.....	71

Figura 21. Diferencia entre iluminación ortoscópica e iluminación conoscópica....	75
Figura 22. Microscopio polarizante con sus principales elementos	76
Figura 23. Secciones delgadas presentando estructuras con pobre laminación y/o carecimiento de pobre estratificación.....	78
Figura 24. Estructuras estratificadas y estructuras masiva.....	79
Figura 25. Secciones delgadas de microfracturas en formaciones arcillosas.....	79
Figura 26. Secciones delgadas mostrando el desarrollo de fracturas a lo largo de estratos arcillosos, después de expuesto el fluido de perforación.	80
Figura 27. Lados del plug mostrando el desarrollo de fracturas antes y después de la confinación de la muestra	81
Figura 28. Secciones delgadas de un mismo plug a diferentes profundidades mostrando el desarrollo de fracturas.....	82
Figura 29. Equipos SEM y sus principales partes.....	84
Figura 30. Esquema generalizado de un cañón de emisión termoiónica de electrones para el SEM (filamentos de tungsteno)	85
Figura 31. Equipo de sputtering	87
Figura 32. Identificación de picos en un espectro EDX.....	93
Figura 33. Equipo de hinchamiento lineal	97
Figura 34. Compactor, celda y bomba	98
Figura 35. Horno de rolado	101
Figura 36. Temporizador de succión capilar	104
Figura 37. Probador de la dureza bulk de formaciones arcillosas	107
Figura 38. Registros rayos gamma desde 7515 ft hasta 7590 ft.....	135
Figura 39. Análisis de difracción de rayos X por profundidad del corazón de Cleveland.....	137
Figura 40. Capacidad de intercambio catiónico de la zona corazonada	138
Figura 41. Sección delgada del intervalo 7535,80 – 7536 ft “MSF1”	139
Figura 42. Sección delgada del intervalo 7540 – 7541 ft “MSF2”	139
Figura 43. Sección delgada del intervalo 7552,90 – 7553 ft “MSF3”	140
Figura 44. Microfotografías de la tres secciones expuestas con agua fresca.....	142

Figura 45. Microfotografías de la sección MSF3 después de la exposición de los wbm	142
Figura 46. Piezas de corazón de la sección MSF2 antes y después de la exposición a los sistemas de lodos base agua	143
Figura 47. Fotografías de la sección delgada de las muestras de la sección MSF2 antes y después de la exposición a los sistemas de fluidos de perforación base agua.....	144
Figura 48. Grafica de resultados de la prueba de dureza bulk (caso aplicado) ...	151
Figura 49. Grafica de resultados de la prueba de dispersión (caso aplicado)	152
Figura 50. Prueba de acreción (caso aplicado).....	153
Figura 51. Grafica de resultados de la prueba de acreción (caso aplicado)	153
Figura 52. Prueba de hinchamiento lineal (caso aplicado)	154
Figura 53. Prueba de tiempo de succión capilar (caso aplicado).....	156
Figura 54. Pulidora de sección transversal CP	169
Figura 55. Cortadora y pulidora en la preparación de secciones transversales...	170
Figura 56. Sección transversal de la muestra.	170
Figura 57. Rotación del soporte de la muestra.	171

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Principales componentes de las lutitas	25
Tabla 2. Clasificación de las formaciones según el contenido de arcillas.....	26
Tabla 3. Causas de la inestabilidad del pozo.....	30
Tabla 4. Problemas asociados al control ineficiente de arcillas.	35
Tabla 5. Protocolo para el corazonamiento de formaciones arcillosas.	42
Tabla 6. Valores de CEC de los minerales arcillosos encontrados en lutitas y arenas.....	48
Tabla 7. Procedimiento de la prueba de azul de metileno (MBT)	50
Tabla 8. Tratamiento químico de arcillas (agitación y decantación).....	57
Tabla 9. Tratamiento químico de arcillas (filtración e intercambio catiónico).	57
Tabla 10. Tratamiento químico de arcillas (traslado del portamuestra).	59
Tabla 11. Procedimientos de preparación de muestras y desarrollo de la prueba SEM.....	91
Tabla 12. Clasificación general de las lutitas y ensayos de interacción roca-fluido	95
Tabla 13. Equipos e instrumentos.....	97
Tabla 14. Información de entrada y resultados posibles de la prueba de hinchamiento lineal.	99
Tabla 15. Obtención de la muestra y determinación del contenido de humedad (prueba de hinchamiento lineal).....	99
Tabla 16. Procedimiento para la compactación de la lutita (prueba de hinchamiento lineal).	100
Tabla 17. Instalación del plug de lutita y corrida de la prueba (hinchamiento lineal)	101
Tabla 18. Procedimiento para el desarrollo de la prueba de dispersión.	103
Tabla 19. Procedimiento para el desarrollo de la prueba de succión capilar.	105
Tabla 20. Procedimiento prueba de dureza bulk de formaciones arcillosas.	108
Tabla 21. Procedimiento de la prueba desarrollo de fractura.	110

Tabla 22. Procedimiento para la prueba de acreción.....	111
Tabla 23. Minerales arcillosos y el sistema WBM recomendado.	113
Tabla 24. Ventajas y aplicaciones de los fluidos de perforación base agua de alto rendimiento.	124
Tabla 25. Criterios de evaluación de las pruebas de interacción roca-fluido.	132
Tabla 26. Muestras seleccionadas para el estudio	136
Tabla 27. Formulación de los fluidos de perforación y propiedades.	148
Tabla 28. Resultados prueba de dureza bulk (caso aplicado)	151
Tabla 29. Resultados prueba de dispersión (caso aplicado)	152
Tabla 30. Resultados prueba de hinchamiento lineal (caso aplicado)	154
Tabla 31 Resultados prueba de inmersión (caso aplicado)	155
Tabla 32. Evaluación y comparación de los sistemas WBM (caso aplicado).....	157

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A. Reporte del análisis de difracción de rayos X y MBT.....	167
ANEXO B. Reporte del análisis de sección delgada.....	168
ANEXO C Pulidora de sección transversal (CP).....	169
ANEXO D Diagrama de flujo de la metodología para la optimización de un fluido de perforación base agua a partir del análisis de corazones.....	172

RESUMEN

TÍTULO: DESARROLLO DE UNA METODOLOGÍA PARA LA OPTIMIZACIÓN DE UN FLUIDO DE PERFORACIÓN MEDIANTE EL ANÁLISIS DE LA INFORMACIÓN OBTENIDA EN UN PROGRAMA DE CORAZONAMIENTO*

AUTORES: JOSÉ RAÚL RODRÍGUEZ FLÓREZ
SERGIO ANDRÉS RODRÍGUEZ RODRÍGUEZ**

PALABRAS CLAVES: Inestabilidad de pozo, corazonamiento, difracción de rayos, prueba de azul de metileno, microscopía electrónica de barrido, microscopía óptica de luz polarizada, fluido de perforación, lutita.

La inestabilidad de pozo se considera una de las principales causas de los otros problemas de perforación y ocurre como resultado de causas mecánicas, químicas, o la combinación de estas. En términos generales las causas mecánicas están asociadas a la interacción de la presión hidrostática del lodo con los esfuerzos del pozo y las causas químicas a la interacción de la formación con el fluido de perforación.

Este proyecto de investigación propone una metodología para atacar las causas químicas de la inestabilidad del pozo en la zona suprayacente a la formación productora, la cual está formada principalmente por formaciones arcillosas, que son las responsables de la inestabilidad química del pozo. Esta metodología se basa desarrollo de un programa corazonamiento, con el fin de determinar la composición mineralógica y reactividad de la formación, a través de la difracción de rayos X (XRD) y la prueba de azul de metileno (MBT) respectivamente, así como características petrográficas a través de la microscopía electrónica de barrido (SEM) y la microscopía óptica de luz polarizada.

Una vez caracterizados los corazones, el ingeniero de lodos podrá formular diferentes tipos de sistemas de lodo base agua que sean compatibles con las propiedades de la formación para realizar pruebas de interacción roca-fluido y así evaluar y comparar el desempeño de todos los sistemas y seleccionar el mejor.

* Proyecto de Grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería de Petróleos. Director Ing. Werney de Jesús Machuca Boada. Codirector M.Sc. Carlos Alberto Chacón Ávila, Ing. Wilmer Jair Camacho Cadena

ABSTRACT

TITLE: DEVELOPMENT OF A METHODOLOGY FOR THE OPTIMIZATION OF A DRILLING FLUID THROUGH THE ANALYSIS FROM THE OBTAINED INFORMATION IN A CORING PROGRAM*

AUTHORS: JOSE RAUL RODRÍGUEZ FLÓREZ
SERGIO ANDRÉS RODRÍGUEZ RODRÍGUEZ**

KEY WORDS: wellbore instability, coring, X-Ray diffraction, methylene blue test, scanning electron microscopy, polarized light microscopy, drilling fluid, shale.

The wellbore instability is considered one of the main causes of all the other problems during drilling operations, and it occurs as a result mechanical, chemical causes, or a combination of these two. In general terms, the mechanical causes are associated to the interaction of hydrostatic pressure in the mud with the wellbore stresses, while the chemical causes are related to the interaction of the formation with the drilling fluid.

This investigation project proposes a methodology to counterattack the chemical causes of the wellbore instability in the overlaying zone to the productive formation, which is formed mainly by shale formations, which are the responsible of the chemical instability in the wellbore. This methodology is based in the development of a coring program, with the purpose to determine the mineralogical composition and the reactivity of the formation through X-ray diffraction (XRD) and the methylene blue test (MBT) respectively, as well as petro-graphical characteristics through sweep electronic microscopy (SEM) and the optical microscopy of polarized light.

Once the core plugs are characterized, the mud engineer will be able to formulate different types of water-based mud systems that are compatible with the properties of the formation, to perform the test of rock and fluid interaction, and thus evaluate and compare the performance of all the systems and select the best one.

* Graduation Project

** Physico-Chemical Engineering Faculty, School of Petroleum Engineering, Eng. Werney de Jesús Machuca Boada, M.Sc. Carlos Alberto Chacón Ávila, Eng. Wilmer Jair Camacho Cadena

INTRODUCCIÓN

Se ha estimado que la inestabilidad del pozo ha dado como resultado pérdidas mundiales de alrededor de un billón de dólares por año. Mantener la estabilidad del pozo es un factor clave para mejorar la seguridad y la eficiencia en la perforación mientras se minimizan los costos asociados a problemas con la construcción del pozo y operaciones de producción. A pesar de los avances en el área de estabilidad de pozos, con mucha frecuencia se siguen reportando problemas de inestabilidad, que comienzan con la fragmentación de las paredes del hueco, la transferencia de fragmentos de roca al anular y culminan en situaciones críticas como la reducción y/o agrandamiento del hueco, pega de tuberías, derrumbes y en el peor de los casos pérdida total del hueco.

Este proyecto de investigación abordará las causas químicas de la inestabilidad, producto de la interacción de las formaciones con el fluido de perforación, que hacen que se desequilibren las propiedades del lodo. Se estudiará la inestabilidad en las zonas suprayacentes a la formación de interés que están formadas principalmente por lutitas. Considerando propiedades ingenieriles, estas rocas se caracteriza por presentar baja resistencia a la compresión, altamente sensible al agua, propensa al hinchamiento, erosión y dispersión, y con alta conductividad térmica. Características que la hacen única en la ingeniería e industria del petróleo, ya que pueden tener propiedades mecánicas, petrofísicas y fisicoquímicas muy diferentes debido a que cubre un amplio rango de composiciones. En consecuencia, cualquier tipo de roca que contenga al menos 30% de minerales arcillosos es conocida como una lutita a nivel ingenieril.

La actividad química de las lutitas depende principalmente del porcentaje de minerales arcillosos hidratables (esmeclita o vermiculita), el grado de saturación, el grado de reactividad, los procesos de intercambio catiónico entre el lodo y la

formación y la separación de las partículas de arcilla en la lutita, la alteración de estos factores genera inestabilidad del hueco.

Para abordar las causas químicas de la inestabilidad se propone una metodología para la selección el mejor sistema de lodo base agua a partir del análisis de corazones. Para cumplir con este fin se ha estructurado el trabajo de la siguiente forma: un primer capítulo relacionado con las lutitas, la evaluación de la inestabilidad de pozo y el desarrollo de un programa de corazonamiento, este último es la base de la metodología y su inicio requiere de una adecuada planeación y una serie de consideraciones para que este sea exitoso.

El segundo capítulo aborda el análisis de las muestras de corazones que se encuentran disponibles. Puede haber una tendencia en los estudios de ingeniería de la arcilla en enfatizar en valores cuantitativos, como los que arroja la prueba de azul de metileno, o en medidas semicuantitativas, como el porcentaje de composición mineral a partir de la difracción por rayos X. Sin embargo, si se requieren aspectos cualitativos de la arcilla para una descripción geológica, el análisis de sección delgada a través del microscopio óptico de luz polarizada y la microscopía electrónica de barrido (SEM) pueden arrojar más información sobre minerales arcillosos específicos. La identificación de características como las fracturas, estado de consolidación, tipo de estatificación y capas delgadas de materiales orgánicos también ayudaran a entender como los fluidos reaccionan para desestabilizar las arcillas.

El tercer capítulo parte de la clasificación general de las lutitas en base a la caracterización de los corazones y la selección de las pruebas de interacción roca-fluido adecuadas para cada tipo de lutita .Luego se explican los procedimientos para llevar a cabo cada una de las pruebas: Hinchamiento lineal, dispersión, tiempo de succión capilar (TSC), acreción, dureza, inmersión y desarrollo de

fracturas. El objetivo de estas pruebas es evaluar y comparar el desempeño de los sistemas de fluidos formulados, para seleccionar la mejor opción.

Finalmente el cuarto capítulo, muestra dos casos aplicados de la metodología, el primero corresponde a formaciones de lutita de la cuenca Anadarko del condado de Texas, estas muestras tomadas a diferentes profundidades, fueron caracterizadas por difracción de rayos X para establecer su composición mineralógica, y su reactividad a través de la prueba de azul de metileno. También se hizo análisis de sección delgada, y basados en la información obtenida de la caracterización del corazón (lutita dura con una reactividad baja a media), la prueba de desarrollo de fractura fue seleccionada para evaluar la estabilidad de dicha formación con los diferentes sistemas de fluidos de perforación disponibles. El segundo caso aplicado es un estudio para seleccionar la mejor opción de fluido en áreas ambientalmente sensibles, este estudio se llevó a cabo para soportar el diseño de los fluidos de perforación y recomendaciones para desarrollos futuros de una cuenca ubicada en la parte oriental del África. El estudio se dividió en dos fases, la caracterización de la lutita y el estudio de la estabilidad e inhibición de la lutita a través de las diferentes pruebas de interacción roca-fluido.

1 FORMACIONES ARCILLOSAS Y EVALUACIÓN DE LA INESTABILIDAD QUIMICA DEL POZO

Uno de los principales retos durante la perforación es mantener el hueco estable a lo largo de todas las etapas de la construcción del pozo. Un programa de perforación resulta exitoso cuando el pozo puede ser perforado, registrado, revestido, cementado y completado con el mínimo de tiempo no productivo.

Sin embargo durante el proceso de perforación se pueden presentar números problemas operacionales, aún después de haber realizado una planificación adecuada del programa de perforación. Estos problemas están asociados con las características de la formación, las propiedades del fluido de perforación y las condiciones y/o practicas operacionales. A su vez la mayoría de estos problemas están interrelacionado entre sí, haciendo que estos sean más complejos de resolver.

Nuestro proyecto de investigación se basa en la optimización química de un fluido de perforación base agua (WBM) a partir del análisis de muestras de corazones de lutita obtenidos de la zona suprayacente a la formación productora, por tal razón no nos enfocaremos en el estudio de la inestabilidad ocasionada por los esfuerzos mecánicos sino más bien en esos que son causa de la interacción química del fluido de perforación con dichas formaciones.

Así luego de evaluar la inestabilidad química del pozo durante la perforación y después de aplicar soluciones a nivel de campo, si los problemas persisten se hará necesario el inicio de un programa de corazonamiento para la optimización química del fluido de perforación.

1.1 LUTITAS

La lutita es la roca sedimentaria más abundante y se caracteriza por su baja permeabilidad, compuesta principalmente de minerales finamente divididos, como cuarzo, feldespatos, calcita y en su mayoría minerales arcillosos.

Considerando propiedades ingenieriles, esta roca se caracteriza por presentar baja resistencia a la compresión (menor a 14500 psi), altamente sensible al agua, propensa al hinchamiento, erosión y dispersión, y con alta conductividad térmica. Todas estas características hacen a la lutita única en la ingeniería e industria del petróleo, ya que pueden tener propiedades mecánicas, petrofísicas y fisicoquímicas muy diferentes debido a que cubre un amplio rango de composición. En consecuencia, cualquier tipo de roca que contenga al menos 30% de minerales arcillosos es conocida como una lutita a nivel ingenieril.¹

1.1.1 Principales componentes de las lutitas. Por medio de los diferentes análisis del equipo de difracción de rayos X, se puede determinar y cuantificar los componentes de las lutitas.

Tabla 1. Principales componentes de las lutitas

SILICATOS	MINERALES ARCILLOSOS	ÓXIDOS E HIDRÓXIDOS	CARBONATOS	MINERALES DE AZUFRE	SUSTANCIAS ORGANICAS
Cuarzo	Grupo del caolín.	Óxidos de	Calcita	Yeso	Kerógeno.
Feldespatos	Vermiculita	hierro	Dolomita	Anhidrita	Fragmentos carbonosos
Zeolitas	Illita		Siderita	Barita	
	Grupo esméctica.		Ankerita	Sulfuros	
	Arcillas interestratificadas.				

¹ Farrokhrouz, M., Asef, M.R., Shale Engineering Mechanics and Mechanisms. Taylor & Francis Group, 2013

1.1.2 Tipos de lutitas. No todas las formaciones arcillosas son problemáticas, la inestabilidad del pozo durante la perforación de formaciones arcillosas está asociada a la clase y cantidad de minerales arcillosos.

La clasificación de la lutitas encontradas en la práctica de perforación es presentada en la **tabla 2**, donde las cinco clases son basadas en una combinación del contenido de arcilla total e individual, firmeza, características de la matriz y tendencia a la hidratación y dispersión.

Tabla 2. Clasificación de las formaciones según el contenido de arcillas.

CLASE	TIPO DE LUTITA	PROBLEMAS TÍPICOS	MBT (MEQ/100G)	CONTENIDO DE AGUA (%W/W)	TIPOS DE ARCILLAS
1	Blanda	<ul style="list-style-type: none"> • Estrechamiento del hueco. • Ensanchamiento del hueco. • Embolamiento de la broca. • Anillos de lodo. 	20 – 40	25 – 70	Alta en Montmorillonita y algo en illita.
2	Blanda	<ul style="list-style-type: none"> • Estrechamiento del hueco. • Washout debido a un mayor grado de dispersión. • Embolamiento de la broca. • Formación de cavernas. 	10 – 20	15 – 25	Alta en Montmorillonita pero mayor contenido de illita.
3	Medianamente dura	<ul style="list-style-type: none"> • Dispersión moderada y tendencia a derrumbamiento. 	10 – 20	2 – 10	Alta en arcillas interestratificadas e illita, y algo de clorita.
4	Dura	<ul style="list-style-type: none"> • Poca dispersión e hinchamiento y tendencia a derrumbamiento. • Formación de cavernas. • Estrechamiento del hueco debido a esfuerzos de sobrecarga. 	3 – 10	5 – 15	Contenido moderado de illita y clorita.

Tabla 2. Clasificación de las formaciones según el contenido de arcillas (continuación).

CLASE	TIPO DE LUTITA	PROBLEMAS TÍPICOS	MBT (MEQ/100G)	CONTENIDO DE AGUA (%W/W)	TIPOS DE ARCILLAS
5	Muy dura y quebradiza.	<ul style="list-style-type: none"> No hay dispersión significativa. Formación de cavernas. Colapso del pozo. 	0 – 3	2 -5	Alta en illita y moderada en caolinita y clorita.

Fuente: Chenevert M.et al. "Stabilizing sensitive shales with K-based drilling fluids". 1973

1.2 FUNDAMENTOS QUE INFLUYEN EN LA INESTABILIDAD DEL POZO EN FORMACIONES ARCILLOSAS.

Los fundamentos que influyen en la inestabilidad del pozo en formaciones con alto contenido de arcillas, son los siguientes:

1.2.1 Presión de hinchamiento. Está siempre presente en lutitas con alto contenido de minerales arcillosos, actuando como una fuerza de tensión sobre las placas de arcillas: esta presión no se desarrolla repentinamente por el contacto entre los fluidos de perforación base agua y las lutitas

Las presiones de hinchamiento dependen en gran medida del tipo de arcilla. Por lo tanto la efectividad de un inhibidor para reducir la presión de hinchamiento será diferente para diferentes arcillas. Por Ejemplo, si el potasio tiene un efecto favorable sobre el hinchamiento de la Montmorillonita, esta puede tener un efecto leve sobre la illita o en el peor de los casos puede incrementar el hinchamiento al tratarse de una arcilla de tipo caolinita.²

Incluso los mejores inhibidores no puede llevar la presión de hinchamiento hasta cero, debido a que siempre existirá una repulsión entre las placas debido a la

² Eric Van Oort, "On the physical and chemical stability of shales", Journal petroleum science & Engineering, 2003

hidratación de las superficies arcillosas y la interferencia entre los iones hidratados con las moléculas de agua.

1.2.2 Movimiento de agua e iones dentro o fuera de la lutita. Cabe señalar que la principal causa de inestabilidad en formaciones arcillosas está relacionada al movimiento de iones y agua dentro o fuera de la lutita, donde el movimiento de esta materia está gobernado por gradientes hidráulicos, químicos, térmicos y eléctricos, y cada fenómeno contribuye de alguna forma en el paso de agua e iones en la interfaz presente entre la lutita y el fluido de perforación.

1.2.3 Flujo osmótico. La osmosis es el flujo de agua desde una solución diluida a una más concentrada en la presencia de una membrana semipermeable. El desarrollo de la osmosis dependen de la existencia de una membrana semipermeable la cual solo permite el paso de agua mientras restringe los solutos.

Las lutitas actúan como membranas semipermeables debido a dos factores:

- Gargantas de poro pequeñas debido a la compactación de estas formaciones.
- Presencia de cargas negativas en la superficie de la lutita debido a la presencia de minerales arcillosos.

Se pueden presentar tres condiciones para el flujo acuoso en función de la diferencia de actividad entre el agua contenida en los poros de la lutita y la fase acuosa del fluido de perforación.

- La actividad de la lutita es menor a la actividad del fluido de perforación, se produce una presión osmótica negativa y hay flujo de agua hacia la lutita, aumentando el contenido de agua y la presión de poro, causando inestabilidad en el pozo.
- La actividad de los dos fluidos es la misma, no hay flujo osmótico. A partir de este concepto se puede formular lodos con actividad balanceada.

- La actividad de la lutita es mayor a la actividad del fluido de perforación, la presión osmótica es positiva lo que produce una deshidratación de la formación, reduciendo la presión de poro y el contenido de agua, ayudando a la estabilidad del pozo.

1.2.4 Flujo difusivo. La difusión se define como el flujo de solutos desde una alta concentración a una baja concentración. Este flujo es efectivo en una lutita de alta permeabilidad en la medida en que los solutos de gran tamaño son capaces de fluir a través de la estructura de la formación. En una lutita fracturada o permeable la difusión causa que los solutos fluyan desde el fluido de perforación a la formación de lutita o viceversa dependiendo de sus concentraciones, este tipo de flujo puede causar problemas de inestabilidad.

1.3 INESTABILIDAD DEL POZO

Se ha estimado que la inestabilidad del pozo ha dado como resultado pérdidas mundiales de alrededor de un billón de dólares por año. Mantener la estabilidad del pozo es un factor clave para mejorar la seguridad y la eficiencia en la perforación mientras se minimizan los costos asociados a problemas con la construcción del pozo y operaciones de producción.³

La inestabilidad del pozo se considera una de las principales causas de los otros problemas en la perforación, y esta se manifiesta con el derrumbe de la formación producto de la alteración de las condiciones originales a la que se encuentra sometida la pared del hueco, por un desequilibrio entre los factores mecánicos (presión y esfuerzos) y químicos.

³ ZEYNALI, M.E. "Mechanical and physico-chemical aspects of wellbore stability during drilling operations". Journal of petroleum science and engineering Vol. 82-83, 2012

Dentro de los factores más importantes que pueden afectar la estabilidad mecánica del pozo tenemos: (1) esfuerzos in-situ en las diferentes capas de roca, (2) propiedades mecánicas de la roca, (3) variación de la presión de poro, (4) peso del lodo, (5) ángulo y dirección del pozo, (6) efectos térmicos y (7) anisotropía en las características del subsuelo.

En cuanto a la inestabilidad química, esta resulta de la interacción físico-química entre el fluido de perforación y la roca expuesta en las paredes del pozo. Las condiciones químicas involucradas en la inestabilidad son: (1) reactividad de la formación, (2) compatibilidad química del sistema de lodo y (3) posible disolución del material del pozo.

En la **tabla 3** se puede observar las tres categorías que agrupan las causas de la inestabilidad del pozo, cabe destacar que al evaluar estas condiciones interrelacionadas será posible determinar el modo de falla más probable y aplicar la mejor respuesta para resolver o tolerar la inestabilidad.

Tabla 3. Causas de la inestabilidad del pozo

ESFUERZOS MECÁNICOS	INTERACCIONES QUÍMICAS CON EL FLUIDO DE PERFORACIÓN	INTERACCIONES FÍSICAS CON EL FLUIDO DE PERFORACIÓN
<ul style="list-style-type: none"> • Tensión (fracturamiento y pérdida de circulación). • Compresión (fisuración, colapso o flujo plástico). • Abrasión e impacto. 	<ul style="list-style-type: none"> • Hidratación, hinchamiento y dispersión de arcillas. • Disolución de formaciones solubles (formaciones de sal, sulfatos de calcio, yeso, anhidrita y arcillas dispersables) 	<ul style="list-style-type: none"> • Erosión. • Humectación a lo largo de fracturas preexistentes. • Invasión de fluidos (transmisión de presión).

1.3.1 Interacción entre los fluidos de perforación y la formación. La inestabilidad del pozo ocurre con mayor frecuencia cuando se perforan formaciones arcillosas reactivas con el fluido de perforación. Sin embargo este

fenómeno también puede ocurrir cuando se perforan otro tipo de formaciones. Se puede decir que los efectos mecánicos en este tipo de formaciones están por lo general relacionados con el peso del lodo insuficiente e inapropiadas prácticas operacionales y los efectos químicos están relacionados con el tipo de lodo utilizado y su inadecuada inhibición de formaciones reactivas.

1.3.1.1 Inestabilidad en formaciones arcillosas. La estabilidad del pozo se puede ver afectada cuando se perfora a través de formaciones arcillosas debido a sus interacciones tanto físicas y químicas con el fluido de perforación. Estos intercambios se manifiestan a través de procesos de transporte (p. ej. flujo hidráulico, osmosis, difusión de iones), cambios físicos (p. ej. pérdida de la hidráulica de sobrebalance debido a la invasión de lodo en la formación) y cambios químicos (p. ej. intercambio iónico, alteración del contenido de agua en la lutita, presión de hinchamiento).

1.3.1.2 Inestabilidad en formaciones solubles. Varias formaciones son un tanto solubles en el lodo base agua. Estas incluyen formaciones de sal y los sulfatos de calcio, el yeso y la anhidrita. La estabilidad del pozo puede quedar comprometida si se permite que la formación soluble se derrumbe. La solubilidad es un fenómeno complejo, afectado por la temperatura, la presión, la salinidad y el pH.

Las formaciones salinas no se aplastan o se rompen como los lutitas, sino que al ser muy solubles en el lodo fluyen dentro del pozo. Por eso es importante limitar el ensanchamiento del pozo en las formaciones de sal móvil para lograr una buena cementación que maximice la integridad y la resistencia a las cargas concentradas para evitar el colapso de la tubería de revestimiento.

El yeso y la anhidrita se vuelven más solubles a medida que la salinidad aumenta. Si no se puede lograr la estabilidad del pozo y obtener un pozo de calibre uniforme

en una zona de yeso o anhidrita, será necesario usar un sistema de yeso o calcio a base de cal.

1.3.2 Problemas asociados a la inestabilidad química del pozo. El hinchamiento es una tendencia de las lutitas altamente reactivas; cuando estas formaciones son perforadas primero se hinchan dentro del pozo y después se quiebran llegando a provocar un colapso del hueco y agrandamiento del pozo con un indeseado aumento de sólidos en el lodo. Las manifestaciones de esto son: (1) pegas de tubería, (2) embolamiento de broca, (3) aumento del arrastre al realizar conexiones y (4) formación de escalones.

Las secciones de hueco apretado causadas por lutitas hinchables deben ser rimadas y limpiadas. Si persisten los problemas será necesario revestir el hueco para evitar su pérdida. La práctica estandarizada consiste en sacar tubería, correr registros eléctricos, bajar nuevamente la broca al fondo del pozo para realizar un viaje de limpieza, con el fin de asegurar que el pozo quede en condiciones de bajado del revestimiento.

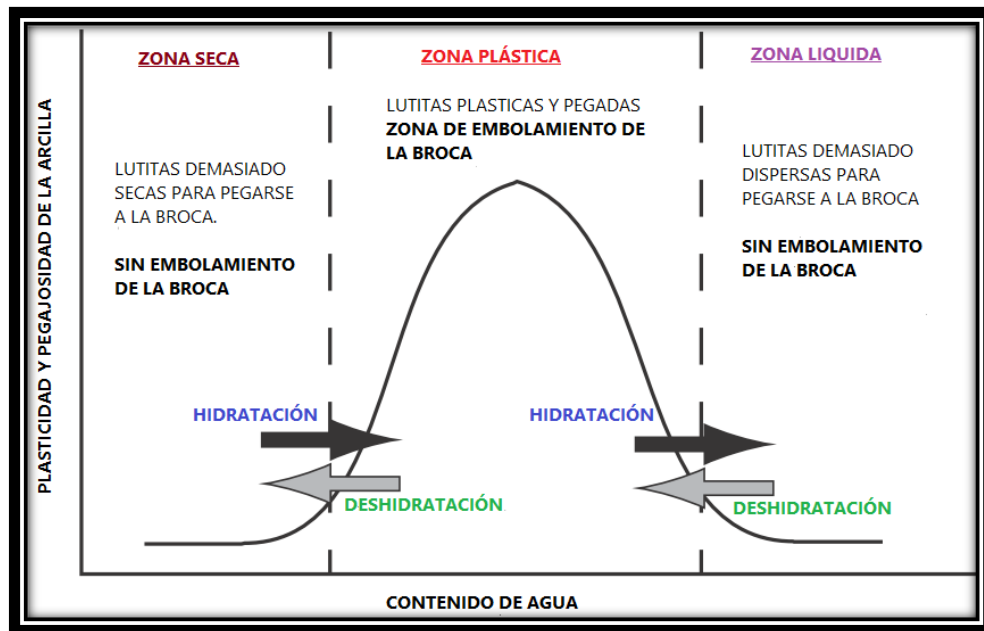
1.3.2.1 Embolamiento de la broca. Al perforar formaciones arcillosas los esfuerzos se liberan y pueden inmediatamente provocar la hidratación de la misma. Los recortes de perforación adsorberán agua de cualquier fuente disponible, luego se ubicarán en las superficies de la broca, causando el embolamiento de la misma.

El embolamiento de la broca afecta en gran medida la velocidad de penetración (ROP) y la capacidad de limpieza del hueco, por lo tanto se ve involucrado en los costos de perforación.

La probabilidad para que los recortes se mantengan sobre la broca dependerá en gran medida de los esfuerzos y de la plasticidad, la cual es función del contenido de agua y tipos de arcilla.

Al incrementar el contenido de agua de una arcilla inicialmente seca esta se acercara a la zona límite por debajo de la plástica (**ver figura 1**). En esta zona, el material es demasiado seco para presentar una tendencia a la pega. Por encima del límite plástico hay alto contenido de agua, y la tendencia a la pega incrementara rápidamente. Si el contenido de agua incrementa mucho más, el límite del líquido es alcanzado, por lo tanto el material estará muy limitado a los esfuerzos internos y se dispersara. El material se quitara fácilmente de la broca mediante la circulación del fluido de perforación lo cual genera una perturbación (dispersión) en el material.

Figura 1. Modelo para comprender el fenómeno de embolamiento con sus respectivas zonas.



Fuente. Eric Van Oort, "On the physical and chemical stability of shales", Journal petroleum science & Engineering, 2003

Por medio la **figura 1**, nos podemos dar cuenta que existe una zona con alta tendencia al fenómeno de embolamiento: la zona plástica, con un contenido intermedio de agua. La posición de esta zona dependerá del tipo de lutita, las arcillas presentes en ella y el contenido de agua, y por lo tanto de la presión de hinchamiento.

1.3.2.2 Anillos de lodo. Los anillos de lodos generan tiempos no productivos y tienen su origen las siguientes tres causas:

Perforación rápida a través de formaciones que contienen altos porcentajes de arcillas hinchables. Estas arcillas tienden a adherirse en forma de anillos como su nombre lo indica mientras van circulando por el anular del pozo, luego estas llegan a superficie y taponan el sistema de control de sólidos.

Puede ocurrir después de realizar un viaje de limpieza cuando se perfora a través de formaciones plásticas comprimidas. En el momento de realizar una tensión sobre la tubería, puede dar origen a que se desprendan fragmentos de la pared del pozo y estos se adhieren a la tubería en forma de anillo causando los mismos problemas mencionados anteriormente.

Pobre limpieza del hueco. Los ripios se pueden agregar a la tubería cuando la velocidad del anular es muy baja formándose anillos alrededor de la tubería.

Algunas medidas preventivas para la formación de anillos de lodos: (1) reducir la tasa de perforación cuando se perforan arcillas altamente hidratables, (2) tener un buen diseño de la hidráulica del pozo con el fin de asegurar una buena limpieza del hueco, (3) asegurarse de que el lodo este completamente hidratados con esfuerzos de gel no progresivos y (4) agregar pequeñas cantidades de surfactantes en el tanque de succión.

1.3.2.3 Pega de tubería. Las lutitas inestables pueden causar la pega de tubería cuando caen dentro del pozo, este fenómeno ocurre cuando estas formaciones son sensibles al agua y son perforadas con una inhibición insuficiente. La perforación a través de lutitas reactivas es indicada principalmente por aumentos de la viscosidad embudo, del punto cedente, los esfuerzos de gel, la prueba de azul de metileno y en ocasiones el peso del lodo. Esto se reflejara en aumentos de torque, arrastres y presión de bombeo.⁴

En la **tabla 4**, se resume los problemas asociados al control ineficiente de solidos arcillosos cuando se perforan formaciones de lutitas.

Tabla 4. Problemas asociados al control ineficiente de arcillas.

PROBLEMAS	INDICACIÓN	CAUSA	SOLUCIÓN
Mala limpieza del hueco	<ul style="list-style-type: none"> • Aumento en la densidad equivalente de circulación (ECD). • Pérdidas de circulación. • Pega de tubería. • Aumento del peso del lodo. 	<ul style="list-style-type: none"> • Baja reología. • Alto ROP. • Inestabilidad de hueco y/o derrumbes. • Baja tasa de flujo. 	<ul style="list-style-type: none"> • Aumentar la reología con la adición de un viscosificante. • Incrementar la tasa de flujo. • Reducir la ROP.
Aumento del pH	<ul style="list-style-type: none"> • Aumento del Ph sobre 10 	<ul style="list-style-type: none"> • Cemento de perforación 	<ul style="list-style-type: none"> • 1.0-2.0 lpb de bicarbonato de sodio. • 1.0-2.0 lpb de ácido cítrico.
Alto contenido de sólidos	<ul style="list-style-type: none"> • Aumento del peso del lodo. • Aumento de los sólidos de baja gravedad. • Aumento del MBT y del contenido de arena. • Incremento de la viscosidad plástica y los esfuerzos de gel. 	<ul style="list-style-type: none"> • Control reducido de arcillas. • Alta ROP. • Ausencia de un sistema inhibidor. • Ineficiencia del equipo de control de sólidos 	<ul style="list-style-type: none"> • Dilución con salmuera, agua o un nuevo lodo. • Adicionar un adelgazante. • Aumentar la concentración de inhibidor de amina anfótera.
Aumento de la dureza	<ul style="list-style-type: none"> • Fluido de alta dureza (sobre 400 mg/l) 	<ul style="list-style-type: none"> • Cemento de perforación. • Agua de perforación contaminada 	<ul style="list-style-type: none"> • 1.0-2.0 lpb de bicarbonato de sodio. • 0.5-1.0 lpb carbonato sodio.

⁴ Manual de fluidos de perforación Mi-Swaco, "Capitulo 15: Pega de tubería", 2001

Tabla 4. Problemas asociados al control ineficiente de arcillas (continuación)

PROBLEMAS	INDICACIÓN	CAUSA	SOLUCIÓN
Hinchamiento , dispersión y desprendimiento de arcillas	<ul style="list-style-type: none"> • Aumento del MBT. • Cortes de perforación excesivos. • Washout. • Depleción del inhibidores. • Hueco apretado en viajes. 	<ul style="list-style-type: none"> • Inestabilidad química y mecánica de la arcilla. • Ausencia de un sistema de inhibición. • Ausencia de un encapsulador en el lodo. • Bajo peso del lodo. 	<ul style="list-style-type: none"> • Aumentar la concentración del inhibidor tipo amina. • Aumentar la concentración de sal. • Aumentar el peso del lodo.
Pega de tubería	<ul style="list-style-type: none"> • Hueco “pegajoso”. • Sacudidas para liberar la tubería. • Pega de tubería. 	<ul style="list-style-type: none"> • Baja calidad de la torta de filtrado. • Arenas depletadas. • Alto contenido de sólidos. • Pérdidas del lodo a la formación • Alta ECD. 	<ul style="list-style-type: none"> • Aumentar la concentración del controlador de filtrado para mejorar la torta de filtrado. • Adicionar lubricante al lodo. • Adicionar agente puenteantes al lodo. • Reducir el peso del lodo • Reducir la reología. • Reducir la tasa de flujo. • Mejorar la limpieza de hueco. • Reducir el contenidos de sólidos • Buenas prácticas de perforación.

Fuente: Tomado y modificado de HALLIBURTON, “Baroid Fluids Handbook”, 2012

1.3.3 Evaluación de la inestabilidad de pozo. La inestabilidad de pozo independientemente de las causas que la originaron, ya sean mecánicas o químicas, o ambas interrelacionadas, se manifiesta de la siguiente manera:

1.3.3.1 Cambios en la geometría del pozo. La mayoría de los pozos no han quedado perforados con el diámetro de la broca con que se hicieron. Frecuentemente el diámetro es mayor debido a que la broca perforo un poco fuera

de centro, por el derrumbe de lutitas o porque se han caído las paredes. En otras ocasiones el diámetro puede ser menor.

Las condiciones finales del diámetro de hueco se evalúan a través del registro Caliper, este proporciona un perfil del hueco indicando agrandamientos y reducciones del hueco.⁵ Los cambios en la geometría son los siguientes:

1.3.3.1.1 Hueco estrecho, cerrado o “tight hole”. La reducción de diámetro del hueco se da por el colapso en formaciones de arena, sales y lutitas blandas (plásticas), estas últimas también conocidas como lutitas gumbo son a medida pegajosas y contienen cantidades considerables de minerales hinchables, como la esmectita que causan problemas como embolamiento de la broca y acumulación de sólidos, que se traduce en la mala limpieza del hueco y pega de tubería.⁶

1.3.3.1.2 Hueco agrandado, lavado, erosionado o “washout”. Es causado principalmente por la erosión debido a la alta intensidad del flujo de lodo cercana a la broca, o puede estar relacionado al ablandamiento de las formaciones por fallas mecánicas. A medida que el hueco se agranda ocurren dos cosas, primero, el volumen de aumento y la geometría irregular del hueco reducen la efectividad del lodo para sacar el material del hueco y segundo, las áreas del hueco agrandado permiten el asentamiento de material. Los registros Caliper sugieren que el hueco puede aumentar hasta el doble del diámetro perforado, en las 12 horas siguientes de haber sido perforado.

El material asentado en estas áreas agrandadas tiene una tendencia a causar puentes, y cuando un área de desprendimiento se sobrecarga con material, dicho material se puede descargar en el hueco causando un empaquetamiento repentino o un viaje problemático debido a las acumulaciones de recortes.

⁵ HAKER, D, VOGT, K, “Manual de Perforación, Procedimientos y operaciones del pozo” DATALOG, 2001.

⁶ HOLT, R.M, HORSRUD, P, et al, “Petroleum Related Rock Mechanics” Second Edition 2008.

Los resultado del Caliper sugieren que las lutitas quebradizas pueden desprender hasta 3 veces el diámetro perforado, es decir que un hueco de 12-1/4" se puede agrandar hasta 37", el de 8-1/2" hasta 25" y el de 6" hasta 18". Esta información es muy importante y se debe tener en cuenta para propósitos de limpieza de hueco. También se debe recordar que el desprendimiento de las paredes del hueco puede ser catastrófico causando una descarga rápida de un gran volumen de derrumbes que puede causar el colapso de pozo.⁷

1.3.3.2 Comportamiento de los viajes de tubería. Cuando se presentan restricciones en la tubería en los viajes de bajada, la principal señal es la disminución del peso de la tubería, cuando esto ocurre se debe levantar la tubería al punto libre y luego se baja colocando peso sobre la broca (de 10.000 lbs máximo) bajo las mismas condiciones hidráulicas de perforación, esta operación correctiva se conoce como *reaming*.

Si las restricciones se presentan en el momento de subir la tubería, se identificará con el aumento del peso de la tubería y el proceso a llevar a cabo es similar al reaming, se baja la sarta al punto libre y luego se sube la tubería rotando con una tensión máxima de 10.000 lbs, bajo los mismos parámetros hidráulicos, a esta operación se le conoce como *back-reaming*.

La etapa final de la evaluación de la inestabilidad del pozo consiste en comparar los intervalos que tuvieron restricciones al meter y sacar tubería con los diámetros finales de estos, obtenidos a través del Caliper, de esta forma se cuantifican las secciones críticas del pozo. Luego si se quieren atacar las causas mecánicas de la inestabilidad se debe controlar la densidad del lodo y realizar estudios geomecánicos, pero si se quieren abordar las causas químicas, es cuando se hace necesario iniciar un programa de corazonamiento.

⁷ "Procedimiento para pegas de tubería durante la perforación" Petroworks.

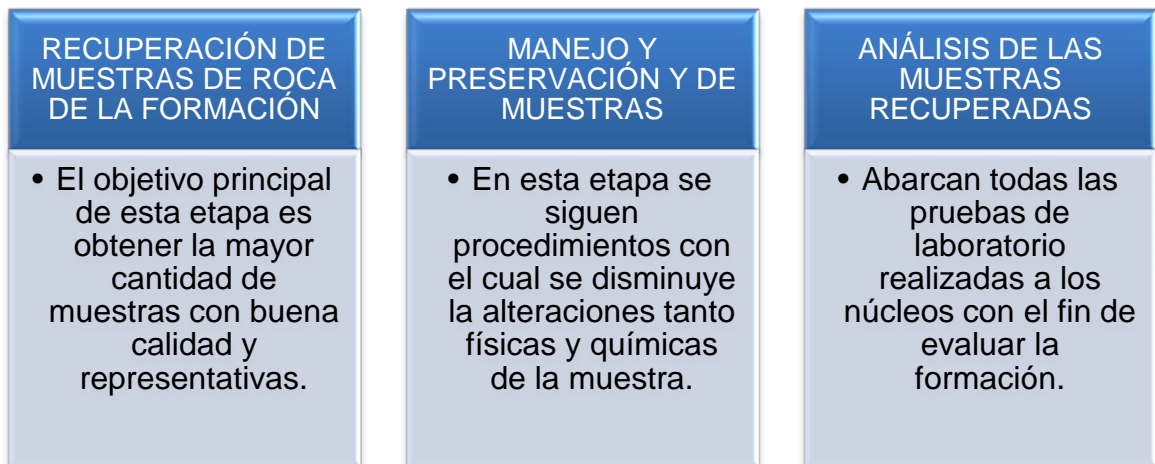
1.4 PROGRAMA DE CORAZONAMIENTO EN LA ZONA SUPRAYACANTE A LA FORMACIÓN PRODUCTORA

El corazonamiento es la extracción y obtención del material de la formación obtenida desde un pozo. El objetivo es obtener una muestras de corazón en un estado sin daño e inalterados físicamente. El material obtenido de la formación podría ser roca sólida, roca friable, conglomerados, arena no consolidada, carbón, shales o arcillas.

Los núcleos son entonces una muestra continua de roca obtenidas mediante la perforación con una broca especial hueca, la cual corta tramos de hasta 65 pies de longitud con un diámetro máximo 0,66 pies. Estas muestras son llevadas a superficie para posterior análisis.

Un programa de corazonamiento se divide en tres etapas (**ver figura 2**):

Figura 2. Etapas de un programa de corazonamiento



Este proyecto se enfoca en la tercera etapa del programa de corazonamiento el cual incluye el análisis de los núcleos en la evaluación de formaciones y su interacción con el fluido de perforación.

El análisis de núcleo es la mejor forma de evaluar las formaciones ya que proporciona información relevante cuya obtención no es posible por ningún otro medio. Los núcleos presenta las siguientes ventajas: (1) permiten la caracterización geológica continua de la formación, (2) están asociados a una profundidad exacta, (3) si son tomados adecuadamente estarán libres de fluidos de perforación, (4) por su volumen y características es de gran versatilidad siendo adecuados para realizar diferentes tipos de análisis que con muestras de menor volumen no pueden ser realizadas.

El análisis de corazones involucra las siguientes pruebas⁸:

- Mediciones convencionales (porosidad y permeabilidad).
- Prueba de retorno de permeabilidad.
- Determinación de la saturación de fluidos la cual es realizada generalmente por extracción Dean Stark o resonancia magnética nuclear.
- Análisis petrofísicos (relajación por resonancia magnética nuclear, tomografía computarizada).
- Análisis petrográficos (microscopía electrónica de barrido, análisis de secciones delgadas).
- Mineralogía (difracción de rayos X, fluorescencia con rayos X).

La primera etapa de la optimización química de un fluido de perforación base agua consiste en la caracterización mineralogía y petrografía de los núcleos. La metodología planteada en este texto para el análisis petrográfico incluye las pruebas de SEM, y análisis de secciones delgadas a través de un microscopio óptico, y en cuanto al análisis mineralógico involucra la técnica de difracción rayos X (XRD) y el análisis mineralógico a través del sistema de energía dispersiva de rayos X (EDX) provisto por el SEM.

⁸C.H. Van der Zwaag, "Benchmarking the formation damage of drilling fluids", Artículo SPE 86544, 2004.

Generalmente en la planificación de un adecuado programa de corazonamiento se recomienda seguir las fases que se observan en la **figura 3**.

Figura 3. Fases de planeación de un programa de corazonamiento



Fuente. Tomado y modificado RODRIGUEZ, E., ROA, F., "Metodología para el manejo y preservación de corazones de pozos tipo Slim Hole. Aplicación cuenca cauca-patia", Tesis de grado UIS, 2011.

Para garantizar que el programa de corazonamiento sea exitoso es necesario tener en cuenta las siguientes consideraciones: (1) tomar los núcleos lo más pronto posible en el transcurso de la perforación, evitando al máximo su exposición a las condiciones ambientales, (2) manejar y preservar los núcleos con el mejor procedimiento posible, para minimizar la alteración de las propiedades físico-químicas, (3) analizar cuidadosamente los núcleos para obtener los datos requeridos y (4) preservar y almacenar las muestras utilizadas y el material sobrante para posibles análisis futuros.

1.4.1 Desarrollo de un programa de corazonamiento de zonas suprayacentes a la formación productora. La inestabilidad del pozo es la fuente más grande de problemas durante la perforación representado en los tiempos no productivos y otros sobrecostos sobre la perforación. Este problema ocurre principalmente en lutitas que contienen una alta cantidad de minerales arcillosos, cuando están en contacto con el fluido de perforación. Las lutitas representan el 75% de las formaciones perforadas y el 25% restante está compuesto por areniscas, formaciones salinas, carbonatos, carbón, conglomerados, etc.⁹

Por lo anterior en la formación suprayacente a la formación productora habrá gran presencia de lutitas que causarán la inestabilidad del pozo, estas pueden ser corazonadas para caracterizarlas mineralógicamente con el fin de seleccionar el sistema del fluido de perforación adecuado y finalmente optimizar la perforación. A continuación se plantea un protocolo para la extracción, manejo, preservación y preparación de núcleos de lutitas:

Tabla 5. Protocolo para el corazonamiento de formaciones arcillosas.

No	CARACTERISTICAS
1. Determinar el objetivo del corazonamiento	Caracterización mineralógica, análisis petrográficos (morfología y textura), presencia y orientación de fracturas, distribución y tamaño de poro, medición de la interacción roca fluido y toma de registros.
2. Determinación de las pruebas de análisis de núcleos:	Microscopía electrónica de barrido (SEM), Difracción de rayos X (XRD), Microscopía óptica de secciones delgadas, Prueba de azul de metileno (MBT), Prueba de hinchamiento lineal, Prueba de dispersión, Prueba de tiempo de succión capilar (CST), Prueba de acreción, Prueba de inmersión, Prueba de desarrollo de fracturas y prueba de dureza.
3. Selección de las profundidades a corazonar:	Los intervalos a corazonar, serán las secciones de pozo de la zona suprayacente a la formación productora que presentaron mayor inestabilidad, es decir, donde se presentaron restricciones en los viajes de subida y bajada de tubería, y que son comparados con su respectivo diámetro final (obtenido a través del Caliper).

⁹ KHODJA, M., COHAUT, N., et al., "Drilling fluid Technology: performances and environmental considerations", 2010.

Tabla 5. Protocolo para el corazonamiento de formaciones arcillosas (continuación)

No	CARACTERISTICAS
4. Selección del fluido de corazonamiento.	El fluido utilizado se selecciona analizando aspectos de seguridad, ambientales, técnicos y de costos. Técnicamente el fluido de corazonamiento debe evitar los daños en el núcleo. Las formulaciones químicas de estos fluidos deben excluir aditivos surfactantes, inhibidores de corrosión, lignosulfonatos, bactericidas, adelgazantes y lubricantes. El pH del fluido se debe mantener menor de 9 (utilizando soda cáustica y bicarbonato de sodio)
5. Selección del equipo de corazonamiento	Las formaciones arcillosas se pueden perforar con un equipo que contenga barril de corazonamiento convencional de acero. También se pueden utilizar barriles internos desechables de plástico, aluminio, fibra de vidrio y acero dulce. Por otro lado están los equipos de corazonamiento por wireline permiten la recuperación del núcleo sin necesidad de sacar la tubería.
6. Selección del tipo de broca	Para una formación arcillosa dura se puede utilizar una broca impregnada de diamante natural y para formaciones arcillosas más blandas y arcillas tipo gumbo se utiliza un broca policristalina de diamantes compactos (PDC). ¹⁰ (Ver figura 4)
7. Extracción de los núcleos y toma de registros de pozo.	<p>Se rota el ensamblaje de corazonamiento a 5-70 rpm con las bombas encendidas a la rata de circulación deseada. Se baja el barril corazonador hasta el fondo, se aplica un WOB inicial menos a 5000 lb/s y se mantienen estos parámetros hasta que la corona haya cortado un perfil inicial sobre fondo.</p> <p>Cuando el perfil es cortado (1 a 3ft de núcleo) se aumenta el WOB en incrementos de 2000 lb y se mantiene una velocidad de 80 rpm, mientras se observa la respuesta del torque a la rotaria. Finalmente se ajusta el WOB y las rpm para alcanzar una rapidez óptima.</p>
8. Recuperación de los núcleos	Remoción del núcleo del barril interno tan pronto sea posible. Cualquier retraso en la retirada del núcleo del barril interno debe ser reportado.
9. Manejo y preservación del núcleo	Los núcleos de formaciones arcillosas deben ser manejados y preservados adecuadamente con el fin de evitar la movilización de arcillas intersticiales y minerales de grano fino, el hinchamiento de arcillas y degradación asociada a propiedades mecánicas de la lutita. Sin embargo aunque, el núcleo sea manejado con mucho cuidado, si las formaciones son muy fisibles, puede ser imposible obtener especímenes lo suficientemente grandes para el análisis de núcleos. Por tal razón se debe remover el exceso de agua y preservar inmediatamente para detener la desecación. Para reducir fragmentación de las formaciones arcillosas se puede envolver el núcleo con cinta adhesiva, empaques de fibra de vidrio de manera perpendicular a los planos de fisibilidad (de rotura).

¹⁰ "Recommended Practices for core analysis" API, Second Edition 1998.

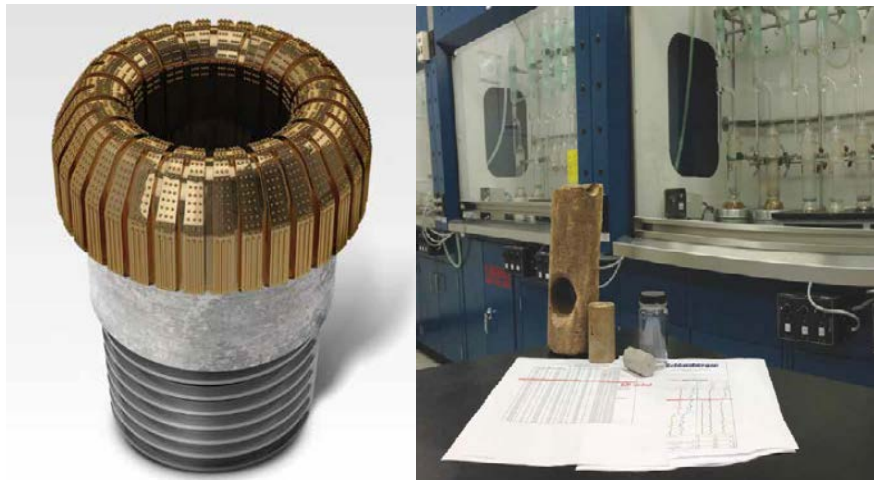
Tabla 5. Protocolo para el corazonamiento de formaciones arcillosas (continuación)

No	CARACTERISTICAS
10. Procesamiento del núcleo:	El núcleo se lleva a una mesa de observación donde se mide y se registra el porcentaje de recuperación. Luego se extiende el núcleo y se realiza la descripción geológica. Seguidamente se mide, se marca el núcleo con una línea roja a la derecha y una línea negra en la izquierda mirando de base a tope y se corta el núcleo cada tres pies para almacenado en una caja estándar.
11. Transporte al laboratorio:	Las lutitas fisibles son sensibles a la temperatura, por lo tanto se debe mantener la temperatura constante durante el transporte. Así mismo se debe evitar el movimiento excesivo del núcleo durante el transporte.
12. Comparación rayos gamma del pozo-laboratorio.	Se toman rayos gamma al núcleo para compararlos con los registros de pozo y así correlacionar la profundidad del núcleo con la del registro e identificar los intervalos de pérdida del núcleo (ver figura 4).
13. Barrido por tomografía computarizada (TC)	La TC es una técnica no invasiva, que no requiere de ninguna preparación previa del núcleo y puede ser efectuada rápidamente a los núcleos expuestos o dentro del tubo extractor. Esta técnica proporciona una imagen 3D del núcleo entero y permite un reconocimiento rápido a través del núcleo, permite la detección y evaluación de rasgos internos, tales como planos de estratificación, fracturas, características de los poros y regiones con mineralogía diferente. Así la TC provee el grado de homogeneidad de la muestra y las partes dañadas del núcleo para seleccionar las partes del núcleo de donde se van a extraer los plugs para análisis posteriores. (Ver figura 5)
14. Fotografías a los núcleos con cámara digital	Se toman fotografías a los núcleos con una cámara digital conectada a un computador que digitaliza, despliega y transmite las imágenes. La fotografía ayuda a resaltar las características geológicas y petrofísicas, estas imágenes en color, de alta resolución proporcionan un registro visual importante de la litología, las características de estratificación, los contactos, las fracturas, los fósiles, la porosidad y las variaciones sedimentológicas que pueden ser estudiadas con más detalles cuando el núcleo se someta a pruebas posteriores.
15. Submuestreo.	Se utiliza una fresa o una taladradora con una broca de diamante para perforar muestras de núcleos a partir de un núcleo de diámetro completo, se obtienen plugs de 38 mm de diámetro y 64 mm de largo con una cara plana en cada extremo y luego se aplica un acabado de precisión utilizando una rectificadora frontal. (ver figura 5)
16. Limpieza y extracción de los fluidos.	Para la extracción de los fluidos a núcleos de formaciones arcillosas que tienen arcillas muy finas, con estructuras minerales delicadas, se emplea la <i>extracción continua por solvente</i> , estos núcleos se limpian con una serie de solventes mutuamente miscibles, que se inyectan en secuencia, de modo que cada solvente desplaza un fluido intersticial específico y cada solvente de la secuencia es desplazado por el siguiente.

Tabla 5. Protocolo para el corazonamiento de formaciones arcillosas (continuación)

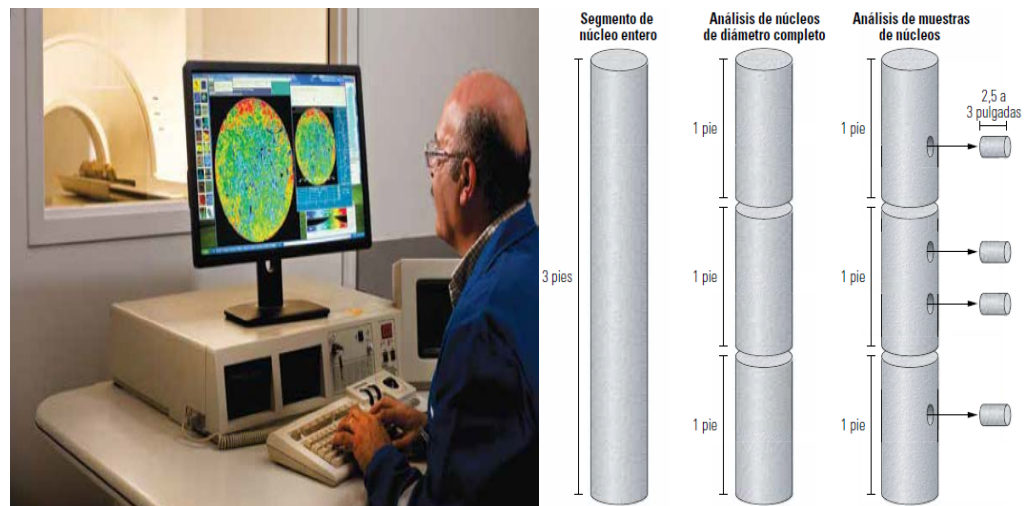
No	CARACTERISTICAS
17. Secado de núcleos	Para el secado de núcleos de formaciones arcillosas muy hidratables, se utiliza un horno provisto de un sistema de inyección de vapor de agua para regular la humedad relativa del núcleo.
18. Almacenamiento	Una vez secado el núcleo o los plugs, se almacenan cuidadosamente para sus posteriores análisis.

Figura 4. Broca corazonadora PDC y correlación de registros de rayos gamma en laboratorio



Fuente. ANDERSEN, M, DUNCAN B, MCLIN R, “Los núcleos en la evaluación de formaciones” Oilfield Review, Schlumberger, 2013.

Figura 5. Barrido por TC de un núcleo entero y obtención de plugs a partir de un núcleo entero.



Fuente. ANDERSEN, M, DUNCAN B, MCLIN R, “Los núcleos en la evaluación de formaciones”
Oilfield Review, Schlumberger, 2013.

2 TÉCNICAS DE LABORATORIO PARA LA CARACTERIZACIÓN DE CORAZONES DE FORMACIONES ARCILLOSAS.

Con el fin de seleccionar el fluido de perforación base agua (WBM) adecuado para perforar una determinada formación arcillosa y de esta forma mitigar o evitar la inestabilidad química en futuras perforaciones de dicha formación, se debe tener una excelente caracterización mineralógica de los corazones, la cual es conseguida por medio de diferentes técnicas no destructivas como el análisis de sección delgada, la difracción de rayos x (XRD), y la microscopía electrónica de barrido (SEM).

La interacción entre las arcillas y los fluidos de perforación es una consideración muy importante cuando se analizan los problemas durante la perforación como se mencionó en el capítulo anterior. Los ingenieros utilizan el término “arcillas” para describir un amplio rango de materiales de roca que son encontrados durante las operaciones de perforación. Por tal razón realizar estas pruebas, ayudarán en la selección de la composición del fluido de perforación que sea menos reactivo con cada intervalo particular de arcilla.

En la planeación y ejecución de las pruebas para evaluar la interacción de los fluidos de perforación con las arcillas, el primer paso es analizar las muestras de corazones que se encuentran disponibles. Puede haber una tendencia en los estudios de ingeniería de la arcilla en enfatizar en valores cuantitativos, como los que arroja el (CEC), o en medidas semicuantitativas, como el porcentaje de composición mineral a partir de la difracción por rayos X. Sin embargo, si se requieren aspectos cualitativos de la arcilla para una descripción geológica, el análisis de sección delgada y la microscopía electrónica de barrido (SEM) pueden arrojar más información sobre minerales arcillosos específicos. La identificación de características como las fracturas, estado de consolidación, tipo de estratificación y

capas delgadas de materiales orgánicos también ayudaran a entender como los fluidos reaccionan para desestabilizar las arcillas.¹¹

2.1 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO.

Es una medición de los cationes intercambiables presentes en las arcillas en una muestra de lutita. Algunos átomos diferentes del sílice, aluminio y magnesio pueden ser encontrados en una red cristalina debido a un proceso conocido como sustitución isomorfa. Este fenómeno es la sustitución de un átomo por otros átomos de tamaño similar pero con una carga menor y sin alterar la estructura general de la red cristalina. Por ejemplo, en una capa tetraédrica, Si^{4+} podría ser reemplazo por Al^{3+} o Fe^{3+} , y en una capa octaédrica el Al^{3+} podría ser remplazado por Mg^{2+} y Fe^{2+} originando un déficit de carga global causando un potencial negativo en la superficie de la arcilla.¹²

La medición del CEC esta expresada en miliequivalentes por 100 gramos de arcilla (meq/100 gramos) y puede ser medido en laboratorio a través de la prueba azul de metileno (MBT)

Tabla 6. Valores de CEC de los minerales arcillosos encontrados en lutitas y arenas.

TIPO DE ARCILLA	CONCENTRACIÓN (MEQ/100 G)
Esméctica	80 – 120
Ilita	10 – 40
Caolinita	3 – 15
Clorita	10 – 40
Arena	< 0,5

Fuente. HALLIBURTON, “Baroid Fluids Handbook”, 2012

¹¹ STEPHENS, M, GOMEZ, S, CHURAN, M, “Laboratory Methods to Asses Shale Reactivity with Drilling Fluids”, Artículo AADE, 2009-NTCE-11-04, 2009.

¹² ADESOYE, Kedinde. “Shale characterization for evaluating shale-drilling fluid interaction”. University of Oklahoma. 2009

2.1.1 Prueba de azul de metileno (MBT).

Equipos y Reactivos. Los siguientes materiales son necesarios para determinar la capacidad de azul de metileno – Intercambio catiónico –MBT:

- Jeringa de 3 ml, bureta de 10 ml.
- Micropipeta de 0,5 ml.
- Matraz Erlenmeyer de 250 ml con tapón de caucho.
- Bureta o pipeta de 10 ml.
- Probeta Cilindro graduado de 50 ml.
- Varilla de agitación de vidrio.
- Plato de calentamiento (Hot plate) Placa calentadora.
- Papel filtro: 11 cm de diámetro, Whatman N°1 o equivalente.
- Solución de azul de metileno: 1 ml= 0,01 miliequivalentes 3,74 g de azul de metileno de calidad USP ($C_{16}H_{18}N_3SCL_3H_2O$) por litro.
- Solución de ácido sulfúrico 5 N.

Figura 6. Equipo para realizar la prueba de azul de metileno

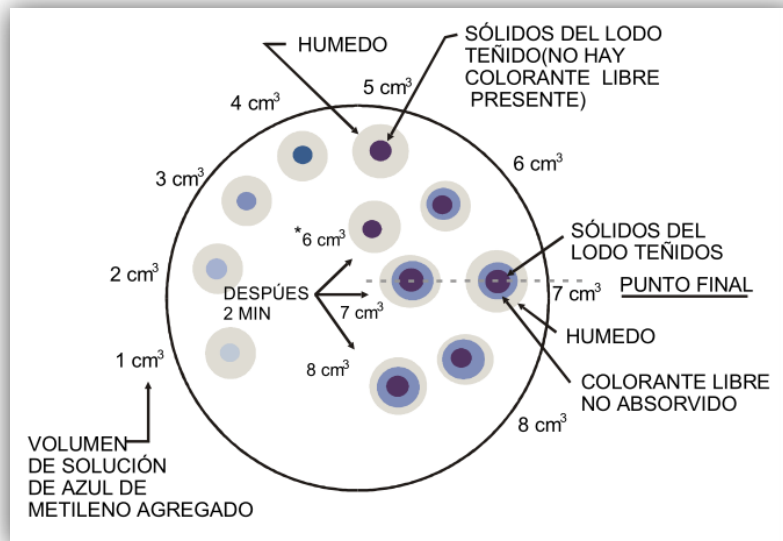


Fuente: FANN, "Methylene blue kit – instruction manual", 2013

Tabla 7. Procedimiento de la prueba de azul de metileno (MBT)

No	PASOS
1	Limpie las trazas de fluido que se encuentran adheridas a la muestra de núcleos y seque a 105° C +/- 3°C por 2 horas.
2	Pulverice la parte del plug a utilizar, usando un mortero y un pistilo. (Asegúrese que este la muestra seca). Luego páselos a través de una malla 75 μ (micrones).
3	Se pesa con precisión una cantidad de aproximadamente 1 g de lutita molida deshidratada, colocándola dentro de un matraz Erlenmeyer de 150 ml y añadiendo 50 ml de agua desionizada. Se hace hervir la lechada de lutita a fuego lento, con 0,5 ml de ácido sulfúrico 5 N, durante 10 minutos.
4	Luego se deja enfriar y se valora la lechada por incrementos de 0,5 ml con la solución de azul de metileno 0,01 N, agitar después de cada adición por alrededor de 30 segundos mientras que los sólidos están suspendidos, extraer una gota de Erlenmeyer con una varilla de vidrio y colocarla sobre el papel filtro. Se alcanza el punto final de valoración (titulación) cuando el colorante aparece en la forma de un círculo de azul verdoso alrededor de los sólidos teñidos.
5	Al detectar el color azul verdoso que se está propagando a partir del punto, agitar el Erlenmeyer durante 2 minutos adicionales y añadir otra gota al papel filtro. Si se observa nuevamente otro círculo azul verdoso, el punto final de valoración titulación ha sido alcanzado. (Ver figura 7). Si el círculo no aparece, repetir la operación anterior hasta que una gota extraída después de agitar por 2 minutos muestre el color azul verdoso.
6	Registrar el volumen (ml) de solución de azul de metileno usado.
7	Capacidad intercambio catiónico (CEC) en miliequivalentes/100 gramos de lutita está dada por la siguiente expresión: $CEC = \text{ml Azul de metileno} / \text{gramo de lutita valorada}$.

Figura 7. Prueba de gotículas para el punto final de la titulación con azul de metileno.



Fuente. ROMAI, Y, "Manual de fluidos de perforación", México, 2008.

2.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (XRD)

La difracción de rayos X permite la rápida identificación de minerales arcillosos y otro tipo de minerales, proporcionando información detallada acerca la estructura cristalográfica de las muestras, la cual puede utilizarse para identificar las fases presentes. Esta técnica es especialmente útil para la identificación de fases de grano fino que son difíciles de identificar por otros métodos de caracterización mineralógica.

Anteriormente se usaba la técnica XRD sólo para identificar los minerales presentes en las lutitas, pero actualmente cuenta con la capacidad de proporcionar un método semicuantitativo para determinar los porcentajes en peso de las fases presentes, incluyendo la fracción de cada fase mineral contenida en las muestras.

2.2.1 Fundamento físico de XRD. El fundamento principal de la técnica de difracción de rayos X es el fenómeno conocido como dispersión “scattering” o difracción de una radiación X cuando incide sobre la materia. Este fenómeno consiste en que parte de la radiación X incidente se desvía de su dirección original de propagación con igual (dispersión elástica) o menor (dispersión inelástica) energía, por la colisión con un electrón.

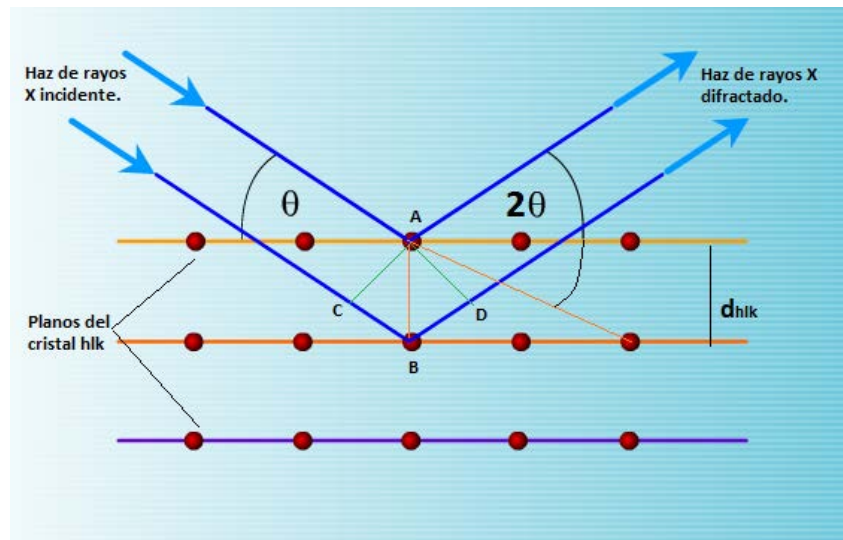
Los fenómenos de difracción se producen cada vez que la luz pasa a través de una estructura periódica, la cual posee características que se repiten regularmente o cuando la luz es reflejada por una estructura de esta clase. Para que la difracción sea observable, la distancia que se repite en la estructura periódica, debe ser aproximadamente igual a la longitud de onda de la luz utilizada.

Una red cristalina es una estructura periódica tridimensional, en donde la distancia que se repite es aproximadamente 10^{-8} cm (distancia que hay entre átomos). Así

pues, es de esperar patrones de difracción cuando los rayos X con una longitud de onda de 10^{-8} cm aproximadamente, pasen a través de los cristales.

Cuando rayos X de longitud de onda λ inciden sobre dos planos de átomos paralelos de índices de Miller (hkl) y son difractados en un ángulo θ , como en la **figura 8**, las ondas difractadas producirán una intensidad máxima en el detector si ambas llegan en fase al localizador; es decir, si la diferencia entre las trayectorias de los rayos es n veces la longitud de onda de los rayos X empleados, $n\lambda$, donde n es un número entero.

Figura 8. Difracción de rayos X por los planos de un cristal.



La **figura 8** también nos muestra cómo puede derivarse la condición necesaria para obtener una intensidad difractada máxima, debido a la diferencia del recorrido de las dos ondas es de $2 \cdot d_{hkl} \cdot \text{sen}\theta$, donde d_{hkl} es la distancia entre los dos planos de la familia con índices de Miller (hkl).

La condición que debe cumplirse a fin de obtener un máximo de intensidad difractada será:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \text{sen}\theta \quad (\text{Ecuación de Bragg})$$

Luego si se representa la intensidad de radiación que llega al detector, frente al ángulo θ , aparecerá un pico cuando se cumpla la condición de Bragg, a dicha representación se le denomina diagrama de difracción o difractograma.

La dirección en la que sale el haz difractado forma también un ángulo θ con la superficie de la familia de planos que difractan, es decir un ángulo 2θ con la dirección de incidencia del haz de rayos X. Además la dirección del haz incidente y la dirección del haz difractado están contenidas en un plano que es perpendicular a la familia de planos que difractan.

Como en un cristal hay distintas familias de planos, con distintos espaciados, existirán también distintas direcciones de difracción y al ser el conjunto de espaciados de un cristal característico para cada especie cristalina, se concluirá que no existen dos sustancias cristalinas que tengan un diagrama de difracción idéntico.

Con la información obtenida de la difracción de rayos X pueden distinguirse claramente dos aspectos complementarios. Por una parte la geometría de las direcciones de difracción, las cuales están constituidas únicamente por el tamaño y forma de la celdilla del cristal. Al conocer estas direcciones será posible identificar el sistema cristalino y las dimensiones de la celdilla.

El siguiente aspecto está dado por las intensidades de los rayos difractados, los cuales están íntimamente ligados con la naturaleza de los átomos y las posiciones que ellos ocupan en la red cristalina, por lo tanto su medida constituye un procedimiento para obtener información tridimensional acerca de la estructura interna del cristal.

2.2.2 Preparación de la muestra para el análisis por XRD. Para estudios de difracción de rayos X, la muestra cristalina se muele hasta obtener un polvo fino

homogéneo. De esta manera, el enorme número de pequeños cristales está orientado en todas las direcciones posibles; y por lo tanto; cuando un haz de rayos X, atraviesa el material, se puede esperar que un número significativo de partículas estén orientadas de tal manera que cumpla la condición de Bragg para la reflexión de todos los espaciados interplanares posibles. Las muestras se colocan en tubos capilares de paredes finas de vidrio y estos se introducen en el haz.

El objetivo de la preparación de la muestras para XRD es la separación de la fracción arcillosa presente en la muestra recepcionada para la respectiva identificación de las fases minerales mediante la difracción de rayos X de muestras policristalinas. Este procedimiento aplica para muestras minerales sin tratamientos químicos previos, a las cuales se les pretenda identificar las fases arcillosas que la componen.

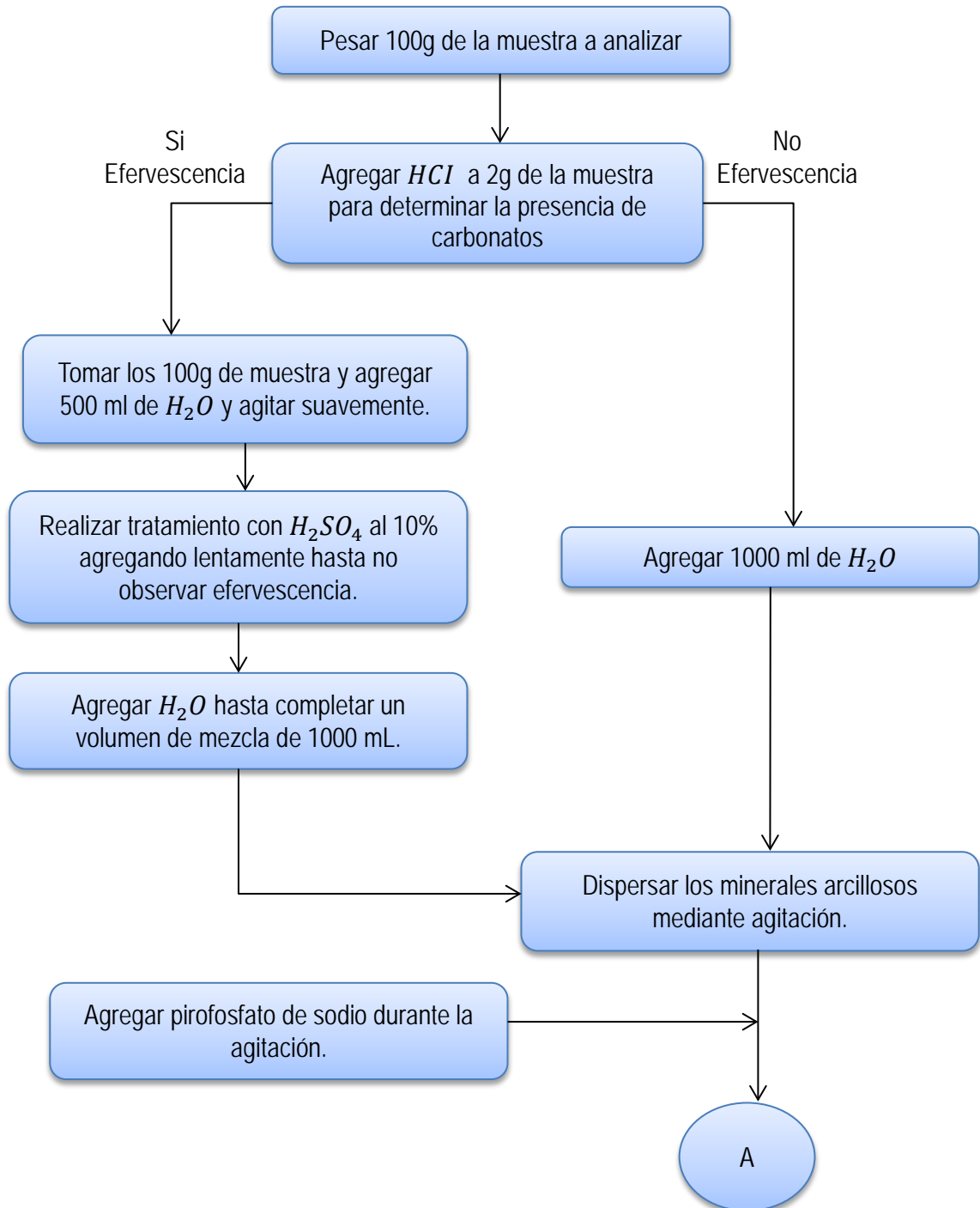
Materiales y reactivos

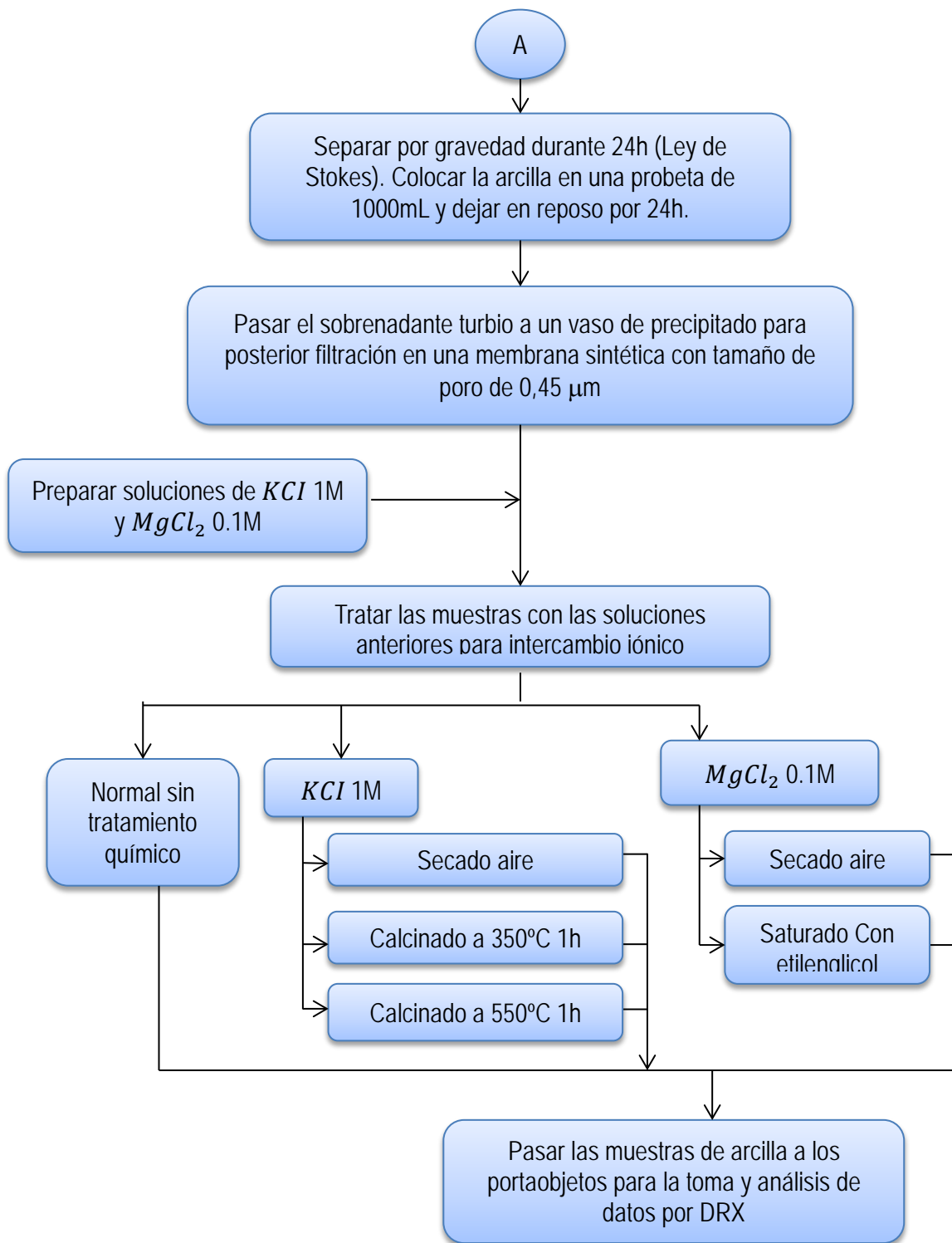
- Equipo de filtración al vacío.
- Membrana sintética con tamaño de poro de 0,45 μm .
- Vaso de precipitado y una probeta de 1000ml.
- 0,5 gramos de pirofosfato de sodio.
- 10 ml de solución de *KCl* 1 M.
- 10 ml de solución *MgCl2* 0,1 M.
- Agua destilada

Para la realización del tratamiento es imprescindible tener la muestra pulverizada de manera que la separación pueda ser efectiva. En la **figura 9**, se aprecia el diagrama correspondiente a la separación de la fracción arcillosa.

2.2.2.1 Procedimiento para el tratamiento químico de las arcilla

Figura 9. Diagrama representativo correspondiente a la separación y caracterización de la fracción arcillosas.





Descripción de las fases del tratamiento químicos de arcillas

Tabla 8. Tratamiento químico de arcillas (agitación y decantación).

AGITACIÓN Y DECANTACIÓN	
No	Pasos
1.	Se introduce la muestra representativa del material a analizar (aproximadamente 100 g) en un vaso de precipitado de 100 mL, el cual se afora con agua destilada agregando 0.5 g de pirofosfato de sodio.
2.	Se lleva a agitación magnética durante 30 minutos.
3.	Se deja en reposo durante 24 horas, tiempo en el cual debe observarse una buena separación de la fracción arcillosa, manifestada en la turbidez de la mezcla. (Ver figura 10) De no ser así, se debe repetir el procedimiento, aumentando el tiempo de agitación a 1 hora.
4.	Se toman aproximadamente los primeros 300 ml de la mezcla y se llevan a un Erlenmeyer. (Ver figura 10) .
5.	Se afora la mezcla con agua destilada, se agita y se deja en reposo durante 24 horas.
6.	Se toma la mezcla de 300 ml y se llevan a otro recipiente (puede ser un vaso de precipitado) y se prepara para la siguiente fase del procedimiento.

Figura 10. Separación y traslado de la fracción arcillosa



Fuente. LABORATORIO DE DRX UIS, Manual de tratamiento químico de arcillas, 2007

Tabla 9. Tratamiento químico de arcillas (filtración e intercambio catiónico).

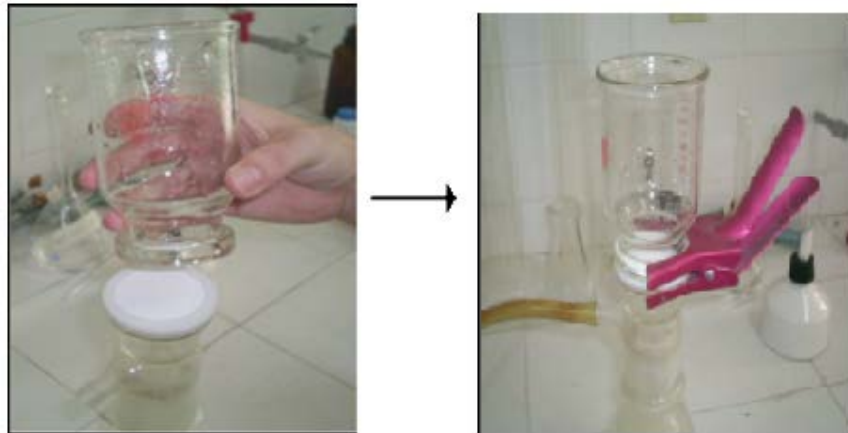
FILTRACIÓN E INTERCAMBIO CATIÓNICO	
No	Pasos
1.	El volumen de mezcla obtenido en el procedimiento anterior se filtra al vacío usando como filtro una membrana sintética con tamaño de poro de 0,45 μm logrando sobre la misma una capa finísima. (ver figuras 11, 12, 13, 14 y 15)
2.	Se deben tener en cuenta las siguientes consideraciones: Filtrado 1: se realiza normalmente sin agregar ningún reactivo extra. Filtrado 2: se realiza por duplicado agregando 5 mL de solución de KCl de concentración 1 M durante el filtrado para que se realice el intercambio iónico. Filtrado 3: se realiza agregando 5 mL de solución $MgCl_2$ de concentración 0,1 M durante el filtrado para que se realice el intercambio iónico.

Figura 11. Membrana sintética usada



Fuente. LABORATORIO DE DRX UIS, Manual de tratamiento químico de arcillas, 2007

Figura 12. Equipo destilación al vacío



Fuente. LABORATORIO DE DRX UIS, Manual de tratamiento químico de arcillas, 2007

Figura 13. Filtración de la fracción arcillosa



Fuente. LABORATORIO DE DRX UIS, Manual de tratamiento químico de arcillas, 2007

Figura 14. Obtención del filtrado de arcilla



Fuente. LABORATORIO DE DRX UIS, Manual de tratamiento químico de arcillas, 2007

Figura 15. Agregados orientados sobre la membrana sintética

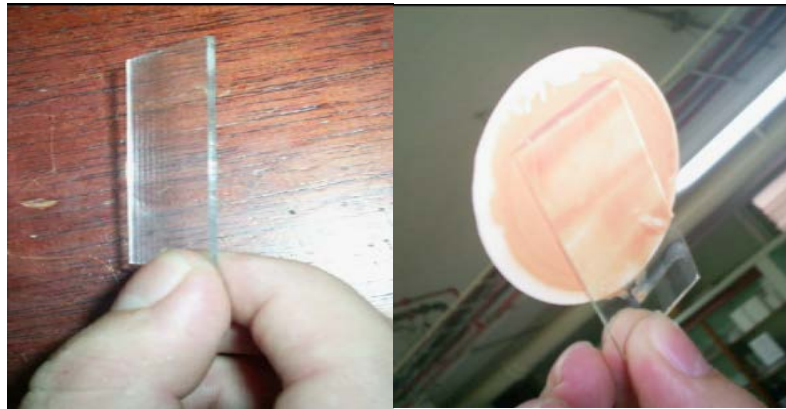


Fuente. LABORATORIO DE DRX UIS, Manual de tratamiento químico de arcillas, 2007

Tabla 10. Tratamiento químico de arcillas (traslado del portamuestra).

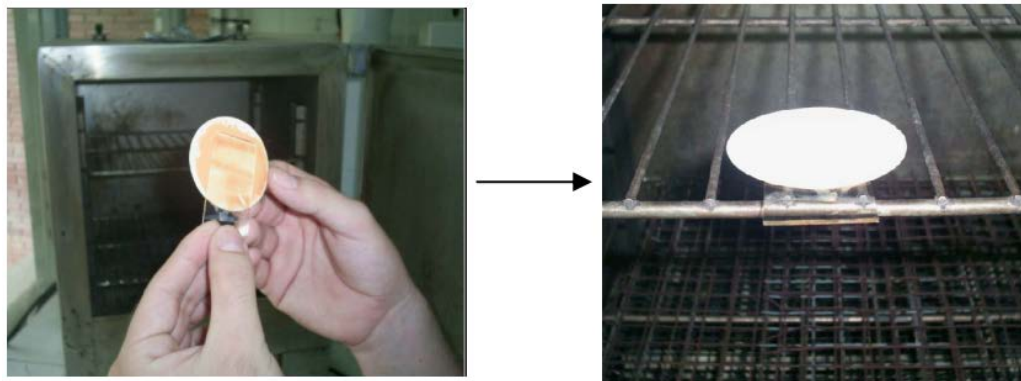
TRASLADO DE PORTAMUESTRA.	
No	Pasos
1.	Las membranas sintéticas que contienen las respectivas capas finas de mineral arcilloso se ubican sobre los portamuestra, que consisten en un rectángulo plano de vidrio de dimensiones 2,5 cm de ancho, 5 cm de largo y 1mm de espesor (ver figura 16), de manera que la capa se adhiera sobre su superficie, tal como se muestra en la figura 16 , cubriendo aproximadamente la mitad de la mismas.
2.	Debe asegurarse que no queden burbujas de aire. Para que ocurra una completa adhesión y se pueda retirar el filtro sin problemas, debe calentarse en un horno a una temperatura de 60 °C aproximadamente durante 3-4 minutos, cuidando de no exceder la temperatura ni el tiempo de exposición, ya que la membrana sintética puede quemarse, (figuras 17 y 18)

Figura 16. Portamuestras usado y adhesión de los agregados orientados de arcilla sobre el portamuestras



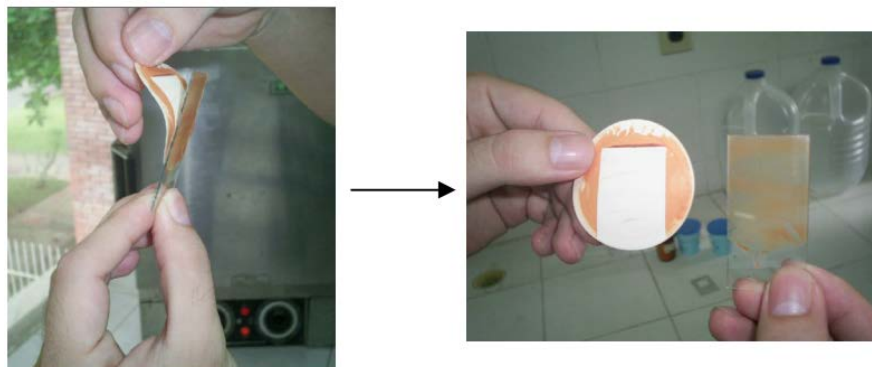
Fuente. LABORATORIO DE DRX UIS, Manual de tratamiento químico de arcillas, 2007

Figura 17. Traslado del portamuestra al horno



Fuente. LABORATORIO DE DRX UIS, Manual de tratamiento químico de arcillas, 2007

Figura 18. Obtención de agregados orientados de arcilla sobre el portamuestra



Fuente. LABORATORIO DE DRX UIS, Manual de tratamiento químico de arcillas, 2007

2.2.3 Difractómetro de polvo de rayos X. En los últimos años la utilidad del método de polvo ha crecido considerablemente y su campo se ha extendido con la introducción del difractómetro de rayos X. Este poderoso instrumento de investigación utiliza radiación monocromática y una muestra finamente pulverizada. Esta técnica presenta características muy interesantes que permiten abordar el estudio cristalográfico de las especies que no presentan o que no es posible obtener en forma de monocristales. El estado de estas especies es el de agregado o polvo cristalino, encontrado en una gran variedad de sustancias que abarcan desde metales y aleaciones hasta la gran mayoría de minerales. El campo de aplicación más importante del método del polvo es la identificación de fases cristalinas, cualitativa y cuantitativamente.

El difractómetro de polvo es un instrumento que registra la información con un detector electrónico de radiaciones y es operado con la ayuda de una computadora, este detector está dotado de un sistema de movimiento continuo y uniforme, que le permite deslizarse a lo largo del intervalo angular donde se producen las reflexiones de Bragg. Sencillamente, el perfil de difracción aparece formado por una serie de máximos de intensidad distribuidos en funciones de los valores angulares, 2θ , de las reflexiones que representan. Las alturas de los máximos, o más exactamente, sus áreas, constituyen magnitudes representativas de las intensidades de las reflexiones.¹³

Las ventajas del difractómetro y sus características se resumen así:

- Alta intensidad difractada.
- Medidas de intensidad con buena precisión.
- Alta resolución en 2θ .
- Automatización electrónica.

¹³ PINTO, J, “Estudio mediante difracción de rayos X del efecto del solvente y la temperatura en la cristalización de nuevos heterociclos 2-(α -Piridinil)-3-(α -Naftil)-1,3-Tiazolidin-4-ona y 2-(α -Naftil)-3-(α -Piridinil)-1,3-Tiazolidin-4-ona” Trabajo de Investigación, Universidad Industrial de Santander, 2012.

- Caracterización cristalográfica mediante la difracción de rayos X de muestras policristalinas.

Una vez realizada la toma de datos, bajo las condiciones de trabajo establecidas, se inicia con el tratamiento de datos, cuyo propósito es extraer los datos útiles a partir del patrón experimental.

2.2.3.1 Tratamiento de datos. Un patrón de difracción está constituido a partir de un número de contribuciones las cuales incluyen la difracción de longitudes de onda deseadas, dispersión y fluorescencia a partir de la muestra y portamuestra, los pasos a seguir son: Aislamiento o smoothing, sustracción del ruido de fondo o background, eliminación de $K\alpha_2$ y localización de los picos. Para este procedimiento se trabaja con un software específico.

2.2.3.1.1 Aislamiento (smoothing). La colección de datos es un proceso estadístico constante que introduce dispersiones aleatorias durante la formación de cada uno de los picos, debido a que este proceso se realiza en cuenta de señales difractadas y colectadas por un detector de tiempo.

Estas dispersiones se pueden remover principalmente mediante aislamiento de datos. Este proceso se desarrolla tomando una cierta cantidad de datos (puntos colectados que forman un pico en el perfil de difracción), donde el punto intermedio de sus datos es reemplazado por el promedio y luego el número de datos a seguir trabajando es incrementado en un dato repitiendo el proceso hasta que todo el perfil sea "suavizado".

Sin embargo el proceso de suavizado y el grado de aislamiento está determinado por el conteo estadístico que el detector asocia con cada pico y el número de datos seleccionado para suavizar cada pico. Por tanto todo ajuste del perfil se realiza mediante el uso de polinomios cuadrados que actúan como filtros digitales que realizan la interpolación entre los puntos seleccionados. El proceso se conoce

como el *método de los mínimos cuadrados* de Savitzky-Golay, donde se establecen los valores a, b y c para cada intervalo de datos.

2.2.3.1.2 Sustracción del ruido de fondo (Background). La radiación que incide sobre la muestra y en algunas ocasiones el portamuestra, puede ser difractada, produciendo una radiación secundaria adicional a la radiación proveniente de la fuente de radiación. Por tanto la radiación X que alcanza al detector esta adicionalmente modificada. Entonces la facilidad de interpretación del difractograma resultante va a depender de la resolución del patrón y la relación señal/ruido dentro de ese patrón.

La operación de diferenciar los picos del ruido de fondo puede ser realizado en dos pasos. El primero es linealizar el patrón para la remover la típica curvatura a bajos ángulos y los máximos de las bandas anchas resultantes de la dispersión de amorfos. El segundo paso es determinar el umbral de los datos estadísticamente significativos.

2.2.3.1.3 Eliminación de $K\alpha_2$. Los rayos X incidentes constan de dos componentes $K\alpha$ ($K\alpha_1$ y $K\alpha_2$) y la relación de sus intensidades es de 2:1 respectivamente. Estos dos componentes se manifiestan en el perfil de difracción como dobletes y por tal razón se hace necesario inicialmente realizar una corrección de la desviación del ángulo de difracción debido a α_1 y α_2 , posteriormente separar los perfiles α_1 y α_2 y eliminar por último el perfil α_2 y así ubicar el pico de mayor intensidad α_1 .

2.2.3.1.4 Localización de picos. Este proceso se basa en un valor de intensidad umbral que se le asigna al programa, el cual es obtenido analizando primero la intensidad del fondo o el ruido del difractograma original. Los perfiles con intensidad mayor o igual que el valor umbral dado son identificados, posteriormente se halla para cada uno de los picos el ancho máximo de la altura

media (FWHM) y por último traza por el punto medio una perpendicular que une el tope del pico con la abscisa (2-THETA), de esta forma es como se encuentra la posición del pico y sus intensidad.

2.2.4 Análisis cualitativo y cuantitativo. Cada sustancia produce un perfil de difracción característico, independientemente que se encuentre en estado puro o formando parte de una mezcla de sustancias. Una vez realizados el proceso de búsqueda de picos, se continúa con la búsqueda por comparación con fichas contenidas en la base de datos PDF-2 (Power Diffraction File) de la ICDD (International Centre for Diffraction Data) que contiene información sobre alrededor de 237.761 sustancias entre elementos, aleaciones, compuestos orgánicos, minerales, etc, actualizada en el año 2011. Este análisis puede realizarse en forma cualitativa, identificando a qué sustancia o sustancias corresponde los perfiles de difracción o cuantitativo, ya que las intensidades de las líneas de difracción de cada fase son proporcionales a la fracción en volumen de esa fase presente en la muestra.

Después de la comparación de los picos con la base de datos, se procede asignación de índices a los perfiles de difracción (indexación), así la indexación de un patrón de difracción es un requerimiento para dar comienzo a la caracterización cristalográfica. El objetivo de la indexación es restituir la tridimensionalidad de los puntos de la red recíproca a partir de los datos de difracción unidimensional, asignado los valores de h, k, l a las familias de planos que corresponde a cada línea de difracción. Esta reconstrucción no es solamente un problema cristalográfico y algebraico, sino que también depende de la precisión de los datos. Hay varios procedimientos para indexar, pero en todos mientras más decrece la simetría del cristal se presenta mayor dificultad, debido a un número mayor de variables a determinar.

Si se requiere cuantificar el material amorfo presente en la muestra, se debe adicionar una cantidad conocida de un material de referencia, entre los que se encuentran: Silicio (Si), Cuarzo (SiO_2), óxido de cromo (Cr_2O_3), óxido de cerio (CeO_2), óxido de aluminio forma alfa-corindón ($\alpha - Al_2O_3$), entre otros.

Para el proceso de cuantificación se realiza un refinamiento del perfil observado con los reportados en la base de datos, por tal razón es necesario hacer el cálculo de los mejores valores de las constantes con el total de las reflexiones observadas. El refinamiento se hace a través del *método de Rietveld* y consiste entonces, en calcular un patrón de difracción con base en las constantes de la celda unidad halladas en el indexado, utilizando el grupo espacial, la densidad y el número de moléculas por celda de unidad (Z). Este perfil de difracción calculado es comparado con el perfil experimental y mediante la variación de las constantes de la celda unidad ($a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$), se ajusta el perfil calculando al experimental mediante el método de los mínimos cuadrados. La diferencia entre los valores calculados y los experimentales es utilizada como criterio de ajuste. En términos generales durante el proceso de refinamiento se tienen en cuenta variables como:

- Factor de escala.
- Factores de ensanchamiento de los picos de difracción.
- Constantes de celda unidad ($a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$).
- Posiciones atómicas.
- Factores de absorción.
- Factores de microabsorción por tamaño de partícula.

Para realizar este análisis de refinamiento se encuentran disponibles una gran variedad de programas tanto comerciales como gratuitos, especializados en diferentes campos del refinamiento que en conjunto proporcionan la estructura más precisa de la muestra que se esté analizando, entre estos se encuentran RIQAS, MAUD, FULL PROFF, JANA.

2.2.4.1 MAUD significa Material Analysis Using Diffraction. Se trata de un programa de análisis general de difracción/reflectividad basado principalmente en el método de Rietveld, pero no está limitado a él. Sus características principales son: (1) Escrito en Java puede ejecutarse en Windows, MacOSX, Linux (2) Fácil de usar, cada acción es controlada por una interfaz gráfica de usuario. (3) Funciona con rayos X, neutrones, TOF (4) Desarrollado para el análisis Rietveld, de múltiples espectros y diferentes instrumentos (5) Análisis de fases cuantitativo, (6) Análisis de microestructuras.

JANA es un programa enfocado a la solución cristalográfica, el refinamiento y la interpretación de estructuras difíciles, especialmente moduladas. El programa calcula estructuras que tienen hasta tres vectores de modulación a partir de polvo, así como datos de cristales únicos medidos con rayos X. Los datos de difracción de entrada se pueden mezclar ilimitadamente. JANA puede manejar estructuras multifase (tanto en polvo como en cristales individuales).

En el laboratorio de difracción de rayos X de la Universidad Industrial de Santander se manejan los siguientes softwares para cada una de las etapas de análisis de difracción por rayos X:¹⁴

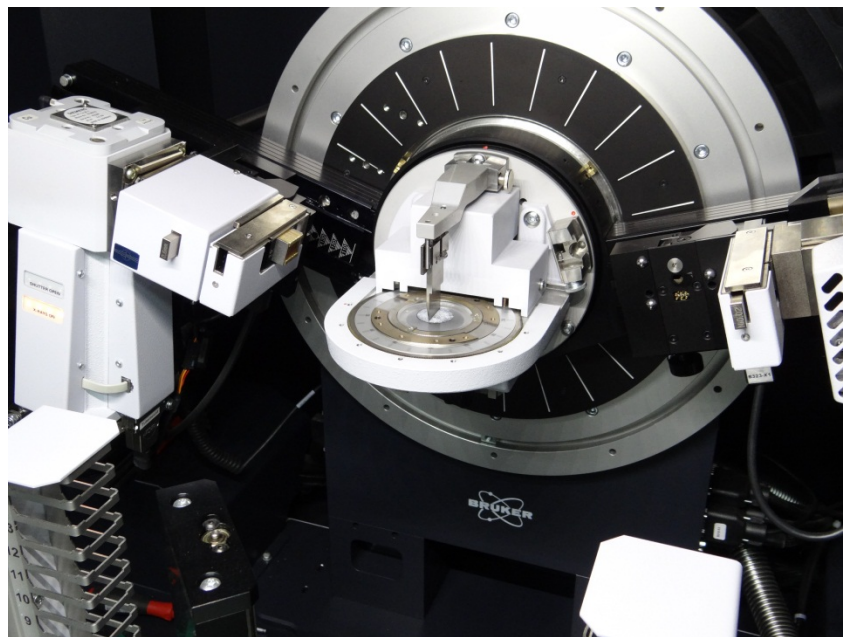
2.2.4.2 Procesamiento de datos. Se utiliza el programa POWDERX con el cual se le aplica al difractograma el suavizado de la señal, la eliminación del background, la radiación $K\alpha_2$ y la asignación de los máximos de difracción. Este programa se puede descargar de la Web como archivo Zip protegido con contraseña, la cual puede ser obtenida enviando un correo electrónico al autor Cheng Dong, a *chengdon@aphy.ac.cn*. Para conocer su manejo el sitio web <http://www.ccp14ac.uk/tutorial/powder/runthr.htm> se encuentra disponible un tutorial que muestra paso a paso el procesamiento a través de este programa.

¹⁴ BLANCO, C.B, VILLABONA S, “Manual Introducción a las prácticas de Laboratorio del Programa de Pregrado de Química” Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Industrial de Santander, 2012.

2.2.4.3 Indexado y cálculo de parámetros cristalinos. El tratamiento consiste en determinar el sistema de cristalización y parámetros de la celda unidad. Para ellos, se emplea cualquiera de los programas DICVOL, ITO o TREOR. Las versiones gratuitas de estos programas se pueden obtener en <http://www.ccp14.ac.uk/cpp/web-mirrors/dicvol/>.

2.2.4.4 Refinamiento de las constantes de celda unidad. Se usan los programas NBS*AIDS83 y Shekel. Este último además permite calcular el grupo espacial; los enlaces para descargar la versión gratuita y acceder a los tutoriales de manejo están disponibles en <http://www.mail-archieve.com/rietveldl@ill.fr/msg01026.html>

Figura 19. Equipo de difracción de rayos X



2.2.4 Análisis cuantitativo de minerales arcillosos. El análisis de la muestra entera también conocida como análisis bulk o análisis total de la roca; tiene como fin la cuantificación de los minerales presentes en una muestra de estudio. En el caso de la cuantificación de las partículas de tamaño arcilloso se hace un poco complejo por su granulación fina y naturaleza laminar. Es por esto que la arcilla

debe ser separada del material con tamaño arena o limo para hacer más precisa su cuantificación.

La cuantificación del material tamaño arcilla en muestras de roca puede ser obtenido por el tamaño de fraccionamiento usando el método basado en la ley de Stokes, donde el material de tamaño arcilla (generalmente menor a 2 micrones) es separado del material más grueso por sedimentación diferencial o centrifugación cronometrada. La muestra es pesada antes y después del fraccionamiento, donde se determina el contenido de partículas tamaño arcilla en porcentaje en peso. Luego la arcilla es depositada en un portaobjetos para su respectivo análisis.

El procedimiento tiene dos grandes fuentes de incertidumbre: (1) presencia de cuarzos, carbonatos y feldspatos de tamaño arcilla y (2) presencia de minerales arcillosos de tamaño arena y/o limo.

Sin embargo la principal ventaja del XRD es la posibilidad de calcular la composición de arcilla de capa mezclada, mientras que da una importante información de la historia diagenética de la roca y con la separación de fracción arcillosa de la muestra será posible la detección de pequeñas cantidades de minerales arcillosos.

2.2.5 Criterios para realizar la lectura del difractograma. Cuando varios minerales arcillosos se encuentran en una muestra, se dificulta su identificación, ya que pueden presentar propiedades similares; tal es el caso de la montmorillonita, clorita y vermiculita que presentan un pico de primer orden a un mismo valor de 14 Å. Por tal razón se deben utilizar criterios adicionales para la interpretación de los difractogramas, teniendo en cuenta que los resultados de la difracción varían no solo con el tipo de mineral, sino también con la clase de catión utilizado en la saturación y con los materiales de solvatación.

Una pauta para un buen análisis es que por lo general se satura con magnesio o potasio, por lo tanto en el caso de la vermiculita saturada con magnesio presentara un pico de 14 Å, y cuando está saturada con potasio, el pico tendrá una amplitud de 10 Å.

En ocasiones algunos compuestos orgánicos como el etilenglicol y el glicerol ayudan en la interpretación de los difractogramas ya que ellos actúan sobre los minerales expandibles orientándose en la superficie laminar de la arcilla y produciendo su expansión. Un ejemplo de arcilla expandible es la montmorillonita que al solvatare con glicerol, presentara una amplitud de su pico desde 14 Å hasta 18 Å.

Un tercer criterio a tener en cuenta en el análisis de minerales arcillosos es su comportamiento frente a su temperatura. Algunas arcillas se transforman en material amorfo cuando se calientan a temperaturas superiores de los 500°C, como es el caso de la caolinita.

La montmorillonita presenta un pico diagnóstico entre 17,7 y 18 Å, cuando se encuentra saturada con magnesio y solvatada con glicerol y el pico de segundo orden se encuentra entre 8,9 y 9,1 Å. Al calentar la muestra a una temperatura de 300°C el pico de segundo orden cambiara a 10 Å y se hace más agudo.

Las vermiculitas presentan un pico diagnóstico de 14,4 Å cuando se encuentran saturadas con magnesio y solvatada con glicerol, y el pico de segundo orden se encuentra entre 7 y 7,1 Å. Estas arcillas saturadas con potasio y calentadas a 300°C, tendrán a colapsar dando un pico de 10 Å.

Las cloritas originan una difracción entre 14 y 14,3 Å, el pico de segundo orden aparece entre 7 y 7,1 Å y es generalmente intenso. Estas arcillas se caracterizan por su estabilidad frente a la temperatura de 300°C cuando se encuentran

saturadas con potasio, es decir el pico permanece en 7 Å, y de esta forma se podrán diferenciar de las vermiculitas. Por otro lado, cuando estas arcillas son sometidas a temperaturas de 550°C el pico de 14 Å se hace más agudo e intenso, mientras que el de 7 Å se hará más débil.

La caolinita presenta un pico de 7Å que coincide con el pico de segundo orden de la clorita, sin embargo la caolinita pierde cristalinidad a una temperatura de 550°C, permitiendo de esta manera diferenciar de la clorita.

Las micas o ilitas dan un pico de difracción a 10 Å, que persiste al saturar con magnesio y solvatar con glicerol, distinguiéndose así de la montmorillonita y la vermiculita. El pico debe ser ancho a menos que el contenido de micas sea alto.

Las arcillas interestratificadas dan un pico a 14 Å cuando se encuentran saturadas con magnesio y solvatadas con glicerol, pero no colapsan completamente cuando están saturadas con potasio a una temperatura de 300°C.

El cuarzo presenta dos picos bien definidos a 3,34 y 4,26 Å, este último tiene la mitad de intensidad del primero y parece bien definido cuando el contenido del mineral es mayor del 10%.

Con los criterios mencionados anteriormente se podrá realizar una identificación de los minerales arcillosos presentes en la muestras tomando y comparando los difractogramas de la muestras sometidas a los siguientes tratamientos: (1) saturadas con magnesio, (2) saturadas con magnesio y solvatada con glicerol, (3) saturadas con potasio, (4) saturadas con potasio y calentadas a 300°C y (5) saturadas con potasio y calentadas a 550°C.

2.3 ANÁLISIS DE SECCIÓN DELGADA

Las observaciones a través de secciones delgadas por medio de un microscopio polarizante, también llamado microscopio petrográfico es de particular interés para el diseño del fluido de perforación por varias razones: (1) puede suministrar información valiosa sobre la composición mineral de las rocas, (2) el tipo de textura presente en la muestra, (3) estructura de soporte de la muestra, (4) existencia de microfisuras, (5) información postdeposicional e (6) información detallada sobre el sistema poroso.

Figura 20. Plug de un corazón con su respectiva sección delgada



Fuente. www.undererc.org.

2.3.1 Elaboración de una lámina delgada. Con el fin de determinar las características principales y los minerales presentes en un corazón, es necesaria la construcción de una lámina delgada. Los procedimientos básicos para la preparación de una película delgada incluye: tomar un plug, cortarlo, pulir la sección de análisis, y de esta forma tener una sección delgada con las siguientes especificaciones:

- Área = 27x46 mm.
- Espesor = 30 micras (0,03mm)

- Impregnación de resina epóxica azul para definir porosidades y microporosidades.
- Tinción para diferenciar carbonatos ferrosos de no ferrosos.

A continuación de forma breve y precisa se presentan los pasos y las observaciones necesarias a la hora de elaborar una sección delgada.¹⁵

2.3.1.1 Inclusión de la muestra con resina. En muestras delicadas y que requieren un cuidado especial, se aconseja su inclusión en bloques de resina con el fin de unirlos para un posterior corte y manipulación. La muestra se acomoda en un molde de silicona y se impregna con la resina al vacío, donde la resina es vertida lentamente en dicho molde hasta cubrir completamente la muestra utilizando una cánula y utilizando el gradiente de presión existente entre la campana de vacío y la atmosfera.

Las principales características de las resinas son: (1) fuerte adhesión entre el portaobjetos y la muestra, (2) alta resistencia a la deformación, (3) ausencia de color, (4) estable durante un largo tiempo y (5) alto índice de refracción.

2.3.1.2 Corte de la muestra. El primer paso en cuanto a la manipulación de la muestra, consiste en la obtención de un dado de roca, donde la superficie debe hallarse libre de rugosidades. En cuanto a esto, los discos diamantados son los más utilizados para el corte de materiales geológicos, eliminando el uso de discos de carborundo, ya que producen cortes de mayor rugosidad que puede llegar a dañar la muestra.

2.3.1.3 Pegado de la muestra. El siguiente paso consiste en el montaje de la muestra preparada y seca, sobre el portaobjetos esmerilado, evitando la formación

¹⁵ “Reglamento general del laboratorio de preparación de muestras” Universidad Industrial de Santander. Escuela de geología.

de burbujas de aire. El tamaño estándar de estos portaobjetos es de 24 x 48 x 1,5 mm. Se sugiere grabar el número de preparación en el portaobjetos, con ayuda de un punzón diamantado.

2.3.1.4 Desbastado final. Se manipula la muestra hasta lograr un grosor final de 30 micras (0,03mm) donde se utiliza como referencia los colores máximos de polarización del cuarzo. Podemos dividir este proceso en dos etapas: (1) desbastado mecánico y (2) acabado final.

2.3.1.4.1 Desbastado mecánico. Una vez se ha pegado la muestra al portaobjetos, es cortada mediante una sierra diamantada (grosor entre 0,5 y 2 mm) dependiendo del grado de cohesividad y del tamaño del grano de la muestra. Luego, se fija, mediante vacío, a un portamuestra adaptado a un tornillo micrométrico (instrumento que se utiliza en la industria para medir el espesor de objetos pequeños), y se va acercando la muestra a un cortador de diamante, desbastando hasta obtener un grosor entre 0,05 mm y 0,08 mm; el color de interferencia del cuarzo aproximadamente esta entre verde-azul de segundo orden y rojo de primer orden.

2.3.1.4.2 Acabado final. Se distribuye una pequeña cantidad de resina sobre la lámina de la roca, colocando luego el cubreobjetos en uno de los bordes de la muestra y guardando unos 45° con la misma. El cubreobjetos se deja caer con suavidad sobre la resina, y ésta se distribuye para formar una capa fina, evitando la formación de burbujas de aire.

Finalmente se realiza un último lavado de la muestra mediante alcohol etílico, y se lleva a cabo el etiquetado de la lámina, mediante etiquetas autoadhesivas.

2.3.1.5 Técnicas adicionales

2.3.1.5.1 Pulido de la muestra. El pulido es imprescindible cuando se van a realizar análisis por microscopia electrónica de barrido. También es aconsejable no tapar la lámina cuando se sospecha la presencia de minerales fluorescentes con luz ultravioleta.

Luego de realizar el desbastado final, se realiza un desbastado adicional mecánico mediante un abrasivo de pasta de diamante y/o alúmina (en suspensión en agua destilada). Los tamaños que por lo general se utilizan son entre 6,3 y 1 μm (diamante) y 0,3 μm (alúmina).

2.3.1.5.2 Preparación de minerales solubles. Técnica empleada por los petrólogos de rocas sedimentarias de tipo evaporítico, las cuales pueden estar constituidas en gran medida, por minerales solubles. La preparación y el acabado de las muestras se realizan utilizando las mismas técnicas descritas en los apartados anteriores, pero se sustituye el agua, en cuanto lubricante, por aceites ligeros derivados del petróleo.

2.3.1.5.3 Tintes. En algunos casos se puede teñir algunos minerales con el fin de facilitar su identificación o para maximizar las observaciones en determinadas microestructuras. Para este fin se utilizan reactivos adecuados, donde la composición depende del mineral a estudiar.

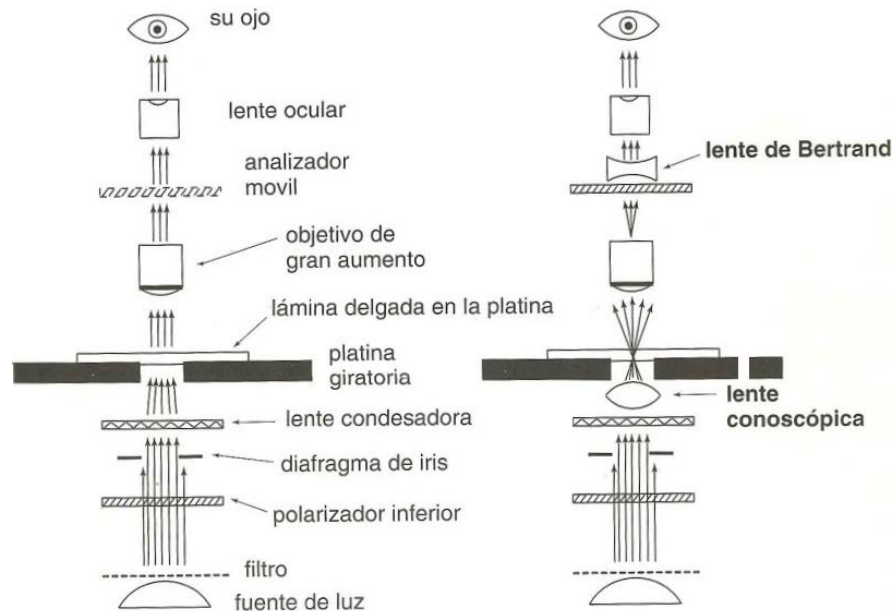
2.3.2 Elementos de un microscopio petrográfico. El microscopio polarizante es, en muchos aspectos, similares a otros microscopios. Aumentan pequeños objetos que podemos ver con un mayor detalle. Una bombilla suministra una fuente de luz blanca. La luz pasa a través de varios filtros y diafragmas antes de alcanzar la platina e interaccionar con el material a observar. Uno de los filtros más importantes es el polarizador inferior, que asegura que toda la luz incidente sobre las muestras en la platina, sea polarizada de forma plana (las ondas

vibrando en un solo plano). La existencia del polarizador inferior diferencia los microscopios polarizantes de otros.¹⁶

Un sistema fijo de lente condensadora y diafragma en la subplatina, ayudan a concentrar la luz sobre la muestra. En la mayoría de los casos se usa iluminación ortoscópica; en la cual un haz desenfocado viaja desde la subplatina a través de la muestra y asciende directamente el tubo del microscopio. Los rayos de luz viajan ortogonalmente a la platina y a una lámina delgada sobre la misma. (**Ver figura 21**).

En algunas ocasiones se puede insertar una lente especial, la lente conoscópica, entre el polarizador inferior y la platina, para producir una iluminación conoscópica cuando sea necesario. Esta lente causa la convergencia de un haz de luz en un pequeño punto sobre la muestra, iluminándola con un cono de rayos no paralelos.

Figura 21. Diferencia entre iluminación ortoscópica e iluminación conoscópica



Fuente. PERKINS, D., HENKE, K., "Minerales en lámina delgada", Prentice hall, 2002.

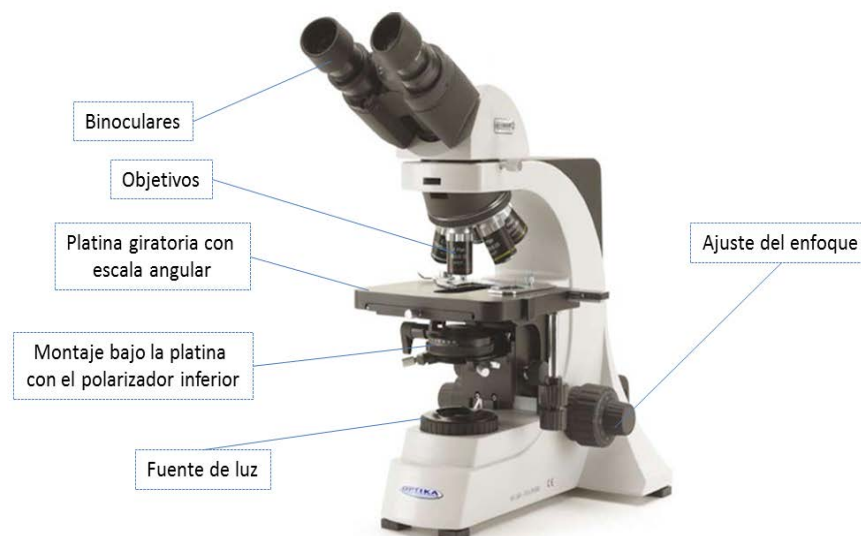
¹⁶ PERKINS, D., HENKE, K., "Minerales en lámina delgada", Prentice hall, 2002.

Se puede girar la platina del microscopio para cambiar la orientación de la muestra respecto de la luz polarizada. Dado que la mayoría de los minerales son anisótropos, la interacción de la luz con un mineral varía con la rotación de la platina. Una escala angular calibrada, permite hacer medidas precisas de la orientación de los cristales, medir ángulos entre exfoliaciones, caras de cristales, orientaciones de macla, entre otras propiedades ópticas.

Encima de la platina se encuentran los objetivos. Éstos generalmente varían en aumento desde aproximadamente 2X hasta 50X. Diferentes objetivos pueden presentar distintas aperturas numéricas (A.N), un valor que describe los ángulos a los que la luz puede entrar en una lente, lo cual es una consideración importante cuando se realizan medidas.

El ocular es una lente adicional que suministra un aumento de 8X y 10X. Los oculares cuentan con unos hilos de retículo perpendicular entre sí, que ayudan a realizar las medidas angulares cuando se gira la platina.

Figura 22. Microscopio polarizante con sus principales elementos



Fuente. Tomado y adaptado de la página web: www.optikamicroscopes.com

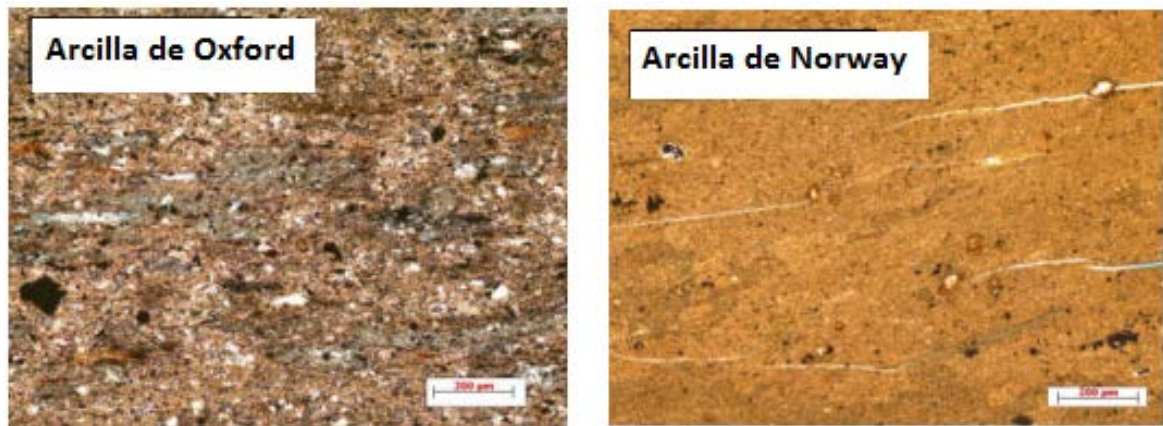
Al trabajar con luz polarizada plana, algunas propiedades físicas como: (1) el tamaño de grano, (2) la forma, (3) color, (4) exfoliación, pueden identificarse mejor que al trabajar con luz polarizada cruzada. En cuanto a las propiedades ópticas se emplea en ocasiones la luz polarizada cruzada, con ayuda de lentes conoscópicas y de Bertrand, para determinar el (1) retardo, (2) signo óptico y (3) ángulo $2V$.

2.1.3 Aplicaciones para el análisis petrográfico de lutitas. Las lutitas tienen diferentes manifestaciones cuando entran en contacto con el fluido de perforación, tales como dispersión, hinchamiento, disolución, o fracturamiento; las cuales pueden ser estudiadas y relacionadas principalmente a las características morfológicas y químicas de la muestra en estudio, al entrar en contacto con el fluido inadecuado. A continuación se mostrarán las características que se pueden observar por medio de una sección delgada y la importancia que estas tienen en cuanto a la selección del lodo adecuado para perforar formaciones arcillosas.

2.1.3.1 Estructuras sedimentarias. Se pueden encontrar una gran variedad de estructuras sedimentarias en formaciones ricas de minerales arcillosos (estratificación en paralelo, estratificación cruzada, ripples, grietas de desecación) y en algunos casos, las características estructurales de varias rocas son simples donde pequeñas variaciones en la composición mineral y el tamaño de los granos son observadas no solamente a escala micro sino también a escalas de centímetros, metros o más.

Al analizar microfotografías de secciones delgadas como en la **figura 23**, nos muestran estructuras con pobre laminación y que carecen de pobre estratificación; propiedades que las hacen excelentes para el estudio de interacción roca-fluido de perforación. También se debe tener en cuenta que la consistencia de las propiedades de la roca es un factor importante para poder identificar el efecto de la concentración o la composición química de los aditivos de inhibición de arcillas.

Figura 23. Secciones delgadas presentando estructuras con pobre laminación y/o carecimiento de pobre estratificación

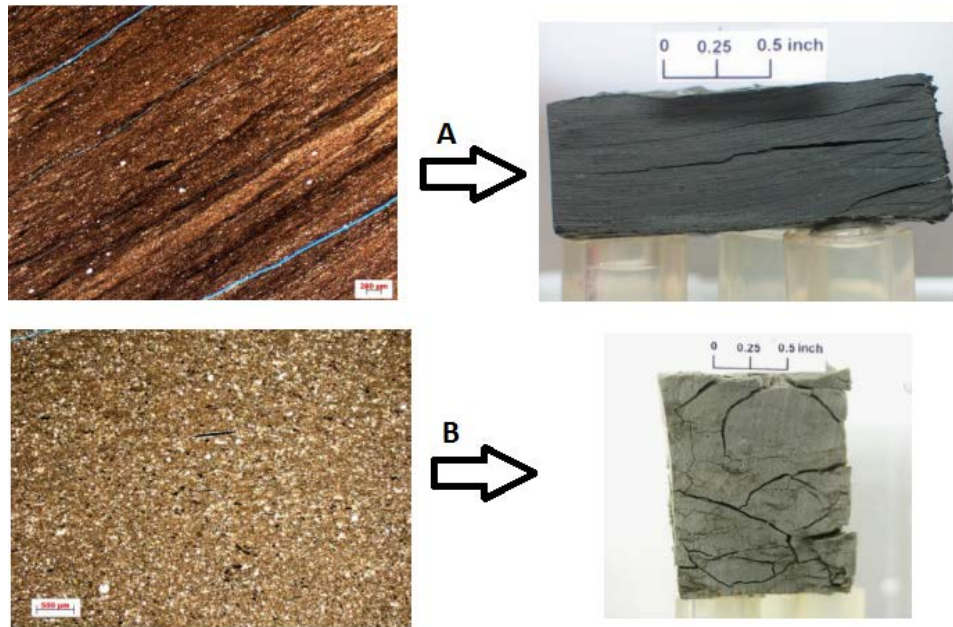


Fuente. GOMEZ, S. PATEL A. "Shale Inhibition: What Works?". Artículo SPE 164108. 2013

2.1.3.2 Estratificación de las muestras. La estratificación es definida como capas tabulares o lenticulares que tienen litología, textura, o unidad estructural distinta a las capas que se encuentran encima y por debajo de la misma. La estratificación que presentan la mayoría de formaciones de lutitas es laminada, es por eso que se presentan variaciones significativas en el contenido de arcillas y consecuentemente al analizar dichas muestras, se podría encontrar un valor de reactividad de los fluidos sobre este tipo de estructuras.

En la **figura 24**, la imagen A, nos muestra capas delgadas y oscuras a lo largo de la dirección de estratificación y otras capas claras. Al analizar secciones delgadas de este tipo el ingeniero podría identificar aperturas en los planos de estratificación y que las capas oscuras tienen alto contenido de minerales arcillosos con potencial alto de reactividad al estar en contacto con los fluidos de perforación. Por otro lado la imagen B, nos presenta una sección delgada con estructura masiva; en este tipo de estructuras las arcillas se encuentran distribuidas homogéneamente y la roca tendera a presentar fracturas en diferentes direcciones al estar en contacto con el fluido de perforación inadecuado.

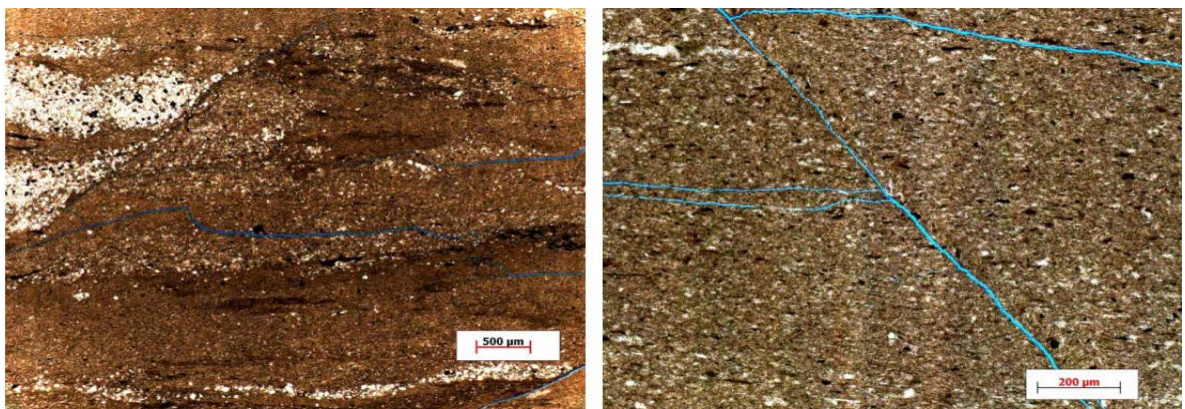
Figura 24. Estructuras estratificadas y estructuras masiva



Fuente. Tomado y modificado de GOMEZ, S. PATEL A. "Shale Inhibition: What Works?". Artículo SPE 164108. 2013

2.1.3.3 Microfracturas. Además de la estratificación laminada, por medio del análisis de sección delgada se podría identificar pequeñas fallas y fracturas (**ver figura 25**) que podría intersectar la lutita laminada; esto causa grietas en la roca en diferentes direcciones, dando finalmente inestabilidad del pozo mientras se está perforando.

Figura 25. Secciones delgadas de microfracturas en formaciones arcillosas



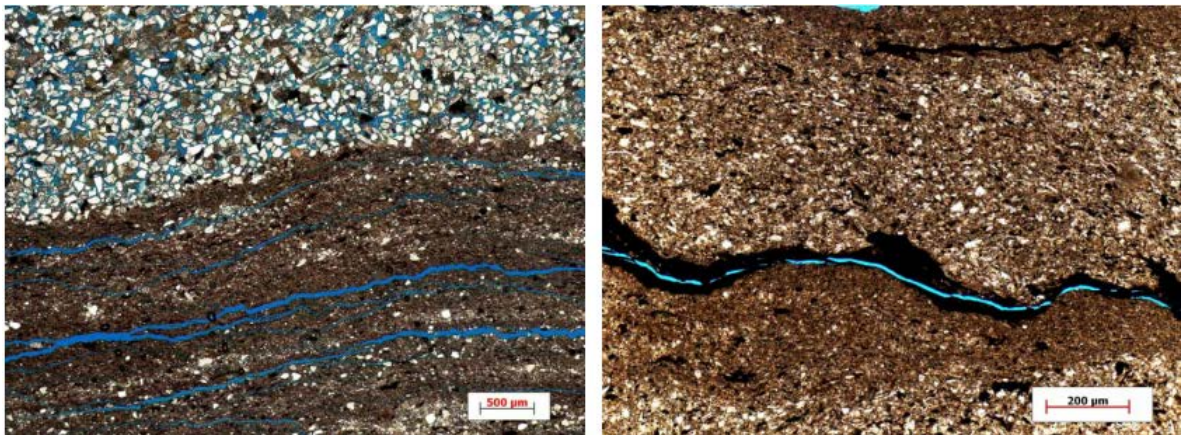
Fuente. GOMEZ, S., HE, W., "Fighting wellbore instability: customizing drilling fluids based on laboratory studies of shale-fluid interactions", Artículo IADC/SPE 155536, 2012

2.1.3.4 Distribución de minerales arcillosos. La distribución de los minerales arcillosos, especialmente las arcillas reactivas como las de tipo esmectita, es otro factor que contribuye a la inestabilidad de las lutitas. El conjunto localizado de arcillas reactivas podría ejercer gran daño a la integridad de la roca completa, aun cuando estas arcillas reactivas estén en cantidades insignificantes dentro de la masa de la roca.

Las fracturas podrían formarse y crecer a lo largo de los estratos arcillosos más reactivos y/o a lo largo de los límites de los diferentes tipos de texturas, cuando estos últimos entran en contacto con los fluidos de perforación (**ver figura 26**).

Las observaciones experimentales han indicado que la interacción entre los estratos arcillosos en rocas interestratificadas podría causar el agrietamiento de la roca completamente.

Figura 26. Secciones delgadas mostrando el desarrollo de fracturas a lo largo de estratos arcillosos, después de expuesto el fluido de perforación.



Fuente. GOMEZ, S., HE, W., "Fighting wellbore instability: customizing drilling fluids based on laboratory studies of shale-fluid interactions", Artículo IADC/SPE 155536, 2012

2.1.3.5 Condiciones de temperatura y presión. También se deben tener en cuenta como las condiciones de temperatura del fondo del pozo, presiones de confinamiento y presiones diferenciales; ya que estas afectan el comportamiento

de interacción lutita-lodo, especialmente en cómo se pueden desarrollar las fracturas y extenderse dentro de las lutitas. Para abordar este tema, se han llevado a cabo experimentos que simulan las condiciones de fondo. Se aplica una presión de confinamiento a la muestra cilíndrica (esta muestra es cortada usando gas nitrógeno para evitar cualquier contacto con el fluido durante la preparación del plug). El lado del wellbore de la lutita es expuesta durante 48 horas, y el lado de la formación no es expuesta al agua fresca para realizar su respectiva comparación. Acabo el tiempo, se remueve el agua expuesta del lado del wellbore, y el corazón es removido del sistema para ser examinado.

Se pueden observar diferencias entre el corazón que fue expuesto al agua y el que no fue expuesto (**ver figura 27**). Note las abundantes fracturas que principalmente se desarrollan a lo largo de planos de estratificación, mientras que en el otro extremo del corazón sin exposición directa al agua, a simple vista se observa seco y sin creación de fracturas.

Figura 27. Lados del plug mostrando el desarrollo de fracturas antes y después de la confinación de la muestra

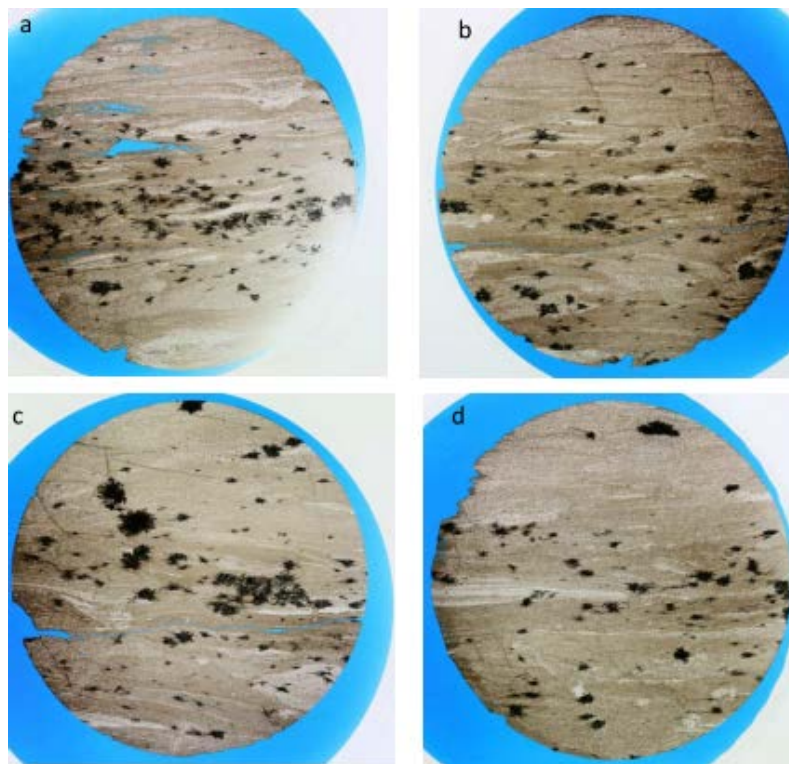


Fuente. HE., W., et al, "Shale-fluid interactions and drilling fluid designs", Artículo IPTC 17235, 2014

Se pueden realizar secciones delgadas por lo general a cuatro profundidades diferentes desde el lado del wellbore hasta la cara de la formación con el fin de evaluar la interacción lodo-lutita. Las fracturas y desprendimiento pueden ser claramente identificados en estas secciones gracias a la inyección de epoxi azul. **(Ver figura 28)**

En este ejemplo se puede indicar claramente que la exposición de agua fresca crea abundantes fracturas y desprendimiento en el lado del wellbore y sin fracturas visibles creadas en el lado del corazón sin exposición al agua. Además llevaron a cabo la prueba de exposición del fluido a condiciones ambientes sin presión de confinamiento para evaluar el impacto de confinación, y concluyeron que ambas pruebas presentaban fracturas como el mecanismo de deformación dominante.

Figura 28. Secciones delgadas de un mismo plug a diferentes profundidades mostrando el desarrollo de fracturas.



Fuente. HE., W., et al, "Shale-fluid interactions and drilling fluid designs", Artículo IPTC 17235, 2014

2.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.

Desde los ochenta, el análisis de sección delgada de rocas, utilizando el microscopio petrográfico ha sido la herramienta tradicional y utilizada por los geólogos para caracterizar mineralógicamente las muestras y realizar observaciones importantes relacionadas con la fábrica de grano y textura. Sin embargo, con la introducción de la microscopía electrónica de barrido (SEM) y el sistema EDX (energía dispersiva de rayos X), los geólogos ahora pueden ir un paso más adelante, contando con una herramienta que les suministra alta resolución de imágenes; con el cual pueden llegar a observar el interior de los poros, identificar los minerales más pequeños, la distribución de los mismos en zonas puntuales, presencia de microfracturas, grado de consolidación, etc. Toda esta información siendo muy valiosa para el diseño del lodo y un poco tediosa de identificar con su contraparte, el microscopio de luz polarizada.

Cuando se examina el SEM por primera vez, el mayor problema es la escala, pero con un buen entrenamiento y experiencia, el usuario podrá identificar minerales y texturas que previamente solo se observaban con un análisis de sección delgada.¹⁷ Lo anterior no quiere decir que el SEM reemplaza el análisis de sección delgada, si no que más bien se complementan, junto con otras técnicas, suministrando información nueva y relevante para la caracterización de las rocas.

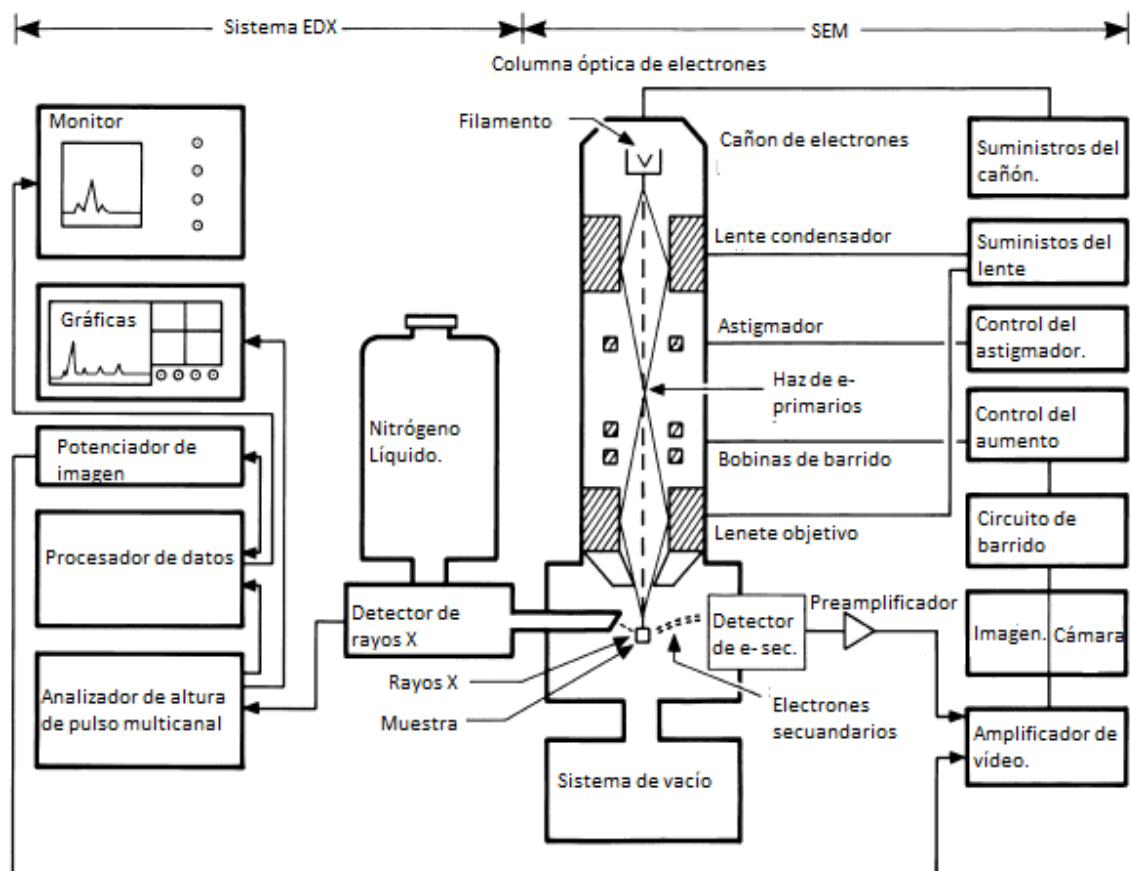
Conocida todas las ventajas que nos suministra el SEM cabe resaltar que la mejor forma de identificar los minerales a través de él es comparando las características morfológicas, con la composición elemental determinada por el sistema EDX, las micrografías arrojadas por el equipo SEM y los espectros EDX de los minerales más comunes encontrados en las rocas sedimentarias.

¹⁷ WELTON, J., "SEM Petrology Atlas", Chevron Oil Field Research Company, Methods in Exploration Series No. 4, Published by The American Association of Petroleum Geologist, Tulsa, Oklahoma, U.S.A.

2.4.1 Componentes del equipo SEM. La figura 29 muestra el esquema de un microscopio electrónico de barrido, el cual consiste de una columna óptica de electrones y una consola electrónica. La muestra es ubicada en una cámara para muestras, en la columna óptica de electrones, donde es aplicado un alto vacío de aproximadamente 2×10^{-6} torr (2,63 atm), que permite el viaje del haz de electrones a través de la misma.

A continuación de forma puntual se presentaran las partes principales del equipo SEM y sus funciones en el equipo.

Figura 29. Equipos SEM y sus principales partes

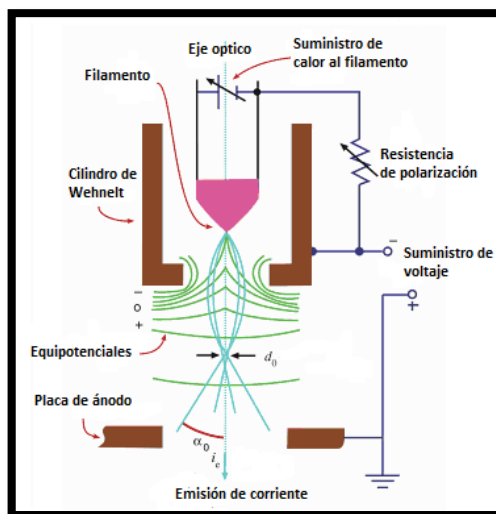


Fuente. WELTON, J, "SEM Petrology Atlas", Chevron Oil Filed Research Company, Methods in Exploration Series No. 4, Published by The American Association of Petroleum Geologist, Tulsa, Oklahoma, U.S.A.

2.4.1.1 Fuentes de electrones. Los electrones se generan mediante un cañón de electrones, las cuales son acelerados a través de la columna, con un voltaje entre 5 a 30 kV. Se enfocan a través de una serie de lentes electromagnéticas, formando un haz de electrones con un diámetro final de 100 angstroms ($1 \text{ \AA} = 10^{-8} \text{ cm}$) para bombardear la muestra.

El cañón de electrones tiene componentes adicionales, como un astigmador para controlar la forma del haz de electrones y aperturas para minimizar los defectos de los lentes.

Figura 30. Esquema generalizado de un cañón de emisión termoiónica de electrones para el SEM (filamentos de tungsteno)



Fuente. MARSHALL, M, PETROVA, V, SWIECH, W, "Scanning Electron Microscopy (SEM) and Focused Ion Beams (FIB) in Materials Research" Center for Microanalysis of Materials University of Illinois at Urbana-Champaign.

Las fuentes de emisión de electrones se encuentran catalogadas de la siguiente manera:

- Cañones de emisión termoiónica (aplican energía térmica a los filamentos), estos a su vez se clasifican en:

- Emisor de tungsteno W (alcanzan una temperatura de 2700 K, tienen una vida útil corta (200 horas aproximadamente), son económicos, requiere poco vacío).
- Emisor de LaB6 (alcanza una temperatura de 1700K, tienen una vida útil larga (1000 horas aproximadamente), son económicos y requieren mejores condiciones de vacío).
- Cañones de emisión de campo (crean un campo eléctrico fuerte para
 - También conocidos como FEG por sus siglas en inglés, son los detectores con mayor vida útil (2000 horas), los cuales proporcionan haces de electrones de alta y baja energía más focalizados, lo que les permite mejorar la resolución espacial, minimizar cargas sobre la muestra a analizar, causando menos daños sobre muestras sensibles. Aunque cuentan con la desventaja de ser los más costosos en el mercado y para su funcionamiento son los que requieren mayores condiciones de vacío.

2.4.1.2 Sistemas de lentes magnéticos. Los sistemas de lentes magnéticas del equipo SEM cuentan con dos tipos de lentes (condensadoras y de objetivo), los cuales sirven para reducir la imagen en la zona de paso (d_0 :10-50 μm) a un tamaño final sobre la muestra de 5 a 200 nm (**ver figura 29**).

El sistema de lentes condensador puede constar de uno o más lentes; es el responsable de hacer llegar el haz de electrones a las lentes de objetivo; donde éstas últimas son las responsables del tamaño del haz de electrones que incide sobre la superficie de la muestra.

Con un SEM el barrido se lleva a cabo entre los dos pares de bobinas de barrido localizadas antes de las lentes del objetivo (**ver figura 29**); uno de los pares desvía el haz en la dirección X hacia la muestra y el otro los desvía hacia la dirección Y. Este barrido se controla mediante la aplicación de una señal eléctrica

a uno de los pares de las bobinas de barrido, de manera que el haz de electrones alcanza la muestra al lado del eje central del sistema de lentes. Variando en función del tiempo la señal eléctrica de este par de bobinas (bobinas X), el haz de electrones se mueve en una línea recta a lo largo de la muestra y luego vuelve a su posición inicial. Después de realizar este barrido lineal, se utiliza el otro par de bobinas (bobinas Y) para desviar el haz ligeramente y repetir el movimiento del haz utilizando las bobinas X. Así, mediante movimientos rápidos del haz, la superficie entera de la muestra puede ser irradiada con el haz de electrones.

2.4.1.3 Muestra y soporte de la muestra. El soporte de la muestra, es capaz de sujetar especímenes de varios centímetros, moverse en las direcciones X, Y y Z, y rotar alrededor de cada uno de los ejes, como consecuencia, las superficies de las muestras se pueden observar casi desde cualquier perspectiva.

Figura 31. Equipo de sputtering



Las muestras que conducen electricidad son las más fáciles de estudiar, ya que la circulación de los electrones permite minimizar los problemas asociados con la generación de carga. Además, las muestras que son buenas conductoras de la electricidad son también buenas conductoras de calor, lo que minimiza la probabilidad de su degradación térmica. Sin embargo, se conoce que muchas muestras no son conductoras eléctricas, para ellas existen técnicas que permiten obtener imágenes SEM; las más comunes implican el recubrimiento de la

superficie de la muestra con una película metálica delgada obtenida por el método *sputtering* o por evaporación al vacío.

2.4.1.4 Detectores. El microscopio electrónico de barrido está equipado con diversos detectores, entre los cuales se puede mencionar el detector de electrones secundarios (SEI), un detector retrodispersado (BEI) y un detector de energía dispersiva (EDS).

Los electrones secundarios tiene energías entre 3 y 5 eV y se producen como resultado de interacciones entre los electrones de elevada energía del haz (primarios) y los electrones de la banda de conducción del sólido, lo que da lugar a la expulsión de estos electrones con energías de unos pocos electronvoltios. El número de electrones secundario es relativamente insensible al número atómico de los elementos presentes en la muestra.

Los electrones secundarios tan sólo se pueden producir a una profundidad de 5 a 500 Å y forman un haz que tienen un diámetro algo superior al haz incidente, es por eso que son utilizados para estudiar la estructura topográfica y los tamaños de grano; parte de la morfología de la muestra.

El detector de electrones retrodispersados permite la obtención de imágenes de distribución de elementos en la muestra, proporcionando una idea acerca la composición de la muestra. El contraste de las distintas zonas que conforman la superficie de la misma se puede observar a través de regiones oscuras que representan la presencia de elementos con un bajo número atómico (elementos ligeros), mientras que las regiones más brillantes representan elementos de alto número atómico (elementos pesados). El número de electrones retrodispersados es directamente proporcional al número atómico de los elementos presentes en la muestra.

Es importante señalar que el haz de electrones retrodispersados tiene un diámetro mucho mayor que el haz incidente, p.ej. para un haz incidente de 5 nm, el haz retrodispersado puede tener un diámetro de algunos micrómetros. Es por eso que la imagen mediante electrones retrodispersados tiene menor resolución que la generada con electrones secundarios.

La obtención de rayos x (tipo de energía dispersiva) se originan como resultado de la interacción de los electrones con el espécimen, los cuales permiten una de las aplicaciones más importantes en los microscopios electrónicos: analizar la composición de la muestra mientras se observa la imagen real de esta. Para este objetivo se cuenta con el sistema analítico EDX, el cual depende de la recolección de los fotones de rayos X que son generados dentro de la muestra como consecuencia de la interacción con el mismo haz de energía de electrones primarios utilizados para producir las imágenes.¹⁸

2.4.2 Selección de las muestras. Es necesario tener en cuenta los parámetros que rigen la selección de una muestra adecuada para su análisis SEM, como las dimensiones interna de la cámara de muestras SEM, las condiciones de funcionamiento del microscopio y el tamaño de las muestras.

2.4.2.1 Dimensiones internas de la cámara de muestras SEM. Es importante conocer la geometría interna de la cámara de muestras SEM. Se debe conocer la dimensión, posición y tamaño de los lentes, así como la posición de la platina y cuanto se puede mover en la dirección X, Y y Z y en las direcciones de inclinación.

El operador también debe conocer la ubicación de los detectores de electrones secundarios, retrodispersados y de energía dispersiva de rayos X dentro de la cámara y la forma en que se pueden mover y su ángulo de inclinación para evitar

¹⁸ PATRICK ECHLIN, "Handbook of sample preparation for scanning electron microscopy and X-ray microanalysis", Cambridge Analytical Microscopy, UK, 2009.

que una muestra grande se estrelle contra la parte delantera del detector, de esta forma se conocerá cuanto espacio está disponible para la muestra dentro de la cámara del microscopio y hasta qué punto se puede mover.

2.4.2.2 Condiciones de funcionamiento del microscopio. Después de haber establecido los parámetros especiales de todos los componentes en el interior del microscopio, es importante establecer con precisión qué tipo de información acerca de la muestra es la que se necesita. La ampliación de la resolución y la profundidad de enfoque se determinan en gran medida por la distancia de trabajo entre la muestra y el lente y la posición de los detectores. Largas distancias de trabajo reducen la resolución pero aumentan la profundidad de enfoque, si se requieren imágenes de alta resolución es necesario utilizar muestras más pequeñas que se pueden mover más cerca al lente. Se puede también inclinar la muestra hacia el detector de rayos X, con el fin de mejorar el ángulo de despegue de los fotones de rayos X emitidos.

2.4.2.3 Tamaño de las muestras. La mayoría de muestras examinadas en el SEM son de 12 mm de diámetro y 3mm de espesor. Aunque la cámara admita tamaños de muestras más grandes, es preferible que la muestra sea lo suficientemente pequeña sin comprometer la apariencia de las características de interés y la habilidad del microscopio de observar y analizar estas características.

Aunque las muestras más pequeñas son generalmente más fáciles de manejar que las muestras grandes, hay una desventaja en cuanto a su tamaño reducido y es la de estar seguro que la muestra pequeña que ha sido obtenida de una muestra mucho más grande es representativa para el respectivo análisis. Una forma de evitar este dilema cuando no se disponen de otras técnicas, p.ej tomografía computarizada, consiste en examinar un mayor número de muestras pequeñas tomadas del corazón.

2.4.3 Preparación de la muestra y desarrollo de la prueba SEM.

Tabla 11. Procedimientos de preparación de muestras y desarrollo de la prueba SEM.

NO	PASOS
1.	La muestra del corazón no debe estar contaminada con ningún fluido de perforación (los plug pueden ser limpiados por extracción continua de solventes).
2.	En el momento que se quiera obtener y comparar las características petrofísicas obtenidas de las diferentes técnicas, estas deben ser analizadas de una misma muestra del corazón. (Un plug de corazón con dimensiones de 1x2 pulgadas suministra material suficiente para estos análisis).
3.	Las muestras deben ser manejadas con guantes desechables, pinzas, ya que el aceite de la piel de los dedos saldrá a la luz en el sistema de vacío SEM, deteriorando la imagen SEM.
4.	Para el análisis SEM el plug debe ser cortado con una sierra de cinta o una sierra radial, provista de una hoja impregnada de diamante. (Las partículas finas que queden en la superficie, pueden ser desalojadas con un plumero de freón).
5.	Realizar la sección delgada o tableta para su manejo en laboratorio (en casos donde se requiera visualizar estructuras cuya escala sea inferior a 100nm, se procede a realizar preparación mediante desbaste por haz de iones o ion milling beam)
6.	La muestra se coloca en el STUB metálico (soporte circular). En algunos casos requieren ser adheridas con cinta de carbono o de otro material. Esta cinta debe tener las siguientes propiedades: (1) conductor, (2) doble cara adhesiva, (3) no gasificar en vacío, (4) fácil uso y (5) secado rápido.
7.	Se posiciona la muestra en el evaporador/recubridor con el fin de colocar una capa conductora con un rango de 1 a 100 nm de espesor de elementos como carbono, aluminio, oro, oro-paladio, con el fin de que la muestra sea conductora y se mejore la observación de la misma. Para esto se fijan los valores de trabajo adecuados para cada muestra (corriente pulso: 60 A, longitud pulso 5 s, numero de pulsos de 2 a 5, intervalo de pulsos 5s, tiempo de salida de gas 60s, corriente del gas 30 A y tooling factor 2).
8.	Recubierta la muestra, se realiza la apertura de la cámara del microscopio electrónico, para ubicar la muestra dentro de la cámara estableciendo condiciones de alto vacío, bajo vacío.
9.	Fijar las condiciones de trabajo: (1) voltaje entre 10 y 30kV, (2) distancia entre detectores y muestra: 10 mm aproximadamente, (3) acercamiento de la muestra con el fin de posicionarla directamente bajo el emisor.
10.	Luego se encienden el haz de electrones y sus respectivos detectores., definiendo las condiciones de imagen (ganancia del detector, brillo y contraste del detector, brillo y gama de la imagen).
11.	Determinamos la región de interés en la imagen para iniciar el análisis EDS.
12.	Fijar las condiciones del detector EDS (voltaje 30kV, spot o tamaño del haz de electrones 5 o mayor, cuentas por segundo 2000 o mayor "fotones de rayos X en el detector", tiempo de lectura de 50 segundos, death time del 40% "periodo de tiempo donde no hay conteo de fotones emitidos", amp time de 12,8 segundos o menos "tiempo que el detector procesa electrónicamente la detección de los fotones de rayos X".
13.	Se realiza la autodetección de líneas de emisión de espectros y la detección manual para validar los elementos encontrados.
14.	Almacenar el espectro de rayos X.
15.	Comparar el espectro con bases de datos para la determinación de minerales presentes en la muestra.

2.4.4 Análisis EDX para minerales. Durante el análisis EDX el mineral a ser identificado es aislado en el SEM a aproximadamente de 20.000X a 50.000X. Todos los rayos X generados del área aislada son recogidos y separados por el nivel de energía en un analizador de altura de pulso multicanal (ver figura #). Cualquier elemento importante en la muestra, (por encima de $Z= 11$, *Na*, sodio), dará lugar a un pico en un gráfico (del espectro EDX) en su único nivel de energía. La mayoría de los picos que se encuentran en los minerales que forman las rocas son elemento comunes, tales como el silicio (*Si*), aluminio (*Al*), magnesio (*Mg*), hierro (*Fe*), potasio (*K*), calcio (*Ca*), titanio (*Ti*) y azufre (*S*). Los picos que representan el oro (*Au*), el cobre (*Cu*) y el paladio (*Pd*) generalmente indican la radiación de los recubrimientos metálicos, por lo que deben ser ignorados. Solo son visualizadas las concentraciones elementales por encima del 1%, los elementos con concentraciones por debajo de este rango no quedan registrados en el sistema EDX.

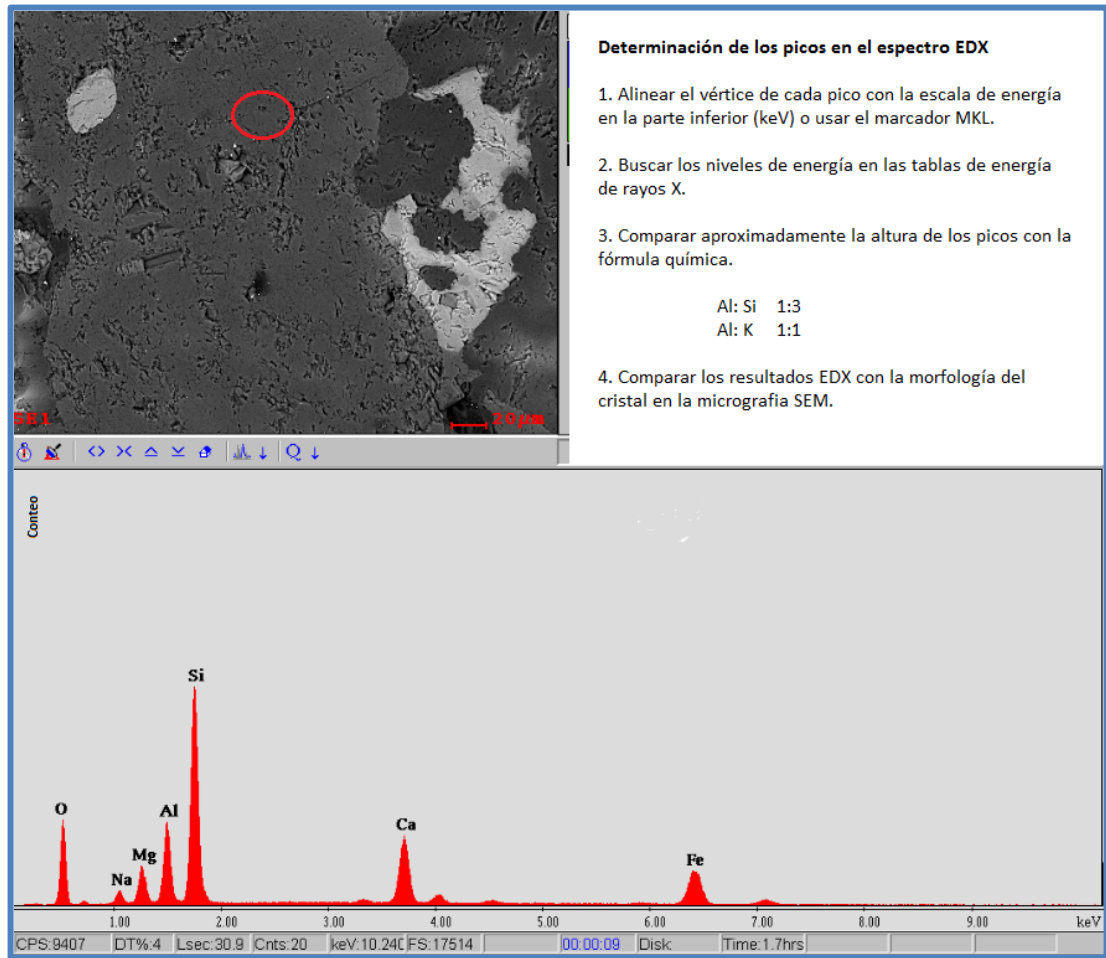
La identificación de cada pico en el espectro EDX se hace alineando el vértice con la escala de energía (KeV) en la parte inferior de la gráfica (**ver figura 32**). Este número es entonces comparado con las tablas de energía de rayos X, en las cuales figuran las principales energías de rayos X de cada elemento.

Actualmente todos los sistemas comerciales EDX cuentan con un sistema programado de marcadores MKL, que ayuda a la identificación rápida de los picos del espectro, simplemente marcando en el número atómico de cualquier elemento, aparecerá un cursor en la pantalla que indicará las posiciones principales de los picos para cada elemento.

Después de identificar todos los picos en el espectro EDX, se comparan las concentraciones relativas de los elementos con la morfología del cristal y la fórmula química del supuesto mineral. La correlación de la altura de los picos de *Si*, *Al*, *K* y *Ca* con la fórmula química es posible porque la altura de los picos son

proporcionales a su concentración. Sin embargo, se pueden tener problemas con la comparación de la altura de los picos con la concentración tanto en las terminaciones de números atómicos bajos y medios.

Figura 32. Identificación de picos en un espectro EDX



Un problema potencial en la interpretación EDX puede ocurrir debido a la pobre resolución y penetración del haz de electrones a través de materiales muy finos como las arcillas. La mayoría de sistemas EDX tienen resoluciones mejores que 150 eV, si las energías de rayos X de dos elementos en un mineral son menores que 150 eV por separado, esto aparecerá en el espectro EDX como un solo pico asimétrico, en lugar de dos picos diferenciados en ese nivel de energía. Por

ejemplo, el mineral florencita contiene fósforo (P) y es recubierto con oro (Au) para el análisis SEM. Tanto el P y el Au , tienen importantes líneas de emisión alrededor de 2.1 a 2.2 keV y el espectro de la florencita mostró un pico separado en el vértice en dos puntos, uno representa el P y el otro el Au , por lo tanto si cualquier pico en el espectro no tiene la forma gaussiana ideal, es un indicio de la presencia de más de un elemento.

3 EVALUACIÓN DEL DESEMPEÑO DE LOS SISTEMAS WBM CON NÚCLEOS DE FORMACIONES ARCILLOSAS.

Luego de analizar los reportes de resultados de la caracterización de los núcleos, se procede a correlacionar las características petrográficas con la composición mineralógica y la reactividad para clasificar las lutitas, con el fin de seleccionar las pruebas de interacción roca-fluido apropiadas para cada tipo de muestra. (Ver tabla 12).

Tabla 12. Clasificación general de las lutitas y ensayos de interacción roca-fluido

TIPO DE LUTITA	CEC (MEQ/100G)	CARACTERÍSTICAS PETROGRÁFICAS	COMPOSICIÓN MINERALÓGICA	ENSAYOS DE INTERACCIÓN ROCA-FLUIDO
LUTITA ALTAMENTE REACTIVA	>20	<ul style="list-style-type: none"> • Estructura homogénea (masivas). • Ausencia de planos de estratificación o laminación evidente. • Suave, plástica y pegajosa. 	Alta presencia de esmectita.	<ul style="list-style-type: none"> • Hinchamiento lineal. • Dispersión. • Tiempo de succión capilar. • Acreción.
LUTITA CON REACTIVIDAD MODERADA	10 – 20	<ul style="list-style-type: none"> • Estructura moderadamente laminada. • Estructura estratificada. • Se rompe fácilmente. • No plástica. 	Predomina la esmectita e illita.	<ul style="list-style-type: none"> • Dispersión. • Dureza bulk. • Inmersión.
LUTITA DE BAJA REACTIVIDAD	<10	<ul style="list-style-type: none"> • Estructuras muy laminadas. • Fisible. • Frágil. • Dura y de consolidación. • No es pegajosa. 	Alta presencia de illita.	<ul style="list-style-type: none"> • Desarrollo de fractura.

3.1 PRUEBAS DE INTERACCIÓN ROCA-FLUIDO.

Aunque la evaluación de las lutitas y el lodo ha sido un tema bastante complejo de resolver, en la actualidad se cuenta con diferentes técnicas descriptivas y analíticas para comprender por medio de análisis el comportamiento de las mismas y de esta forma seleccionar los aditivos adecuados para la optimización del fluido de perforación.¹⁹

A continuación se describirán los procedimientos de todas las pruebas de interacción roca-fluido mencionadas anteriormente.

3.1.1 Prueba de hinchamiento lineal. La prueba de hinchamiento se lleva a cabo usando el equipo de hinchamiento lineal. Este dispositivo mide el hinchamiento de un pellet o bola de lutita reconstituido y que ha estado en contacto con el lodo o fluido de completamiento. La cantidad de hinchamiento que sufre la lutita después de que ha estado en contacto con el fluido es una medida de la reactividad de la lutita con el fluido.

El dispositivo consta de un depósito de fluido, cuarto para almacenar la muestra, un transformador diferencial de variación lineal (LVDT), convertidor A/D, y un computador (**ver figura 33**).

El pellet de lutita que se prepara mediante la compresión en seco bajo una presión de 25.000 psi, es puesto dentro de la “cámara de la lutita”, el cual limita al pellet entre un par de pantallas con el fin de presentarse un hinchamiento solo en dirección vertical. El fluido sale del depósito y llena la cámara de la lutita, la cual estará en contacto con la lutita cuando comienza la prueba. El hinchamiento de la lutita causa que el sensor LVDT crezca, alterando la inductancia del transformador

¹⁹ STEPHENS M., GOMEZ S., CHURAN M. “Laboratory Methods to Assess shale reactivity with drilling fluids”. Artículo AADE. 2009

y generando un cambio de voltaje el cual es detectado por el convertidor A/D. La función de este último es monitorear el porcentaje de expansión volumétrica de la muestra por medio del computador a intervalos cortos de tiempo.²⁰

Figura 33. Equipo de hinchamiento lineal



Fuente: Fann Instrument Company, “Linear Swell Meter, Model 2100 – Instruction Manual”, 2013.

Esta prueba es una buena indicación de la reactividad que tiene la muestra de lutita al estar en contacto con el fluido de perforación. Para tener un rango de comparación, el pellet de lutita debe ser expuesto al contacto con agua, y de esta forma tener el peor escenario de hinchamiento como base de comparación. La muestra debe estar desintegrada y reconstruida dentro de un pellet. Las muestras que tienen estructuras macizas y composición homogénea son las más adecuadas para esta prueba.

En la **tabla 13** se encuentran relacionados los equipos e instrumentos con sus respectivo uso.

Tabla 13. Equipos e instrumentos.

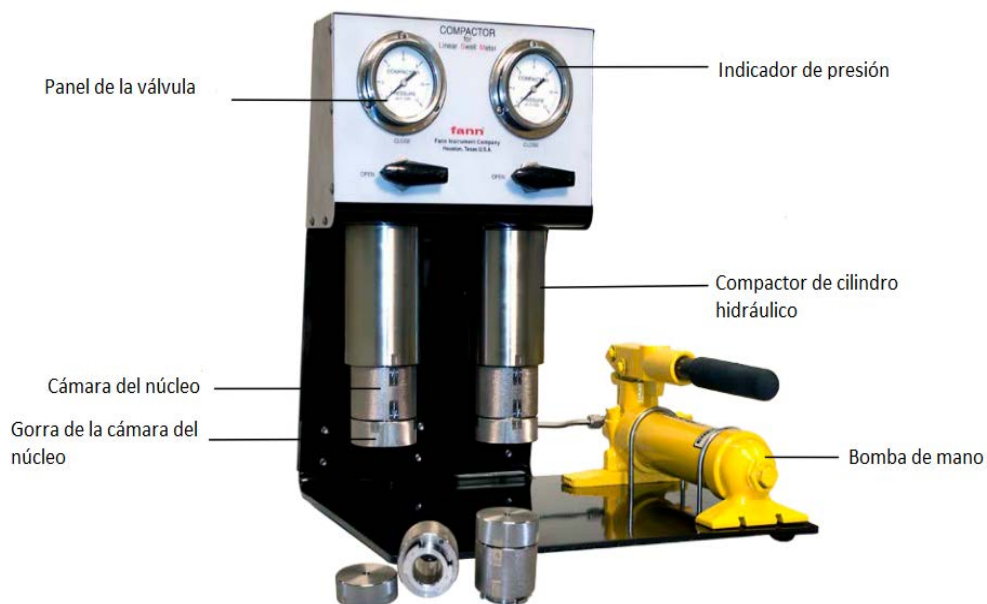
ARTICULO	USO
Equipo de hinchamiento lineal	Medir el hinchamiento de la muestra
Horno secado	Rango de temperatura 105°C o mayor
Balanza	Pesar 20 gramos de muestra

²⁰ Fann Instrument Company, “Linear Swell Meter 2100 Instruction Manual” Houston, Texas 2013.

Tabla 13. Equipos e instrumentos (continuación).

ARTICULO	USO
Tamiz, 60 mesh	Lavado de la lutita
Desecador	Lugar donde se almacena la muestra y que contiene una solución de salmuera saturada con cloruro de calcio, la cual es necesaria para mantener una humedad constante de 29,5%.
Bomba generadora de vacío	Normalizar el plug de corazón reconstituido
Tamiz, 200 mesh	Separa la lutita triturada
Compactador hidráulico	Compactar las muestras pulverizadas. (ver figura 34)
Mortero	Pulverizar la lutita
Medidor de dureza	Medir la dureza del plug de lutita antes y después de la prueba de hinchamiento.
Xileno	Para limpiar las lutitas que han sido recuperadas con fluidos de perforación base aceite

Figura 34. Compactador, celda y bomba



Fuente: Fann Instrument Company, “Linear Swell Meter, Model 2100 – Instruction Manual”, 2013.

3.1.1.1 Información de entrada y resultados posibles.

En la **tabla 14** se relaciona los parámetros de entrada y los rangos de hinchamiento para evaluar la inestabilidad y reactividad de lutitas.

Tabla 14. Información de entrada y resultados posibles de la prueba de hinchamiento lineal.

INFORMACIÓN DE ENTRADA	RESULTADOS POSIBLES
<ul style="list-style-type: none"> Nombre del fluido de prueba. Longitud del núcleo (pulgadas). Compactación (psi/horas). Peso del núcleo después de la compactación (gramos). Peso del núcleo, después de estar calibrado (gramos). Peso ganado o perdido (gramos) Dureza antes de la prueba (lb) Dureza después de la prueba (lb) 	<ul style="list-style-type: none"> Hinchamiento es mayor a 20% se considera que la formación presenta alta inestabilidad, atribuida a problemas químicos. Hinchamiento se encuentra en un rango de 10 a 20%, se dice que existen problemas de derrumbe y arrastre que generan una inestabilidad relativamente tolerable. Hinchamiento se encuentra en un rango de 5 a 10% hay disminución del diámetro del hoyo, lo cual también podría causar problemas de derrumbes. Hinchamiento no sobrepasa el 5%, la formación se puede considerar poco reactiva al agua y por consiguiente estable.

3.1.1.2 Preparación de la lutita. Aproximadamente 20 gramos de muestra producirá un corazón cilíndrico de 28,6 mm de diámetro y 15,9 mm de altura.

Tabla 15. Obtención de la muestra y determinación del contenido de humedad (prueba de hinchamiento lineal).

NO	PASOS
1.	Obtener la muestra suficiente para reconstituir el número de núcleos de lutita requeridos. Deje aproximadamente 30 gramos para cada corazón que desee obtener.
2.	Al trabajar con muestras de corazones es probable que no sea necesario limpiarlas como en el caso de los recortes de perforación, por lo tanto se debe almacenar la muestra en un desecador al vacío solamente.
3.	Obtener aproximadamente 25 gramos de la muestra de lutita desde el desecador.
4.	Moler la muestra de lutita para obtener un tamaño de partícula que pueda pasar a través de un tamiz de 200 mesh. Repetir este pasó hasta que toda la muestra pueda pasar a través de la malla.
5.	Para determinar el contenido de humedad debe pesar aproximadamente 6 gramos de la muestra molida y luego secar esta muestra en un horno a 220°F (105°C) durante dos horas.

Tabla 15. Continuación del procedimiento para la obtención de muestras y la determinación del contenido de humedad. (Prueba de hinchamiento lineal).

NO	PASOS
6	Pesar la muestra después de que esta se enfríe a temperatura ambiente, y luego calcular el contenido de humedad. Si el contenido de humedad es aproximadamente 5%, ir al paso 4. Si el contenido de humedad es mayor a 5%, entonces seque la muestra en el horno y pésela de nuevo después de que se enfríe a temperatura ambiente.
7	Si el contenido de humedad es menor al 5%, agregar suficiente agua desionizada para compensar un total del 5% de agua por peso. <ul style="list-style-type: none"> • Mezclar bien amasando la mezcla con dos espátulas. • Transferir la mezcla dentro de un mortero y moler la mezcla suavemente hasta que pase a través de un tamiz con malla de 200 mesh
8	Transferir la mezcla desde el mortero a un contenedor con tapa hermética para almacenar hasta que se necesite para compactación

Tabla 16. Procedimiento para la compactación de la lutita (prueba de hinchamiento lineal).

NO	PASOS
1	Ajustar la tapa de la cámara del núcleo con la base de este, haciendo un cuarto de giro hasta que los cierres encajen en el sitio.
2	Colocar 20 gramos de la lutita preparada que se encuentra molida, dentro de la celda.
3	Ajustar el ensamblaje de la cámara de núcleo al cilindro de la unidad del compactador. (Asegúrese de que la tapa de la cámara del núcleo este ajustado adecuadamente con la cámara del núcleo y este último al cilindro de la unidad del compactador.)
4	Cerrar la válvula de liberación de presión en la bomba hidráulica y abrir la válvula del panel de la celda para que la celda sea presurizada.
5	Usando la válvula hidráulica operada manualmente, aplicar la presión hidráulica hasta lograr una presión de hasta 10000 psi sobre la lutita.
6	En intervalos aproximados de 10 minutos, reajustar la presión a 10000 psi hasta que esta permanezca constante. Después de cada ajuste de presión, cerrar la válvula del panel para evitar que purgue la bomba.
7	Mantener la presión durante 1,5 horas.
8	Liberar la presión girando la válvula del panel, y luego girar la válvula de liberación con la bomba manual.
9	Remueva la tapa de la celda con ayuda del tornillo extractor.
10	Mida inmediatamente el plug de núcleo reconstituido y colóquelo en el desecador al vacío.
11	Aplicar un vacío al desecador durante 5 minutos.
12	Deje el plug del núcleo en el desecador por lo menos 24 horas antes de comenzar la prueba de hinchamiento.

Tabla 17. Instalación del plug de lutita y corrida de la prueba (hinchamiento lineal)

NO	PASOS
1	Tomar el plug del núcleo desde el desecador.
2	Pesar el núcleo, medir la longitud en pulgadas con ayuda de un calibrador, y medir la dureza del mismo con un medidor de dureza tipo D. Registrarlos en la hoja de datos.
3	Colocar la muestra en su respectivo porta núcleos y la funda de teflón con ayuda de un clip de sujeción (evitar la expansión radial de la muestra).
4	Bajar el ensamblaje armado hasta que toque el fondo del disco de evaporación.
5	Adicionar 140 cc de fluido a evaluar y simultáneamente dar inicio a la prueba para transcurrir el tiempo.
6	Ajustar la revolución entre 3-4 y seleccionar la temperatura. Introduzca el termómetro en el orificio superior de la muestra.
7	Una vez estabilizada la curva en la gráfica (la curva de hinchamiento alcanzara una línea horizontal constante, indicando muy poco o ningún hinchamiento lineal), retirar la muestra o cuando se tenga el tiempo prudente.
8	Retirar las celdas del equipo y lavar bien todo.

3.1.2 Prueba de dispersión – Rolado en caliente. Los hornos de rolado proporcionan un excelente método para simular el calentamiento y la agitación que experimentan los fluidos de perforación cuando están circulando a través del hueco, especialmente en los caudales bajos que se presentan en el anular.

También son usados para simular las reacciones químicas que se dan en fluidos de perforación preparados, y determinar el tiempo de estas reacciones para alcanzar el equilibrio bajo unas temperaturas de interés.

Figura 35. Horno de rolado



Fuente: Fann Instrument Company, "Roller Oven" – Instruction Manual", 2011.

La muestra es calentada y agitada sobre unos rodillos mecánicos. A temperaturas menores de los 180°F (82°C), la muestra puede estar contenida en un frasco de vidrio y a temperaturas superiores la muestra debe estar contenida en celdas de envejecimiento de alta temperatura o en una celda de filtro-prensa HPHT. Esta técnica, es llamada rolado en caliente, y es valiosa para:

- Investigaciones en los fluidos de perforación en la cual ocurren las reacciones de intercambio.
- Determinar la estabilidad de los aditivos de los fluidos de perforación, como diluyentes y coloides orgánicos.

Por lo tanto esta prueba es usada para diseñar fluidos y detectar la eficiencia de los aditivos inhibidores para mantener la integridad de los recortes y minimizar la interacción de los fluidos con las secciones de lutita durante las operaciones de perforación y completamiento.

Para formaciones con reactividad media a alta con altas cantidades de esmectita y contenido moderado de illita tienden ser adecuadas para esta prueba.

La prueba de dispersión involucra exponer unas piezas de lutita pesadas y medidas para formular un fluido en una celda convencional de horno de rodillo. La prueba proporciona a largo plazo exponer la lutita y el fluido bajo una agitación leve. Bajo estas condiciones, la dispersión de la lutita dentro del fluido ocurrirá dependiendo de la tendencia de la lutita a dispersarse y las propiedades de inhibición del fluido.

Las características reológicas del fluido pueden influenciar en los resultados de la prueba alterando la cantidad de agitación en la fase de rolado. El fluido y la lutita son roladas bajo 16 horas a una temperatura de 150°F. Después de enfriarse a temperatura ambiente, el fluido se vierte bajo un tamiz y las piezas de lutitas

retenidas son recuperadas, lavadas, pesadas y secadas toda la noche a 210°F. Luego, la muestra se vuelve a pesar para determinar el porcentaje de recuperación.

Tabla 18. Procedimiento para el desarrollo de la prueba de dispersión.

NO	PASOS
1	Pesar 20 gramos del corazón a evaluar.
2	La muestra debe estar tamizadas a través de una de una malla #5 y retenidos en una malla #20.
3	Adicionar los 20 gramos de la muestra tamizados a un barril equivalente de lodo de perforación. (Se deben adicionar 20 gramos a un barril de agua de-ionizada para llevar a cabo la comparación).
4	Coloque el lodo y la muestra en el horno de rolado por un tiempo de 16 horas a una temperatura de 150°F (65°C).
5	Después del añejamiento, permita que las celdas alcancen la temperatura ambiente y tamice el contenido de las partículas no dispersas a través de una malla #80, (Lave la malla utilizando una solución de KCl al 2% en lodos base agua).
6	Coloque los sólidos recolectados en la malla #80 a secar en el horno durante 2 horas a una temperatura de 212°F (100°C).
7	Saque la muestra del horno y colóquelos en el desecador por 2 horas adicionales.
8	Tamice los sólidos secos a través de una malla #20 y malla #80.
9	Reporte la cantidad de cortes retenidos en cada una de las mallas.

Resultados. Los resultados del ensayo se obtienen en porcentaje de erosión. Este porcentaje se calcula en base a la pérdida de peso medido después que la muestra ha sido rolada durante 16 horas a 150°F (65°C)

$$\% \text{ Dispersión} = \frac{\text{Peso inicial (20 gr fijo)} - \text{peso final (gr)}}{\text{Peso inicial (20 gr fijo)}}$$

3.1.3 Prueba de tiempo de succión capilar. El instrumento ha sido usado para estudiar las propiedades coloidales de las suspensiones de arcilla. En la industria petrolera es usada para caracterizar lutitas y optimizar la concentración electrolítica de los fluidos de perforación para minimizar estos efectos en las formaciones de lutitas.

El equipo de succión capilar (CST) es un instrumento que mide el tiempo que tarda una cantidad de agua libre de una suspensión, viajando radialmente entre dos electrodos sobre un filtro de papel poroso.

Figura 36. Temporizador de succión capilar



Fuente: Fann Instrument Company, "Roller Oven" – Instruction Manual", 2011.

Esta técnica ha sido adaptada para medir el tiempo de succión capilar de arcillas o lechadas de lutita. Básicamente, una pequeña cantidad de lutita es mezclada con agua, salmuera, o filtrado de lodo en una pequeña copa de mezclado.

Esta prueba requiere 3 gramos del material del corazón para la prueba. Generalmente, varias prueba son corridas con diferentes concentraciones de sal. En muchos casos, una "floculación" concentración de sal puede reducir dramáticamente el CST para ser determinado. Si la concentración de sal en el fluido es más baja que la concentración de floculación, las partículas de lutita se dispersaran dentro del fluido.

En esta prueba se evalúan las propiedades de hidratación de las lutitas por simulación del esfuerzo y las fuerzas químicas que se presentan durante la perforación. Las lutitas reactivas con alto contenido de arcillas tipo esmectita

tienen un valor alto de CST. Además el tiempo de succión capilar puede ser usado para evaluar el efecto de la salinidad sobre la tendencia de dispersar las lutitas para estimar formaciones específicas.

Tabla 19. Procedimiento para el desarrollo de la prueba de succión capilar.

NO	PASOS
1	Limpie y seque la bandeja donde se encuentra ubicado el sensor y el pato de prueba.
2	Conecte la bandeja del sensor en el compartidor ubicado en la parte trasera del instrumento marcado como plato del sensor "TEST HEAD".
3	Ubique la hoja de papel filtro especial sobre el plato, luego ubique la bandeja que contiene los sensores sobre este de tal manera que empalme esta bandeja sobre los pines del pato y quede bien alineada.
4	Coloque el embudo en el orificio central del plato de prueba y gírelo cuidadosamente asegurándose que este quede en contacto con el papel filtro.
5	Al momento de iniciar el equipo asegúrese que las lecturas de conteo marque cero "0" y que el bombillo testigo que indica el fin de la prueba no este alumbrando.
6	Antes de realizar la prueba debe evaluar las muestras que se van a usar. Deben estar libres de fluido de perforación. Si no es así, limpie las muestras usando una malla #80 y un solvente apropiado. Para las muestras que están impregnadas con fluido base agua, use agua fresca; y para lo que contienen fluido base aceite use varsol. Sea cuidadoso para evitar que se pierda mucha muestra durante el proceso de limpieza.
7	Coloque a secar las muestras limpias en el horno a 105°C por 16 horas.
8	Cuando esté seca la muestra, use un mortero y pistilo para macear la muestra hasta convertirlos en un polvo fino.
9	Pese la muestra por una malla #100 ubicada sobre una malla #200 y el plato receptor. Tamice adecuadamente.
10	Colecte la muestra que pasa a través de la malla #100 y que queda retenida en la malla #200 (el rango de tamaño de partículas es de 150 a 76 micrones).
11	Una vez obtenida la muestra con el tamaño de partículas adecuado, tome 24 ml del fluido a evaluar (agua de-ionizada, agua de mar, salmuera, agua con inhibidor, etc.) en un beaker de 50 ml y adicione 2 gr de la muestra.
12	Agite en el mezclador por 3 minutos.
13	Con una jeringa de vidrio tome aproximadamente 5ml de la suspensión anteriormente mezclada y colóquela en el embudo del instrumento. El líquido de la muestra es absorbido por el papel filtro de una manera circular incrementado el diámetro.

Tabla 19. Procedimiento para el desarrollo de la prueba de succión capilar.²¹

NO	PASOS
14	Cuando el líquido alcance el primer par de contactos, el contador empieza a registrar el tiempo en segundos y el bombillo de testigo se enciende.
15	Cuando el líquido alcance el tercer contacto, el conteo para y el bombillo testigo se enciende y adicionalmente una señal audible es suministrada por el equipo.
16	Registre la lectura del contador del CST en segundos.
17	Remueva el embudo y el papel filtro. Limpie y seque el plato de prueba y los contactos sensores de la bandeja. Limpie y seque el embudo.
18	Apague el equipo después de usar.

NOTA 1: muchos factores tienen un efecto significativo en el equipo de succión capilar, incluyendo el papel filtro, la temperatura y la concentración de sólidos suspendidos.

NOTA 2: colocar una hoja de papel filtro doble podría causar una demora en la absorción del líquido a través del mismo, y por lo tanto podría causar un error. (Esto es algunas veces usado cuando se presentan sistemas acuosos demasiado rápidos).

NOTA 3: un papel filtro especial (No.294-05) es recomendado para sistemas de filtración muy lentos.

NOTA 4: la temperatura tiende a influir significativamente los resultados del CST. Para minimizar el efecto de la temperatura del fluido que va a ser medido, las muestras deben permanecer a temperatura ambiente antes de la prueba.

3.1.4 Prueba de dureza bulk. Es diseñada para evaluar la dureza de la lutita después de la exposición a los fluidos. La dureza de la lutita puede estar relacionada con las propiedades de inhibición del fluido que está siendo evaluado. La lutita que interactúa con los fluidos será más suave debido a la adsorción de agua, hinchamiento, y dispersión de partículas finas.

²¹ Fann Instrument Company, "Roller Oven" – Instruction Manual", 2011.

La interacción roca-fluido puede ser relacionada con problemas de inestabilidad del pozo, incluyendo reducción en el esfuerzo de compresión, astillamiento, fisuración o fracturamiento.

En termino de los recortes de perforación se puede presentar un ablandamiento excesivo y alta pegajosidad de las piezas de lutita que pueden llegar a producir “anillos de lodo” en el anular, problemas de pega en el ensamblaje de perforación, embolamiento de la broca, entre otros problemas asociados.²²

Figura 37. Probador de la dureza bulk de formaciones arcillosas



Fuente: BURDEN, P., et al. “Drilling fluid selection methodology for environmentally sensitive áreas”, Artículo SPE/IADC 162508, 2013

En esta prueba las piezas de lutitas son roladas durante 16 horas a una temperatura de 150°F. Después que se ha realizado el rolado caliente durante estas condiciones, las piezas de lutita son recuperadas sobre un tamiz de 50-

²² STEPHENS M., GOMEZ S., CHURAN M. “Laboratory Methods to Assess shale reactivity with drilling fluids”. Artículo AADE. 2009

mesh y ubicadas en el probador de dureza Bulk. Usando una llave de torsión, la lutita es extruida a través de una placa perforada, midiendo el torque máximo requerido para cada turno en compresión. Las lutitas duras entregaran lecturas de alto torque.

Tabla 20. Procedimiento prueba de dureza bulk de formaciones arcillosas.

NO	PASOS
1	Seleccionar los fragmentos a estudiar de 4 muestras de corazones.
2	Tamizar y recuperar las lutitas usando tamices estándar que cuenten con un rango de tamaño que va desde -6 y +20 mesh.
3	Agregar 30 gramos de cada muestra de lutita en un barril equivalente a cada fluido de prueba.
4	Rolar en caliente el fluido de prueba con la muestra de lutita @ temperatura= 150°F durante 16 horas.
5	Recuperar la muestra de lutita sobre un tamiz de 20 mesh.
6	Ubicar la muestra de lutita recuperada dentro del probador de dureza Bulk..
7	Girar la llave de torsión a un ritmo constante y registrar el valor de torque máximo indicado durante cada revolución.
8	Desarmar el probador de dureza bulk y eliminar los recortes restantes.

3.1.5 Prueba desarrollo de la fractura. Identifica el desarrollo de fracturas en formaciones de lutitas cuando son expuestas a los fluidos de perforación. Esta prueba se enfoca en formaciones con baja reactividad y duras donde los problemas de estabilidad del pozo están relacionados a la propagación de fracturas preexistentes y desarrollo de nuevas fracturas por su inestabilidad química con el fluido de perforación.

Para el desarrollo de esta prueba se emplean dos técnicas para cumplir el objetivo: fotografías de tipo time-lapse (TLP) y el análisis de sección delgada por microscopio.

Las observaciones realizadas durante la exposición de la muestra al fluido son documentadas por fotografía y las muestras son examinadas cuidadosamente con

un microscopio después de la exposición al fluido para documentar el desarrollo de fracturas y otros cambios que hayan ocurrido.

La estructura de la roca, textura y distribución de los minerales establecen condiciones que pueden afectar directamente el desarrollo de fracturas en este tipo de formaciones.

Al final de la prueba se documenta la estabilidad y falla de la lutita con diferentes ambientes de fluido. Estos últimos pueden ser base limpios o libre de sólidos es decir el fluido de perforación más los productos de inhibición, o sistemas de fluidos que contienen sólidos.

Las muestras de corazones son necesarias para realizar la prueba de desarrollo de fractura. Generalmente se toma una pieza del corazón y se cortan tamaños similares y pequeños de forma cilíndrica o cubica. Generalmente de 4 a 6 fluidos pueden ser probados con una muestra de corazón de diámetro de 6 pulgadas.

La técnica de análisis con microscopio es usada para observar los cambios en la microestructura de roca usando las secciones delgadas de las muestras de lutitas después que han sido expuestas con el fluido.

Las microfotografías de las secciones son tomadas para mostrar las fracturas presentes. Las mediciones son grabadas para comparar cuantitativamente los efectos de los fluidos (por ejemplo: anchura de la fractura, numero de fracturas, anchura general de las fracturas).

Los estudios petrográficos de sección delgada de las muestras de lutitas que han sido expuestas con los fluidos nos muestran la facilidad con la cual una determinada área de la estructura de la roca tiende a fallar o romperse.

Cabe resaltar que las fracturas son más probables que ocurran a lo largo de micro fracturas preexistentes, laminaciones y áreas limitantes.

Finalmente el análisis de toda la información permite la clasificación del desempeño de cada fluido y por lo tanto la selección de la base del fluido con sus respectivos aditivos los cuales causan el menor cambio en la lutita.

Tabla 21. Procedimiento de la prueba desarrollo de fractura.

NO	PASOS
1.	Identificar las características petrológicas básicas de las muestras como el ángulo y espaciamento de laminación, dirección de las capas de estratificación, presencia de fracturas preexistentes, alteraciones en el grano, etc.
2.	Emplear un cortador de diamante para observar las muestras en forma cubica y de un tamaño similar. La máxima longitud de la muestra puede llegar a variar dependiendo del tamaño del corazón y de las condiciones de la roca, pero en términos generales se manejan rangos entre 1 y 2 pulgadas. (Las muestras deben estar bien preservadas, corazones que no hayan sido sellados con será, debido a que las muestras preservadas tienden a mantener su mojabilidad natural y la red de fractura es conservada).
3.	Ubicar cada pieza de roca en un envase cuadrado y claro. (Apartar una pieza para tener una base de comparación).
4.	Determina la composición mineral y la capacidad de intercambio catiónico de la muestra.
5.	Agregar los fluidos dentro de los envases. Las condiciones ambientales (temperatura y presión) se mantienen constantes a lo largo de la prueba.
6.	Tomar fotografías durante el tiempo establecido (generalmente 24 horas). Observar cuidadosamente las fotografías y registrar los cambios de la integridad de la roca como desarrollo de fracturas, agrietamientos, precipitaciones de materiales sobre la superficie de la muestra o cualquier cambio visible.
7.	Al final de la prueba, quitar las muestras de los recipientes y secarlas a temperatura ambiente durante toda una noche.
8.	Preparar las secciones delgadas de las muestras (incluyendo la muestra sin exposición a fluidos). Este procedimiento incluye impregnación de muestras con pintura azul epóxica, corte y proceso de molienda en aceite.
9.	Examinar cuidadosamente las secciones delgadas con un microscopio petrográfico. Documentar las principales características de la red de fracturas, extensión máxima de fractura, anchura máxima de la fractura, anchura promedio de las fracturas, presencia de intersección entre fracturas, dirección principal de las fracturas, y cualquier característica importante de la estructura en la roca.
10.	Comparar la muestra original y las muestras expuestas para identificar los cambios ocurridos en la estructura de la roca.

3.1.6 Prueba de inmersión visual. La técnica de fotografía por time-lapse puede ser usada con muestras de lutita con reactividad media para identificar, rastrear y describir de manera cualitativa los mecanismos de inestabilidad de muestras de roca cuando se sumergen en varios fluidos.²³

Las fotografías pueden mostrar simultáneamente los mecanismos de interacción roca-fluido, como dispersión de finos, astillamiento de fragmentos, grietas a lo largos de planos débiles, áreas limitantes o laminaciones. Después de la exposición de los fluidos, las muestras generalmente son frágiles o pueden desmoronarse fácilmente.²⁴

3.1.7 Prueba de acreción. Método usado para evaluar la adhesión de los recortes de perforación sobre las partes metálicas, p.ej. tubería de perforación. Cada prueba requiere un barril equivalente de lodo (350 ml) y 20 gramos de muestra del corazón. Las muestras son tamizadas a través de una malla #5 y son retenidos en una malla #10.

Tabla 22. Procedimiento para la prueba de acreción.

NO	PASOS
1.	Limpie y seque los tubos de metal del kit de acreción con detergentes y agua tibia. Cada tubo debe medir entre 3 a 5 pulgadas de longitud y tener un diámetro de 1,25 pulgadas con un espesor aproximado de 0,0625 pulgadas.
2.	Registre el peso inicial del tubo de metal limpio y seco con ayuda de una balanza analítica.
3.	Cada tubo de metal es colocado en una celda del horno de rolado, sumergido dentro de 1 barril equivalente del fluido de perforación a evaluar.
4.	Los 20 gramos de muestra que se están evaluado son adicionados por la parte externa del tubo sobre la superficie del fluido. (Distribuirlos de manera uniforme alrededor de la superficie externa del tubo.
5.	Colóquelo en el horno de rolado por 45 minutos a una temperatura de 150°F.
6.	Si la prueba lo requiere retire el tubo en intervalos de 5 minutos para chequear la acreción (las diferentes observaciones sobre la acreción se deben ir reportando en el informe).

²³ STEPHENS, M, GOMEZ, S, CHURAN, M, "Laboratory Methods to Asses Shale Reactivity with Drilling Fluids", Artículo AADE, 2009-NTCE-11-04, 2009.

Tabla 22. Procedimiento para la prueba de acreción (Continuación).

NO	PASOS
7.	A los 45 minutos de rolado se remueve el tubo del fluido.
8.	Ruede el tubo sobre una toalla de papel limpia para retirar el exceso de fluido.
9.	Registre la acreción de los cortes sobre el tubo con una fotografía digital.
10.	Coloque el tubo a secar estáticamente por 20 minutos aproximadamente a 185°F.
11.	Saque el tubo del horno e inmediatamente después debe ser sumergido en una solución 50:50 agua/isopropanol por 1 minuto para remover la sal.
12.	Coloque nuevamente el tubo de vuelta en el horno por otros 20 minutos a 185°F.
13.	Retire el horno, dejar enfriar por 15 minutos, medir y registrar el peso final del tubo con los cortes adheridos.
14.	Reporte la cantidad de cortes adheridos al metal como la diferencia en peso, en porcentaje comparado con el peso inicial de cortes (20 gramos).

Calculos.

$$\% \text{ Acreción} = \left(\frac{\text{Peso final de recortes}}{\text{Peso inicial de recortes} * \text{Factor de corrección}} \right) * 100$$

$$\text{Factor de corrección} = \frac{\text{Peso final}}{\text{Peso inicial}}$$

$$\% \text{ Humedad} = \left(\frac{\text{Peso humedo} - \text{Peso final de los recortes}}{\text{Peso final de los recortes}} \right) * 100$$

3.2 SELECCIÓN DEL SISTEMA WBM CON MEJOR DESEMPEÑO EN LAS PRUEBAS DE INTERACCIÓN ROCA-FLUIDO.

Luego de haber establecido el tipo de pruebas de interacción roca fluido para cada tipo de lutitas, se debe realizar la formulación de los sistemas WBM candidatos, para realizar dichas pruebas en base a la caracterización de los corazones. La **tabla 23** reúne información sobre los principales minerales arcillosos con sus respectivas propiedades químicas y las propiedades del lodo de perforación base agua recomendadas para cada uno.

Tabla 23. Minerales arcillosos y el sistema WBM recomendado.

MINERAL	PROPIEDADES QUÍMICAS	PROPIEDADES DEL WBM.
Esmectita.	Mineral hidratable, cuya unidad cristalina sílice-alúmina está basada principalmente por dos unidades estructurales tetraedro-octaedro-tetraedro, unidad por un catión intercambiables que puede ser <i>Mg, Ca</i> y <i>Na</i> . Cuando el catión entre las unidades estructurales es el <i>Na</i> , la esmectita alcanza su máximo valor de reactividad, según los resultados de las pruebas MBT y DRX.	Cuando la esmectita es el mineral de mayor concentración en la roca, se podría perforar con fluidos saturados con sales de potasio, los cuales permiten inhibir la arcilla, además de dar un buen soporte a la pared del pozo y con un polímero no iónico de alto peso molecular el cual encapsula ayudando a reducir la dispersión de las arcillas.
Caolinita.	Mineral poco hidratable, cuya unidad cristalina también de sílice-alúmina, consta de dos unidades estructurales tetraedro-octaedro unidas entre sí, al contacto con el agua tiene a sufrir defloculación y moderada reactividad, según resultados de las pruebas MBT y DRX.	Si la caolinita se encuentra en mayor proporción dentro de la roca, como es un mineral poco hidratable, los fluidos de calcio o fluidos bajos en sólidos son una buena opción.
Ilita.	Mineral de silicio-aluminio, posee la misma estructura cristalina que la esmectita, pero a diferencia de esta el catión entre las unidades cristalinas es el <i>K</i> , el cual la hace muy estable y no hidratable al contacto con el agua. Es poco reactiva según los resultados de las pruebas de MBT y DRX.	Como es el mineral de menos reactividad y si es el de mayor contenido dentro de la roca, se puede utilizar un fluido de perforación similar al de la caolinita, en el cual se utilices un fluido base agua inhibido con un buen control de presiones y viscosidad. Se puede emplear una amina no iónica de bajo peso molecular o una amina anfótera.
Arcillas interestratificadas	Generalmente los minerales de arcilla no se encuentran en la naturaleza en forma individual sino en grupos, por eso se debe primero identificar las proporciones a las cuales se encuentra cada mineral dentro de la muestra.	La formulación del fluido dependerá de la proporción de los minerales arcillosos, así si se presenta la siguiente proporción caolinita > ilita > esmectita, en este caso el fluido debe mantener un buen soporte de la cara del pozo para evitar derrumbes, además de tener una buena viscosidad para permitir mayor arrastre de ripios y a la vez ser inhibido iónicamente con una sal (p.ej. <i>K</i> , para evitar que reaccione con la montmorillonita). Al igual para las arcillas interestratificadas se recomienda el uso de una amina anfótera en lugares donde se tenga altas restricciones ambientales.

3.3 INHIBIDORES PARA FORMACIONES ARCILLOSAS

Cuando se tiene caracterizada la lutita, el siguiente paso es seleccionar los aditivos adecuados para la muestra en estudio. En la actualidad muchos ingenieros piensan que un aditivo “mágico” puede resolver todos los problemas, pero en realidad existen diferentes tipos de inhibidores de arcillas que proporcionan un rendimiento excelente en unas formaciones específicas, pero no existe una solución química general para controlar la inestabilidad en este tipo de formaciones.

Una combinación específica de químicos puede ser útil para una determinada lutita pero no para otras lutitas aun pensando que las dos formaciones tienen la misma cantidad y tipo de arcillas. Es por eso que la selección de los inhibidores se convierte en un proceso personalizado, donde los tipos, cantidades y combinaciones de aditivos químicos son cuidadosamente optimizados utilizando varios ensayos de laboratorio para estudiar una formación problemática.

El primer objetivo del plan de un programa de fluidos de perforación es la selección de un lodo para minimizar los tiempos no productivos en las operaciones de perforación. A la vez debe ser simple y contener un número mínimo de aditivos, esto permitirá mantener y controlar fácilmente sus propiedades en campo.

Sistemas y aditivos específicos han sido usados durante un largo tiempo en la industria para la estabilización o control de lutitas. El número de estabilizadores o inhibidores en el comercio es muy amplio. En lugar de hablar de cada estabilizador individualmente, estos generalmente son agrupados en dos categorías: (1) inhibidores de lutita temporal, también conocidos como aditivos de control de arcillas, y los inhibidores de lutitas permanentes, también conocidos como

estabilizadores de lutitas. Ambas clases de inhibición tienen sus pros y contras.²⁵ Los inhibidores también pueden clasificarse por su naturaleza orgánica e inorgánica como se puede ver a continuación:

3.3.1 Inhibidores inorgánicos de lutitas

3.3.1.1 Sales. Sales como el cloruro de potasio (KCl), cloruro de sodio ($NaCl$), cloruro de calcio ($CaCl_2$) son aditivos para controlar las arcillas y están en la categoría de inhibidores de lutitas temporal. Estas sales son efectivas siempre y cuando los lodos base agua que contienen estas sales estén en contacto con las arcillas. Sin embargo, tan pronto como las sales se agoten o las sales que contienen los fluidos sean desplazados por agua fresca, la arcilla se hidratará de nuevo y se hinchará, desestabilizando la formación perforada. Se trabajan con concentraciones entre 2 – 37% para fluidos de perforación.²⁶

3.3.1.1.1 Cloruro de potasio. En formaciones arcillosas puede reducir la presión de hinchamiento en arcillas de tipo esméctica, y por lo tanto ha sido aplicado exitosamente en arcillas de tipo gumbo (término genérico para las formaciones de arcillas blandas, pegajosas y que se dilatan al contacto con el agua).

Un sistema de lodo que contiene KCl junto con la poliacrilamida parcialmente hidrolizada (PHPA) es altamente efectivo en la estabilización de recortes, minimizando la dispersión en partículas más finas y mejorando la reología del lodo.

La principal deficiencia del KCl es la incapacidad que tiene para prevenir la invasión de filtrado, ya que la viscosidad en soluciones KCl está cerca a la del agua, aun en niveles elevados de saturación, esta no puede cerrar la garganta de

²⁵ GOMEZ, S. PATEL A. "Shale Inhibition: What Works?". Artículo SPE 164108. 2013

²⁶ Eric Van Oort, "On the physical and chemical stability of shales", Journal petroleum science & Engineering, 2003

poro o modificar la permeabilidad de la lutita. Además, las presiones osmóticas generadas en soluciones concentradas de *KCl* son regulares (generalmente <2900 psi) y las eficiencias de membrana son bajas (generalmente de 1% al 2%) debido a la alta movilidad que presenta el *KCl* en la lutita. Es por esto, que el contraflujo osmótico del fluido de poro de la lutita en lodo *KCl* será insignificante.

En conclusión, el *KCl* es recomendado principalmente para la estabilización de recortes de perforación en lutitas reactivas que contienen cantidades significativas de esmécticas.

3.3.1.1.2 Cloruro de sodio. Soluciones concentradas de NaCl no hacen buenos fluidos para perforaciones de lutitas por ellos mismos, estos son muy efectivos cuando son tratados en combinaciones con sistemas que puedan aumentar la eficiencia de membrana en la lutita (como silicatos, polioles, metilglucósido), proporcionando el gradiente osmótico para deshidratar la lutita.

3.3.1.1.3 Bromuro de calcio/magnesio/cinc y Cloruro de calcio/magnesio/cinc ($CaCl_2$, $CaBr_2$, $ZnCl_2$, $MgCl_2$, $MgBr_2$, $ZnBr_2$). Los iones de Ca^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} son usados en fluidos de perforación con alta densidad y bajo contenido de sólidos. Los dos parámetros que hacen de ellos adecuados para la perforación de lutitas son: (1) su viscosidad del filtrado es alta por lo tanto bajara el flujo hidráulico y (2) puede generar presiones osmóticas efectivas muy elevadas (alrededor de 1450 psi).

Son utilizados para compensar la hidráulica del lodo. Sin embargo, tienen la desventaja de que los iones divalentes pueden filtrarse desde el lodo a la lutita y cuando estos iones intercambien sitios en las arcillas por iones más inhibidos como los de K^+ , la presión de hinchamiento aumentara, llevando a la inestabilidad del pozo. Por lo tanto, estos lodos deben ser balanceados cuidadosamente para

tener efectos favorables sobre el contenido de agua y la presión de poro, sin perjuicios mayores en la presión de hinchamiento.

3.3.1.1.4 Sales de formiato y acetato ($MCOOH$, MCH_3COOH ; $M = Na^+, K^+, Cs^+$)

En salmueras concentradas de formiato y acetato presentarán una viscosidad de filtrado alta y pueden generar una gran presión osmótica. Estos sistemas de sales monovalentes tendrán efectos satisfactorios como en el caso del formiato de potasio ($KCOOH$) que ha sido especializado para reducir la presión de hinchamiento, contenido de agua y presión de poro al mismo tiempo. Cabe resaltar que los beneficios mencionados anteriormente serán obtenidos solamente en soluciones de sal con altas concentraciones. Otra ventaja que presentan los formiatos es que pueden mezclarse entre sí dentro de rangos amplios de concentraciones o temperaturas sin problemas de solubilidad o cristalización.

3.3.1.1.5 Silicatos. Estos lodos económicos y ambientalmente inofensivos combinan un conjunto de características únicas que hacen de ellos esenciales en la estabilización de lutitas. Los silicatos solubles son sales metálicas de ácido silícico y existen en múltiples formas poliméricas en solución.

Los tres principales componentes en los silicatos son: sílice (SiO_2), álcali (Na_2O o K_2O) y agua, y los mecanismos de inhibición del silicato consisten de una combinación de dos reacciones químicas: gelificación y precipitación. La gelificación consiste de la autopolimerización de las estructuras del silicato para formar una estructura de gel. Esta reacción química es controlada por el pH (la polimerización comienza a pH por debajo de 10,5). Por otro lado la precipitación del silicato es la reticulación de silicatos por cationes multivalentes.

Durante la perforación de lutitas, el pH del sistema de fluidos de perforación caerá por debajo de 10,5, al estar en contacto con los fluidos de la formación y la precipitación se dará cuando los cationes multivalentes presentes en los fluidos de

formación reaccionen con los silicatos para formar precipitados insolubles. Estos mecanismos se dan en la superficie de la lutita bloqueando el influjo de fluidos (alta eficiencia de la membrana osmótica) y la presión dentro de la formación. El sellado de la microestructura se atribuye también a las reacciones de silicato en el pozo lo cual previene el debilitamiento de la roca a lo largo de las fracturas o planos estratigráficos.

3.3.2 Inhibidores orgánicos de lutitas. Para combatir los temas relacionados con el rendimiento e impacto ambiental asociado con sales, un número de alternativas de fuentes catiónicas, han sido evaluadas, entre estas opciones se tienen compuestos de amina como inhibidores de lutita. Ellos están agrupados y conocidos como inhibidores permanentes de lutitas.

Estos inhibidores interactúan químicamente con la lutita por mecanismos de intercambio catiónico simple o múltiple, ya sea entrando a la matriz de la lutita o reaccionando sobre la superficie de la misma. Estos inhibidores tienen la característica de ser muy efectivos en lutitas con capacidad de intercambio catiónico elevado.

Los inhibidores orgánicos que se pueden encontrar en el mercado son: amina monomérica, amina oligomérica, amina polimérica y glicoles.²⁷

3.3.2.1 Amina Monomérica. Los inhibidores de lutita base amina-mono catiónica de bajo peso molecular entran en las capas de arcilla y reducen la cantidad de agua absorbida por las arcillas, reduciendo así el hinchamiento de las arcillas debido a la hidratación pues ocurre un intercambio catiónico entre arcilla y amina.

El nivel de tratamiento requerido para atenuar altos niveles de inhibición es bajo en comparación con las sales inorgánicas. Sin embargo, presentan un bajo nivel

²⁷ GOMEZ, S. PATEL A. "Shale Inhibition: What Works?". Artículo SPE 164108. 2013

de inhibición y altos olores de amoniaco al ser comparadas con los inhibidores de base oligomérica o polimérica. Por lo tanto sus inhibidores como lutitas están limitados.

Se han desarrollado y aplicado en la industria de los hidrocarburos inhibidores como el cloruro de amonio, cloruro de tetrametilamonio, cloruro de colina y otros derivados en cuanto al tema de inestabilidad química con las lutitas y se ha presentado un éxito muy variado.

3.3.2.2 Amina oligomérica. Desarrollada para mitigar temas relacionados a la salud, seguridad y medio ambiente (HSE) y de esta forma mejorar las propiedades de inhibición de la especie monomérica.

Estas aminas a diferencia de la amina monomérica presentan la ventaja de estabilizar las arcillas con mayor permanencia debido a múltiples sitios absorbidos en la arcilla simultáneamente y por lo tanto son menos susceptibles para revertir la desorción.

3.3.2.3 Poliamina. Se reconocen por su cadena polimérica para puentear con la superficie arcillosa. Sin embargo los cationes poliméricos de las aminas tienen un tamaño molecular grande y no pueden penetrar a las capas de arcilla tan eficaz como las aminas cuaternarias oligoméricas. En consecuencia, la absorción ocurre principalmente sobre la superficie de la arcilla resultando en una inhibición de arcilla poco eficiente en tipos de arcilla altamente hinchables.

3.3.2.4 Glicoles. Los glicoles son compuestos orgánicos que se derivan de los alcoholes, tienen gravedad específica de 0,94 y son muy efectivos para (1) mejorar la calidad del revoque, (2) reducir el filtrado, (3) minimizar la dispersión de ripios y (4) reducir las pegas diferenciales.²⁸

²⁸ ROMAI Yrán, Fluidos de perforación, México, 2008

La principal propiedad de los glicoles es su temperatura de punto de niebla o cloud point (CPT); temperatura a la cual deja de ser soluble en agua. Dicho esto, se conoce que los glicoles presentan dos mecanismos para estabilizar las lutitas, la primera es por debajo de la temperatura de punto de niebla y la otra por encima de esta temperatura. El primer mecanismo puede desplazar el agua ubicada en las superficies arcillosas formando una fase estable (esta habilidad aumenta al incrementar la temperatura) y en el momento que se alcanza la temperatura de nube se forman gotas finas, las cuales pueden ser vistas como gotas de aceite que contribuyen sobre la filtración e impermeabilidad de la torta de filtrado

La temperatura de fondo del hueco es mayor que la temperatura de circulación del fluido de perforación, debido a procesos termodinámicos y geotérmicos. Es por eso que el ingeniero de lodos podría diseñar el lodo base agua de tal manera que las caídas de temperatura se encuentre en el rango de la temperatura del fondo del hueco y la temperatura de circulación ya que se lograra la máxima inhibición y estabilización al perforar formaciones arcillosas.²⁹

También debe tenerse en cuenta que la inhibición que presenta el glicol, el intercambio catiónico por medio de las sales de potasio y la encapsulación de lutitas por medio de los polímeros puede aumentar en gran medida el rendimiento de los lodos base agua para las perforaciones de lutitas reactivas.

3.4 ADITIVOS PARA EL SELLADO FISICO EN LAS LUTITAS

Otros tipos de aditivos han sido desarrollados para controlar la invasión de fluidos en fracturas naturales o inducidas, canales de flujo natural, entre otras. Muchos de estos aditivos son inertes o productos no reactivos que trabajan para crear un sello

²⁹ DINARVAND, Y., HABIBNIA, B., SHAHBAZI, K., "Experimental investigation of possibility of replacing oil-based muds with environmentally friendly water-based glycol muds in maroon oil field", Artículo SPE 132769, 2010.

físico. Diferentes tipos de asfáltenos, grafito, carbonato de calcio y otros productos sólidos con tamaño de partículas específico se encuentran disponibles para crear un sello efectivo.

Las últimas novedades en aditivos sellantes incluyen productos de nano partículas y copolímeros. Avances tecnológicos con el uso de polímeros para el control de lutitas incluyen diferentes tipos de productos polímeros para controlar la dispersión de recortes de perforación de lutitas, encapsulando las arcillas y previniendo el contacto con agua. En conclusión muchos de estos productos previenen la invasión de agua en las estructuras arcillosas por medio de mecanismos de encapsulación.

3.5 LODOS BASE AGUA DE ALTO RENDIMIENTO (HPWBM).

Los fluidos base aceite y fluidos de emulsión inversa han demostrado un mejor desempeño en la perforación de pozos que los fluidos base agua, ya que contribuyen a una perforación libre de problemas y a la construcción de un pozo de mejor calidad. Sin embargo, a pesar de esto los operadores continúan buscando un sistema base agua que tenga un rendimiento similar a la de los fluidos base aceite con el fin de asegurar la estabilidad de pozo, obtener altas tasas de penetración (ROP), alta tolerancia a los contaminantes, una inhibición eficaz de arcillas y una excelente lubricidad.

Como las regulaciones ambientales cada vez son más estrictas y el vertimiento de residuos de perforación contaminados con petróleo ha sido prohibido en áreas ambientalmente sensibles, han hecho de los lodos base agua de alto rendimiento (HPWBM) una alternativa atractiva.

Por definición, un sistema base agua de alto rendimiento es comparable con un fluido de emulsión inversa, en cuanto a rendimiento, mientras elimina la mayoría

de los riesgos y costos asociados con el manejo de los residuos generados durante la perforación cuando se utilizan sistemas de emulsión inversa.

Un fluido de perforación de alto rendimiento cumple con las siguientes propiedades, que trabajan conjuntamente para llevar a cabo el máximo rendimiento durante la perforación.

Son sistemas no dispersos. El uso de productos químicos que dispersan los sólidos perforados conduce a la generación de partículas ultra finas de sólidos, lo que lleva a un aumento no deseado en las propiedades reológicas, dando lugar a más adiciones de dispersantes químicos y agua.

La presencia de inhibidores, floculantes y la naturaleza pseudoplástica de los HPBWF puede eliminar la necesidad del uso de dispersantes y pone fin al ciclo de la contaminación de sólidos.

Bajo contenido de sólidos coloidales. A medida que los sólidos coloidales se acumulan en el sistema, la eficiencia de remoción de sólidos cae drásticamente y por consiguiente baja la tasa de penetración (ROP). Cuando se minimiza el contenido de sólidos coloidales en el lodo, se reduce la viscosidad plástica del fluido, aumentando la potencia de la broca. Sin embargo, la eliminación de los sólidos coloidales se hace difícil, si se permite que estos sólidos se acumulen y se degraden en el sistema activo.

Un verdadero HBWBM debe flocular químicamente y encapsular estas partículas para que el equipo de control de sólidos las remueva en superficie, esto se logra a través del uso de un encapsulador y floculante polimérico que ayuda a prevenir la degradación que afecta a los recortes de perforación.

Inhibición efectiva de arcillas. Un HPWBM debe inhibir las arcillas reactivas y facilitar la eliminación de los sólidos perforados durante toda la operación. Un fluido base agua (WBM) que sólo es diseñado para inhibir formaciones arcillosas no puede ir un paso más allá, y es el de flocular y encapsular los sólidos ultrafinos que causan la baja tasa de penetración asociadas a los WBM.

Los HPWBM están diseñados para construir un agujero de buen calibre y ayudar a formar una barrera que protege la matriz de la arcilla de la invasión del agua. El diseño y formulación de cada HPWBM se realiza estableciendo la mineralogía de las formaciones arcillosas a través de pruebas a muestras de núcleos. Cada sistema HPWBM es diseñado para las formaciones esperadas, esto reduce la erosión del hueco y el desprendimiento de formaciones. La perforación de un agujero de buen calibre permite la toma de registros de mejor calidad y mejores cementaciones.

Comportamiento pseudoplástico. El comportamiento pseudoplástico es un factor clave en el rendimiento de la perforación. Un fluido de perforación ideal es aquel que reduce su viscosidad con el aumento del esfuerzo de cizalla. Los HPWBM no tienen bentonita, por lo que son menos viscosos y maximizan la potencia hidráulica de la broca, luego aumentan su viscosidad en el anular para proporcionar una buena limpieza en el hueco y las propiedades de suspensión necesarias para lodos con pesos de hasta 17,5 lpg y temperaturas de alrededor de 375 °F (190 °C).

En la **tabla 24** se relacionan la ventajas y aplicaciones de los fluidos de perforación base agua de alto rendimiento.

Tabla 24. Ventajas y aplicaciones de los fluidos de perforación base agua de alto rendimiento.

VENTAJAS DE LOS HPWBM	APLICACIONES DE LOS HPWBM.
<ul style="list-style-type: none"> • Proveen un alto control de arcillas reactivas. • Altas tasas de penetración (ROP). • Proporcionan una alta estabilidad de pozo. • Bajos coeficientes de fricción (CoF). • Control reológico en un amplio rango de temperatura (40-400 °F) • Tienen menos restricciones en el manejo ambiental. 	<p>Las ventajas que se obtienen mediante el uso de sistemas de HPWBM, los convierten en la mejor opción para los siguientes desafíos en la perforación:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Gumbos y arcillas reactivas. • Arcillas dispersivas. • Arenas permeables. • Pozos con altas temperaturas. • Pozos direccionales. • Pozos de alcance extendido. • Pozos costa afuera. • Secuencias de evaporitas. • Huecos estrechos.

3.5.1 Composición química de un HPWBM.

3.5.1.1 Fase continua del fluido.

- *Salmuera monovalente hecha con KCl y/o NaCl en agua de mar o agua de perforación.* Cualquier concentración de estas sales se puede utilizar, sin embargo, los estudios de campo indican que para formaciones con alta presencia de gumbo se requiere al menos del 8% en peso de *KCl* y/o *NaCl* para un rendimiento óptimo y minimizar la solución del sistema.

3.5.1.2 Viscosificantes.

- *Goma de Xantana*, es un biopolímero de alto peso molecular usado para incrementar la viscosidad en los sistemas de fluidos de perforación base agua y de esta forma transportar y suspender los recortes. Se utiliza en concentraciones de entre 0.1 y 3.0 lpb.
- *Mezcla de agentes viscosificantes y extensores*, son usados para incrementar la reología del fluido de perforación. También ayuda a reducir las pérdidas de

fluido y filtración dentro de las formaciones. Se utiliza en concentraciones entre 6.0 y 10.0 lpb.

- *Bentonita de Wyoming*, se utiliza para aumentar rápidamente la viscosidad y brindar limpieza superior del agujero, así como ayudar a controlar la pérdida de circulación, el derrumbe de la formación y promover la estabilidad del pozo en formaciones no consolidadas. Se puede emplear para: (1) pozos de agua potable, (2) extracción de núcleos y perforación rotatoria, (3) perforación direccional horizontal, (4) pozos de monitoreo/observación, entre otras. Se utiliza en concentraciones de entre 8,0 y 10,0 lbp

3.5.1.3 Controladores de filtrado.

- *Almidón modificado*, cuando es usado en conjunto con un agente puenteante como el carbonato de calcio proporcionara una torta de filtrado delgada, flexible, y de fácil remoción. Por lo tanto este material es usado para reducir las pérdidas de filtrado en los sistemas de lodos base agua.
Resiste a la contaminación por calcio en un amplio rango de pH y puede ser usado a temperaturas de hasta 250°F, es por eso que se recomienda un extensor térmico en pozo que experimenten temperaturas superiores. Se utiliza en concentraciones de entre 2,0 y 6,0 lpb.
- *Celulosa polianiónica (PAC)*, es un polímero fácilmente dispersable en agua y diseñado como reductor de filtrado, lubricante e inhibe la hidratación de solidos de perforación y los encapsula para su fácil remoción. Se utiliza en concentraciones de entre 1,0 y 3,0 lpb.

3.5.1.4 Floculante/Encapsulante.

- *Polímero no iónico de alto peso molecular*, es un encapsulador o floculante específico el cual cuenta con una estructura polímero única que le ayuda a

reducir la dispersión de las lutitas y estabilizar las lutitas altamente sensible al agua como la esmectita.

3.5.1.5 Inhibidores de arcilla.

- *Polímero no-iónico de bajo peso molecular*, es un polímero seco empleado en los sistemas de fluidos de perforación base agua para estabilizar minerales arcillosos de tipo illita. Este se adhiere a la superficie de arcillas reactivas el cual ayuda a reducir la dispersión e hidratación mientras se mejora la integridad de los recortes de perforación.

Es un estabilizador de lutitas compatible con agua fresca, agua de mar y salmueras monovalentes, el cual funciona hasta temperaturas de 325°F ayudando a mantener la estabilidad del pozo y promover el calibre del hueco, bloqueando el espacio poroso y las microfracturas en las lutitas. Se utiliza en concentraciones de entre 2,0 y 5,0 lpb.

- *Amina anfótera*, estabilizador de lutitas usado para inhibir las arcillas reactivas y formaciones salinas de tipo esmectita, illita e interestratificadas, donde la amina tiene la capacidad de bloquear la hidratación de las arcillas, sellar las microfracturas y fisuras en las arcillas. Es efectiva en la mayoría de los fluidos de perforación base agua fresca hasta salmueras de alta salinidad y se pueden utilizar hasta una temperatura de 400°F. Este estabilizador funciona mejor en rangos de pH de 7 a 10 y se utiliza en concentraciones de entre 4,0 y 8,0 lpb.

3.5.1.6 Estabilizador de lutitas.

- *Mezcla de silicato de potasio y glicol*, ayuda a mejorar la inhibición y estabilización de arcillas altamente reactivas como la esmectita. Esta mezcla ayuda a sellar los poros y microfracturas en la formación, reduce el embolamiento de la broca, la tendencia a la acreción y reduce la corrosión. Se utiliza en concentraciones de entre 1,0 y 4,0% en vol.

- *Polialquilenglicol (PAG)*, usado en los fluidos de perforación base agua que ayuda a mejorar la lubricidad y estabilización de lutitas. Es recomendado para el uso en sistemas de fluidos base potasio o sodio cuando la reactividad de las arcillas es baja a media.

Ampliamente usado en lugares con regulaciones ambientales. Al momento de su uso; los aditivos que cuentan con un punto de nube elevado ayudan a estabilizar los problemas de las lutitas cerrando los espacios porosos de estas formaciones y previniendo la igualación de la presión hidrostática lejos de la del pozo. Se utiliza en concentraciones de entre 2,0 y 5,0% en vol.

3.5.1.7 Fuente de alcalinidad

- Hidróxido de potasio *KOH*, también conocido como soda caustica donde su uso principal es controlar la alcalinidad y pH en fluidos base agua en situaciones donde el sodio no es deseado. Este químico debe ser agregado con una solución de agua en un barril en una concentración de 0,1 a 10 lpb.

3.5.1.8 Agente puenteante.

- *Carbonato de calcio $CaCO_3$* , son agentes puenteantes y densificantes usados para controlar las pérdidas del fluido, pérdidas de circulación y densidad. Estos componentes pueden ser empleados tanto en sistemas acuosos como de fase inversa, así como fluidos de completamiento, reacondicionamiento de pozos, y fluidos limpios.

Generalmente, el carbonato de calcio es usado como mezclas para tratar el fluido de perforación entero a una concentración total de 10 a 50 lb/bbl. En la actualidad las compañías de servicios cuentan con simuladores para diseñar la cantidad y tamaño adecuado del producto con el fin de minimizar las pérdidas de circulación en formaciones permeables o naturalmente fracturadas.

3.5.1.9 Material densificante

- *Barita*, el sulfato de bario es usado para incrementar la densidad en cualquier sistema de fluidos de perforación. Se pueden lograr pesos de lodos de hasta 20 lb/gal en la mayoría de sistemas de fluidos de perforación, manteniendo buenas propiedades de flujo.

Es también usado en formulación de fluidos para matada de pozo y tapones de barita que a menudo llegan a 22 lb/gal para los procedimientos de control de pozo.

3.5.1.10 Reductor de dureza

- *Carbonato de sodio*, Se utiliza principalmente para reducir el calcio soluble en los lodos de perforación base agua. Otros usos comprenden el aumento del pH y la floculación de lodos de perforación inicial.

El calcio está presente en muchas aguas de preparación y formaciones. Puede causar la floculación del lodo, lo que trae como resultado un aumento en la reología, los esfuerzos de gel y el filtrado. El calcio de alto filtrado causa la precipitación de aditivos sensibles al calcio, tales como la poliacrilamida parcialmente hidrolizada (PHPA), poliacrilato de sodio. Los polímeros celulósicos como la celulosa polianiónica y carboximetil celulosa (CMC) son ligeramente sensibles al calcio y toleran niveles moderados de calcio de filtrado.

Los tratamientos típicos de carbonato de sodio abarcan de 0,25 a 2 lb/bbl, dependiendo del nivel de calcio y la química del agua del fluido de perforación. Una libra de carbonato de sodio remueve el calcio de 1,283 lb de sulfato de calcio (anhidrita).

3.5.2 Propiedades de un HPWBM.

3.5.2.1 Contenido de sólidos. Como un HPWBM es un sistema no disperso, el control de sólidos es muy importante, especialmente cuando se perforan en arcillas reactivas y formaciones de gumbo, por lo tanto, los niveles de sólidos en campo se deben mantener en los siguientes rangos:

- Sólidos de baja gravedad < 6% en vol.
- Contenido de arena < 1% en vol.
- Prueba de azul de metileno (MBT) < 10 lpb eq arcilla.

3.5.2.2 Control de filtración. Se debe ajustar la concentración del controlador de filtrado para alcanzar los niveles de pérdida de fluido deseados. Para pozos con mayores temperaturas se requerirán agentes de pérdida de filtrado adicionales para lograr los mismos resultados. Es recomendable realizar la prueba HPHT de pérdida de filtrado a las temperaturas y presiones estimadas de fondo de pozo; estos valores darán un indicación de las propiedades del fluido a dichas condiciones.

Como regla general se debe obtener una pérdida de filtrado HPHT de 2-4 veces mayor que la pérdida de fluidos API. Sin embargo esto depende de los valores de presión y temperatura utilizados en la prueba HPHT. Se debe mantener el filtrado API por debajo de 10 cc/ 30 min, sin embargo es aconsejable tratar de reducir este nivel aún más, hasta un valor de 5cc/ 30 min o menos. Esto puede proporcionar un control de filtración a través de arenas permeables y ayudar a limitar la invasión dentro de microfracturas en la lutita (lo que puede conducir a la inestabilidad de la lutita).

3.5.2.3 Alcalinidad. El pH de un HPWBM debe ser mantenido por debajo de 10 en todo momento, de lo contrario la poliacrilamida no iónica presente en estos

sistemas, se podría hidrolizar. Se aconseja evitar la adición directa de soda cáustica o potásica al fluido, en lugar de esto, se mezcla todo en un barril y se vierte lentamente dentro del fluido, esto con el fin de permitir una mejor mezcla y evitar los altos de pH “puntos calientes” en puntos de depleción de los niveles de poliacrilamida.

Un pretratamiento del sistema con bicarbonato de sodio (y ácido cítrico si es necesario) para proteger el sistema de la contaminación por cemento durante las operaciones, y estos a su vez ayudan a mantener la alcalinidad y el pH por debajo de 10. Se prefiere utilizar *KOH* como fuente de alcalinidad, ya que proporciona iones de potasio (K^+) adicionales para la inhibición de arcillas.

3.5.2.4 Dureza. Los iones de Ca^{2+} y de Mg^{2+} presentes en el agua de perforación o el agua de mar necesitan ser tratados con la adición de carbonato de sodio, soda caustica o bicarbonato de sodio (la elección de alguno de ellos depende de la sensibilidad del pH con el tiempo). El carbonato de sodio y la soda caustica pueden aumentar la alcalinidad en zonas donde el bicarbonato de sodio no puede. El ión OH^- encontrado en la soda cáustica/potásica es mejor en la remoción del magnesio. Sin embargo, la contaminación por cemento que conduce el incremento de los iones Ca^{2+} puede ser tratada con bicarbonato de sodio.

Los niveles máximos de dureza deben estar por debajo de 400 mg/l, si sobrepasan este límite, los iones divalentes presentes pueden causar una disminución en la eficiencia reológica, conduciendo a una disminución del diámetro hidrodinámico de los aditivos poliméricos y pérdidas en la eficiencia del sistema.

3.5.2.5 Salinidad. Resultados de campo indican que con una salinidad mínima de 80.000 ppm ayuda a los poliacrilamidas tengan una mayor eficiencia, con esto se

mejora el desempeño de la perforación (el volumen de dilución del polímero disminuye considerablemente cuando la salinidad está por encima de este nivel).

3.6 CRITERIOS PARA SELECCIONAR EL FLUIDO DE PERFORACIÓN.

Una vez formulados los sistemas WBM candidatos, se evalúan bajo los siguientes parámetros:

3.6.1 Factores ambientales. Las consideraciones ambientales son muchas y variadas, dependiendo de la localización del pozo, por ejemplo en algunas áreas se prohíbe el uso de fluidos base aceite, altos valores de pH y el uso de cromo. En otras zonas es de total obligatoriedad realizar pruebas para clasificar el grado de toxicidad del fluido empleado y determinar el tipo de manejo que debe emplearse para el fluido y recortes de perforación. Algunas de estas pruebas son prueba de toxicidad, biodegradación, bioacumulación. Otros parámetros que determinan si el fluido es contaminante son: el contenido de cloruros, de metales pesados, de aceite y el pH.

3.6.2 Condiciones de seguridad. La seguridad es prioritaria y el fluido seleccionado debe ser capaz de mantener las densidades de operación para ejercer control de la presión de formación, minimizar el efecto de suabeo y pistoneo, mantener el control sobre contaminantes comunes y rápida densificación.

3.6.3 Condiciones del pozo. Los aditivos deben ser cuidadosamente seleccionados, revisando su estabilidad a la temperatura y presión de pozo. Los principales problemas en pozo con alta presión temperatura son la gelificación, el asentamiento de barita, la inestabilidad térmica y el margen de densidades.

3.6.4 Aspectos económicos. Deberá realizarse una lista con los fluidos que técnicamente son capaces de perforar el pozo con seguridad y eficiencia, estableciendo entonces una comparación directa con el costo. El costo de incluir entonces, el fluido base, los aditivos para su mantenimiento y el costo de la disposición final del sistema y de los residuos.

Luego de analizar y considerar los factores previamente mencionados se está en condiciones de seleccionar los fluidos candidatos para realizar las pruebas de interacción roca-fluido. Una vez realizadas las pruebas, se evalúa y se compara el desempeño de cada sistema y finalmente se selecciona el sistema con mejor rendimiento.

Tabla 25. Criterios de evaluación de las pruebas de interacción roca-fluido.

PRUEBA	RESULTADO/CRITERIO
Prueba de MBT-Capacidad de intercambio catiónico (meq/100g)	0-8 No reactivo
	9-18 Medianamente reactivo.
	>30 Reactivo-Muy reactivo.
Hinchamiento lineal (% Hinchamiento)	<33 No reactivo.
	33-66 Medianamente reactivo.
	>66 Muy reactivo.
Dispersión (% de Recobro)	90-100 Excelente.
	80-89 Aceptable.
	< 80 No aceptable.
Tiempo de succión capilar –TSC (seg)	0-40 Excelente
	41-50 Aceptable
	< 50 No aceptable.
Inmersión (cualitativa)	>24 hrs Excelente
	24-4 hrs Bueno
	4-1 hrs Aceptable.
	< 1 hr No aceptable.
Dureza (Torque @ 8 giros)	>50 lb-pulg Excelente
	25-50 Bueno.
	10-25 Aceptable.
	<10 No Aceptable.

4 CASOS APLICADOS

4.1 LUTITA DE BAJA REACTIVIDAD

La información presentada de este caso aplicado fue adaptada y tomada del artículo AADE-08-DF-HO-18, con el fin de mostrar la importancia que tiene estudiar la estabilidad del pozo usando muestras de corazón pues es considerado entre los mejores métodos para evaluar e identificar los efectos que tienen los fluidos de perforación en las formaciones arcillosas.

Como se mencionó en los capítulos anteriores los estudios abarcan descripciones petrográficas, realizando una excelente caracterización de las muestras de corazón junto con las pruebas de interacción roca-fluido que ofrecen una mejor perspectiva para comprender las respuestas que tienen este tipo de rocas en los diferentes sistemas de fluidos de perforación.

Se desarrolló un programa piloto para evaluar la viabilidad de entrar nuevamente en la cuenca Anadarko ubicada en Texas, empleando equipos de perforación con tubería flexible (coiled tubing). Debido a que experimentaron severos problemas de inestabilidad del pozo y problemas de pérdidas de fluidos en secciones con alto contenido de minerales arcillosos ubicados en la parte suprayacente a la formación productora (arenisca con tight gas).

Se evaluó la técnica de desarrollo de fracturas debido a las características presentadas en la muestras con el fin de estudiar la propagación de fracturas en los planos de estratificación débiles en formaciones arcillosas clasificadas como una lutita con reactividad baja.

Lo que se busca con estos tipos de estudios es presentar la importancia que tiene evaluar la inestabilidad química de las formaciones arcillosas con los fluidos de

perforación realizando una verificación experimental de la interacción entre los componentes de los lodos con este tipo de rocas, logrando de esta forma establecer un balance químico en el sistema de perforación a utilizar.

4.1.1 Programa de perforación con tubería flexible en la cuenca Anadarko del año 2005. Durante el programa de perforación las formaciones Cleveland y MSF que se encuentran por encima de la zona productora representaron un área problemática ya que se encontraron varios problemas de inestabilidad del pozo durante la segunda entrada del sidetrack horizontal de pozos antiguos. Una vez se experimentaron pérdidas de formación, desprendimientos de lutitas se observaron las zarandas completamente llenas durante los wiper trips (viajes de limpieza). El tener que hacer un sidetrack y la incapacidad para correr las tuberías de completamiento fueron algunas de las principales consecuencias de la inestabilidad del pozo.

El programa de perforación finalizó con solo el 30% de los pozos completados y algunos pozos se perdieron más tarde indicando posibles colapsos del pozo.

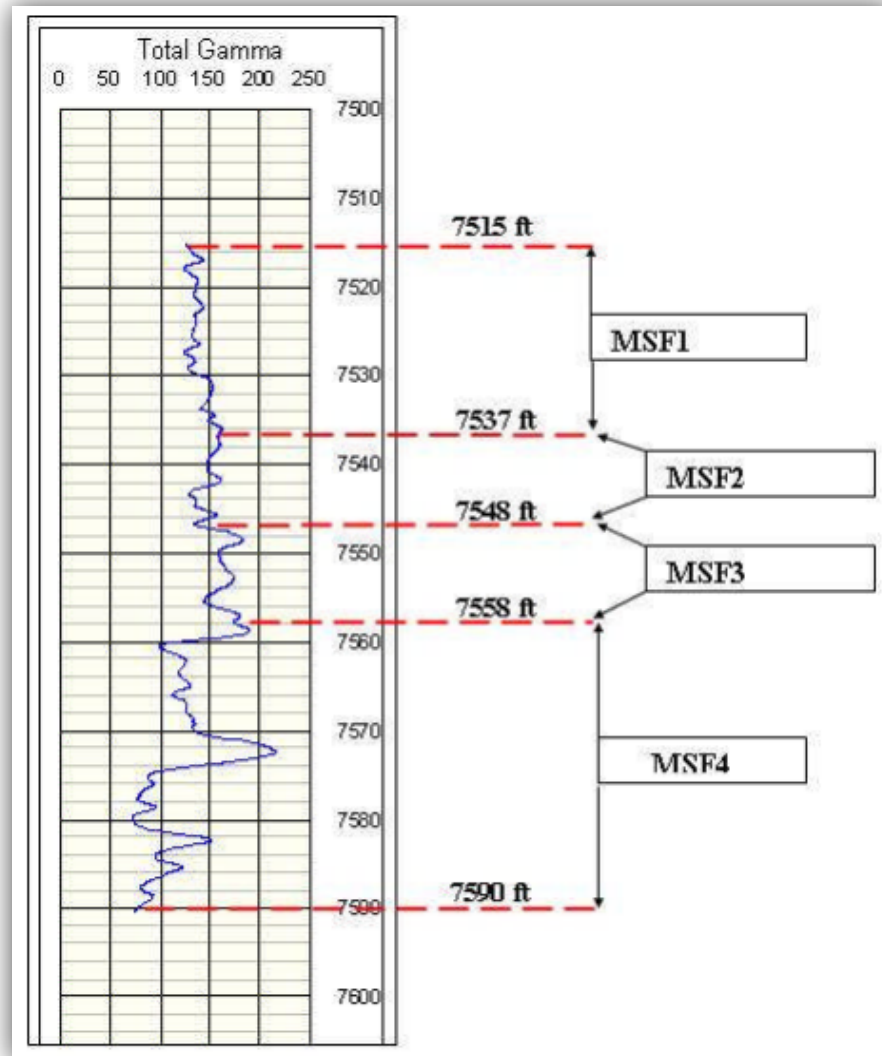
El corazón fue obtenido desde el pozo Bradford C No. 8-723 en el condado de Lipscomb, Texas. Los corazones fueron tomados desde una profundidad de 7515 pies a 7590 pies y fueron divididos en secciones de 1 pie para luego ser sumergidos en cera con el fin de preservar las condiciones originales de la roca.

En la **figura 38** se encuentran datos del registro de rayos gamma corrido en el pozo y los nombres asignados a las formaciones arcillosas presentes a este intervalo de profundidad (MSF1 – MSF4).

Se emplearon las imágenes de tomografía computarizada para seleccionar las piezas de corazón para la caracterización petrográfica de las mismas y desarrollar la prueba de interacción roca-fluido. En la selección se tuvo en cuenta la presencia

de laminaciones, variación de la composición, fracturas a lo largo estratificación cruzada, cambios de textura, entre otras (La **tabla 26** muestras la lista de las muestras seleccionadas para el estudio de caracterización).

Figura 38. Registros rayos gamma desde 7515 ft hasta 7590 ft



Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, "Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations". Artículo AADE-08-DF-HO-18, 2008.

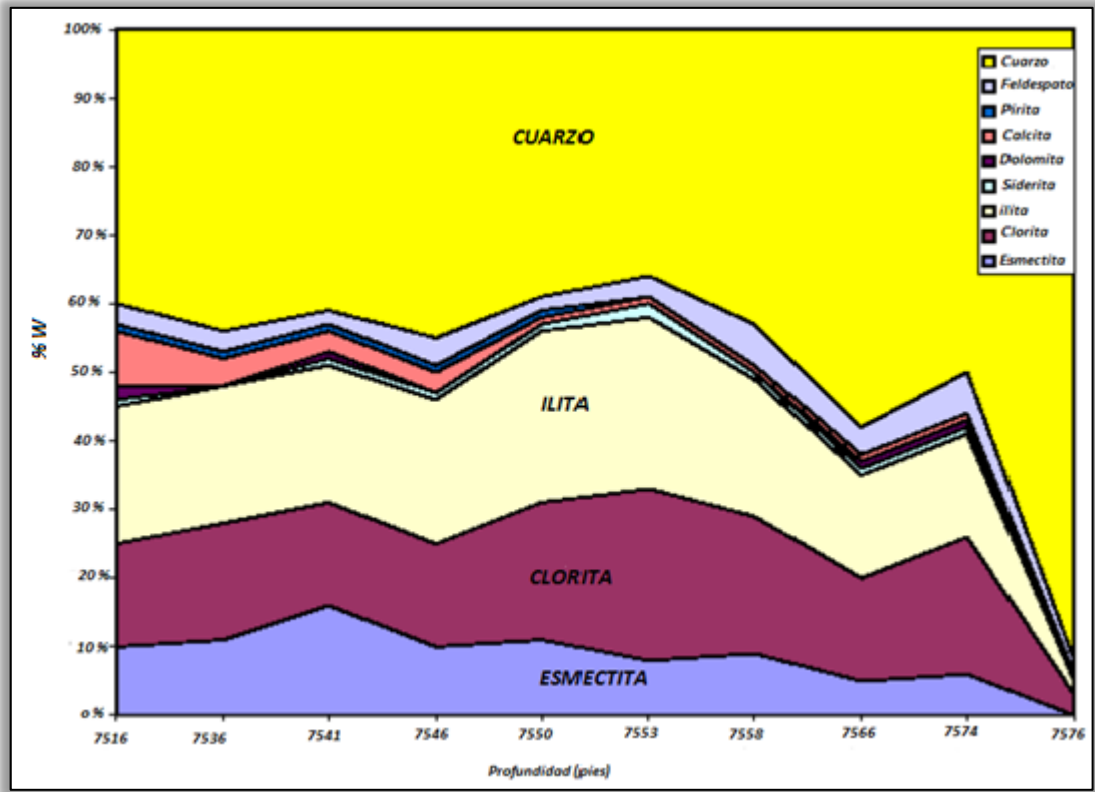
Tabla 26. Muestras seleccionadas para el estudio

MUESTRA #	PROFUNDIDAD (FT)	PIEZA DEL CORAZÓN O CORAZÓN COMPLETO (1FT)	SECCIÓN
1	7515,80 - 7516,00	Pieza del corazón	MSF1
2	7522,00 - 7523,00	Corazón completo	MSF1
3	7523,00 - 7524,00	Corazón completo	MSF1
4	7534,90 - 7535,00	Pieza del corazón	MSF1
5	7535,80 - 7536,00	Pieza del corazón	MSF1
6	7540,00 - 7541,00	Corazón completo	MSF2
7	7545,00 - 7546,00	Corazón completo	MSF2
8	7550,50 - 7550,70	Pieza del corazón	MSF3
9	7552,90 - 7553,00	Pieza del corazón	MSF3
10	7553,00 - 7554,00	Corazón completo	MSF3
11	7557,55 - 7558,00	Pieza del corazón	MSF3
12	7565,85 - 7566,00	Pieza del corazón	MSF4
13	7572,90 - 7573,00	Pieza del corazón	MSF4
14 y 15	7573,80 – 7574,00	2 Piezas del corazón	MSF4
16	7575,92 – 7576,00	Pieza del corazón	MSF4
17	7576,96 – 7577,00	Pieza del corazón	MSF4

Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, “Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations”. AADE-08-F DF-HO-18, 2008.

4.1.2 Caracterización de las muestras. Se realizaron las técnicas análisis de difracción de rayos X y capacidad de intercambio catiónico para seleccionar las muestras que representan características geológicas importantes de la formación. Los resultados de análisis mineralógicos indicaron que las formaciones encontradas en las profundidades de los 7517 pies hasta 7568 pies contenían de un 40 a 80 % de minerales arcillosos incluyendo esmectita, clorita, e ilita. El contenido de cuarzo y feldespatos estaba alrededor del 40%. En el rango de profundidades de 7566 pies a 7576 pies se observó una disminución del contenido arcilloso (zona de la arenisca). La **figura 39** muestras los resultados de la técnica de difracción de rayos X.

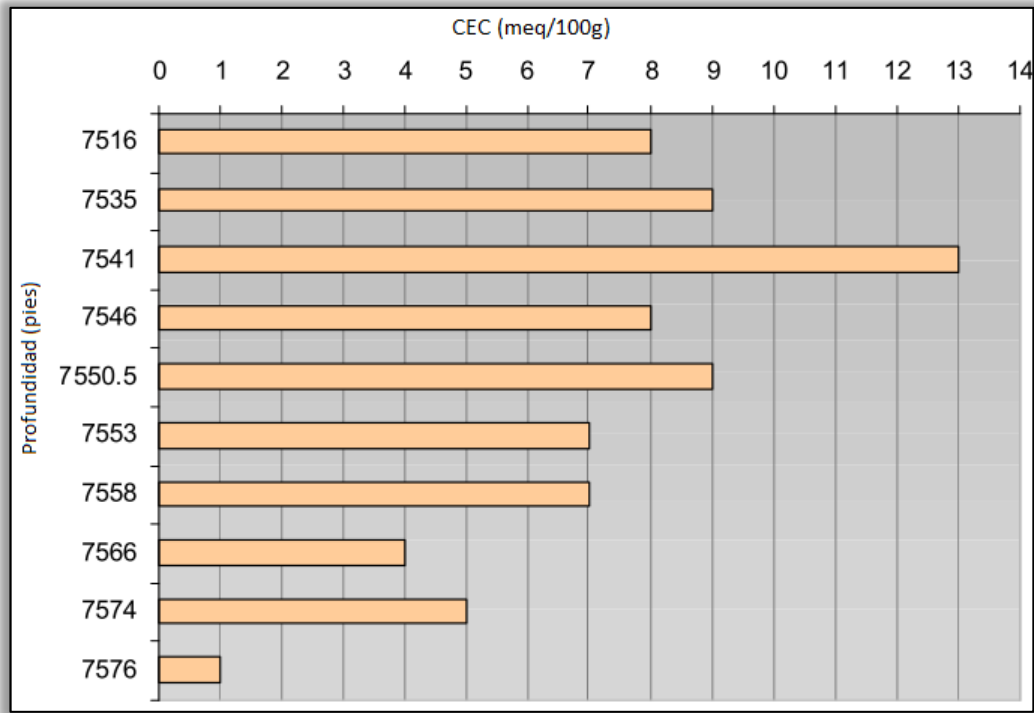
Figura 39. Análisis de difracción de rayos X por profundidad del corazón de Cleveland



Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, "Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations". AADE-08-F DF-HO-18, 2008.

Los datos de capacidad de intercambio catiónico mostraron que las muestras de la secciones de lutitas tenían una reactividad baja a media; el valor más alto (13 meq/100 g) que corresponde a una profundidad de 7541 ft. La capacidad de intercambio catiónico para la arenisca fue muy baja (menor a los 5 meq/100 g). La **figura 40** muestra los resultados de los análisis de la prueba MBT.

Figura 40. Capacidad de intercambio catiónico de la zona corazonada



Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, "Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations". AADE-08-F DF-HO-18, 2008

La mayoría de las muestras seleccionadas para los análisis de sección delgada fueron clasificadas como formaciones arcillosas fisibles; sin embargo la estructura de la roca mostraba algunas variaciones a lo largo del corazón. Las secciones MSF1 y MSF2 fueron caracterizadas principalmente por la predominancia de laminaciones finas y material de tamaño arcilla. Algunas muestras presentaron un extremo paralelismo de minerales arcillosos (**ver figura 41**). Se encontró una presencia marcada de pirita a las profundidades de 7540 pies y 7541 pies (**ver figura 42**). Fueron observadas microfracturas extendidas a lo largo de los planos de estratificación en muchas de las muestras (ancho típico fue del rango de 5 a 10 micrones).

Figura 41. Sección delgada del intervalo 7535,80 – 7536 ft “MSF1”



Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, “Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations”. AADE-08-F DF-HO-18, 2008

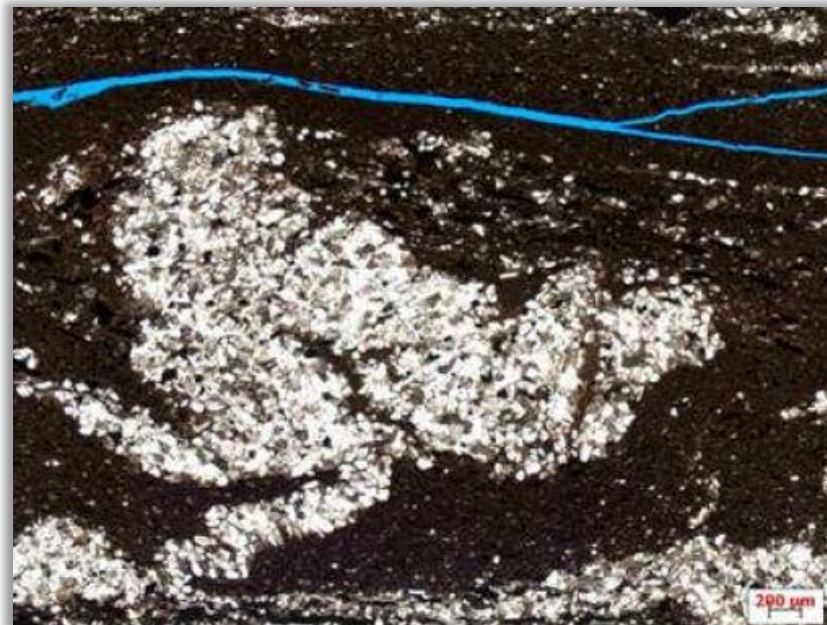
Figura 42. Sección delgada del intervalo 7540 – 7541 ft “MSF2”



Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, “Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations”. AADE-08-F DF-HO-18, 2008

Las secciones delgadas de la sección MSF3 revelaron capas y bloques arcillosos alternados con forma ondulada. Por otro lado preexistencia de fracturas fueron también observadas a lo largo de los planos de estratificación y alrededor de las capas arcillosas. Al igual que la sección MSF2, se caracterizó por presentar fracturas con un ancho de 5 a 10 micrones. Cabe resaltar que la sección MSF3 fue reportada como la sección más problemática durante las operaciones de perforación con tubería flexible. Las zonas limitantes de los granos tamaño limo interestratificadas en esta formación arcillosa, podrían representar planos débiles que tienden a convertirse en frágiles con la exposición al fluido de perforación (**ver figura 43**).

Figura 43. Sección delgada del intervalo 7552,90 – 7553 ft “MSF3”



Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, “Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations”. AADE-08-F DF-HO-18, 2008

La sección MSF4 mostró una zona transicional con la presencia de limolita con abundante capas de lutita. La mayoría de fracturas tienden a desarrollarse en los

materiales arcillosos, sin embargo, en este caso, la zona corresponde a una arenisca con un bajo contenido de arcillas (3%).

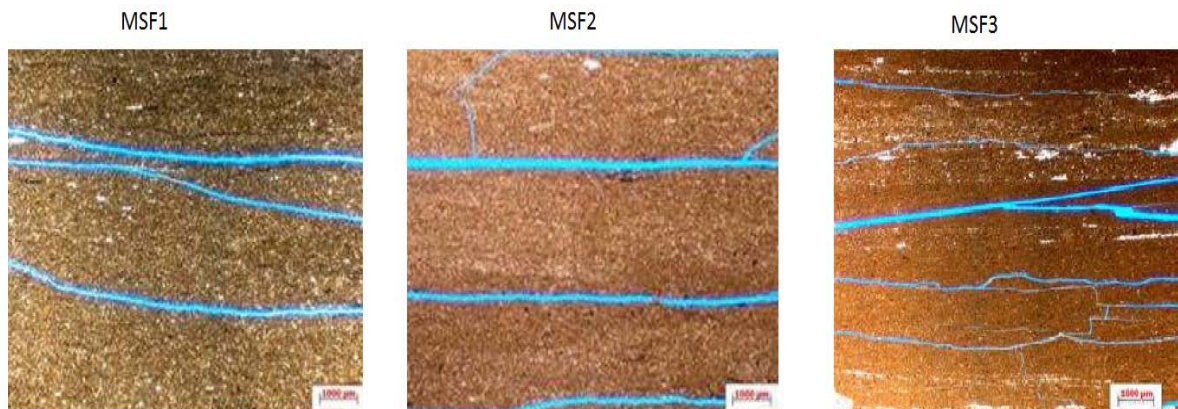
Una característica importante encontrada en la mayoría de las secciones delgadas fue la presencia de las microfracturas. Estas microfracturas fueron identificadas como área de potencial a fallar y estaban directamente relacionadas a los mecanismos de inestabilidad de dichas formaciones.

4.1.3 Análisis de la prueba de desarrollo de fractura. Basados en la información obtenida de la caracterización del corazón (lutita dura con una reactividad baja a media), la prueba de desarrollo de fractura fue seleccionada para evaluar la estabilidad de dicha formación con los diferentes sistemas de fluidos de perforación.

Una prueba inicial fue conducida usando fluidos limpios de *KCl*, fluido con inhibidores base amina y agua fresca con el fin de documentar y analizar la interacción roca-fluido. Las muestras MSF1, MSF2 y MSF3 fueron expuestas a los fluidos durante un periodo de 24 horas.

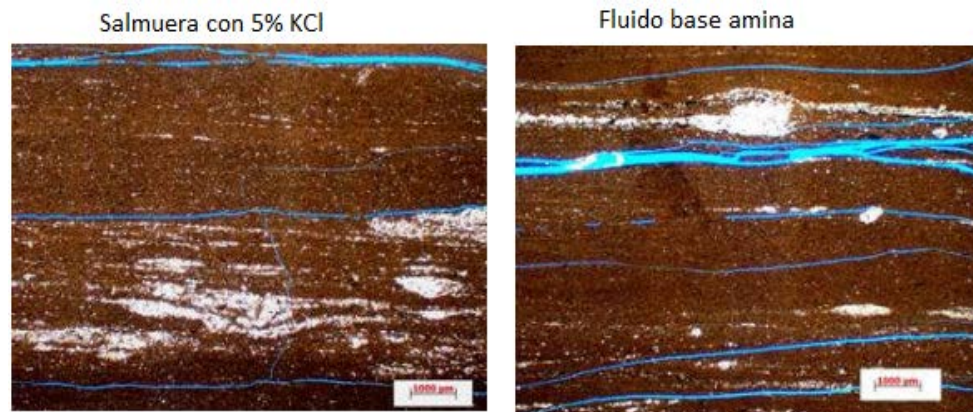
Esta interacción roca-fluido fue caracterizada por el desarrollo de fracturas principalmente a lo largo de los planos de estratificación. Las fracturas ocurrieron durante las primeras horas de la prueba y luego no se observaron cambios significativos. La sección MFS3 fue la más afectada después de la exposición del sistema de lodo base agua, (**ver figura 44**). La solución de 5% de *KCl* mostro tener el mejor rendimiento para dicho sistema. El fluido base amina no ayudó a controlar el fracturamiento de la muestras por la evidencia fracturas ampliadas y desarrollo de nuevas fracturas (**ver figura 45**).

Figura 44. Microfotografías de la tres secciones expuestas con agua fresca



Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, “Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations”. AADE-08-F DF-HO-18, 2008.

Figura 45. Microfotografías de la sección MSF3 después de la exposición de los wbm

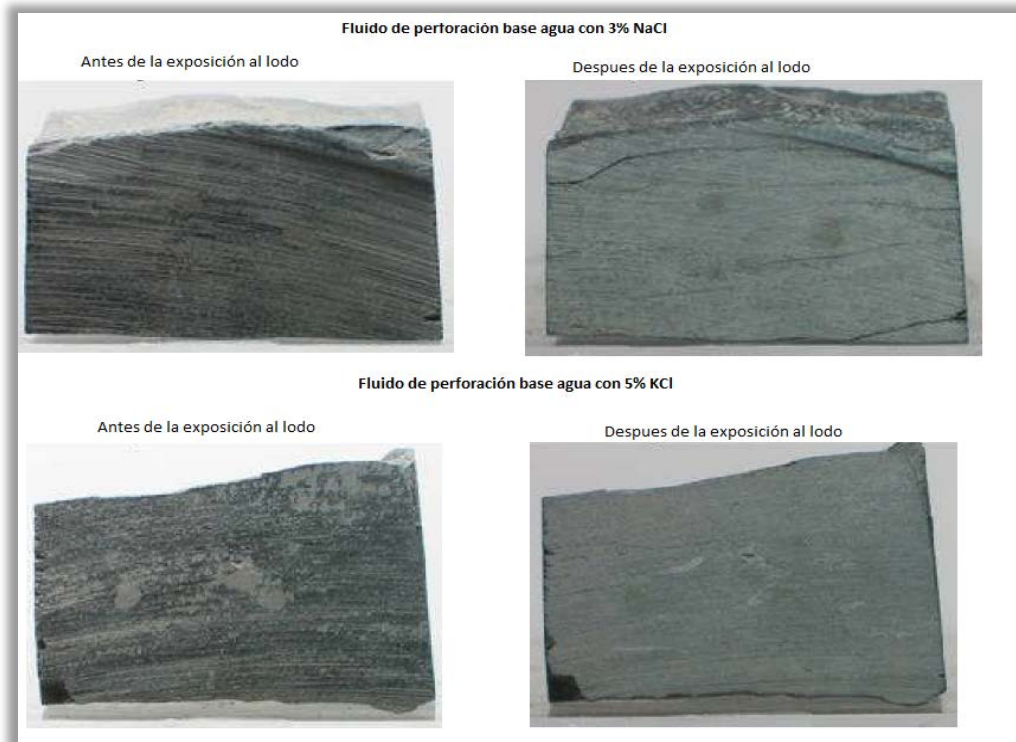


Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, “Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations”. AADE-08-F DF-HO-18, 2008

Un segundo set de pruebas se realizó con las muestras de la sección MSF2 para documentar y analizar la interacción roca con el fluido de perforación. Dos fluidos de perforación base agua con polímeros fueron formulados; uno con 5% de *KCl* y otro con 3% de *NaCl*. Este último fluido fue incluido como una comparación para los fluidos usados en las operaciones del año 2005. Las concentraciones de sales usadas fueron 20, 25, 30 y 35% con el fin de reducir la actividad del agua y crear

fuerzas osmóticas para prevenir la adsorción de agua por las lutitas. Las fotos de las muestras fueron tomadas antes y después de la exposición del fluido donde agrandamiento de las fracturas fueron evidentes en la muestra expuesta por el fluido que contenía $NaCl$ ya que la muestra expuesta al fluido que contenía KCl no mostro cambios significativos (ver figura 46).

Figura 46. Piezas de corazón de la sección MSF2 antes y después de la exposición a los sistemas de lodos base agua



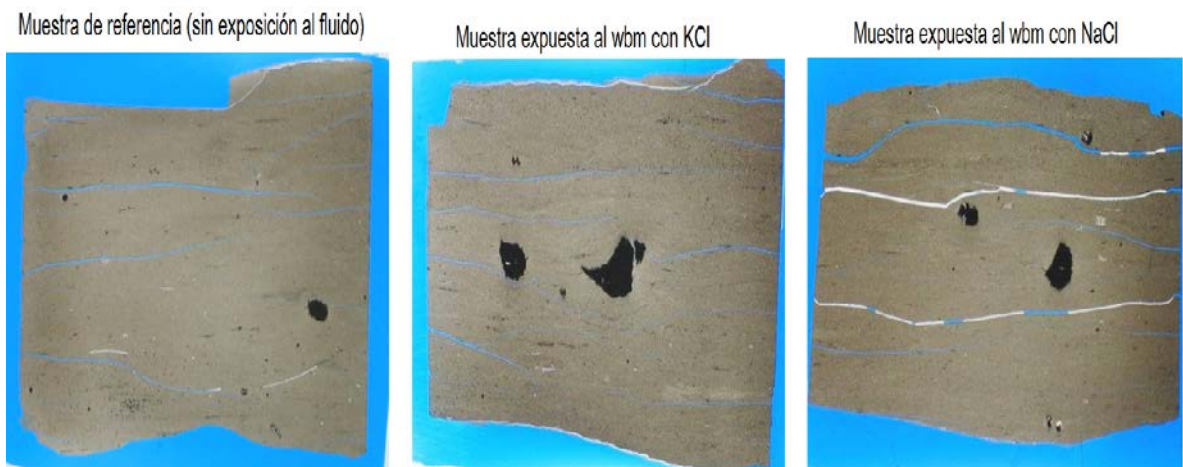
Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, "Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations". AADE-08-F DF-HO-18, 2008

Al igual usando el análisis de sección delgada, el alargamiento de fracturas y una comparación general de la red de fracturas fue evaluada. La presencia de fracturas principalmente a lo largo de los planos de estratificación y unas pocas fracturas intersectadas fueron las características principales de la red de fracturas de la muestras de corazón no expuestas al lodo que pertenecían a la sección

MSF2. El alargamiento de fracturas fue confirmado después de la exposición de las muestras a los sistemas de lodos. El ancho de fractura máxima de la muestra sin exposición al lodo era de aproximadamente 45 micrones y luego de la exposición las fracturas se expandieron hasta alcanzar un promedio de 100 micrones de ancho. También se presentaron fracturas intersectadas y fracturas extendidas diagonal y perpendicularmente a los planos de estratificación.

La sección delgada del corazón expuesto al fluido con *KCl* mostró algún desarrollo en las fracturas intersectadas y diagonales en el rango de micro (<10 micrones) y no se observó alargamiento de fracturas preexistentes (**ver figura 47**).

Figura 47. Fotografías de la sección delgada de las muestras de la sección MSF2 antes y después de la exposición a los sistemas de fluidos de perforación base agua.



Fuente. GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL, R, "Laboratory Study of Fracture Development in the Anadarko Basin Shale, Texas Using Drilling Fluids for Coiled Tubing Operations". AADE-08-F DF-HO-18, 2008

4.1.4 Experiencia en el campo Anardako en el año 2007. Para el programa del 2007, el equipo de perforación planeó nuevas estrategias para evitar el problema de inestabilidad encontrado en el año 2005. El cambio más importante para los fluidos de perforación fue la selección de un sistema polimérico con 5% de *KCl*, en

lugar de 3% *NaCl*, para minimizar las interacciones lutita-fluido y reducir los problemas potenciales de inestabilidad.

Los reportes operacionales de perforación mostraron una reducción significativa en la inestabilidad del pozo comparado con el programa del 2005. Los pozos fueron perforados con el sistema de lodos que contenía *KCl* en el fluido de perforación ya que este mostró buenos resultados en términos de inhibición de la lutita. El 100% de los pozos fue completado exitosamente y menos problemas de inestabilidad en las lutitas ocurrieron y estos fueron resueltos exitosamente ajustando la densidad del fluido de perforación.

4.2 LUTITAS DE REACTIVIDAD ALTA A MODERADA

La información presentada de este caso aplicado fue adaptada y tomada del artículo SPE/IADC 163508 donde el operador solicitó un estudio de selección del fluido de perforación adecuado a partir de corazones de sus campos de interés. Este estudio se llevó a cabo para soportar el diseño de fluidos de perforación y recomendaciones para desarrollos futuros de una cuenca ubicada en la parte oriental del África.

Un total de 108 muestras de corazones fueron disponibles, de las cuales se eligieron 15 corazones basándose en la profundidad y el campo que tienen las propiedades más similares a las zonas de interés.

Luego las muestras de corazones seleccionadas desde los dos pozos fueron usadas para evaluar la interacción roca-fluido de la estabilidad de las muestras de roca. Las muestras obtenidas del pozo A fueron usadas para ser probadas con fluido base (salmueras) y las muestras del pozo B fueron usadas para ser probadas con los fluidos de perforación totalmente formulados.

4.2.1 Fases de estudio. Las pruebas solicitadas se dividieron en dos fases:

- La primera fase fue examinar el material de la formación y suponer la mejor interacción roca-fluido.
- La segunda fase es determinar el comportamiento de la roca con los fluidos seleccionados.

Fase 1: Caracterización de las lutitas.

Se caracterizaron las lutitas a partir de tres pruebas principalmente:

- Se determinó la capacidad de intercambio catiónico que presentan estas muestras con el fin de evaluar su reactividad.
- Se obtuvo información semi-cuantitativa de las muestras a partir de un análisis de difracción de rayos X.
- Se realizaron análisis de sección delgada que proporcionaron descripción cualitativa de la roca con respecto a:
 - Minerales principales.
 - Distribución del mineral de la roca.
 - Descripción cualitativa de la roca.
 - Presencia de fracturas y orientación.
 - Rangos del tamaño de grano.

Fase 2: Estudio de estabilidad e inhibición de la lutita

Con los resultados obtenidos de la primera fase la formulación del fluido fue optimizada para mejorar la inhibición en las lutitas.

Con el fin de seleccionar el sistema de lodo más amigable ambientalmente y con el mismo rendimiento técnico, se debe mirar más allá del impacto de los componentes individuales y evaluar el uso y disposición del sistema, es decir se debe considerar el volumen de residuos debido al uso de cada sistema.

4.2.2 Sistemas WBM formulados. Las formulaciones de los fluidos preseleccionados incluyendo la formulación del fluido base, fueron probadas para determinar el efecto sobre el corazón cuando interactúan con su ambiente durante los procesos de perforación. Los sistemas de fluidos estudiados fueron:

- *Fluido #1: Lodo base agua (agua fresca/PHPA/PAC/XCD).* PHPA de bajo peso molecular, este sistema de lodo no ha sido usado por la compañía prestadora de servicios.
- *Fluido #2: Lodo base agua (agua fresca/k-52 @25ppb/PHPA/PAC/XCD) y fluido #5: Lodo base agua (agua fresca/KCl/PHPA/PAC).* Estos son sistemas de lodo históricos, actualmente en uso y se mantienen en este estudio técnico para comparar el rendimiento tanto técnico y ambiental con otros sistemas de lodos propuestos. La información del campo indica que las concentraciones actuales de k-52 (acetato de potasio) usado están en un promedio de 25 ppb para una inhibición de lutita óptima.
- *Fluido #3: Lodo Base agua de alto rendimiento base amina.* Disponible para áreas ambientalmente sensibles al uso de sistemas base cloruro. El proveedor de servicios propuso el sistema basado en aplicaciones exitosas a nivel mundial en un entorno sin cloruro.
- *Fluido #4: Lodo base agua de alto rendimiento con baja conductividad (amina modificada).* Es un WBM de baja conductividad y este lodo ha sido aplicado exitosamente donde la conductancia de la descarga de recortes y lodo son muy estrictos y esto es importante para minimizar el volumen para permanecer dentro de los requerimientos de la descargar permitida.

- *Fluido #6: Lodo base agua (agua fresca/k-52 @5ppb/PHPA/PAC/XCD).* Este es el mismo lodo base agua, como en la formulación 2, con la excepción de bajas concentraciones de k-52@ 5 ppb y PHPA de bajo peso molecular.

Tabla 27. Formulación de los fluidos de perforación y propiedades.

Formulación del fluido	1	2	3	4	5	6
Agua, bbl	0,87	0,86	0,84	0,85	0,86	0,87
KOH, ppb	-	-	-	0,2	-	-
Amina, ppb	-	-	10,5	-	-	-
LC amina, ppb	-	-	-	5,0	-	-
LC PHPA, ppb	-	-	-	1,0	-	-
PAC UL, ppb	3,0	3,0	3,0	-	3,0	3,0
XCD, ppb	0,90	0,75	0,90	-	0,85	1,05
Starch, ppb	-	-	-	3,0	-	-
Bio-Polymer, ppb	-	-	-	1,8	-	1,0
LMW-PHPA, ppb	1,0	-	1,0	-	-	1,0
PHPA, ppb	-	1,0	-	-	1,0	-
Cal, ppb	-	0,1	-	-	0,1	0,1
Biocida, ppb	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
k-52(Acetato de potasio), ppb	-	25,0	-	-	-	5,0
KCl, ppb	-	-	-	-	25,0	-
Mármol molido, ppb	111-	106,6	111,2	112,2	105,2	103,8
Propiedades del fluido						
Temperatura de calentamiento, °F	150	150	150	150	150	150
Tiempo de calentamiento, horas	16	16	16	16	16	16
Rolado	R	R	R	R	R	R
Peso del lodo, ppg	10	10	10	10	10	10
Temperatura Reología, °F	120	120	120	120	120	120
600 rpm	73	72	75	48	70	65
300 rpm	48	49	49	34	49	44
200 rpm	38	40	39	28	40	35
100 rpm	25	28	26	21	29	25
6 rpm	8	8	7	7	9	8
3 rpm	6	6	5	6	7	6
PV, cPs	25	23	26	14	21	21
YP, lbs/100 ft2	23	26	23	20	28	23
Gel 10 seg	6	6	6	8	7	7
Gel 10 min	9	8	8	11	10	10
Filtrado API, ml	*10/2 min	5,8	*10/7 min	6,0	4,6	*10/11 min
CoF	0,32	0,27	0,29	0,22	0,29	0,29
Conductividad mS/cm	4,8	46,5	6,4	1,2	90	15,0

- *Altas pérdidas de filtrado API

4.2.3 Aplicaciones de los aditivos usados

4.2.3.1 Poliacrilamida parcialmente hidrolizada (PHPA). Se cree que sella las microfracturas y reviste la superficie de las lutitas con una película que retarda la dispersión y la desintegración, es decir trabaja como en encapsulador de lutitas. También mejora las propiedades reológicas del lodo base agua.

Nota: se utiliza *KCl* como inhibidor de lutitas en la mayoría de los diseños de lodos PHPA.

4.2.3.2 Celulosa polianiónica (PAC). Es un tipo de éter de celulosa no iónico soluble en agua destacado por sus propiedades de alta dureza, agente viscosificante, controlador de la reología y reductor de filtrado. Utilizado en los lodos de potasio como controlador de pérdidas de fluido.

4.2.3.3 Polímero XCD. Biopolímero de goma de Xantana de alto peso molecular usado como viscosificante en fluidos de perforación base agua fresca y salmuera; mejora las propiedades reológicas, asegurando una buena limpieza del hueco y suspensión de los recortes perforados.

4.2.3.4 Acetato de potasio. Al contener el ion de potasio (K^+) disuelto en la fase acuosa, permite la perforación de lutitas sensibles al agua, en especial las lutitas duras y quebradizas. Estos iones se adhieren a la superficie de la arcilla y ayudan a mantener juntos los recortes de perforación minimizando la dispersión de las partículas más finas y mejorando la estabilidad de las mismas.

Nota: con el tiempo iones como: Na^+ y Ca^{+2} se acumulan por el intercambio iónico de las arcillas, por lo que el lodo pierde eficacia y es por eso que un buen tratamiento para eliminar los iones Ca^{+2} es necesario.

No se emplea la arcilla de bentonita debido a su fuerte afinidad por el ion K^+ , en lugar de este se utilizan diversos polímeros.

4.2.3.5 Cloruro de potasio (KCl). Recomendado principalmente para la estabilización de recortes de perforación de lutitas en lutitas reactivas que contienen cantidades significativas de esmectitas. (Mayor información en el capítulo de inhibidores inorgánicos de lutitas).

4.2.3.6 K-52 (acetato de potasio). Es un aditivo que contiene 40% de potasio por peso. Este aditivo es completamente soluble en agua y es usado como una alternativa al cloruro de potasio para proporcionar un mayor nivel de potasio para mejorar la inhibición de lutitas y estabilidad en el pozo. Es usado en aplicaciones donde los cloruros son indeseables por cuestiones ambientales.

4.2.4 Evaluación técnica de las formulaciones realizadas de los fluidos de perforación. Las pruebas para evaluar la formación y los fluidos de perforación son los siguientes:

4.2.4.1 Sección delgada. Los análisis de sección delgada indicaron el tamaño de poro está en un rango de 50 a 130 micrones. El tamaño de poro más grande está alrededor de 150 micrones.

4.2.4.2 Difracción de rayos X. El equipo de XRD arrojó que la formación está compuesta principalmente por cuarzo y caolinita. Los plugs eran no consolidados y con alta presencia de minerales arcillosos. Cabe acordar que la caolinita por lo general es la causa de migración de finos cuando el pozo está produciendo.

4.2.4.3 Prueba dureza bulk de la lutita

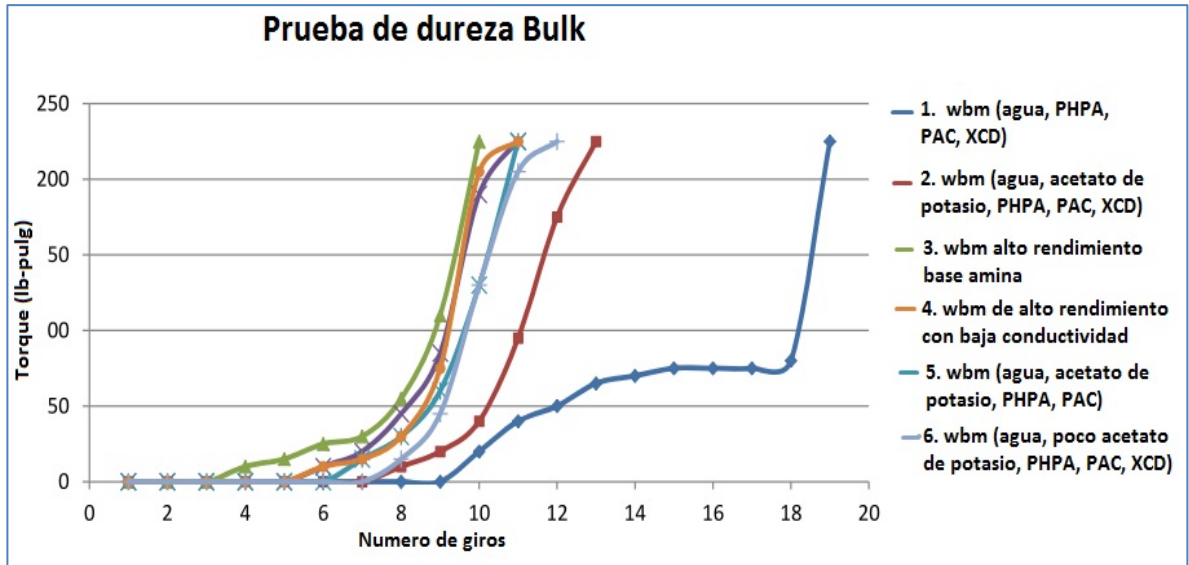
- El valor máximo para extrudir los las muestras de lutita fue de 250 lb-in en torsión.
- El fluido con mejor inhibición es el que alcance la el valor dureza más rápido, es decir en menor número de rotaciones.

Tabla 28. Resultados prueba de dureza bulk (caso aplicado)

Fluido	1.wbm (agua, PHPA, PAC, XCD)	2.wbm (agua, acetato de potasio, PHPA, PAC, XCD)	3.wbm alto rendimiento base amina	4.wbm de alto rendimiento con baja conductividad	5.wbm (agua, acetato de potasio, PHPA, PAC)	6.wbm (agua, poco acetato de potasio, PHPA, PAC, XCD)
% dureza @ 8 giros	0	15	55	25	26	15

Fuente. BURDEN, P., DIMITRIADIS, K., "Drilling Fluid Selection Methodology for Environmentally Sensitive Areas", Artículo SPE/IADC 163508, 2013.

Figura 48. Grafica de resultados de la prueba de dureza bulk (caso aplicado)



Fuente. BURDEN, P., DIMITRIADIS, K., "Drilling Fluid Selection Methodology for Environmentally Sensitive Areas", Artículo SPE/IADC 163508, 2013.

4.2.4.4 Prueba de dispersión.

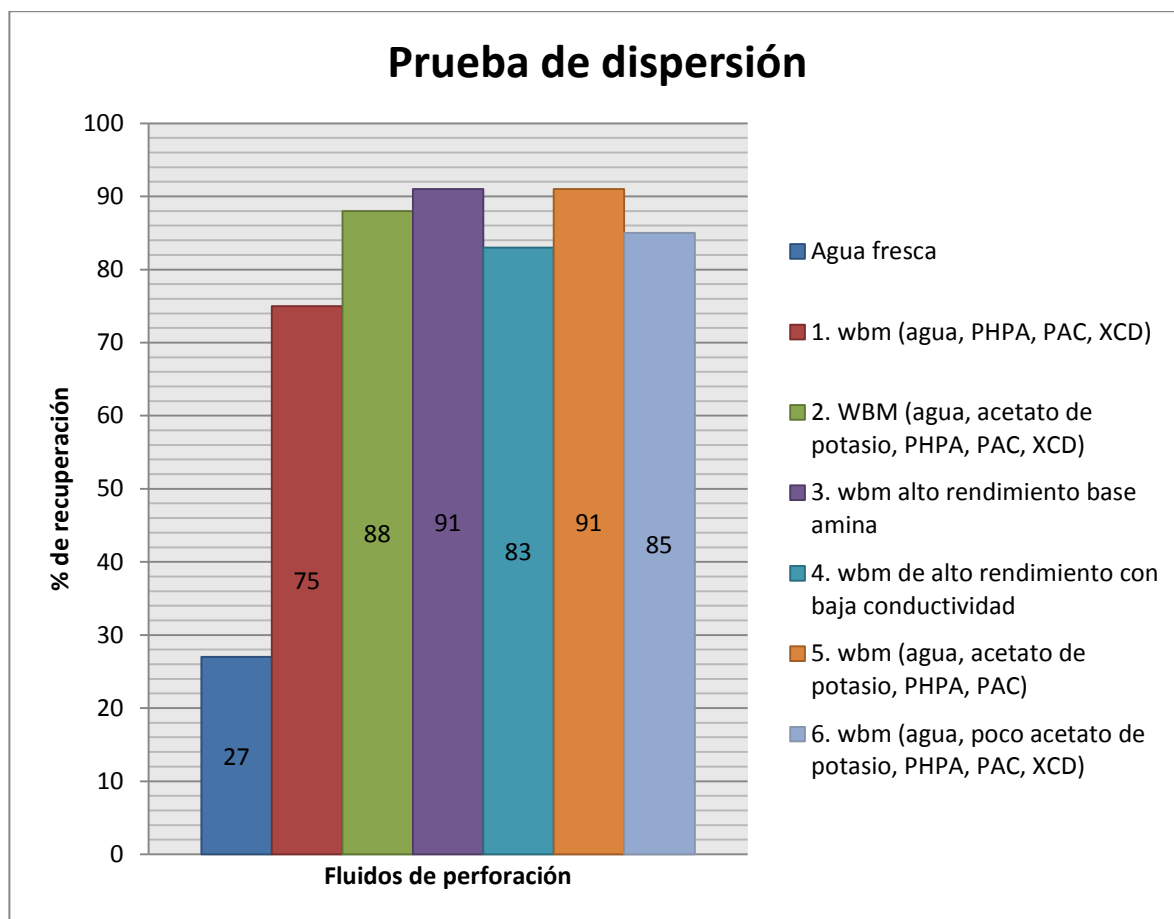
- El fluido con mayor inhibición, es el que tenga el mayor porcentaje de recuperación de muestra, la mayor eficiencia de control de sólidos, la menor velocidad de dilución y el menor costo de lodo.

Tabla 29. Resultados prueba de dispersión (caso aplicado)

Fluido	Agua fresca	1.wbm (agua, PHPA, PAC, XCD)	2.wbm (agua, acetato de potasio, PHPA, PAC, XCD)	3.wbm alto rendimiento base amina	4.wbm de alto rendimiento con baja conductividad	5.wbm (agua, acetato de potasio, PHPA, PAC)	6.wbm (agua, poco acetato de potasio, PHPA, PAC, XCD)
% recuperación	27	75	88	91	83	91	85

Fuente. BURDEN, P., DIMITRIADIS, K., "Drilling Fluid Selection Methodology for Environmentally Sensitive Areas", Artículo SPE/IADC 163508, 2013.

Figura 49. Grafica de resultados de la prueba de dispersión (caso aplicado)



Fuente. BURDEN, P., DIMITRIADIS, K., "Drilling Fluid Selection Methodology for Environmentally Sensitive Areas", Artículo SPE/IADC 163508, 2013.

4.2.3.5 Prueba de acreción.

- Las pruebas de acreción demostró que el sistema de lodo 3 (WBM alto rendimiento base amina) no mostro acreción a la formación estudiada.
- Los fluidos de acetato de potasio/PHPA de paso peso molecular presentaron acreción del 8,1% y los fluidos de agua fresca/PHPA de bajo peso molecular mostraron acreción del 37,2%.

Figura 50. Prueba de acreción (caso aplicado)

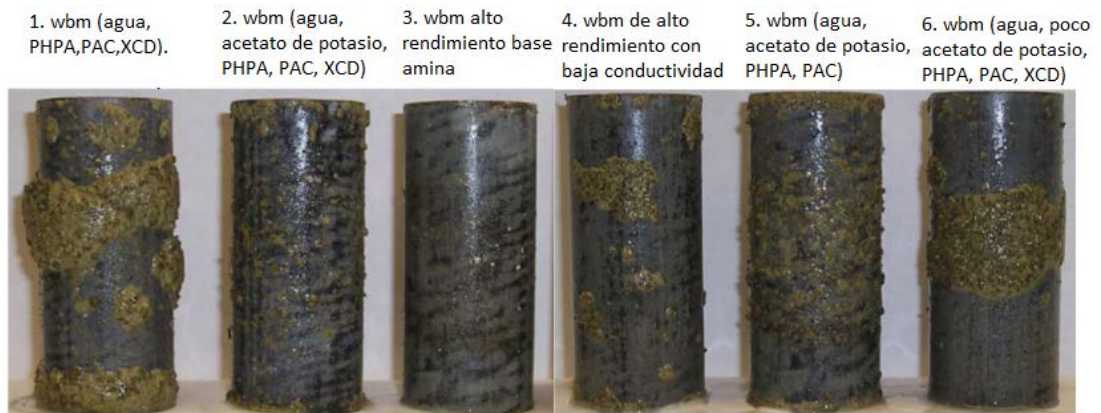
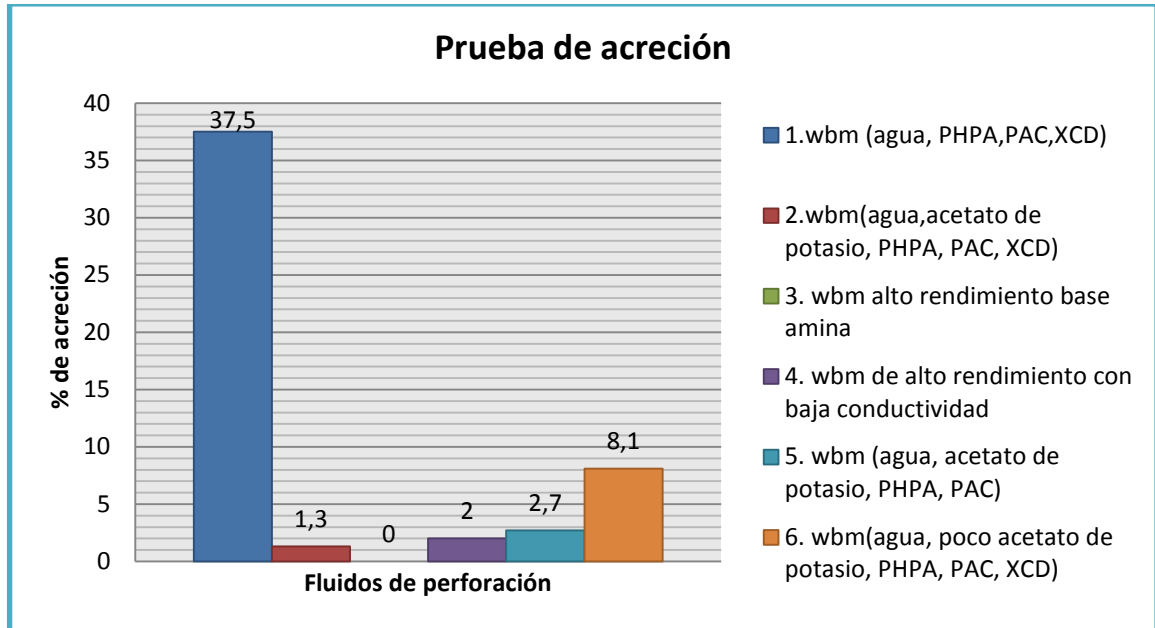


Figura 51. Grafica de resultados de la prueba de acreción (caso aplicado)



Fuente. BURDEN, P., DIMITRIADIS, K., "Drilling Fluid Selection Methodology for Environmentally Sensitive Areas", Artículo SPE/IADC 163508, 2013.

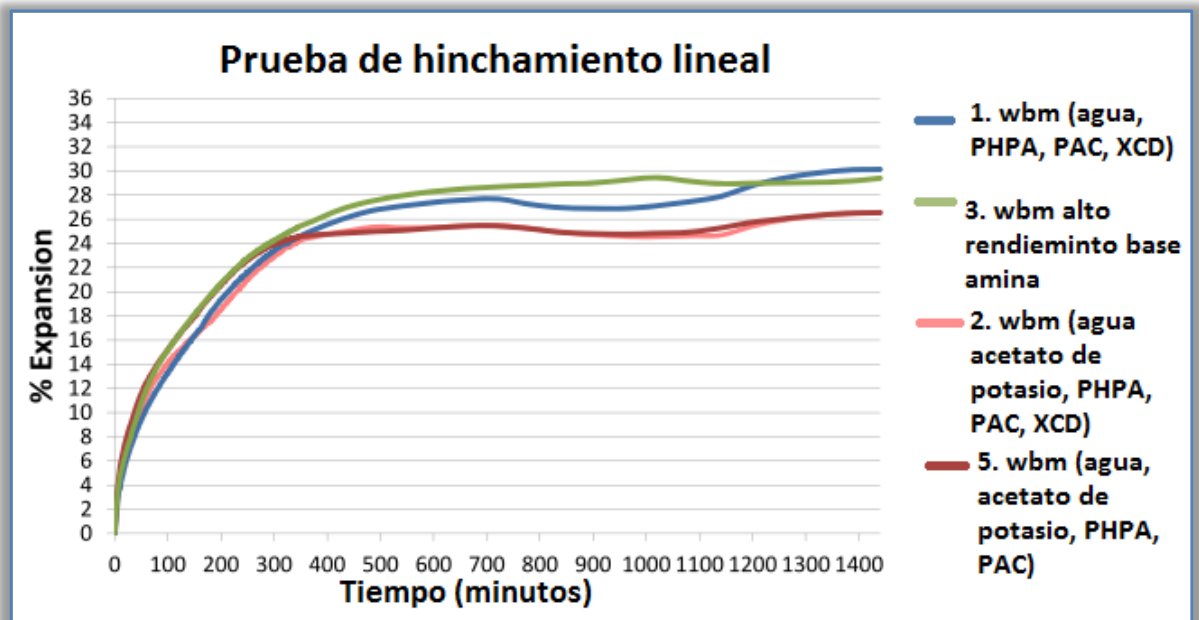
4.2.3.6 Prueba de hinchamiento lineal.

Tabla 30. Resultados prueba de hinchamiento lineal (caso aplicado)

Fluido	1.wbm (agua, PHPA, PAC, XCD)	2.wbm (agua, acetato de potasio, PHPA, PAC, XCD)	3.wbm alto rendimiento base amina	4.wbm de alto rendimiento con baja conductividad	5.wbm (agua, acetato de potasio, PHPA, PAC)	6.wbm (agua, poco acetato de potasio, PHPA, PAC, XCD)
% expansión	30	25	29	27	25	30

Fuente. BURDEN, P., DIMITRIADIS, K., "Drilling Fluid Selection Methodology for Environmentally Sensitive Areas", Artículo SPE/IADC 163508, 2013.

Figura 52. Prueba de hinchamiento lineal (caso aplicado)











Fuente. BURDEN, P., DIMITRIADIS, K., "Drilling Fluid Selection Methodology for Environmentally Sensitive Areas", Artículo SPE/IADC 163508, 2013.

4.2.3.7 Prueba de inmersión

- La muestra en el fluido de 10% *KCl* fue la menos afectada en los fluidos base agua.

- Con esta prueba de inmersión pudieron concluir y mostrar que con un 10% de *KCl* fue necesario para mantener intacta la muestra del corazón en estudio. Además la adición de amina mejoro la inhibición.

Tabla 31 Resultados prueba de inmersión (caso aplicado)

NOMBRE DEL FLUIDO	CONDICIÓN INICIAL	CONDICIÓN @ 24 HORAS DE EXPUESTO EL FLUIDO.
Agua fresca		
1. wbm (agua, PHPA, PAC, XCD)	N/A	N/A
2. wbm (agua, acetato de potasio, PHPA, PAC, XCD)		
3. wbm alto rendimiento base amina		
4. wbm de alto rendimiento con baja conductividad	N/A	N/A
5. wbm (agua, acetato de potasio, PHPA, PAC)		

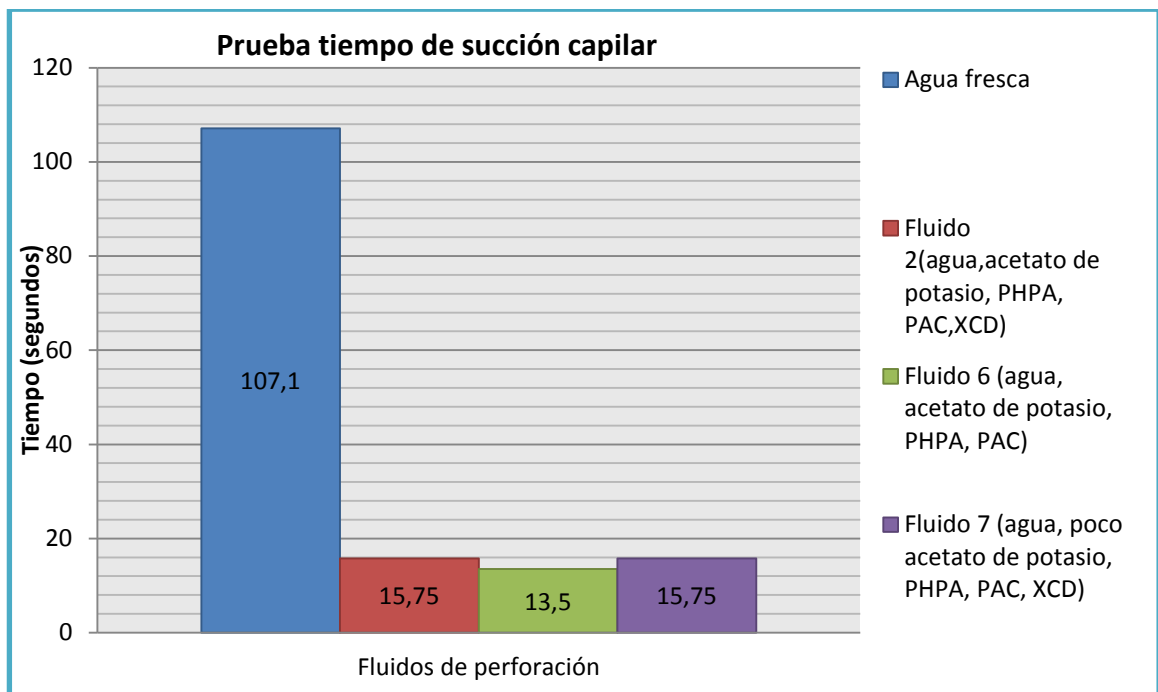


Fuente. BURDEN, P., DIMITRIADIS, K., "Drilling Fluid Selection Methodology for Environmentally Sensitive Areas", Artículo SPE/IADC 163508, 2013.

4.2.3.8 Prueba de tiempo de succión capilar. Los tiempos más bajos de la prueba succión capilar fueron obtenidos con los siguientes sistemas de fluidos:

- Fluido de comparación (agua fresca)= 107,1 seg.
- Fluido 2 wbm (agua, acetato de potasio, PHPA, PAC, XCD = 15,75 seg.
- Fluido 6. wbm (agua, acetato de potasio, PHPA, PAC) = 13,5 seg.
- Fluido 7. WBM (agua, poco acetato de potasio, PHPA, PAC, XCD) = 15,75 seg.

Figura 53. Prueba de tiempo de succión capilar (caso aplicado)



Fuente. BURDEN, P., DIMITRIADIS, K., "Drilling Fluid Selection Methodology for Environmentally Sensitive Areas", Artículo SPE/IADC 163508, 2013.

4.2.5 Comparación del desempeño técnico de los sistemas WBM. El desempeño técnico de los fluidos de perforación fue evaluado en la inhibición de arcillas, es decir los resultados de las pruebas de dureza bulk, dispersión, acreción e hinchamiento. Se procedió entonces a realizar la evaluación del desempeño de los 6 sistemas de fluido, con las diferentes pruebas de interacción roca-fluido (ver **tabla 32**).

Tabla 32. Evaluación y comparación de los sistemas WBM (caso aplicado).

PRUEBA	FLUIDO #1	FLUIDO #2	FLUIDO #3	FLUIDO #4	FLUIDO #5	FLUIDO #6
Hinchamiento (% de hinchamiento)	30	25	29	27	25	30
Dispersión (% de recuperación)	75	88	91	83	91	85
Dureza (%de dureza @ 8 giros)	0	15	55	25	26	15
Acreción (%de acreción)	37,5	1,3	0	2	2,7	8,1

*El color verde indica que el rango de valores de la prueba es excelente, el color amarillo indica que es bueno o aceptable y el color rojo no aceptable.

Fluido #1: Lodo base agua (agua fresca/PHPA/PAC/XCD).

Fluido #2: Lodo base agua (agua fresca/k-52@25ppb/PHPA/PAC/XCD).

Fluido #3: Lodo Base agua de alto rendimiento base amina.

Fluido #4: Lodo base agua de alto rendimiento con baja conductividad (amina modificada).

Fluido #5: Lodo base agua (agua fresca/KCl/PHPA/PAC).

Fluido #6: Lodo base agua (agua fresca/k-52@5ppb/PHPA/PAC/XCD).

Como se puede observar el fluido #3 presentó mejor desempeño en todas las pruebas, seguido del fluido #5, luego el fluido #4, fluido #2, fluido # 6 y finalmente el de peor desempeño fue el fluido #1.

4.2.6 Evaluación ambiental de las formulaciones realizadas de los fluidos de perforación. Determinado los dos sistemas de fluidos de perforación base agua con mejor rendimiento técnico en las pruebas de laboratorio, el siguiente paso fue

conocer los pros y contras de usar estos lodos de perforación en cuanto a la evaluación de contenidos de cloruros, conductancia y métodos de disposición de los residuos.

4.2.6.1 Lodo Base agua de alto rendimiento base amina. La amina que contiene el sistema genera un rango medio de conductividad eléctrica, por lo tanto el fluido será menos perjudicial para los organismos vivos comparado con el sistema que contiene acetato de potasio en cuanto al vertimiento de estos compuestos.

El inhibidor de lutita base amina no se prevé que genere altos niveles de toxicidad a menos de que estos sean aplicados a elevadas concentraciones. La amina se va deshacer con el tiempo pero se ha comprobado que este tiene menor velocidad de biodegradación comparado con el acetato de potasio.

La degradación de los productos base amina y polímeros pueden generar una alta demanda bioquímica de oxígeno y a medida que continúe el consumo de estos productos, los valores serán aceptables para su respectiva descarga pero cabe subrayar, que este proceso tomará mayor tiempo para lograr los límites aceptables comparado con los del acetato de potasio.

Es posible separar las fases de los residuos de perforación. Los polímeros y las aminas tienden a reaccionar con los sólidos de perforación y ser removidos desde la fase agua. Es potencialmente más fácil de tratar con estos elementos para su disposición en la descarga y/o vertimiento dentro del agua.

Las pruebas de evaluación técnica indicaron que este sistema proporciona un alto nivel de inhibición para las perforaciones en esta cuenca, por lo tanto los washouts en el hueco estarán en un rango bajo reduciendo la generación de recortes de perforación. Además, con la excelente inhibición del sistema la cantidad de

dilución para mantener el nivel sólidos bajos en el sistema del lodo serán mínimos, esto se traduce en que los volúmenes de disposición del fluido se minimizaran.

4.2.6.2 Fluido base agua (agua fresca/KCl/PHPA/PAC). Debido a las altas propiedades de inhibición que presentó este sistema se tuvo en cuenta para la evaluación ambiental del mismo. La preocupación más notable en cuanto este tema esta lo relacionado con el cloruro de potasio presente en el fluido. Contiene altos niveles de sal los cuales pueden contribuir a elevados valores de conductividad eléctrica. Además el cloruro en esencia es no biodegradable en los diferentes ambientes, ya que las plantas usan pequeñas cantidades de este compuesto como nutriente. Al estar presente el ion potasio será perjudicial para los peces de agua dulce, llegando a generar la muerte de los mismos.

Al igual que el sistema base amina por su buena inhibición mostrada en las pruebas de laboratorio se esperaran pocos problemas de agrandamiento del hueco en las operaciones de perforación, reduciendo la generación de recortes de perforación, en el caso de ser seleccionado.

Finalmente se puede concluir que la decisión sobre la cual se selecciona un sistema de fluido de perforación para una determinada campaña de perforación debe ser basada en evaluaciones de rendimiento técnico y opciones de tratamiento y de disposición.

5 CONCLUSIONES

- La inestabilidad de pozo se manifiesta principalmente por las restricciones al realizar viajes de tubería y los cambios de geometría del pozo, esto puede ser producto de causas mecánicas, químicas o ambas a la vez, la mejor forma de abordar las causas químicas es a través del corazonamiento de las secciones críticas del pozo, para de esta forma seleccionar el fluido de perforación base agua que sea más compatible con la formación y así ajustarlo a futuros proyectos de la misma zona en estudio.
- Técnicas de laboratorio cuantitativas como la prueba MBT para la determinación de la capacidad de intercambio catiónico y semicuantitativas como la XRD para determinar la composición mineralógica han sido utilizadas para la caracterización de lutitas a lo largo de los años, esta metodología plantea la combinación de estas técnicas, con métodos cualitativos (análisis petrográficos) a través del SEM y análisis de sección delgada que permitan observar la textura y la morfología de la roca, teniendo así una caracterización más completa que contenga elementos claves para entender el comportamiento de la formación con los fluidos de perforación.
- En la metodología planteada es de gran importancia la clasificación general de las lutitas según su reactividad, composición mineral y características petrográficas, para anticiparse a los mecanismos potenciales de inestabilidad con los fluidos y determinar las pruebas interacción roca-fluido adecuadas para cada tipo de lutita y de esta forma optimizar tiempo, costos y reducir los esfuerzos de laboratorio en el proceso de buscar soluciones a los problemas de inestabilidad en las operaciones de perforación.

- La caracterización y evaluación del comportamiento de las formaciones con los fluidos de perforación es fundamental en la resolución a los problemas de inestabilidad química del pozo. La metodología abarca el corazonamiento y caracterización de formaciones arcillosas que son las principales causantes de dicha inestabilidad, con el fin de seleccionar los aditivos de inhibición adecuados como principal mecanismo de control.
- La composición mineral, estructura, distribución de grano, consolidación, y otras propiedades geológicas de formaciones ricas en minerales arcillosos pueden variar significativamente. Las propiedades de las rocas, reactividad, y la estabilidad pueden no solo cambiar a lo largo de unos pocos pies sino también a escala de milímetros especialmente en lutitas laminadas y finas. Estructuras complejas, zonas ricas de minerales arcillosos, o la presencia de fracturas naturales representan factores potenciales para la inestabilidad del pozo. La identificación de estas propiedades pueden ayudar a seleccionar los aditivos de inhibición, y otros productos de control arcilloso, y los métodos de evaluación para el diseño del fluido de perforación.
- Las interacciones entre lutitas duras y los fluidos de perforación involucran mecanismos de inestabilidad en el pozo relacionados con la estructura y composición de la roca. Mediante la prueba de desarrollo de fracturas se puede establecer un seguimiento del desarrollo de fracturas en las muestras durante la exposición del fluido e identificar los cambios de estructuras que ocurren en la roca. Los diferentes resultados de esta prueba han indicado que las composiciones químicas de los fluidos tienen efectos importantes sobre la estabilidad de las lutitas duras. Esta técnica permite evaluar el grado de inhibición de un sistema de fluidos y la identificación de los fluidos más adecuados en la reducción del potencial de desarrollo de fracturas.

6 RECOMENDACIONES

- Estudiar detalladamente la viabilidad técnico-económica de realizar un programa de corazonamiento encaminado a minimizar la inestabilidad química del pozo.
- A partir de este trabajo, es posible seguir una metodología similar, que incluya todas las pruebas y procedimientos para optimizar un fluido de perforación en la zona productora con el fin de minimizar el daño a la formación.
- En el caso de disponer de corazones del pozo, se debería complementar las pruebas abordadas en este trabajo con estudios geomecánicos, para de esta forma evaluar la inestabilidad de pozo desde el punto de vista mecánico.
- Teniendo en cuenta que el mecanismo de ósmosis es considerado como uno de los fenómenos de mayor influencia en las formaciones arcillosas, se recomienda realizar pruebas de laboratorio encaminadas a cuantificar la actividad de estas formaciones, con el fin de tener más parámetros para hacer una mejor elección de los fluidos de perforación. Esta cuantificación se puede realizar por medio de pruebas de adsorción isotérmica.

BIBLIOGRAFIA

ADESOYE, KEDINDE. "Shale characterization for evaluating shale-drilling fluid interaction". University of Oklahoma. 2009.

BAROID FLUIDS HANDBOOK, Engineering Resource Material, version 10, 2012.

BLANCO, C.B, VILLABONA S, "Manual Introducción a las prácticas de Laboratorio del Programa de Pregrado de Química" Escuela de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Industrial de Santander, 2012.

BURDEN, P, TULLOW K.D, CLEMENT K, NGUYEN C, STAPLES T, THOMAS S, "Drilling fluid selection Methodology for Environmentally Sensitive Areas", Artículo SPE/IADC 163508, M-I SWACO, A Schlumberger Company.

C.H. VAN DER ZUAAG, "Benchmarking the formation damage of drilling fluids", Artículo SPE 86544, 2004.

DINARVAND, Y., HABIBNIA, B., SHAHBAZI, K., "Experimental investigation of possibility of replacing oil-based muds with environmentally friendly water-based glycol muds in maroon oil field", Artículo SPE 132769, 2010.

ERIC VAN OORT, "On the physical and chemical stability of shales", Journal petroleum science & Engineering, 2003.

FANN INSTRUMENT COMPANY, "Linear Swell Meter, Model 2100 – Instruction Manual", 2013.

FANN INSTRUMENT COMPANY, "Methylene blue kit – instruction manual", 2013.

FANN INSTRUMENT COMPANY, "Roller Oven" – Instruction Manual", 2011.

FARROKHROUZ, M., ASEF, M.R., "Shale Engineering Mechanics and Mechanisms", Taylor & Francis Group, 2013.

GOMEZ, S, HE, W, "Laboratory Method to Evaluate Fracture Development in Hard Shale Formations Exposed to Drilling Fluids" AADE-06-DF-HO-38, 2006.

GOMEZ, S, ROJAS, J, ODENTHAL,R, "Laboratory studies of fracture development in the Anadarko Basin shale, Texas using drilling fluids for coiled tubing operations" Artículo AADE-08-DF-HO-18, 2008.

GOMEZ, S. PATEL A. "Shale Inhibition: What Works?". Artículo SPE 164108. 2013.

GOMEZ, S., HE, W., "Fighting wellbore instability: customizing drilling fluids based on laboratory studies of shale-fluid interactions", Artículo IADC/SPE 155536, 2012.

HAKER, D, VOGT, K, "Manual de Perforación, Procedimientos y operaciones del pozo" DATALOG, 2001.

HE, W., et al, "Shale-fluid interactions and drilling fluid designs", Artículo IPTC 17235, 2014.

HOLT, R.M, HORSRUD, P, et al, "Petroleum Related Rock Mechanics" Second Edition 2008.

KHODJA, M., COHAUT, N., et al., "Drilling fluid Technology: performances and environmental considerations", 2010.

MANUAL DE FLUIDOS DE PERFORACIÓN DE MI-SWACO, “Capítulo 15: Pega de tubería”, 2001.

MARSHALL, M, PETROVA, V, SWIECH, W, “Scanning Electron Microscopy (SEM) and Focused Ion Beams (FIB) in Materials Research” Center for Microanalysis of Materials University of Illinois at Urbana-Champaign.

NDERSEN, M, DUNCAN B, MCLIN R, “Los núcleos en la evaluación de formaciones” Oilfield Review, Schlumberger, 2013.

PATRICK ECHLIN, “Handbook of sample preparation for scanning electron microscopy and X-ray microanalysis”, Cambridge Analytical Microscopy, UK, 2009.

PERKINS, D., HENKE, K., “Minerales en lámina delgada”, Prentice hall, 2002.

PINTO, J., “Estudio mediante difracción de rayos-x del efecto del solvente y la temperatura en la cristalización de nuevos heterociclos 2-(a-piridinil)-3-(a-naftil)-1,3-tiazolidin-4-ona y 2-(a-piridinil)-1,3-tiazolidin-4-ona”, Tesis para obtener el título de magister en química, UIS, 2012

RECOMMENDED PRACTICES FOR CORE ANALYSIS - API, Second Edition 1998.

RODRIGUEZ, E., ROA, F., “Metodología para el manejo y preservación de corazones de pozos tipo Slim Hole. Aplicación cuenca Cauca-Patia”, Tesis de grado UIS, 2011.

ROMAI, Y, “Manual de fluidos de perforación”, México, 2008.

STEPHENS, M, GOMEZ, S, CHURAN, M, "Laboratory Methods to Asses Shale Reactivity with Drilling Fluids", Artículo AADE, 2009-NTCE-11-04, 2009.

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER, "Reglamento general del laboratorio de preparación de muestras", escuela de geología, 2008

WELTON, J., "SEM Petrology Atlas", Chevron Oil Filed Research Company, Methods in Exploration Series No. 4, Published by The American Association of Petroleum Geologist, Tulsa, Oklahoma, U.S.A, 2003.

ZEYNALI, M.E. "Mechanical and physico-chemical aspects of wellbore stability during drilling operations", Journal of petroleum science and engineering Vol. 82-83, 2012.

ANEXOS

ANEXO A. Reporte del análisis de difracción de rayos X y MBT.

PROYECTO NO:		ANALISTA:		FECHA:			
NOMBRE DE LA MUESTRA:							
TIPO DE ANÁLISIS:	XRD Semicuantitativo y Prueba de azul de metileno (CEC).						
COMPOSICIÓN MINERALÓGICA (%WT)							
MINERAL	<i>INTERVALO 1</i>	<i>INTERVALO 2</i>	<i>INTERVALO 3</i>	<i>INTERVALO 4</i>	<i>INTERVALO 5</i>	<i>INTERVALO 6</i>	<i>INTERVALO 7</i>
CEC,meq/100gr							

ANEXO B. Reporte del análisis de sección delgada

Descripción geológica						Descripción cualitativa	
Nombre de la roca:						Textura:	
Clasificación petrográfica:						Numero de microfracturas	
Formación Geológica:						Alteraciones:	
Descripción macroscópica de la muestra						Matriz:	
Grado de meteorización:						Orientación de microfracturas	
Estructura (incluye estratificación):						Presencia en las capas de material orgánico	
Discontinuidades:						Ancho de microfracturas (prom)	
Composición mineral						Distribución del tamaño del grano	
Componentes principales	% vol	Componentes secundarios	% vol	Accesorios	% vol	Micrones	%
Observaciones:						Micro-fotografía de la muestra	

ANEXO C Pulidora de sección transversal (CP).

La pulidora de sección transversal (CP) está soportada por la tecnología patentada y desarrollada por JEOL, que consiste en hacer una sección transversal perpendicular a la superficie de cualquier tipo de muestra, especialmente para la medición de estructuras de varias capas, con el fin de preservar las estructuras internas de la muestra, que con el pulido mecánico convencional se destruirían. Gracias a las muestras obtenidas en la CP y después de la aplicación del SEM puede tener imágenes de mejor calidad y resolución para análisis más precisos de las microestructuras de las rocas.

Figura 54. Pulidora de sección transversal CP



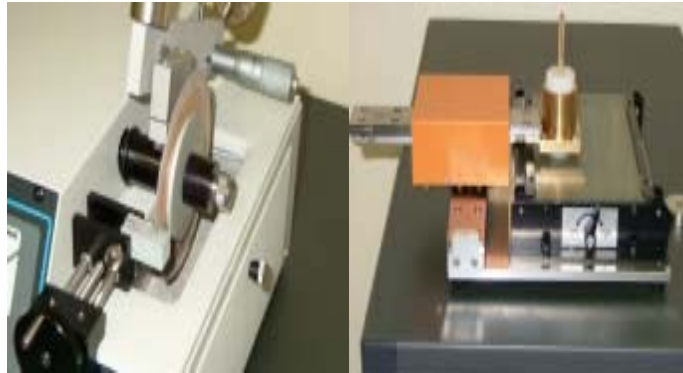
Fuente. JEOL, “Cross Section Polisher”, Clean Cross Section Preparation, SM-090110.

Procedimiento de preparación de la sección transversal.

1. *Cortar el espécimen.* El tamaño máximo de la muestra para la CP es de 11 mm ancho por 10mm de largo y por 2mm de espesor y se utiliza un cortador, como

el que se muestra en la **figura 55**. El cortado se hace más rápido cuando el punto de interés está más cerca de los bordes del espécimen. Después de cortar la muestra se debe pulir con una pulidora especial, para remover las impurezas de los bordes.

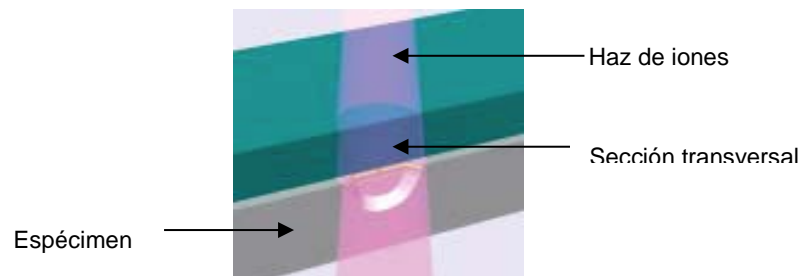
Figura 55. Cortadora y pulidora en la preparación de secciones transversales.



Fuente. JEOL, “Cross Section Polisher”, Clean Cross Section Preparation, SM-090110.

2. *Tratamiento de la superficie de la muestra.* Si la superficie de la muestra no es plana, se le debe fijar resina epóxica por calentamiento.
3. *Fijar la muestra en el porta muestra.*
4. *Ajustar las condiciones después de montar el espécimen en la CP.* Se deben establecer en la CP el voltaje, la corriente del haz de iones y el etching time.
5. *Etching.* El haz de iones choca perpendicular a la superficie de la muestra y hace una sección transversal perpendicular a la superficie de la muestra. (**ver figura 56**).

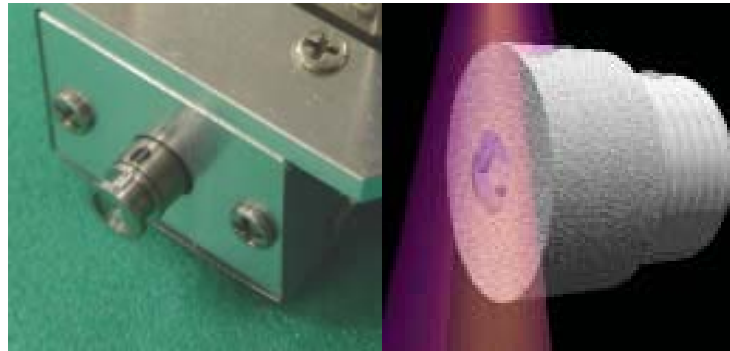
Figura 56. Sección transversal de la muestra.



Fuente. JEOL, “Cross Section Polisher”, Clean Cross Section Preparation, SM-090110.

6. *Rotación del soporte de la muestra (opcional)*. En algunos casos el soporte de la muestra puede rotar con el fin de obtener una mejor sección transversal. Se monta en el centro de rotación del soporte una pequeña cantidad de muestra con resina, esta rotación puede ser usada para finalizar el pulido de la superficie plana con el bombardeo del haz de iones con un bajo ángulo sobre la superficie. (**ver figura 57**).

Figura 57. Rotación del soporte de la muestra.



Fuente. JEOL, “Cross Section Polisher”, Clean Cross Section Preparation, SM-090110.

ANEXO D Diagrama de flujo de la metodología para la optimización de un fluido de perforación base agua a partir del análisis de corazones

