

**METODOLOGÍA DE LABORATORIO PARA DETERMINAR LA ADSORCIÓN  
DINÁMICA DE SURFACTANTE DISPERSO EN FASE GASEOSA SOBRE  
MUESTRA DE ROCA**

**ALBERTH LEONARDO HERRERA GUALDRON  
YURLEY LOZANO REATIGA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA DE PETRÓLEOS  
ESCUELA DE INGENIRÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2020**

**METODOLOGÍA DE LABORATORIO PARA DETERMINAR LA ADSORCIÓN  
DINÁMICA DE SURFACTANTE DISPERSO EN FASE GASEOSA SOBRE  
MUESTRA DE ROCA**

**ALBERTH LEONARDO HERRERA GUALDRON  
YURLEY LOZANO REATIGA**

Trabajo de grado presentado como requisito para optar al título de:  
**INGENIERO DE PETRÓLEOS, INGENIERA QUÍMICA**

**Directora**

**Olga Patricia Ortiz Cancino**

Ph.D en Ingeniería de Procesos

**Codirector**

**Hernando Bottia Ramírez**

M.Sc en Ingeniería Química

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIRÍAS FISICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA DE PETRÓLEOS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2020**

## DEDICATORIA

*A Dios, por regalarme la vida y la oportunidad de ser estudiante de la Universidad Industrial de Santander.*

*A mi madre Gladys Gualdron Rodríguez mi pequeña, quien con su amor cubrió todo mi camino como estudiante y me permitió salir adelante, alentándome siempre con cada palabra que me regala, por ser la guía de mi tránsito en la vida.*

*A mi padre Nacianzeno Herrera Barón (Q.E.P.D), quien me dio la oportunidad de salir adelante y mediante sus consejos me permitió escoger esta carrera, por ser el motor impulsor de mi carrera y mis logros. A mis hermanos Eduar Camilo Herrera, Johan Francisco Herrera, Nidia Milena Barón, Sandra Sulay Barón y Javier Enrique Brón (Q.E.P.D) por estar siempre presentes y brindarme su apoyo incondicional al momento de mis dificultades y necesidades.*

*A mis tíos, tías y primos, por ser mis cómplices y escucharme en mis momentos difíciles, a mis amigos, por acompañarme en mis alegrías y en mis momentos de desorden.*

*Muchas gracias a todos, por ustedes y para ustedes.*

*Alberto Leonardo Herrera Gualdron*

## DEDICATORIA

*A DIOS, por bendecirme cada día y darme la oportunidad de estudiar en la  
Universidad Industrial de Santander.*

*A mi padre ALFREDO LOZANO TARAZONA, quien con su apoyo me sostuvo  
en mi camino como estudiante, creyendo siempre en mis habilidades y alentándome  
para seguir en el camino hacia la obtención de este gran logro. A aquella mujer que  
durante mucho tiempo ha hecho las veces de madre MARIA ISABEL MENDEZ  
TARAZONA, quien con su apoyo y sus consejos me daba energía para salir  
adelante. A mi madre MARLENY REATIGA REATIGA, quien con sus consejos y  
apoyo incondicional me ha alentado a seguir adelante hasta lograr mis metas.*

*A mi prima YERSLENDY LOZANO MORA y mi amigo WILLIAN DAVID  
VILLAMIZAR PEÑA con quienes empezamos este sueño de ser profesionales, con  
su apoyo y cariño en los momentos más difíciles superamos obstáculos hasta lograr  
nuestros ideales.*

*A mi novio OMAR STEEVEN ARIAS VILLAMIZAR con quien he podido  
contar incondicionalmente estos últimos años, su apoyo y amor han sido  
fundamentales para mí.*

*Muchas gracias a todos, este logro es para ustedes.*

*Yurley Lozano Reatiga*

## **AGRADECIMIENTOS**

A la UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER, por acogernos como sus estudiantes y hacernos parte de su familia, por brindarnos sus conocimientos y educarnos como mejores seres humanos.

A la ESCUELA DE INGENIERÍA DE PETRÓLEOS, al Grupo de Investigación de Tomografía, por prestarnos sus laboratorios y equipos.

A la Doctora OLGA PATRICIA ORTIZ CANCINO, nuestra directora, nuestra maestra, consejera y motivadora en este proyecto.

Al ingeniero HERNANDO BOTTIA, codirector del proyecto, por ayudarnos con el tema y por acompañarnos en las pruebas de laboratorio, que junto con el ingeniero SAMUEL MARTINEZ, nos permitieron completar la parte práctica del proyecto.

Al ingeniero HERNANDO BUENDIA LOMBANA, director del Laboratorio de Análisis Petrofísicos y Daño a la formación, y a todo su grupo de trabajo, estuvieron dispuestos y a la orden con cada prueba que necesitamos.

A los laboratorios de Rayos X. de Electroquímica y al CICAT, por las pruebas que nos dejaron realizar. Al Ingeniero Pedro Rojas, en el laboratorio de Petrofísicos especiales del ICP por su ayuda con la gestión de algunos de los equipos, fue parte fundamental de este proyecto.

A todos nuestros compañeros, amigos y familiares.

¡Este logro es por ustedes, mil Gracias!

## TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>20</b>
<b>1 MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE.....</b>	<b>21</b>
1.1 GENERALIDADES.....	21
1.1.1 Descripción del Proceso de inyección Convencional. ....	21
1.1.2 Inyección de espumas con el químico disperso. ....	22
1.2 SURFACTANTES .....	25
1.2.1 Tipos de Surfactantes .....	26
1.3 ADSORCIÓN DE SURFACTANTES.....	27
1.3.1 Tipos de Adsorción.....	28
1.3.2 Unidades de Adsorción. ....	29
1.4 ADSORCIÓN DE SURFACTANTES EN LA INTERFASE SÓLIDO LÍQUIDO	29
1.4.1 Hipótesis de la Hemimicela.....	30
1.4.2 Formación de micelas. ....	30
1.4.3 Modelo de adsorción de cuatro regiones. ....	31
1.5 PARAMETROS QUE AFECTAN LA ADSORCIÓN DE SURFACTANTES....	32
1.5.1 Efecto de la Concentración del Surfactante y el Tamaño de Bache. ....	32
1.5.2 Efecto del Tipo de Surfactante. ....	33
1.5.3 Efecto de la Tasa de Inyección.....	35
1.5.4 Efecto del pH. ....	36
1.5.5 Efecto de la Mineralogía. ....	36
1.5.6 Efecto de la Salinidad. ....	37
1.6 ADSORCIÓN DINÁMICA EN LABORATORIO .....	37
1.7 ANTECEDENTES DE INVESTIGACIÓN EN ADSORCIÓN DINÁMICA .....	38

<b>2</b>	<b>METODOLOGÍA Y DESARROLLO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>43</b>
2.1	MATERIALES.....	43
2.1.1	Salmuera. ....	43
2.1.2	Surfactante. ....	43
2.1.3	Solución Espumante. ....	43
2.1.4	Medio Poroso. ....	44
2.1.5	Gas de Inyección.....	44
2.2	EQUIPOS .....	44
2.2.1	Sistema para Confinamiento de la muestra. ....	44
2.2.2	Sistema de transferencia de Calor. ....	45
2.2.3	Sistema de Inyección de Gas. ....	45
2.2.4	Sistema de Inyección de Líquidos. ....	46
2.2.5	Sistema para establecer la Presión de poro. ....	46
2.2.6	Sistema de Recuperación de líquidos. ....	46
2.2.7	Sistema de control de flujo.....	47
2.2.8	Sistema de monitoreo de presión. ....	47
2.2.9	Sistema de medición de Concentración de Efluentes. ....	48
2.3	MONTAJE EXPERIMENTAL.....	48
2.4	METODOLOGÍA .....	50
2.4.1	Seleccionar muestra de roca. ....	55
2.4.2	Cortar disco de muestra. ....	55
2.4.3	Preparación de Fluidos de prueba. ....	57
2.4.4	Pruebas de caracterización y compatibilidad de fluidos. ....	57
2.4.5	Curva de Calibración de Surfactante.....	58
2.4.6	Limpieza y caracterización de la muestra. ....	60
2.4.7	Saturación de la muestra. ....	61
2.4.8	Inyección de Salmuera al medio poroso. ....	61
2.4.9	Inyección de Gas hasta Swirr. ....	63
2.4.10	Inyección de Gas/Surfactante por el baipás. ....	64

2.4.11 Inyección de Gas/Surfactante al medio poroso. ....	64
2.4.12 Medición de Concentración en el efluente y cuantificación de adsorción dinámica. ....	64
2.4.13 Inyección de Gas Seco. ....	67
2.4.14 Inyección de Salmuera y desmontaje de la muestra. ....	67
2.4.15 Calcular la incertidumbre de la medida. ....	68
<b>3 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS .....</b>	<b>70</b>
3.1 RESULTADOS DE LAS PRUEBAS PRELIMINARES A LA INYECCIÓN DE FLUIDOS. ....	70
3.1.1 Mineralogía de la roca. ....	70
3.1.2 Propiedades de la salmuera y el surfactante. ....	72
3.1.3 Compatibilidad Salmuera/Surfactante. ....	74
3.1.4 Curva de Calibración para línea base de medida de concentración. ....	74
3.1.5 Dimensiones, permeabilidad y porosidad de la muestra. ....	74
3.1.6 Saturación de la muestra con salmuera al 100%. ....	76
3.2 RESULTADOS DE PRUEBAS DE INYECCIÓN DE SALMUERA, GAS Y SOLUCIÓN SALMUERA SURFACTANTE .....	77
3.2.1 Permeabilidad absoluta al agua. ....	77
3.2.2 Factor de recobro de la salmuera. ....	80
3.3 RESULTADOS DE ADSORCIÓN/DESORCIÓN DINÁMICA CON EL SURFACTANTE DISPERSO EN FASE GASEOSA Y DAÑO FINAL SOBRE LA MUESTRA .....	81
3.3.1 Concentración de efluentes en adsorción y desorción. ....	81
3.3.2 Curva de adsorción/desorción dinámica. ....	84
3.3.3 Permeabilidad efectiva final al agua, daño final en la muestra y retención final de surfactante. ....	86
3.4 INCERTIDUMBRE DE LAS MEDIDAS REALIZADAS EN EL MONTAJE EXPERIMENTAL DISEÑADO. ....	89
3.4.1 Desarrollo de la especificación del mesurando. ....	89

3.4.2 Fuentes de incertidumbre asociadas.....	89
3.4.3 Componentes de incertidumbre.....	90
3.4.4 Incertidumbre combinada. ....	90
<b>4 CONCLUSIONES .....</b>	<b>93</b>
<b>5 RECOMENDACIONES.....</b>	<b>94</b>
<b>BIBLIOGRAFIA.....</b>	<b>96</b>
<b>ANEXOS.....</b>	<b>103</b>

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1 Variables operativas para la prueba de adsorción dinámica.....	51
Tabla 2 Propiedades de la Salmuera para Medición de ADGS sobre muestra de Roca.....	73
Tabla 3 Propiedades del Surfactante Petro Step C1 para medición de ADGS sobre muestra de roca.....	73
Tabla 4 Resultados Cálculo de la Permeabilidad de la muestra para prueba de ADGS.....	75
Tabla 5 Resultados Cálculo de Porosidad de la muestra para prueba de ADGS ..	75
Tabla 6 Datos de corrección de la permeabilidad absoluta a la salmuera.....	80
Tabla 7 Corrección de la permeabilidad efectiva a la salmuera.....	87
Tabla 8 Tipos de fuentes de incertidumbre identificados.....	89
Tabla 9 Componentes de incertidumbre tipo (A) a 1 cc/min en kabs.....	90
Tabla 10 Coeficientes de sensibilidad para las componentes de incertidumbre tipo A de la presión a 1 cc/min en Kefe.....	91
Tabla 11 Intervalo de confianza donde se puede encontrar el valor real de las permeabilidades absolutas calculadas.....	91
Tabla 12 Intervalo de confianza donde se puede encontrar el valor real de las permeabilidades efectivas calculadas.....	91

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1 Esquema de inyección de surfactante convencional.....	22
Figura 2 Adsorción dinámica de espumante en bache líquido .....	24
Figura 3 Adsorción dinámica espumante disperso en gas. ....	24
Figura 4 Orientación de las moléculas de un Surfactante .....	25
Figura 5 Adsorción de Surfactante sobre Roca. ....	27
Figura 6 Modelo de Adsorción de 4 regiones.....	31
Figura 7 Esquema de 4 regiones.....	33
Figura 8 Adsorción de Surfactante en función de la concentración y el tamaño de Bache .....	34
Figura 9 Esquema de Adsorción de un surfactante aniónico .....	35
Figura 10 Adsorción en función de la salinidad.....	38
Figura 11 Espectrofotómetro UV-VIS propiedad del CICAT.....	48
Figura 12 Esquema del montaje Experimental para prueba de Adsorción dinámica .....	49
Figura 13 Montaje experimental real para prueba de Adsorción dinámica en laboratorio .....	49
Figura 14 Protocolo experimental de las pruebas de ADGS sobre muestra de roca. ....	53
Figura 15 Corte de muestra Nugger desde el que se perfiló el núcleo para los desplazamientos.....	55
Figura 16 Disco de Arenisca Berea disgregado para prueba de DRX.....	56
Figura 17 Espectro de Absorbancia de solución salmuera/surfactante a una concentración de 300 ppm.....	59
Figura 18 Equipo para limpieza de muestras por el método de extracción por solventes .....	60
Figura 19 Sistema para saturación de la muestra .....	61

Figura 20 Valores de adsorción típicos reportados en la literatura .....	66
Figura 21 Procedimiento para cálculo de incertidumbre.....	69
Figura 22 Ajuste de los picos de Cuarzo y Microclina al perfil de la muestra correspondiente a la presencia de estos minerales .....	71
Figura 23 Curva de Calibración para prueba de ADGS.....	75
Figura 24 Peso muestra saturada con salmuera al 100% .....	76
Figura 25 Permeabilidades absolutas a 3 tasas de inyección diferentes .....	78
Figura 26 Línea de tendencia de la caída de presión para encontrar intercepto con el eje y .....	79
Figura 27 Desplazamiento de la línea de caída de presión hasta el origen .....	79
Figura 28 Perfil del recobro de salmuera hasta Swirr .....	80
Figura 29 Concentración de los efluentes en etapa de adsorción .....	82
Figura 30 Concentración de los efluentes en etapa de desorción .....	83
Figura 31 Curva de adsorción/desorción dinámica de la solución salmuera/surfactante inyectado a 500 ppm.....	84
Figura 32 Gráfico comparativo entre la adsorción total de surfactante con el método de espumas dispersas y el método de inyección en bache líquido.....	86
Figura 33 Permeabilidad efectiva a la salmuera después de inyección de solución salmuera/surfactante .....	87

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
Anexo A. Materiales utilizados .....	103
Anexo B. Manual Operativo del montaje experimental diseñado .....	104
Anexo C. Resultados de la prueba de DRX .....	145
Anexo D. Tablas de cálculo de la incertidumbre .....	146
Anexo E Procedimiento para calcular la incertidumbre de medida .....	149
Anexo F. Resultados de la prueba de compatibilidad de Fluidos.....	152

## NOMENCLATURA Y ABREVIATURAS

- ADGS** : Adsorción dinámica de surfactante disperso en fase gaseosa
- BPR** : Regulador de contrapresión (Back pressure regulator)
- CICAT** : Centro de investigaciones en catálisis
- CMC** : Concentración micelar crítica
- DRX** : Difracción de rayos X
- Kabs** : Permeabilidad absoluta
- Kefe** : Permeabilidad efectiva
- ONAC** : Organismo Nacional de Acreditación de Colombia
- ppm** : Partes por millón (mg/L)
- pH** : Potencial de hidrógenos
- Swirr** : Saturación de agua irreducible
- Vp** : Volumen poroso

## RESUMEN

**TÍTULO:** METODOLOGÍA DE LABORATORIO PARA DETERMINAR LA ADSORCIÓN DINÁMICA DE SURFACTANTE DISPERSO EN FASE GASEOSA SOBRE MUESTRA DE ROCA\*.

**AUTORES:** ALBERTH LEONARDO HERRERA GUALDRÓN, YURLEY LOZANO REATIGA\*\*.

**PALABRAS CLAVE:** ADSORCIÓN DINÁMICA, SURFACTANTE ANIÓNICO, ESPECTROFOTOMETRÍA, CONCENTRACIÓN DE SURFACTANTE, ADSORCIÓN NORMALIZADA.

### DESCRIPCIÓN:

Cuando las compañías de petróleo buscan recuperar mayor cantidad de hidrocarburos implementan procesos de recuperación mejorada de petróleo (EOR). En yacimientos sometidos a inyección de gas, se inyectan surfactantes para formar espumas que controlen el frente de desplazamiento; esto evita canales preferenciales de flujo que disminuyan la eficiencia del proceso. El problema operativo surge cuando el químico inyectado se adsorbe sobre la superficie de la roca en el medio poroso, generando así mayores costos a las compañías operadoras.

En este trabajo, se evaluó la adsorción dinámica de un surfactante aniónico sobre una arenisca Berea. Para esto se diseñó e implementó un montaje experimental que permitiera inyectar simultáneamente líquido y gas a la muestra a condiciones de Temperatura y Presión de yacimiento. Posteriormente, se diluyó el surfactante con salmuera y se envió a bajas velocidades dentro de una corriente de gas Nitrógeno al medio poroso. En el efluente se adaptó una trampa de líquido, que atrapó las gotas de solución salmuera/surfactante que el gas arrastraba. Se analizó el efluente por espectrofotometría y se midió la concentración de surfactante a la salida para cuantificar la adsorción. Finalmente se inyectó gas seco, con la finalidad de evidenciar la desorción del surfactante y se construyó la curva de adsorción/desorción.

Se observó una curva de adsorción similar a las obtenidas en estudios con espumas dispersas, pero con un valor de adsorción final considerablemente mayor. Se comprobó que surfactantes aniónicos como el utilizado en este estudio son los mejores para evitar la adsorción de medios porosos, además de que los valores de retención final con este método son más bajos que en estudios de adsorción con inyección en bache de agua. Esto permitió mostrar una de las ventajas operativas de implementar estas técnicas de inyección y la importancia de profundizar en este tipo de estudios.

---

\* Trabajo de Grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería de Petróleos. Escuela de Ingeniería Química. Directora Ph. D. Olga Patricia Ortiz Cancino. Codirector M.Sc. Hernando Bottia Ramírez.

## SUMMARY

**TITLE:** LABORATORY METHODOLOGY TO DETERMINE THE DYNAMIC ADSORPTION OF DISPERSED SURFACTANT IN GASEOUS PHASE ON ROCK SAMPLE\*.

**AUTHORS:** ALBERTH LEONARDO HERRERA GUALDRÓN, YURLEY LOZANO REATIGA\*\*.

**KEYWORDS:** DYNAMIC ADSORPTION, PETROSTEP SURFACTANT, SPECTROPHOTOMETRY, DRX, NORMALIZED CONCENTRATION.

### DESCRIPTION:

When oil companies seek to recover more hydrocarbons, they implement improved oil recovery (EOR) processes. In deposits under gas injection, surfactants are injected to form foams that control the displacement front; This avoids preferential flow channels that decrease the efficiency of the process. The operational problem arises when the injected chemical is adsorbed on the surface of the rock in the porous medium, thus generating higher costs to the operating companies.

In this work, the dynamic adsorption of an anionic surfactant on a Berea sandstone was evaluated. For this, an experimental assembly was designed and implemented that would allow liquid and gas to be simultaneously injected into the sample at conditions of temperature and reservoir pressure. Subsequently, the surfactant was diluted with brine and sent at low speeds within a stream of Nitrogen gas to the porous medium. In the effluent a liquid trap was adapted, which caught the drops of brine / surfactant solution that the gas carried. The effluent was analyzed by spectrophotometry and the surfactant concentration was measured at the outlet to quantify adsorption. Finally, dry gas was injected, in order to show the desorption of the surfactant and the adsorption / desorption curve was constructed.

An adsorption curve similar to those obtained in studies with dispersed foams was observed, but with a significantly higher final adsorption value. It was found that anionic surfactants such as the one used in this study are the best to avoid adsorption of porous media, in addition to the fact that the final retention values with this method are lower than in adsorption studies with water bump injection. This allowed to show one of the operational advantages of implementing these injection techniques and the importance of deepening this type of studies.

---

\* Bachelor Thesis

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería de Petróleos. Escuela de Ingeniería Química. Directora Ph. D. Olga Patricia Ortiz Cancino. Codirector M.Sc. Hernando Bottia Ramírez.

## INTRODUCCIÓN

La necesidad energética del mundo ha llevado a la industria de los Hidrocarburos a implementar técnicas con el fin de optimizar la extracción de petróleo. Para esto se implementan métodos de recobro secundario de hidrocarburos que contribuyen al aumento del factor de recobro en los yacimientos. Sin embargo, la demanda energética crece constantemente, por tanto, surge la necesidad de implementar métodos de recobro mejorado con el fin de responder a esta creciente necesidad.

Un método para mejorar la eficiencia de barrido dentro del yacimiento es el uso de espumas para el control de movilidad. Con el fin de formar espumas estables se hace necesario la inyección de surfactantes. Estos pueden ser inyectados en baches de solución acuosa o dispersos en una corriente de gas y la interacción con los sustratos del yacimiento ocasiona su adsorción sobre la superficie de la roca. Lo anterior causa problemas de pérdida de químico, taponamiento de la formación, además de altos costos por la compra de tensoactivos. Por lo tanto, estudiar la adsorción del surfactante sobre la roca es muy importante para diseñar operaciones de inyección de espumas, que permitan tener resultados exitosos.

En el presente documento se plantea una tesis de validación del método de estudio de adsorción dinámica de surfactante cuando se inyecta mediante una técnica conocida como espumas dispersas. De esta manera se hará un aporte importante a la Universidad Industrial de Santander, la cual no cuenta con un método validado para realizar el estudio de este problema operacional. Finalmente se pretende hacer una contribución al estudio de los problemas operacionales existentes en una técnica novedosa de inyección de espumas, ya que este estudio permitiría a futuro realizar mediciones validadas de adsorción dinámica de surfactante sobre muestras de roca, con el fin de estudiar el efecto de las variables que influyen sobre esta técnica.

# 1 MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

## 1.1 GENERALIDADES

**1.1.1 Descripción del Proceso de inyección Convencional.** Los procesos de inyección de agua y gas son usados en la recuperación secundaria de aceite. En estos procesos se busca inyectar fluidos al yacimiento con el fin de desplazar aceite hacia los pozos productores y obtener recobros adicionales. Debido a factores como la heterogeneidad del yacimiento, que permiten la alta movilidad de los fluidos desplazantes respecto al aceite, el factor de recuperación no es el esperado. Como alternativa para solucionar los problemas descritos, la inyección de espuma surge como un método que busca mejorar la eficiencia de barrido, a través de la disminución de la movilidad de los fluidos de inyección o bloqueo de zonas. Sin embargo, la resistencia de las espumas al agua es deficiente, por lo tanto, la inyección de espumas es un método mejor aplicado a inyección de gas<sup>1</sup>.

Un proceso típico de inyección de surfactantes consiste en inyectar previamente un flujo de agua fresca para acondicionar el yacimiento, con el fin de reducir la salinidad que puede afectar negativamente el proceso. Posteriormente, se procede con la inyección del bache principal de surfactante, con el fin de reducir la tensión interfacial entre el agua y el aceite, con lo que se logra formar un banco de petróleo. Puede ser seguido por otro bache post-flujo, que puede ser una solución polimérica con un bache de agua posterior, con el fin de reducir la digitación viscosa del agua, con lo cual se incrementa la eficiencia del proceso, este proceso se conoce como método SAG (alternate surfactant and gas injection) de inyección de espumas<sup>2</sup> (Morales, 2007), (ver Figura 1).

---

<sup>1</sup> Kanicky, J. (2001). Surface chemistry in the petroleum industry. Center for Surface science and engineering. USA.

<sup>2</sup> Morales, L., 2007. Estudio del Proceso de Transferencia de Calor Convectivo en Nanofluidos.

**Figura 1 Esquema de inyección de surfactante convencional.**



Fuente: Ariza, I. and Bautista, L. (2017). Efecto de la concentración del surfactante y del tamaño de bache inyectado sobre la adsorción dinámica de un surfactante. UIS, Bucaramanga.

**1.1.2 Inyección de espumas con el químico disperso.** El método SAG, junto con el de co-inyección, son los métodos más usados para la generación de espumas. Estos conllevan costos en facilidades de superficie y en pérdidas por adsorción del surfactante. Una forma de reducir costos en las operaciones de recobro mejorado con espumas es mediante la inyección de surfactante disperso en la fase gaseosa en un proceso llamado “Espumas Dispersas”.

El concepto principal de esta nueva técnica se basa en la transferencia del químico desde la fase dispersa al agua connata o residual presente en los reservorios bajo explotación, debido al gran potencial químico por el contraste de concentración de

espumante entre la fase dispersa y el agua in-situ<sup>3</sup>. Valencia Londoño, 2016<sup>4</sup>, desarrolla un modelo matemático de generación y flujo de espumas usando inyección de espumante disperso en la fase gaseosa. El modelo desarrollado considera la transferencia del tratamiento presente en la fase gas en forma de gotas mediante el mecanismo de interceptación. También toma en cuenta fenómenos de adsorción/desorción de químico espumante en condiciones dinámicas usando un modelo cinético de primer orden, y la generación, coalescencia y transporte de espumas usando un modelo de balance de población de lamelas.

#### **1.1.2.1 Resultados de adsorción dinámica con surfactantes dispersos.**

Ocampo Florez, 2016<sup>5</sup> realizó pruebas de adsorción dinámica con el fin de calcular el efecto de la concentración del surfactante con el gas disperso. Realizó una comparación entre la adsorción dinámica que se da en una inyección convencional con bache líquido y una inyección con el químico disperso en gas. Las pruebas de adsorción dinámicas en bache líquido se realizaron a tres concentraciones distintas de químico activo: 1000 ppm, 2000 ppm y 5000 ppm, mientras que para el químico en fase dispersa sólo se pudo realizar a una concentración (700 ppm) debido a limitaciones operativas durante las pruebas.

Los resultados de las pruebas de adsorción dinámicas mostraron niveles de adsorción ligeramente menores para el caso de inyección de químico disperso, comparado con el bache líquido (Ver Figura 2 y Figura 3). Entonces, realizar la inyección del químico disperso reduce ligeramente los costos de este debido a la adsorción, además de que necesita de menor logística en equipos de formación e inyección de espuma.

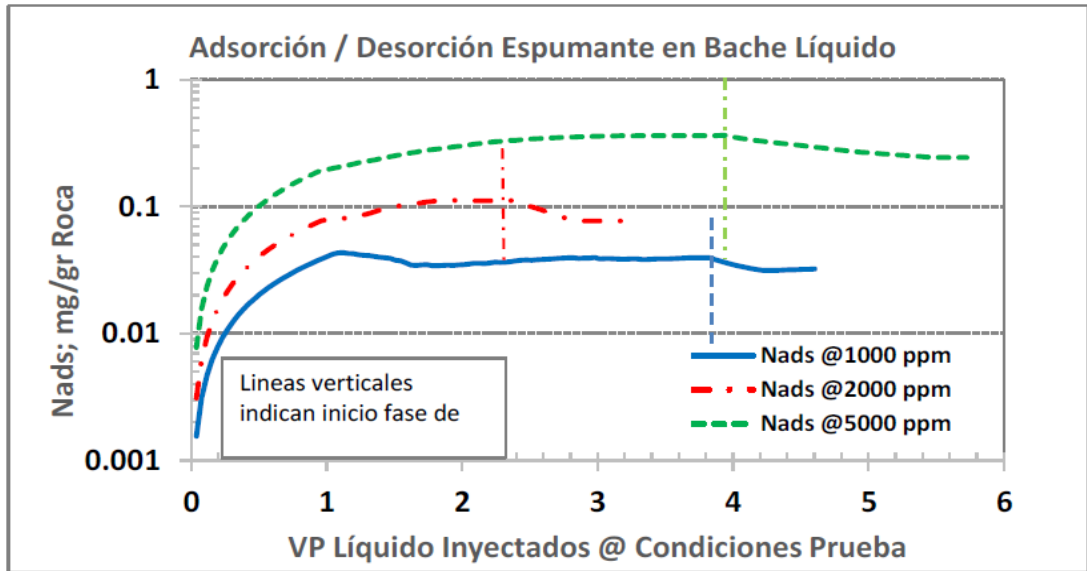
---

<sup>3</sup> Ocampo Florez, A. (2016). Efecto de la Concentración del Químico Disperso en la Formación de Espumas en Medios Porosos.

<sup>4</sup> Valencia Londoño, J., 2016. Modelamiento del flujo y generación de espumas en medios porosos usando surfactante disperso en gas, s.l.

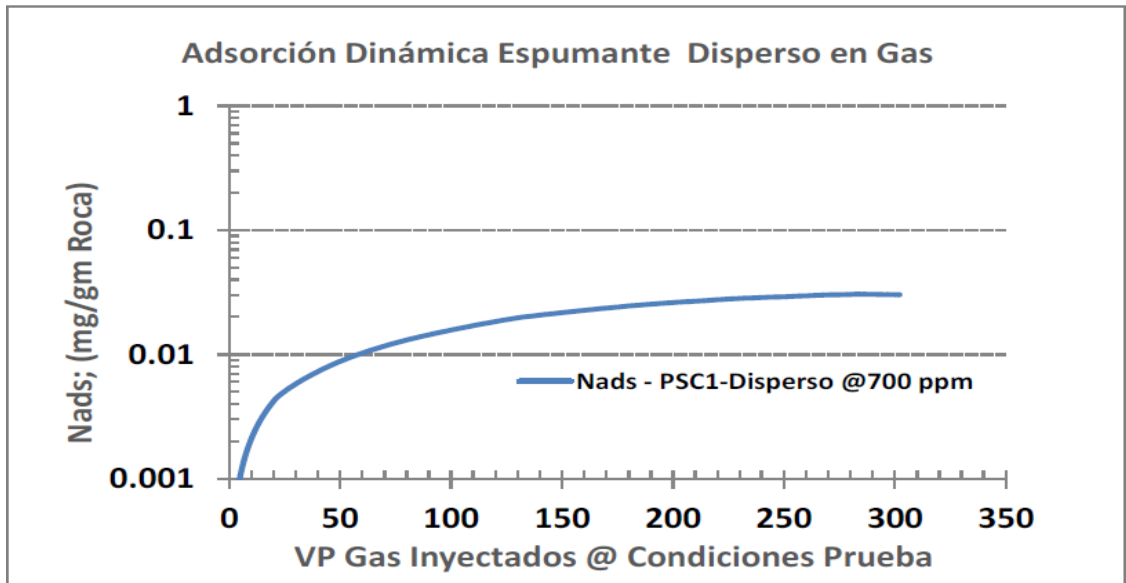
<sup>5</sup> Ocampo Florez, A. Op. Cit.

**Figura 2 Adsorción dinámica de espumante en bache líquido**



Fuente: Ocampo Florez A. (2016). Efecto de la Concentración del Químico Disperso en la Formación de Espumas en Medios Porosos. Universidad Nacional de Colombia. Medellín.

**Figura 3 Adsorción dinámica espumante disperso en gas.**

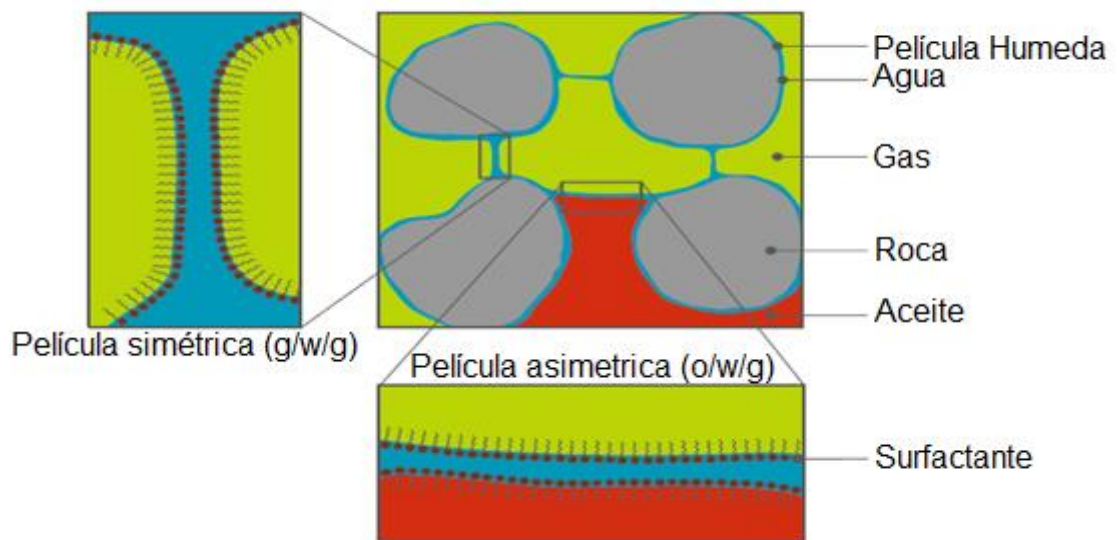


Fuente: Ocampo Florez, A. (2016). Efecto de la Concentración del Químico Disperso en la Formación de Espumas en Medios Porosos.

## 1.2 SURFACTANTES

El surfactante se usa como agente espumante, ya que, por la separación de sus componentes, la espuma tiende a romperse rápidamente<sup>6</sup>. El surfactante induce gradientes de tensión interfacial para evitar el colapso de la espuma y para estabilizar las burbujas al disminuir la energía libre en la interfaz, esto debido a que posee un cuerpo lipofílico (afín con el aceite) con una cabeza hidrofílica (afín al agua). El tensoactivo se alinea sobre la interfase (Ver Figura 4), impidiendo la separación de la fase gaseosa y la fase líquida logrando así, estabilizar la espuma<sup>7</sup>.

**Figura 4 Orientación de las moléculas de un Surfactante**



Fuente: Farajzadeh, R., Andrianov, A. and Krastev, R. (2012). Foam–oil interaction in porous media: Implications for foam assisted enhanced oil recovery.

Los surfactantes empleados en recobro químico forman simultáneamente tres fases líquidas cuando son mezcladas con petróleo y agua dentro de un intervalo de

<sup>6</sup> Eikemo, I. (2014). Mobility Control by CO<sub>2</sub>-foam Injection for Integrated EOR.

<sup>7</sup> Morales, L. (2007). *Op. Cit.*

salinidad y temperatura bien definido. La fase intermedia, la cual contiene la mayor concentración de surfactante, es llamada microemulsión, que tiene la capacidad de disminuir la tensión superficial entre el agua y el petróleo. Se prefiere clasificar los surfactantes de acuerdo con su tipo de molécula, más particularmente en base al tipo de disociación de su molécula en solución<sup>8</sup>.

### **1.2.1 Tipos de Surfactantes**

**1.2.1.1 Surfactantes Aniónicos.** Se caracterizan por tener en su parte hidrofílica, grupos funcionales que se ionizan en disoluciones acuosas; se disocian en un anión anfífilo y un catión, el cual es en general un metal alcalino. La producción de los surfactantes aniónicos representa alrededor del 55% de los surfactantes producidos anualmente en el mundo. En la industria petrolera son los más utilizados en operaciones de recobro mejorado debido a que la mayoría de los sustratos presentan cargas negativas, por tanto, éstos se adsorben menos sobre la superficie<sup>9</sup>.

**1.2.1.2 Surfactantes catiónicos.** Son aquellos que se disocian en un catión anfífilo y un anión generalmente de tipo halogenado. Estos se usan solamente en aplicaciones especiales donde la carga positiva del anfífilo produce ventajas como en enjuagues o emulsiones asfálticas. En la mayoría de los casos corresponden a un grupo amonio cuaternario. En la industria petrolera han sido utilizados principalmente en yacimientos carbonatados, pues se ha encontrado que tienen la capacidad de alterar la mojabilidad de estas rocas a preferencialmente mojadas por agua, lo cual favorece el proceso de imbibición<sup>10</sup>.

---

<sup>8</sup> Salaguer, J. & Fernandez, A., 2004. Cuaderno FIRP S301-PP, Surfactantes.

<sup>9</sup> Salager, J. (2002). Cuaderno FIRP S300-PP, Surfactantes Tipos y Usos. Merida, Venezuela.

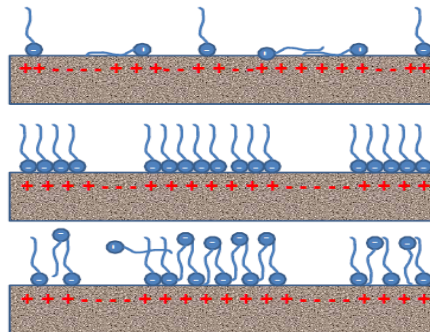
<sup>10</sup> Dong, Y., Cui, L. & Ma, K., 2013. Adsorción de tensioactivos catiónicos y aniónicos en materiales de carbonato naturales y sintéticos. ELSEVIER.

**1.2.1.3 Surfactantes no iónicos.** Están formados por una cadena hidrocarbonada larga y un grupo polar sin carga y no forman iones en solución acuosa, por esta razón son compatibles con los demás tipos de surfactantes. Se usan junto con otros surfactantes para fortalecerlos y brindarles resistencia a los diferentes esfuerzos a los que son sometidos en el medio poroso, pues son bastante tolerantes a altas salinidades<sup>11</sup>.

### 1.3 ADSORCIÓN DE SURFACTANTES

La adsorción<sup>12</sup> es un proceso en el que partículas de una sustancia denominada adsorbato, se concentran sobre la superficie de otra denominada adsorbente (Figura 5)<sup>13</sup>. La adsorción de tensioactivos en un medio poroso sigue fenómenos complejos que incluyen tanto la transferencia de masa como la reacción. Cuando la superficie sólida se ve favorecida energéticamente por el agente tensioactivo, tiene lugar la adsorción desde la solución a la superficie sólida<sup>14</sup>.

**Figura 5 Adsorción de Surfactante sobre Roca.**



<sup>11</sup> Salaguer, J. & Fernandez, A., 2004. *Op. Cit.*

<sup>12</sup> Rouquerol, F. (2014). *Adsorption by powders and porous solids*. Amsterdam. Elsevier, Academic Press.

<sup>13</sup> Rouquerol, F. & Sing, K., 1999. *Adsorption by Powders and Porous Solids*. s.l.: Academic Press.

<sup>14</sup> Haroonia, A. & Marghmaleki, A., 2016. Experimental and modeling studies on adsorption of a nonionic surfactant on sandstone minerals in enhanced oil recovery process with surfactant flooding. *Journal of Molecular Liquids*.

Fuente: Choung, D. and Zhangxin, C. (2011). Development of isotherm Polymer/Surfactant Adsorption Models in Chemical Flooding. SPE.

**1.3.1 Tipos de Adsorción.** Los tipos de adsorción que se pueden presentar se dan según las diferentes atracciones que hay entre el adsorbato y el adsorbente, ya sean eléctricas, de Van der Waals o de naturaleza química<sup>15</sup>.

**1.3.1.1 Adsorción física.** Este tipo de adsorción tiene lugar debido a las fuerzas de Van der Waals, donde el fenómeno es fácilmente reversible y es el resultado de las fuerzas intermoleculares de atracción entre las moléculas del sólido y la sustancia adsorbida. Es una interacción relativamente débil con un delta de entalpía ( $\Delta H$ ) alrededor de los 20 KJ/mol, en teoría es completamente reversible (desorción total). La naturaleza o identidad del adsorbato no cambia (no hay reacción o dilución) y tiende a formar multicapas<sup>16</sup>.

**1.3.1.2 Adsorción Química.** También denominada como quimi sorción, o adsorción activada, es el resultado de la interacción química entre el sólido y la sustancia adsorbida. Se da cuando las moléculas adsorbidas reaccionan químicamente con la superficie, en este caso se forman y se rompen enlaces, debido a que el adsorbato forma unos enlaces fuertes localizados en los centros activos del adsorbente, el calor de adsorción tiene intervalos de valores análogos a los de una reacción química hasta unas 100 Kcal. La formación de enlaces durante la adsorción química hace que el proceso sea más selectivo, es decir, que dependa marcadamente de la naturaleza de las sustancias involucradas<sup>17</sup>. El helio, por ejemplo, no se adsorbe químicamente sobre una superficie ya que no forma enlaces

---

<sup>15</sup> Perry, R. and Green, D. (2008). Perry's Chemical Engineers Handbook. 8th ed. McGraw-Hill.

<sup>16</sup> Treybal, R., 1981. Operaciones de Transferencia de masas. Segunda ed. s.l.:McGrawHill.

<sup>17</sup> Tubert, I. and Talanque, V. (1997). Sobre Adsorción. UNAM, México.

ni compuestos. Es común que la interacción química entre el adsorbente y el adsorbato produzca cambios en la estructura de los compuestos involucrados<sup>18</sup>.

**1.3.2 Unidades de Adsorción.** En general, las unidades de adsorción que se emplean a escala en laboratorio son:

- Masa de adsorbato adherido por unidad de adsorbente (*mg/g adsorbente*).
- Masa por unidad de volumen poroso (*mg/mL de VP*).

Mientras que en aplicaciones a escala campo, las unidades usadas son:

- Masa por unidad de volumen poroso (*mg/mL de VP*).

#### **1.4 ADSORCIÓN DE SURFACTANTES EN LA INTERFASE SÓLIDO LÍQUIDO**

En recobro químico, las moléculas de tensoactivos son adsorbidas sobre la superficie de las rocas del yacimiento. Si las pérdidas de surfactantes son elevadas, el método de recobro resulta inviable técnica y económicamente<sup>19</sup>. La adsorción de los surfactantes en la interfase sólido-líquido está fuertemente influenciada por:

- La naturaleza de la estructura de los grupos en la superficie sólida, que comprende: la densidad de los sitios de adsorción, de las heterogeneidades superficiales y la carga eléctrica de las superficies.
- La estructura molecular del surfactante (iónica, no-iónica, naturaleza del grupo hidrófilo, longitud de la cadena alifática o aromática).

---

<sup>18</sup> Kanicky, J. (2001). Op. Cit.

<sup>19</sup> Grigg Rbm, Bai B. (2005). Sorption of surfactant used in CO2 flooding onto five minerals and three porous media. SPE.

- Las características de la fase acuosa (pH, temperatura, presencia de electrolitos, etc.). Todos estos factores determinan el mecanismo por el cual ocurre la adsorción y la eficiencia de esta<sup>20</sup>.

**1.4.1 Hipótesis de la Hemimicela.** Según este modelo, para concentraciones bajas, los surfactantes iónicos se adsorben como iones individuales, siendo fijadas sus cabezas polares en la superficie por interacciones electrostáticas con la superficie cargada hasta que en una concentración crítica se forma una doble capa. Para concentraciones más altas, el aumento agudo de la adsorción marca el inicio de asociación de surfactantes en la superficie por interacciones laterales entre las cadenas de hidrocarburo. Los iones adsorbidos se asocian en parches igual que se asemejan a las micelas en el seno de la solución, estructuras conocidas como Hemimicelas, que son estructuras esféricas con grupos iónicos del surfactante que apuntan tanto hacia el sustrato como hacia la solución debido a la alta carga superficial<sup>21</sup>.

**1.4.2 Formación de micelas.** Las micelas tensioactivas se forman en fase líquida cuando la concentración de tensioactivo está por encima de su CMC (Concentración Miscelar Crítica), que determina la densidad máxima de adsorción de tensioactivo sobre sólidos<sup>22</sup>. Además, los factores que influyen en la agregación de tensioactivos en solución acuosa son los mismos que en los sólidos. Por lo tanto, el comportamiento de agregación de los surfactantes en fase líquida tiene un efecto importante en su adsorción. En general, la formación de micelas o agregados de tensioactivos iónicos es un compromiso de atracción hidrofóbica entre la cola de

---

<sup>20</sup> Fred, W. and Shuler, J. (1980). Convection, Dispersion, and Adsorption of Surfactants in Porous Media.

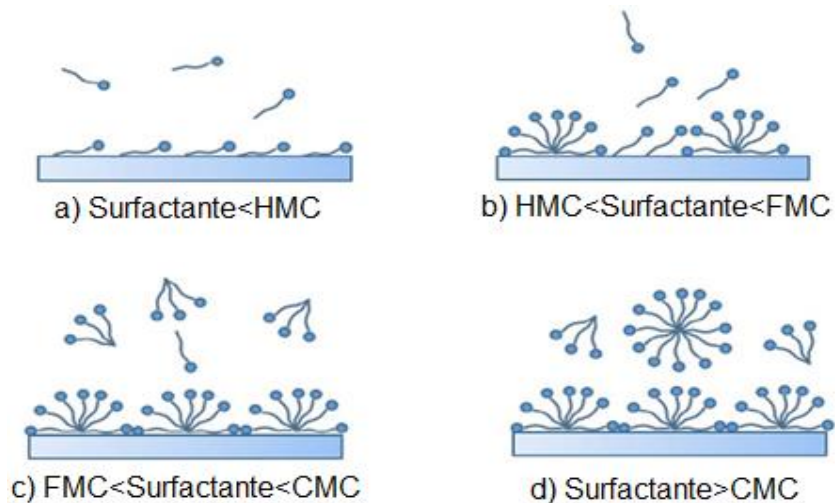
<sup>21</sup> Cases, J; Mielczarski, J. Ionic surfactants adsorption on heterogeneous surfaces. C. R. Geoscience 334. (2002).

<sup>22</sup> Koopal, L., Lee, E. & Böhmer, B., 1995. Adsorption of cationic and anionic surfactants on charged metal oxide surfaces. J. Colloid Interface Sci. 170, p. 85–9

tensioactivo que favorece la formación de micelas o agregados y la repulsión electrostática entre los grupos de cabeza iónica que se opone a la formación de micelas o agregados<sup>23</sup>.

**1.4.3 Modelo de adsorción de cuatro regiones.** El proceso de adsorción se puede clasificar en términos generales en cuatro regiones que se muestran esquemáticamente en la Figura 6<sup>24</sup>. En primer lugar, las moléculas de tensioactivo se adsorben en la superficie sólida como monómeros mediante atracción hidrófoba con las cadenas de alquilo en contacto con los sólidos, y los grupos de cabeza de tensioactivo se orientan hacia la fase líquida como se muestra en la Figura 6a.

**Figura 6 Modelo de Adsorción de 4 regiones**



Fuente: Chang, Z. and Chen, X. (2018). The adsorption behavior of surfactants on mineral surfaces in the presence of electrolytes – A critical review. ELSEVIER, Minerals Engineering.

<sup>23</sup> Chang, Z. and Chen, X. (2018). The adsorption behavior of surfactants on mineral surfaces in the presence of electrolytes – A critical review. ELSEVIER, Minerals Engineering.

<sup>24</sup> Zhang, J., Meng, Y., Tian, Y. & Zhang, X., 2015. Effect of concentration and addition of ions on the adsorption of sodium dodecyl sulfate on stainless steel surface in aqueous solutions. Colloids Surf. A 484, p. 408–415.

Luego, la velocidad de adsorción aumenta repentinamente debido a la formación de hemimicelas en la superficie sólida en la concentración crítica de hemimicelas (HMC). Por encima de la HMC, las hemimicelas se compactan gradualmente con un aumento adicional en la concentración de tensioactivo hasta la saturación en la superficie sólida en la concentración completa de hemimicelas (FMC) como se muestra en la Figura 6b. Por encima de la FMC, la densidad de adsorción no aumenta notablemente con un aumento adicional en la concentración de surfactante. Las moléculas tensioactivas prefieren formar agregados en solución acuosa en lugar de adsorberse en superficies sólidas como se muestra en la Figura 6c. Por encima de la CMC, las moléculas de surfactante forman micelas en solución acuosa y, por lo tanto, la densidad de adsorción se nivela como se muestra en la Figura 6d<sup>25</sup>. La Figura 7 muestra el comportamiento descrito en sus 4 regiones, pero en forma de isoterma de adsorción.

## **1.5 PARAMETROS QUE AFECTAN LA ADSORCIÓN DE SURFACTANTES**

**1.5.1 Efecto de la Concentración del Surfactante y el Tamaño de Bache.** La adsorción de surfactante es una función de la concentración de surfactante. La cantidad adsorbida típicamente incrementa con un aumento de la concentración de surfactante en la solución<sup>26</sup>. En general, cuando el tamaño de Bache se mantiene constante, la adsorción crece con el aumento de la concentración. También, el cambio de la adsorción con la concentración es mayor cuanto mayor es el bache inyectado (Ver Figura 8)<sup>27</sup>.

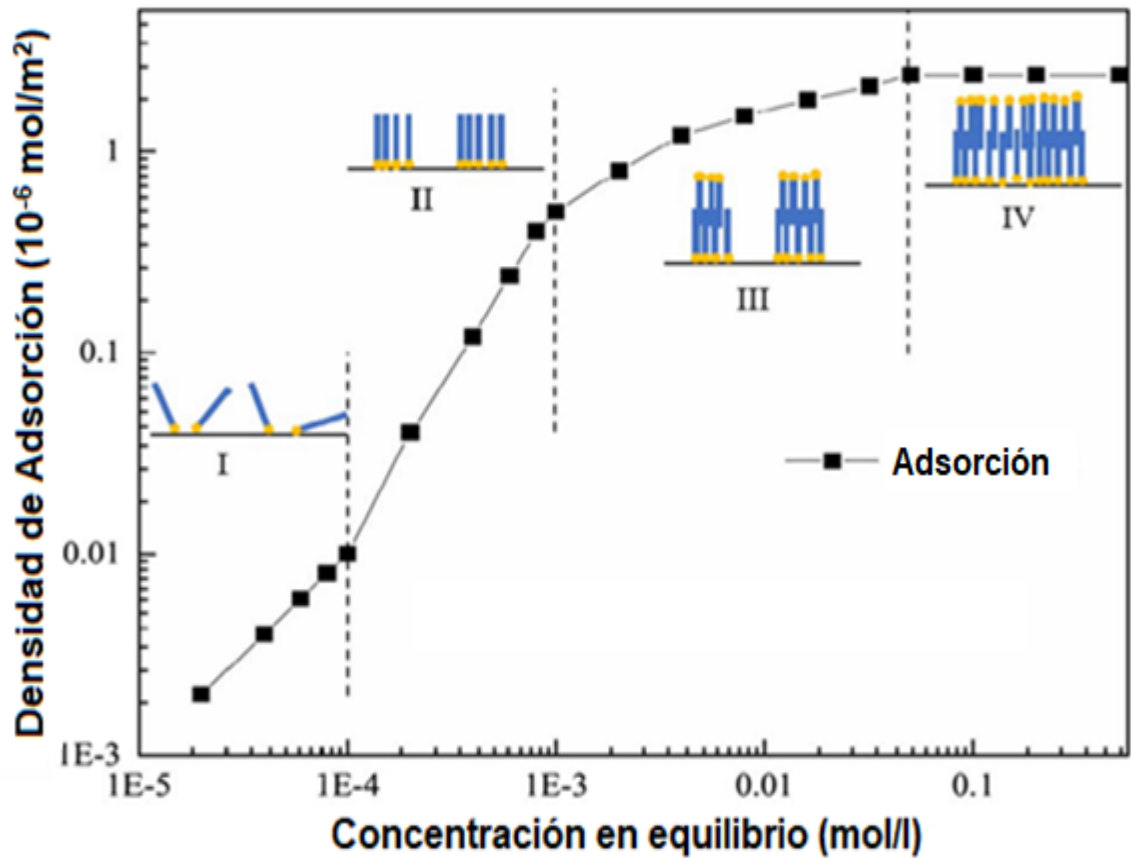
---

<sup>25</sup> Chang, Z. & Chen, X., 2018. The adsorption behavior of surfactants on mineral surfaces in the presence of electrolytes. A critical review. ELSEVIER, Minerals Engineering.

<sup>26</sup> Choung, D. and Zhangxin, C. (2011). Development of isotherm Polymer/Surfactant Adsorption Models in Chemical Flooding. SPE.

<sup>27</sup> Ariza, I. and Bautista, L. (2017). Efecto de la concentración del surfactante y del tamaño de bache inyectado sobre la adsorción dinámica de un surfactante. UIS, Bucaramanga.

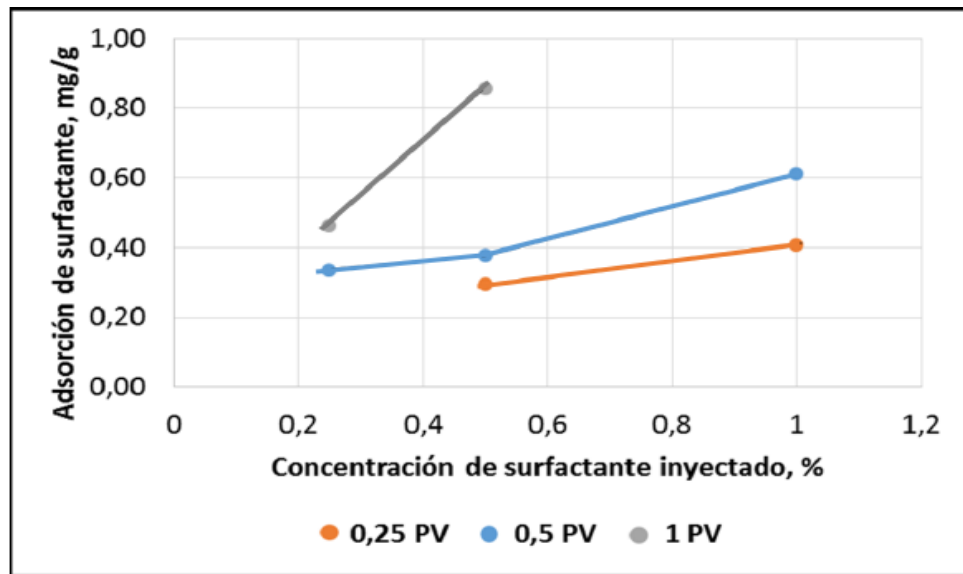
Figura 7 Esquema de 4 regiones



Fuente: Fennell Evans, D., Wennerstrom, H., Rajagopalan, R., 1995. The colloidal domain: where physics, chemistry, biology, and technology meet. J. Colloid Interface Sci. 172 541–541.

**1.5.2 Efecto del Tipo de Surfactante.** Las interacciones electrostáticas desempeñan un papel de cuidado en la adsorción de surfactante en sistemas donde tanto los surfactantes como la superficie sólida están cargados. Las cargas que presenta el medio permiten interacción con los diferentes tipos de tensoactivos. A continuación, se describe el efecto que tienen en la adsorción los surfactantes de tipo aniónico como el que se usó en este proyecto.

**Figura 8 Adsorción de Surfactante en función de la concentración y el tamaño de Bache**



Fuente: Ariza, I. and Bautista, L. (2017). Efecto de la concentración del surfactante y del tamaño de bache inyectado sobre la adsorción dinámica de un surfactante. Bucaramanga.

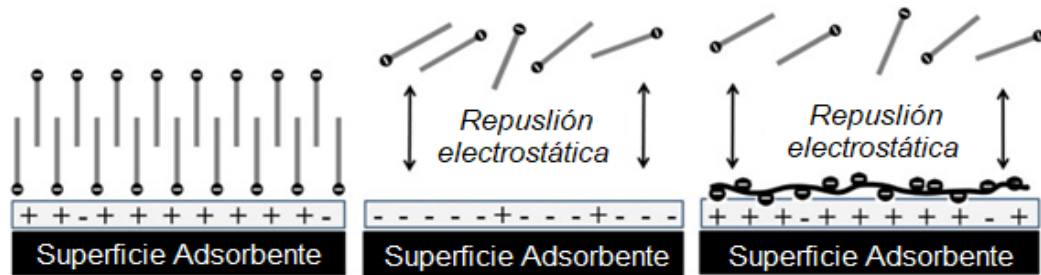
**1.5.2.1 Surfactantes Aniónicos.** Los minerales de la mayoría de las rocas del yacimiento son cuarzo, caolinita, etc., que generalmente muestran una carga neta negativa. Para disminuir la adsorción, los surfactantes cargados negativamente se consideran generalmente como la principal especie de surfactante de las soluciones espumantes y se cree que los surfactantes aniónicos son el tipo más usado de químicos en la inundación de reservorios de arenisca<sup>28</sup>.

La Figura 9 ilustra la adsorción de un tensoactivo aniónico en una superficie cargada positivamente. La primera capa adsorbida de surfactante se rige principalmente por la atracción electrostática. Una vez que este primer parche adsorbido se forma en la superficie, una segunda capa de surfactante puede ser adsorbida por interacciones surfactantes de cola y cola hidrófobas a altas concentraciones de

<sup>28</sup> Lva, W., Bazinb, B. and Ma, D. (2011). Static and dynamic adsorption of anionic and amphoteric surfactants with and without the presence of alkali. ELSEVIER.

surfactante. La adsorción de esta segunda capa de tensoactivo aniónico ayuda a cambiar la carga de la superficie neta a negativa, por tanto, repele más moléculas tensoactivas aniónicas de la superficie y satura la adsorción<sup>29</sup>.

**Figura 9 Esquema de Adsorción de un surfactante aniónico**



Fuente: ShamsiJazeyi, H. (2014). Reducción de la adsorción de tensoactivo aniónico para la recuperación mejorada de petróleo: Parte II. ELSEVIER.

**1.5.3 Efecto de la Tasa de Inyección.** Cuanto mayor es la tasa de inyección, y especialmente, la velocidad de flujo radial, mayor es la tasa de adsorción, lo cual se explica por un aumento en la concentración de monómeros de surfactante en la solución. Sin embargo, tasas de inyección bajas producen mayor tiempo de interacción entre el surfactante y el medio, lo cual favorece la adsorción<sup>30</sup>. Es importante fijar un rango operativo para la tasa de inyección, pues mayores tasas producen altas concentraciones, por tanto, favorecen la adsorción, pero tasas muy bajas aumentan el tiempo de contacto con la superficie, lo cual también resulta en un aumento de la adsorción.

<sup>29</sup> ShamsiJazeyi, H. (2014). Reducción de la adsorción de tensoactivo aniónico para la recuperación mejorada de petróleo: Parte II. Aspectos aplicados. ELSEVIER.

<sup>30</sup> Safarzadeh, M. and Tabatabaei, S. (2014). An Experimental Examination of Adsorption Phenomenon in Foamassisted Water Alternative Gas: The Effect of Injection Rate. Iranian Journal of Oil & Gas Science and Technology,

**1.5.4 Efecto del pH.** La carga neta de la mayoría de las superficies rocosas/minerales típicas depende en gran medida del pH, es decir, por encima de un determinado pH conocido como punto de carga cero, la carga neta de la superficie es negativa y por debajo de este pH, la carga superficial es positiva<sup>31</sup>, es decir, el pH al que se desvanece la carga neta superficial. El mineral está cargado positivamente a valores de pH más bajos, mientras que se carga negativamente a valores de pH más altos<sup>32</sup>.

Usualmente los cambios en el pH de la fase acuosa pueden generar cambios importantes en el proceso de adsorción de surfactantes iónicos en superficies sólidas. A medida que el pH de la solución acuosa se va reduciendo, la superficie sólida se vuelve más positiva, o menos negativa, debido a la adsorción de protones desde el seno de la solución hacia los sitios cargados. Como consecuencia se producirá un aumento en la adsorción de surfactantes aniónicos y una disminución en la adsorción de surfactantes catiónicos, ocurriendo lo contrario cuando aumenta el pH en el seno de la solución. Esto está directamente relacionado con la fuerza iónica de la solución, que al aumentar (por ejemplo, con la adición de una sal neutra), aumentará la adsorción de surfactantes iónicos en general sobre superficies cargadas. Este efecto probablemente se debe a la reducción de la repulsión entre las cabezas polares de los surfactantes<sup>33</sup>.

**1.5.5 Efecto de la Mineralogía.** Las características de adsorción de surfactantes se han estudiado extensamente hasta la fecha para varias combinaciones de surfactantes y muestras de núcleos de reservorios (rocas reservorio, arenisca y

---

<sup>31</sup> Weifeng, L. and Brigitte, B. (2011). Static and dynamic adsorption of anionic and amphoteric surfactants with and without the presence of alkali. ELSEVIER, Journal of Petroleum Science and Engineering.

<sup>32</sup> Troughs, F. and Sophany, T. (1977). Static and Dynamic Adsorption of Anionic and Nonionic Surfactants. Texas: SPE.

<sup>33</sup> Rouquerol, F., Rouquerol, J. and Sing, K. (1999). Adsorption by Powders and Porous Solids. Academic Press.

núcleos de Berea, arcillas como caolinitas, mormorillonitas, etc)<sup>34</sup>. En general, óxidos minerales y superficies de sílica son usados para estudiar la adsorción de surfactantes en las superficies hidrófilas. La interfase sólido-líquido, desarrolla una carga superficial como consecuencia del equilibrio superficial que implica el potencial determinado por los iones. Estos iones generan sitios superficiales positivos, negativos y neutros<sup>35</sup>. Los surfactantes iónicos que poseen en su grupo hidrofílico cargas contrarias al sustrato se adsorben más rápido a la interfase sólido-líquido y se equilibran en un tiempo menor. Entonces, los sustratos cargados positivamente atraerán surfactantes aniónicos, mientras que los surfactantes catiónicos serán adsorbidos por superficies con cargas negativas<sup>36</sup>.

**1.5.6 Efecto de la Salinidad.** En el proceso de adsorción de surfactante en sólidos, los electrolitos influyen en la densidad de adsorción de los surfactantes al afectar las interacciones surfactante-surfactante y las interacciones surfactante-sólido<sup>37</sup>. La Figura 10 muestra la variación de la densidad de adsorción de surfactante (SDS) con la concentración de fase acuosa. Al aumentar la concentración de NaCl, la doble capa eléctrica en la superficie del adsorbente se refuerza y la repulsión electrostática entre las especies tensioactivas adsorbidas disminuye, aumentando la adsorción.

## 1.6 ADSORCIÓN DINÁMICA EN LABORATORIO

La adsorción dinámica se estima en laboratorio a través de desplazamientos. Estas pruebas consisten en la inyección de una solución en empaques, plugs sintéticos o núcleos tomados directamente de formaciones. Se monitorean los efluentes para

---

<sup>34</sup> Ramgopal, R., Uppaluri, V. and Tiwari, P. (2017). Effect of mineralogy on the adsorption characteristics of surfactant—Reservoir rock system. *Colloids and Surfaces A*.

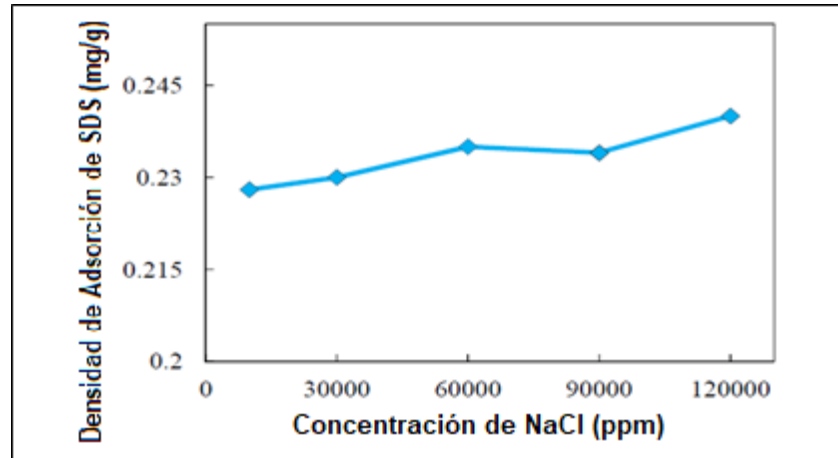
<sup>35</sup> Rouquerol, F., (1999). *Op. Cit.*

<sup>36</sup> Liu Q, Dong M, Ayub M. (2009). Improved oil recovery by adsorption-desorption in chemical flooding. Elsevier.

<sup>37</sup> Chang, Z. & Chen, X., 2018. *Op. Cit.*

determinar concentración de surfactante. El análisis común de las pruebas se hace en gráficas de adsorción normalizada vs Vp inyectados. La adsorción normalizada es la relación entre los miligramos de surfactante adsorbidos y el peso total de la muestra seca en gramos<sup>38</sup>.

**Figura 10 Adsorción en función de la salinidad**



Fuente: Safarzadeh, M. and Tabatabaei, S. (2014). An Experimental Examination of Adsorption Phenomenon in Foamassisted Water Alternative Gas: The Effect of Injection Rate. Iranian Journal of Oil & Gas Science and Technology,

## 1.7 ANTECEDENTES DE INVESTIGACIÓN EN ADSORCIÓN DINÁMICA

Numerosos estudios de adsorción<sup>39</sup> se han llevado a cabo durante las últimas décadas. La mayoría de estos estudios, investigan el fenómeno de adsorción en procesos de inyección de surfactantes en fase acuosa con el fin de formar espumas. Éstos se describen a continuación, ya que constituyen la fundamentación teórica para lograr el protocolo experimental propuesto en este estudio.

<sup>38</sup> Ariza, I. and Bautista, L. (2017). Op. Cit.

<sup>39</sup> Rouquerol, F. (2014). Op. Cit.

Fred & Shuler, 1980<sup>40</sup>, realizaron estudios sobre adsorción estática y dinámica en surfactantes iónicos y aniónicos. Saturaron con salmuera un núcleo de arenisca Berea, inyectando como mínimo 100 Vp (Volúmenes porosos) previos a la inyección de tensoactivo. Después de iniciar la inyección de surfactante en bache líquido, monitorearon la concentración hasta que su valor fue el mismo de la corriente de entrada. Observaron que a mayores concentraciones la adsorción aumentó bruscamente y luego se niveló a un valor casi constante a la concentración micelar crítica.

Krumrine, et al., 1982<sup>41</sup>, en sus estudios sobre el efecto de aditivos alcalinos en la adsorción de surfactantes, usaron surfactantes Petrostep fabricados por Stepan Corp. Para la medida de concentración de surfactante usaron espectrofotometría UV. Encontraron que los tensoactivos tenían una absorbancia máxima a 204 nm y exhibían una respuesta lineal entre 1,5 y 15,0 ppm, lo que sirvió como referencia para la concentración a la cual debían diluir todos los tensoactivos.

Grigg, et al., 2014<sup>42</sup> realizaron pruebas de adsorción sobre cinco tipos de superficies incluyendo areniscas, dolomitas y limolitas. Mostraron que la arenisca de berea de porosidad 16.78 % es de las mejores para estudios de adsorción. Los núcleos utilizados median entre 5 y 8 cm de longitud, con diámetros de 3,81 cm y un volumen poroso de 11,86 cc. Encontraron que el tiempo al cual la adsorción se equilibra es mayor para areniscas que para limolitas.

---

<sup>40</sup> Fred, W. & Shuler, J., 1980. Convection, Dispersion, and Adsorption of Surfactants in Porous Media., s.l.: s.n.

<sup>41</sup> Krumrine, P., Falcone, J. & Campbell, T., 1982. The effect of alkaline additives on IFT, surfactant adsorption and recovery efficiency, s.l.: SPE, The PQ Corp.

<sup>42</sup> Grigg, R., Bai, B. & Liu, Y., 2014. Competitive Adsorption of a Hybrid Surfactant System onto five Minerals, Berea Sandstone and Limestone. SPE.

Yu, et al., 2011<sup>43</sup>, realizaron estimaciones de la concentración de surfactante utilizada para recobro mejorado en un campo petrolífero. Utilizaron un surfactante sintetizado anfótero de betaína llamado SY. A una temperatura constante, después de la inundación del agua, usaron 5 concentraciones diferentes (0,1%, 0,2%, 0,3%, 0,4% y 0,5%) de SY para la inyección. Sus resultados mostraron que la eficiencia de desplazamiento del tensioactivo es diferente para las 5 concentraciones y sentaron una base en la cual no tuvieran que usar demasiado surfactante buscando el mayor factor de recuperación, determinando una concentración de 0,3% de tensoactivo como la mejor concentración a utilizar.

Safarzadeh & Salehi, 2014<sup>44</sup> estudiaron el efecto de la tasa de inyección sobre la adsorción para un método de recobro con baches de espuma. Primero midieron la porosidad y la permeabilidad. Posteriormente inyectaron solución surfactante, seguido de la inyección de fase acuosa y finalmente recolectaron muestras en diferentes momentos para medir la concentración de surfactante. Realizaron 5 pruebas y concluyeron que la tasa de inyección global no es un factor significativo en la densidad de adsorción usando FAWAG (Foam Asisted Alternate Water and Gas injection).

Todos los estudios nombrados fueron realizados para inyección convencional de químicos, en cuyo caso el procedimiento para evaluar la adsorción dinámica consistió en realizar una inyección continua, saturando primero la muestra con salmuera y luego reemplazándola con solución acuosa de surfactante. Posteriormente monitorear el efluente para medir la concentración y finalmente con un balance de masa cuantificar la adsorción total del tensoactivo.

---

<sup>43</sup> Yu, H., Chen, T. & Liu, J., 2011. Estimates of surfactant concentration used for EOR in daqing oilfield low permeability oil reservoir, s.l.: SPE.

<sup>44</sup> Safarzadeh, M. & Salehi, M., 2014. Op. Cit.

Una técnica no convencional de formación de espumas se propuso en el 2008. En este concepto, la espuma puede ser generada in situ por la inyección de surfactante disperso en la fase del CO<sub>2</sub><sup>45</sup>, por lo que no requiere inyección de agua. Esta técnica es la que más se aproxima conceptualmente a una nueva técnica de generación de espuma propuesta en el 2016 por Alonso Ocampo en la Universidad Nacional de Colombia en Medellín.

Ocampo Florez, 2016<sup>46</sup>, propone la formación de espuma in situ a través inyección de surfactante disperso en la fase gaseosa. Desarrolló un protocolo experimental en el cual se pudo medir la adsorción del surfactante Petro Step C1 (PSC1). Para medir la adsorción dinámica realizó inyección continua de gas con el químico disperso, para lo cual implementa un montaje experimental de inyección provisto de una trampa de líquidos. Esta se adaptó para recuperar líquidos a la salida del efluente y fue calibrada para posteriormente inyectar gas con surfactante. Monitoreó el efluente con un potenciómetro hasta que la concentración en el efluente fue la misma que en la entrada, con el fin de construir la curva de adsorción. Las pruebas se realizaron a una concentración de 700 ppm (0.07%w), Los resultados de las pruebas de adsorción dinámicas mostraron niveles de adsorción ligeramente menores para el caso de inyección de químico disperso, comparado con el bache líquido.

Valencia Londoño, 2016<sup>47</sup>, desarrolla un modelo matemático de generación y flujo de espumas usando la técnica de espumas dispersas. El modelo desarrollado considera la transferencia del tratamiento presente en la fase gas en forma de gotas mediante el mecanismo de interceptación. También toma en cuenta fenómenos de adsorción/desorción de químico espumante en condiciones dinámicas usando un

---

<sup>45</sup> Le, V., Nguyen, . Q. & Sanders, A., 2008. A Novel Foam Concept with CO<sub>2</sub> Dissolved Surfactants Tulsa , OK (USA): s.n.

<sup>46</sup> Ocampo Florez, 2016. *Op. Cit.*

<sup>47</sup> Valencia Londoño, 2016. *Op. Cit.*

modelo cinético de primer orden. Este modelo es de los más simples, pero permite modelar de forma efectiva la adsorción de químicos.

Finalmente, (Ocampo & Sanchez, 2017)<sup>48</sup> realizaron el estudio de Adsorción Dinámica de Surfactantes Enfocados a Procesos de Recobro Mejorado. Los fluidos que usaron fueron gas hidrocarburo, salmuera de 5000 ppm de KCl y surfactante. Saturaron la muestra al 100% con salmuera y luego inyectaron gas para reducirla a  $S_{wr}$ . Su montaje experimental estaba provisto con un condensador de líquidos a la salida del núcleo, el cuál calibraron inyectando solución de tensoactivo por un baipás. Inyectaron tensoactivo para medir la adsorción dinámica con respecto a la corriente de gas. Como el micelar reemplazó parte del volumen poroso que ocupa la  $S_{wr}$ , hallaron la nueva saturación residual, la cual se alcanza cuando solo hay irrupción de solución tensoactiva. Cuando alcanzaron esa saturación, continuaron inyectando micelar hasta que las concentraciones de entrada y salida fueron las mismas. Encontraron que la cinemática de adsorción es dependiente de la concentración de surfactante en la corriente de gas y su velocidad es directamente proporcional a esta, además verificaron que al inyectar micelar el sistema roca-fluido logra un nuevo estado al cual la  $S_{wirr}$  es diferente de la que se tenía cuando no se había inyectado químico.

---

<sup>48</sup> Ocampo, A. & Sanchez, J., 2017. Adsorción Dinámica de Surfactantes Enfocados a Procesos de Recobro Mejorado, s.l.: ACIPET.

## 2 METODOLOGÍA Y DESARROLLO EXPERIMENTAL

Con base en los antecedentes de investigación, la revisión bibliográfica y a través diversos cálculos que permitieron definir las ventanas operativas de las variables a controlar en el laboratorio, se planteó una metodología que permitió medir la adsorción dinámica cuando el surfactante va disperso en el gas sobre muestra de roca, buscando mostrar que con los equipos dispuestos en el Parque Tecnológico Guatiguará se podían realizar de manera muy confiable estos estudios. A continuación, se presentan los materiales y los procedimientos utilizados para lograr validar el método de medición de la (ADGS).

### 2.1 MATERIALES

Los materiales descritos a continuación, se pueden observar en el Anexo A.

**2.1.1 Salmuera.** Una salmuera de 5000 ppm de KCl se utilizó para saturar la muestra y para preparar la solución espumante que se envió al medio poroso a bajas velocidades dispersa en la fase gaseosa.

**2.1.2 Surfactante.** El Químico utilizado fue un surfactante tipo AOS (Alpha-Olefin-Sulfonate)<sup>49</sup> con cadenas de carbono C14-C16, denominado comercialmente “Petrostep C1” desarrollado por la compañía Nalco Champion.

**2.1.3 Solución Espumante.** La solución espumante que se inyectó fue elaborada con un 0,5 % en peso de químico activo. Se preparó 1 litro de solución disolviendo el surfactante con la salmuera de 5000 ppm de KCl, dando como resultado una solución con una concentración de 500 ppm de tensoactivo.

---

<sup>49</sup> Verma, Amit & Chauhan, Geetanjali & Ojha, Keka. (2018). Characterization of  $\alpha$ -olefin sulfonate foam in presence of cosurfactants: Stability, foamability and drainage kinetic study. *Journal of Molecular Liquids*. 264. 458-469

**2.1.4 Medio Poroso.** El medio poroso se define como un arreglo de granos que puede ser natural o sintético que presenta propiedades petrofísicas particulares<sup>50</sup>. Se utilizó una muestra proporcionada por el laboratorio de Análisis Petrofísicos y Daño a la Formación. Consistió en una Arenisca Berea virgen.

**2.1.5 Gas de Inyección.** Para la inyección de Gas en la prueba se utilizó Nitrógeno. Se contó con un cilindro a una presión inicial de 1200 psi, y se inyectó a una velocidad 1 l/min en todos los procedimientos. Este permitió llevar la muestra a condiciones de Saturación de Agua irreducible y también inyectar la solución espumante dispersa al medio poroso.

## **2.2 EQUIPOS**

A través de los montajes experimentales encontrados en la revisión del estado del arte, se definieron los sistemas necesarios para lograr la inyección de la solución surfactante dispersa en la fase gaseosa. También se definieron los sistemas necesarios para mantener la muestra a condiciones representativas de yacimiento. Los equipos usados, su principio de funcionamiento y las ventanas operativas para cada uno de ellos se describen en el manual operativo para el montaje experimental en el Anexo B.

**2.2.1 Sistema para Confinamiento de la muestra.** Este sistema se adaptó con la finalidad de someter la muestra a altas presiones.

**2.2.1.1 Coreholder.** Con la finalidad de almacenar la muestra de roca y someterla a las condiciones de yacimiento se dispuso del Coreholder de acero inoxidable 316.

---

<sup>50</sup> Vidal, J. Factibilidad del uso de álcalis orgánicos como sustitutos de álcalis inorgánicos para recobro químico de crudo de los campos Dina Cretáceo y San Francisco. Universidad Industrial de Santander. 2014.

Está diseñado para soportar presiones de confinamiento de hasta 10.000 psi y temperaturas de hasta 250°C.

**2.2.1.2 Bomba ENERPAC.** Una bomba hidráulica manual marca ENERPAC se utilizó para inyectar aceite mineral a la manga interna que rodeaba la muestra dentro coreholder. El aceite comprimió la manga y esto generó una presión sobre el núcleo equivalente a la presión de confinamiento para la prueba.

## **2.2.2 Sistema de transferencia de Calor.**

**2.2.2.1 Manta de Calentamiento.** Para llevar la muestra de roca a la temperatura de yacimiento se utilizó una manta de calentamiento. Esta tiene una perilla para ajustar la temperatura y se envuelve alrededor del Coreholder para calentarlo. Dispone de un rango de temperaturas que va hasta los 300°C.

**2.2.3 Sistema de Inyección de Gas.** Este sistema se diseñó para proveer altos volúmenes de gas a condiciones de flujo controladas y monitoreadas.

**2.2.3.1 Cilindro de Nitrógeno.** Las pruebas que involucren altos volúmenes de gas requieren cilindros que puedan almacenarlos a altas presiones. Para esto se utilizó un cilindro de Nitrógeno con una presión inicial de 1200 psi y con capacidad de almacenar 2 metros cúbicos de gas.

**2.2.3.2 Gasómetro Wet Test Metter.** En un desplazamiento que involucra gas es importante controlar y conocer la velocidad de inyección de gas, además de mantenerla constante. Para este fin se utilizó un gasómetro de cámara húmeda que se instaló aguas abajo del sistema de contrapresión y permitió medir el caudal del gas a la salida del efluente.

**2.2.4 Sistema de Inyección de Líquidos.** Para realizar la inyección de la solución espumante al medio poroso se adaptó un sistema para inyectar líquidos que aseguró una tasa de flujo constante.

**2.2.4.1 Bomba de Desplazamiento Positivo.** Para realizar inyección de líquidos se instaló una bomba de desplazamiento positivo marca Gilson Ref. 305 de alta precisión para un rango de tasas de flujo entre 0,001-20 ml/min y presiones de hasta 8300 psi.

**2.2.4.2 Cilindro de Desplazamiento.** La bomba no inyecta directamente el fluido de interés, en su lugar inyecta un fluido hidráulico (agua destilada) que llega al cilindro de desplazamiento y a través de un pistón flotante (free piston), desplaza de manera controlada el líquido que previamente se ha cargado en él.

**2.2.5 Sistema para establecer la Presión de poro.** Para tener fluidos a presiones de poro representativas de yacimiento, se utilizó un sistema de contrapresión.

**2.2.5.1 Regulador de contrapresión (BPR).** Con la finalidad de mantener una presión aguas arriba de la salida de producción se contó con un regulador de contrapresión (BPR). Su función es impedir que los fluidos puedan salir del medio poroso hasta tanto no superen una presión fijada en el sistema por medio de gas.

**2.2.5.2 Cilindro de Aire.** Se conectó una línea desde un cilindro de aire hasta el BPR para establecer la presión que los fluidos deben superar al momento de ingresar en el regulador de contrapresión. De esta manera se representó la presión de poro.

**2.2.6 Sistema de Recuperación de Líquidos.** Al inyectar líquido de forma dispersa, no todo se obtiene en el efluente, algunas gotas se van en arrastre en el gas. Se

adaptó un sistema para recuperar el líquido en arrastre, con la finalidad de no perder volumen de solución espumante.

**2.2.6.1 Trampa de líquido.** Se diseñó un sistema de tubos concéntricos de vidrio que se adaptaron para recuperar líquidos. Al pasar el gas por el tubo central y con el tubo exterior lleno de hielo, disminuye la temperatura del fluido y el líquido se condensa. El fluido se recupera por la válvula inferior de la trampa.

**2.2.7 Sistema de control de flujo.** Para abrir o interrumpir flujo se configuró un sistema de control de fluidos.

**2.2.7.1 Válvulas Autoclave 3 vías.** El control de flujo se dio a través de válvulas 3 vías marca Parker Autoclave Engineers debidamente identificadas. Estas cuentan con altas capacidades de flujo y permiten el manejo de presiones hasta los 15.000 psi y temperaturas que llegan a los 300°C.

**2.2.8 Sistema de monitoreo de presión.** Al realizar desplazamientos la variable más importante a monitorear es la presión, pues permite conocer cómo cambia la permeabilidad de la roca a medida que se van inyectando tratamientos.

**2.2.8.1 Estructura del equipo y manómetros análogos.** Se contó con una estructura sobre la cual se fijaron los equipos principales que formaron el montaje experimental. La estructura cuenta con manómetros análogos de baja precisión que registran presiones de inyección y producción de hasta 5000 psi. También cuenta con un manómetro análogo (máx. 5000 psi) que permite establecer la presión de confinamiento.

**2.2.8.2 Manómetros digitales.** La caída de presión provocada por la muestra de roca dentro del coreholder es la diferencia entre la presión registrada en producción y la presión de inyección. Para lograr esa medida se utilizaron manómetros digitales

de alta precisión que permitieron monitorear diferencias de presión con valores relativamente bajos.

**2.2.9 Sistema de medición de Concentración de Efluentes.** Para caracterizar los efluentes se utilizó un análisis por espectrofotometría.

**2.2.9.1 Espectrofotómetro UV-VIS.** Se utilizó un espectrofotómetro con capacidad de absorber longitudes de onda en el rango Ultravioleta y Visible (UV-VIS). Cuenta con una celda de cuarzo donde se almacena el efluente y por la cual se hace pasar un rayo de luz (figura 11).

**Figura 11 Espectrofotómetro UV-VIS propiedad del CICAT**

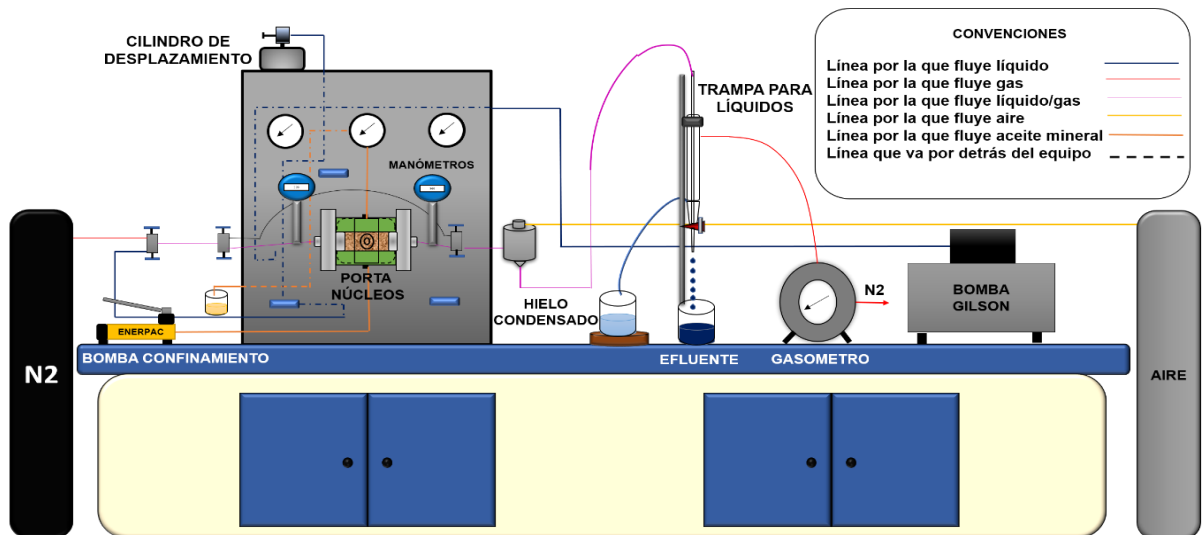


### **2.3 MONTAJE EXPERIMENTAL**

Con los materiales descritos se llevó a cabo el montaje experimental mostrado en forma de esquema en la Figura 12. La Figura 13 muestra el montaje real en laboratorio. El sistema de inyección de gas se conectó al coreholder a través de líneas de acero inoxidable y válvulas de control de flujo, al igual que el sistema de inyección de líquido. Aguas abajo del BPR se adaptó el sistema de recuperación de líquidos, desde el que se recuperaron los efluentes. Se registraron las presiones

medidas por los manómetros digitales y los efluentes se analizaron con un espectrofotómetro UV-VIS para determinar las concentraciones de surfactante en los efluentes y así cuantificar la adsorción. Estas mediciones se realizaron en un laboratorio del CICAT. Es importante señalar que este montaje se puede adaptar a las variaciones específicas de cualquier desplazamiento. Se diseñó un manual operativo que describe detalladamente los procedimientos necesarios para preparar y manejar los equipos antes, durante y después de cualquier desplazamiento.

**Figura 12 Esquema del montaje Experimental para prueba de Adsorción dinámica**



**Figura 13 Montaje experimental real para prueba de Adsorción dinámica en laboratorio**



## 2.4 METODOLOGÍA

El laboratorio de análisis petrofísicos y daño a la formación de la Universidad Industrial de Santander donde se desarrolló este proyecto de investigación tiene pruebas acreditadas por la ONAC. En el marco de lo descrito, los procedimientos desarrollados se diseñaron y ejecutaron de forma que cumplieran los requisitos exigidos por la norma ISO/IEC 17025:2005. Es decir, el protocolo experimental se diseñó de forma análoga a un proyecto de extensión realizado por el laboratorio. Es importante resaltar que los procedimientos previos al desplazamiento de fluidos en el montaje realizado fueron supervisados por ingenieros expertos. Estos están detallados en el manual de procedimientos del laboratorio, pues algunas de las pruebas están acreditadas y su protocolo debe cumplirse paso a paso. Los procedimientos que involucran al montaje experimental diseñado están consignados en el manual operativo (Anexo B).

Para cuantificar la adsorción dinámica de surfactante en laboratorio<sup>51</sup> es preciso realizar un desplazamiento inyectando la solución que contiene el tensoactivo a través de la muestra confinada a condiciones de presión y temperatura de yacimiento (Fócil Arias, 2017). Para lograr el objetivo principal del estudio se modificó el método de inyección convencional en laboratorio y se adaptó dentro del montaje una línea que permitió combinar gas a velocidad normal con solución surfactante a baja velocidad. Esto dio como resultado una mezcla de nitrógeno con tensoactivo disperso que posteriormente se inyectó al medio poroso.

Las variables operativas se definieron con la finalidad de asegurar experimentos representativos a las condiciones de yacimiento<sup>52</sup>. Esto se logró al abordar la investigación de diversos autores dentro de este mismo marco experimental y

---

<sup>51</sup> Weifeng, L., & Brigitte, B. (2011). Op. Cit.

<sup>52</sup> Malmberg, E., Smith, L. The adsorption losses of surfactants in tertiary recovery systems. En: Science Direct, Academic Press, Inc. 1977.

algunos valores típicos de yacimientos cuyo método de recobro principal es la inyección de espumas. En la Tabla 1, se muestran los valores de las variables operativas:

**Tabla 1 Variables operativas para la prueba de adsorción dinámica**

<b>Variable Operativa</b>	<b>Valor</b>	<b>Unidades</b>
Presión de poro	400	psi
Presión de confinamiento	1800	psi
Temperatura	194	°F
Concentración de surfactante	500	ppm
Tasa de inyección de salmuera	1; 1,5; 2	$cm^3/min$
Tasa de inyección de gas a SC	1000	$cm^3/min$
Tasa de inyección de solución surfactante	0,1	$cm^3/min$

La temperatura se estableció usando el precepto de que la técnica de inyección de espuma se aplica en mayor grado sobre yacimientos con inyección de gas. Los criterios de selección para inyección de espumas se realizaron en base a experiencias de campo reportadas alrededor del mundo<sup>53</sup>. De esta misma manera se seleccionó una profundidad que permitiera encontrar la presión de confinamiento. Por recomendaciones de profesionales expertos que trabajan en el laboratorio, se definió la magnitud de la presión de confinamiento como  $\frac{1}{4}$  parte del valor de profundidad del yacimiento del que proviene la muestra. De acuerdo con la literatura revisada se eligió una profundidad de 7200 psi para el cálculo del valor de presión en este estudio. Respecto a la presión de poro a utilizar se estableció inicialmente en base a los valores típicos de campos con inyección de espuma, pero por condiciones de seguridad, y ya que la ventana operativa del cilindro de aire no superaba los 500 psi, se determinó una presión de poro de 400 psi.

---

<sup>53</sup> Sandoval Y. y Franco L. (2010). Análisis de la implementación de la tecnología de espumas como método para aumentar el factor de recobro en campos petroleros. UIS, Bucaramanga.

La concentración micelar crítica promedio para agentes tensoactivos Petrostep registrada en la literatura está entre 900 y 1100 ppm<sup>545556</sup>. Se optó por una concentración por debajo de estas, pues según el modelo de IV regiones cuando se alcanza la concentración micelar crítica el medio poroso está completamente saturado. Sin embargo, también se buscó una concentración lo suficientemente alta para evidenciar una adsorción temprana del tensoactivo dentro del medio poroso.

Las tasas de flujo de salmuera para calcular la permeabilidad efectiva al agua se eligieron bajo el criterio de velocidad de avance. Un rango de avance entre 1 y 10 pie/día corresponde a las condiciones típicas de flujo de espuma en Campo<sup>57</sup>. Tres velocidades dentro de este rango se utilizaron para desplazar la salmuera dentro del medio poroso. Para la inyección de gas se realizó un promedio de las tasas usadas en los trabajos realizados de ADGS<sup>5859</sup> sobre muestra de roca. Se eligió una velocidad de 1000 cc/min a condiciones estándar. Con respecto a la tasa de inyección de surfactante se realizó una analogía con estos mismos estudios.

El procedimiento que se desarrolló en el desplazamiento para determinar la ADGS sobre muestra de roca se esquematiza en la Figura 14 y es descrito posteriormente.

---

<sup>54</sup> Lva, W., Bazinb, B., & Ma, D. (2011). Op. Cit.

<sup>55</sup> Zhang, R., & Somasundaran, P. (2006). Advances in adsorption of surfactants and their mixtures at solid/solution interfaces. *Advances in Colloid and Interface Science.*

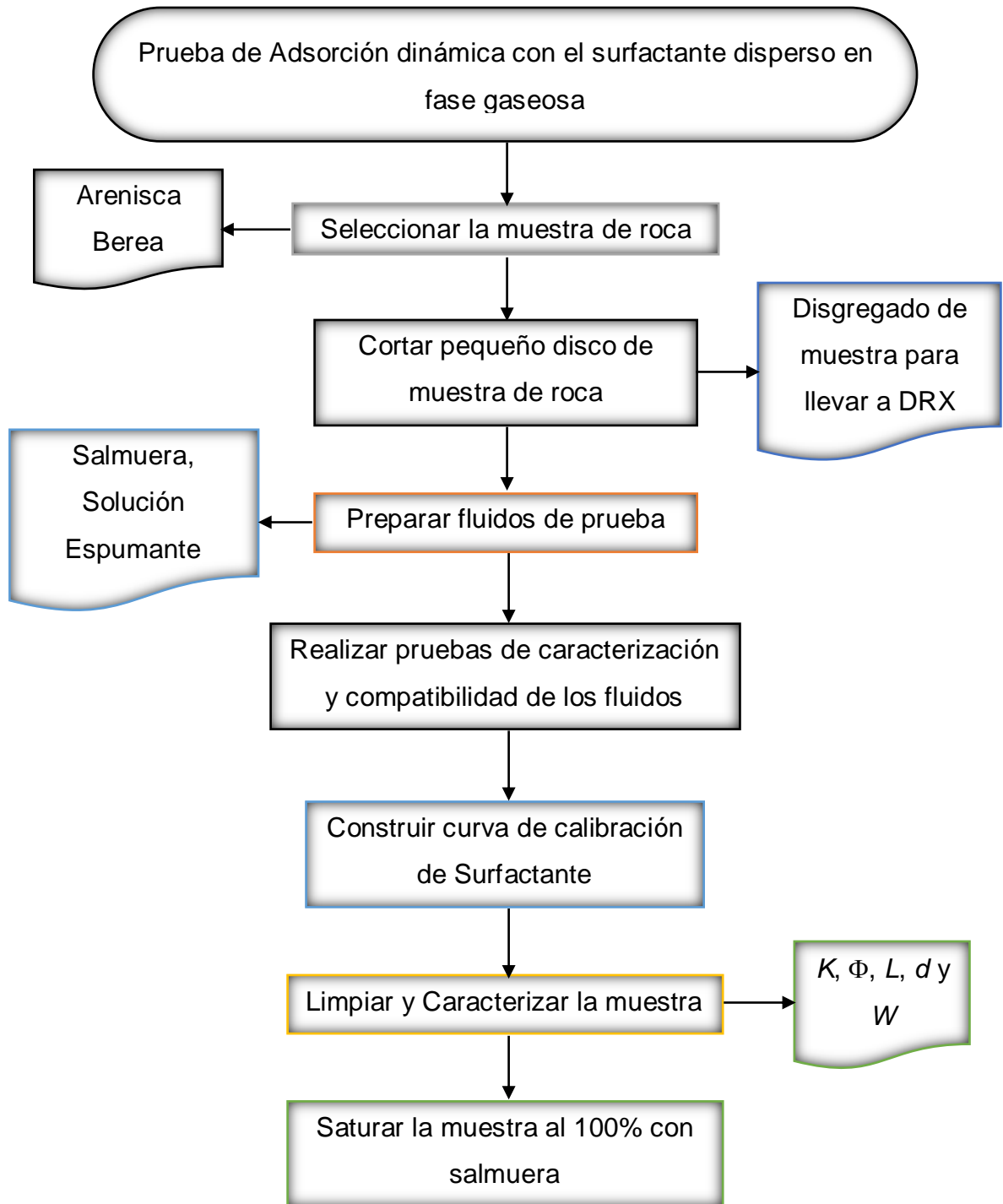
<sup>56</sup> Schulz, J., Warr, G., Butler, P., & Hamilton, W. (2001). Adsorbed layer structure of cationic and anionic surfactants on mineral oxide surfaces. *Langmuir* 18, 3191–3197.

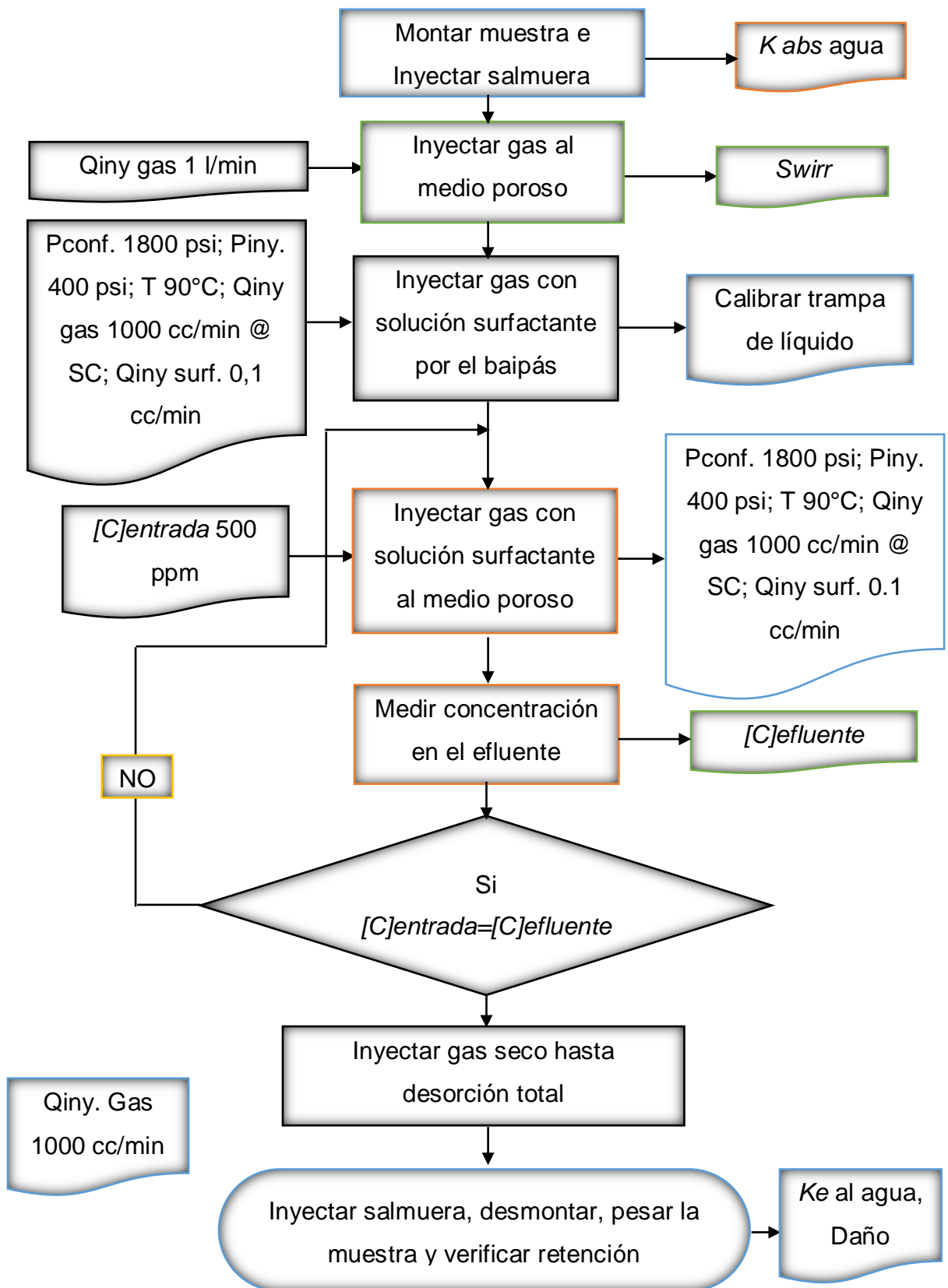
<sup>57</sup> Mohammad, S., Yufei, D. and Andrianov, A. (2011). Novel Insight into Foam Mobility Control. IPTC.

<sup>58</sup> Ocampo A. (2016). Op. Cit.

<sup>59</sup> Ocampo, A., & Sanchez, J. (2017). Op.Cit.

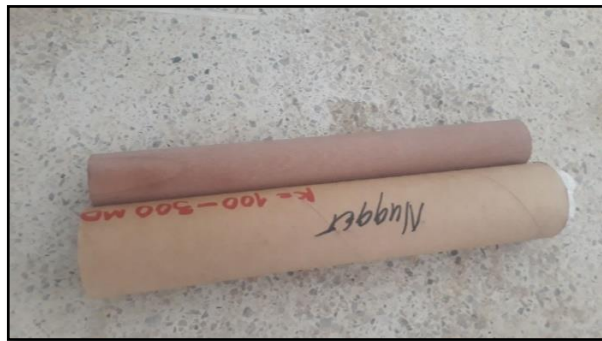
Figura 14 Protocolo experimental de las pruebas de ADGS sobre muestra de roca.





**2.4.1 Seleccionar muestra de roca.** La industria del petróleo utiliza múltiples areniscas extraídas y rocas de carbonato como medios porosos estándar para experimentos de laboratorio. Estas rocas se eligen porque son relativamente baratas, fácilmente disponibles y relativamente homogéneas. Los estándares de roca utilizados definen a la arenisca Berea como la roca más utilizada para pruebas de laboratorio<sup>60</sup>. Dentro de este marco se eligió una arenisca Berea virgen sin caracterizar que se perfiló a partir del corte que se observa en la Figura 15.

**Figura 15 Corte de muestra Nugger desde el que se perfiló el núcleo para los desplazamientos**



**2.4.2 Cortar disco de muestra.** El efecto de los minerales que componen la muestra de roca es uno de los principales mecanismos que provocan la adsorción de surfactante<sup>61</sup>. Se deben conocer los principales minerales que componen la muestra antes de inyectar tratamientos químicos a esta con el fin de saber que tanto pueden afectar en la adsorción del tensoactivo. Se cortó un disco de 1 centímetro de espesor y con un mortero se maceró hasta disgregarlo a partículas tamaño polvo (Figura 16). Esta muestra se llevó al laboratorio de Rayos X y se sometió a Difracción para conocer su mineralogía.

---

<sup>60</sup> Churcher, P., French, R., Shaw, J., & Schramm, L. (1991). Rock Properties of Berea Sandstone, Baker Dolomite, and Indiana Limestone. *SPE*.

<sup>61</sup> Ramgopal, R., Uppaluri, V. and Tiwari, P. (2017). *Op. Cit.*

La difracción es esencialmente un fenómeno de dispersión en el que cooperan un gran número de átomos. Cuando los rayos X interactúan con la materia desvían fotones del haz de luz incidente sin pérdida de energía y con la misma longitud de onda ( $\lambda$ ) que este. El ángulo al que todos los planos difractan se denomina  $2\theta$  y se mide respecto al rayo de luz incidente<sup>62</sup>. El concepto principal aplicado para estas pruebas se basa en el hecho de que una fase cristalina produce un patrón de difracción característico bien esté en estado puro o como constituyente en una mezcla<sup>63</sup>. Los rayos de luz difractados se capturan en un detector de RX ubicado a un ángulo  $2\theta$  que se varía en forma continua alrededor de un círculo de medida. Los datos obtenidos se representan en difractogramas, que grafican la intensidad con la que se difractan los rayos X dependiendo la variación del ángulo  $2\theta$ <sup>64</sup>. El laboratorio cuenta con una base de datos de los perfiles de diferentes minerales con el fin de compararlos con los perfiles obtenidos de la prueba de difracción realizada sobre la muestra de interés. Los picos de minerales que más se ajusten a la intensidad de dispersión de rayos X encontrados en la muestra corresponden a minerales presentes dentro de esta.

**Figura 16 Disco de Arenisca Berea disgregado para prueba de DRX**



---

<sup>62</sup> Guinier, A., 1994. X-ray Diffraction in crystals, imperfect crystals, and amorphous bodies. New York: Dover Publications, INC.

<sup>63</sup> Moore, D. and Reynolds, R. (1989). X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals. Oxford University Press.

<sup>64</sup> Klug, H. P. & Leroy, A., 1974. X-Ray Diffraction Procedures: For Polycrystalline and Amorphous Materials. 2nd Edition ed. s.l.

**2.4.3 Preparación de Fluidos de prueba.** Salmuera de 5000 ppm de Cloruro de Potasio (KCl) fue preparada para saturar la muestra y para inyectarla antes del tratamiento químico, con el fin de calcular la permeabilidad efectiva al agua. La solución espumante se preparó a una concentración de 500 ppm de químico activo correspondiente al 0,5% en peso.

**2.4.4 Pruebas de caracterización y compatibilidad de fluidos.** Con el aumento en la salinidad, los niveles de adsorción aumentan notoriamente, y la dureza impacta la salinidad total, por tanto, la adsorción<sup>65</sup>. En este contexto, es muy importante que la salmuera no cambie sus propiedades, razón por la cual se caracterizó con la finalidad de calcular TDS (Sólidos Totales Disueltos), Índice de refracción, pH, resistividad y conductividad. Estas propiedades son específicas para cada salmuera, por lo que estas pruebas permiten controlar y monitorear la solución utilizada. También se determinó la viscosidad de la salmuera pues es un parámetro específico dentro de la ecuación de permeabilidad. El surfactante se caracterizó con el fin de identificar sus propiedades. Se realizó la prueba de pH para hacer una comparación con el pH de la salmuera. Si el pH del surfactante es más bajo que el de la salmuera la solución final tendrá un pH menor<sup>66</sup>. También se determinó su solubilidad, densidad e índice de Refracción, propiedades únicas de cada sustancia. Cuando la salmuera dentro de la muestra y la solución surfactante entran en contacto a condiciones de temperatura de yacimiento esta puede actuar como catalizador de reacciones químicas entre los iones de las sustancias, por esta razón se pueden generar precipitados que causan un daño a la formación, es decir, obstruyen la interconectividad de los poros disminuyendo la permeabilidad<sup>67</sup>. Para estar seguros de que este problema operacional no se presentara al momento del

---

<sup>65</sup> Londoño, A. and Paternina, C. (2017). Op. Cit.

<sup>66</sup> Rouquerol, F., Rouquerol, J. and Sing, K. (1999). Op. Cit.

<sup>67</sup> Antuñan Y, Arévalo J, y Lysandrou M. (2014). Pruebas de laboratorio, una fuente elemental en el diagnóstico y éxito de la estimulación de pozos.

desplazamiento se realizan pruebas de compatibilidad fluido-fluido a la temperatura de prueba. Esta prueba se realizó a una temperatura de 90°C en tres proporciones volumétricas distintas de surfactante/salmuera (25/75; 50/50; 75/25).

**2.4.5 Curva de Calibración de Surfactante.** Durante la revisión de la literatura referente a pruebas de adsorción dinámica se identificaron tres métodos principales para caracterizar efluentes. La titulación potenciométrica, el uso de sustancias activas al azul de metileno y la espectrofotometría. Para cuantificar la concentración en los efluentes se utilizó este último método, ya que en el complejo tecnológico de Guatiguará distintos laboratorios cuentan con espectrofotómetros UV-VIS.

A partir del principio de que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y que la cantidad de luz absorbida a su vez depende de forma lineal de la concentración de las moléculas, nace la técnica analítica conocida como espectrofotometría. Para realizar este tipo de medidas se utiliza un espectrofotómetro. Se usa para medir la cantidad de luz que pasa a través de un material de muestra y, en comparación con la intensidad inicial de la luz que llega a la muestra, mide indirectamente la cantidad de luz absorbida por esa muestra<sup>68</sup>.

Debido a que otros compuestos en una solución (o el propio solvente) pueden absorber las mismas longitudes de onda que el compuesto que se analiza, se compara la absorbancia de la solución de prueba con un blanco de referencia. Idealmente, el blanco de referencia debe contener todo lo que se encuentra en la solución de muestra, excepto la sustancia que está tratando de analizar o medir<sup>69</sup>. Se debe determinar un espectro de absorbancia (un gráfico de la absorbancia en función de la longitud de onda) para seleccionar la longitud de onda óptima para

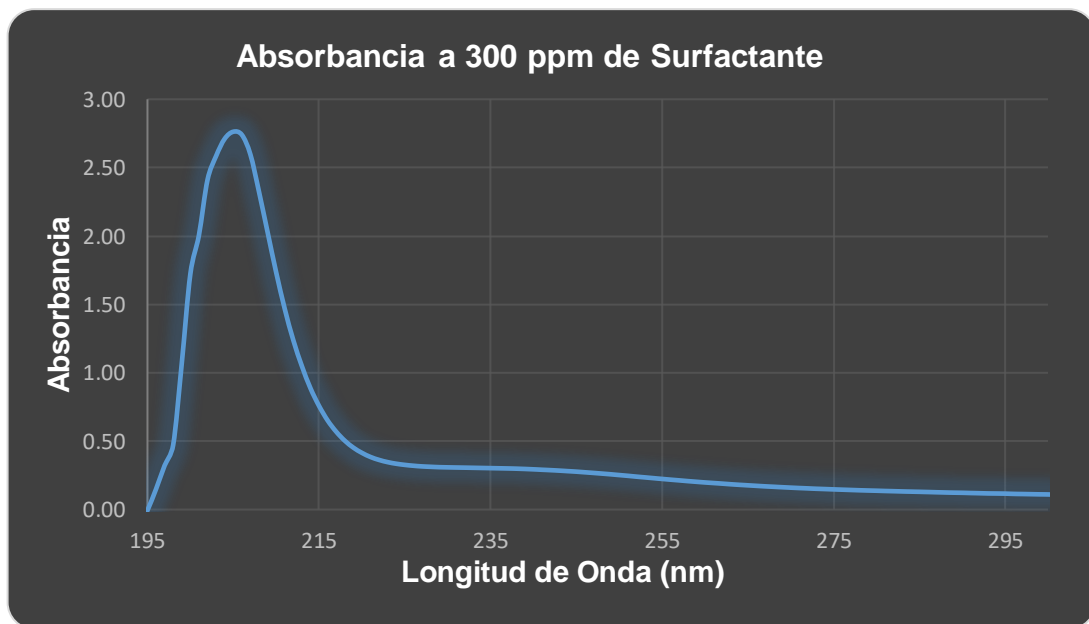
---

<sup>68</sup> Marieta, L., & Saraiva, L. (2018). Detection in UV-visible spectrophotometry: Detectors, detection systems, and detection strategies. ELSEVIER.

<sup>69</sup> Díaz Abril, E. y otros, 2014. Espectrofotometría: Espectros de absorción y cuantificación colimétrica de biomoléculas. En: Cordoba: s.n.

analizar un compuesto dado<sup>70</sup>. La longitud de onda óptima para medir la absorbancia es la longitud de onda que es más absorbida por el compuesto en cuestión. Esto proporciona la máxima sensibilidad para las mediciones<sup>71</sup>. Para poder utilizar la técnica como método de cuantificación de concentración, se debe construir una curva de calibración preparando la solución a analizar a diferentes concentraciones conocidas y sometiéndola a espectrofotometría para saber la absorbancia a estas concentraciones. Posteriormente se analizan los efluentes y se comparan las absorbancias encontradas con la curva de calibración para obtener la concentración.

**Figura 17 Espectro de Absorbancia de solución salmuera/surfactante a una concentración de 300 ppm**



Se calculó la longitud de onda de máxima absorción y se construyó la curva de calibración a concentraciones de 10, 50, 100, 200, 300, y 500 ppm. La Figura 17

<sup>70</sup> Díaz Abril, E., Bárcena Ruiz, A., Fernandez, E., Galván, A., & Jorrín Jesús. (2014). Espectrofotometría: Espectros de absorción y cuantificación colimétrica de biomoléculas. Córdoba.

<sup>71</sup> Marieta, L., & Saraiva, L. (2018). *Op. Cit.*

muestra el espectro de absorción arrojado por la solución salmuera/surfactante con una concentración de 300 ppm. Estos mismo se realizaron para todas las concentraciones utilizadas en la curva de calibración y la longitud de onda de máxima absorción que se encontró fue de 207 nm.

**2.4.6 Limpieza y caracterización de la muestra.** La muestra se sometió a limpieza usando el método de extracción por solventes. Algunas muestras pueden sufrir contaminación, provocando un cambio en su permeabilidad, por lo que este es un procedimiento fundamental en proyectos de desplazamiento de fluidos. El equipo utilizado para realizar este procedimiento se muestra en la Figura 18.

**Figura 18 Equipo para limpieza de muestras por el método de extracción por solventes**



Se midió la longitud y el diámetro de la muestra. Se pesó y se calculó su permeabilidad y porosidad. Usando la ley de Darcy y con la permeabilidad calculada se pudo estimar la caída de presión aproximada esperada durante el desplazamiento. Conociendo la porosidad se calculó el volumen poroso de la muestra, esto a su vez permitió definir los volúmenes totales de fluidos a inyectar, la cantidad de volúmenes porosos inyectados tanto de gas como de salmuera al momento del desplazamiento, el tiempo de total de inyección, entre otros.

**2.4.7 Saturación de la muestra.** Con la finalidad de tener una muestra a condiciones de yacimiento se saturó la muestra con salmuera para simular agua de formación. Para este fin se utiliza una bomba de vacío que extraiga todo el aire que contienen los poros de la muestra, espacio que se ocupa con la salmuera que rodea la muestra (ver Figura 19). Esta, se saturó al 100%, se pesó y se almacenó en un recipiente para mantener la saturación intacta.

**Figura 19 Sistema para saturación de la muestra**



Para comprobar la correcta saturación se realizó la diferencia de masas entre la muestra saturada y la muestra seca, y con la densidad de la salmuera se comprobó que el volumen de salmuera correspondía al volumen poroso.

**2.4.8 Inyección de Salmuera al medio poroso.** Con la muestra sometida a una presión de confinamiento de 1800 psi, a una temperatura de 90°C y a condiciones de saturación de agua irreducible (Swirr), se procedió a calcular la permeabilidad absoluta al agua inicial<sup>72</sup>. Esta se utilizó como la permeabilidad de referencia para calcular el daño final de la muestra después de la inyección del químico, pues es la permeabilidad de la muestra cuando solamente fluye salmuera a través de esta y

---

<sup>72</sup> Zhou, W., & Dong, M. (2005). Experimental Investigation of Surfactant Adsorption on Sand and Oil-Water Interface in Heavy Oil/Water/Sand Systems. California.

no se ha inyectado ningún tratamiento. Se inyectó salmuera al medio poroso con una contrapresión de 400 psi a velocidades de 1, 1,5 y 2 cc/min, pues son necesarias 3 velocidades para corregir el cálculo de permeabilidad a través de la ley de Darcy.

$$K = \frac{245 * Q * \mu * L}{\Delta P * A} \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde:

$Q$ , tasa de inyección ( $cm^3/s$ )

$\mu$ , viscosidad de la salmuera (cP)

$L$ , Longitud del núcleo (cm)

$\Delta P$ , Caída de presión (psi)

$A$ , Área de la sección transversal de la muestra ( $cm^2$ )

La norma API RP 40, establece que la constante que aparece en la Ecuación 1 permite que esta sea dimensionalmente constante.

Esta corrección permite tener en cuenta el concepto de threshold pressure, que es el umbral de gradiente de presión, es decir, la diferencia de presión mínima necesaria para que el fluido penetre dentro de un capilar, lleno de fluido humectante<sup>73</sup>. Este efecto depende del cambio de tasa, por lo que se usan tasas diferentes para encontrar un dato de permeabilidad más preciso. Para observar el efecto del cambio de caudal sobre el gradiente de presión, se grafica el  $\Delta P$  (mbar) vs el caudal de inyección (cc/min) y se obtiene una línea recta. Si se extrapola esta línea al origen se encuentra que su intercepto con el eje (y) está desplazado con respecto al origen, por tanto, estas compensaciones deben ser corregidas usando

---

<sup>73</sup> Lago, M. & Araujo, M., 2001. Threshold Pressure in Capillaries with Polygonal Cross Section. Journal of Colloid and Interface Science.

la ley de Darcy<sup>74</sup>. Si se calcula el intercepto de la línea obtenida, esta se puede desplazar al origen.

Este valor se calculó, se incluyó en la ecuación de Darcy y se operó con el dato de caída de presión para obtener la permeabilidad corregida. Para comprobar que el cálculo del valor de corrección fue exitoso, se calcularon los valores de caída de presión corregida; esto reemplazando los nuevos valores de permeabilidad en la ecuación de Darcy, despejando la caída de presión y posteriormente graficando caudal vs  $\Delta P$  corregido.

Se inyectó salmuera hasta que la caída de presión se estabilizó durante 5 volúmenes porosos seguidos para cada velocidad de inyección, los efluentes se recogieron en recipientes aforados de alta precisión y se registraron las presiones de entrada y de salida cada 3 minutos. La permeabilidad calculada se usó como referencia para establecer el daño causado por el tensoactivo inyectado.

**2.4.9 Inyección de Gas hasta Swirr.** Con la muestra 100% saturada se inyectó gas hasta saturación de agua irreducible, esto con el fin de representar las condiciones de yacimiento, que siempre cuentan con un porcentaje de agua que no se puede desplazar. La velocidad de inyección utilizada fue de 1000 cc/min a condiciones estándar. Se inyectó gas hasta que no se recuperó salmuera en el efluente durante 10 volúmenes porosos, esto dejó en claro que el recobro de agua se agotó y que la muestra ya se encontraba en condición de Swirr. Se monitoreó la caída de presión en intervalos de tiempo de 2 minutos y se colectaron los efluentes en frascos para muestra aforados con alta precisión.

---

<sup>74</sup> Civan, F., & Prada, A. (1998). Modification of Darcy's law for the threshold pressure gradient. Journal of Petroleum Science and Engineering.

**2.4.10 Inyección de Gas/Surfactante por el baipás.** El sistema de recuperación de líquidos diseñado se probó inyectando la solución gas surfactante a través de un baipás instalado en el montaje experimental. Se inyectó el surfactante a una velocidad de 0,1 ml/min durante un tiempo de 60 minutos. El gas se inyectó a una velocidad de 1 l/min a condiciones estándar. Esta velocidad se estableció previamente (Ver manual operativo en sección de anexos) configurando la válvula principal del regulador del cilindro de nitrógeno hasta  $\frac{1}{4}$  de vuelta.

**2.4.11 Inyección de Gas/Surfactante al medio poroso.** La base fundamental del desplazamiento fue lograr inyectar la solución espumante dispersa en el Nitrógeno. Para esto se configuró una tasa lo suficientemente baja para asegurar que el tensoactivo no fuera arrastrado en forma de bache y lograr una inyección uniforme y dispersa, pues la transferencia de masa desde los elementos dispersos se presenta cuando las pequeñas gotas colisionan contra la formación o contra las fases líquidas<sup>75</sup>, y si la solución llega al medio poroso en forma de bache, este comportamiento cambiará. El caudal de inyección de solución espumante utilizado fue de 0,1 cc/min y para el gas fue de 1000 cc/min, relación equivalente a una concentración de 100 ppm, esto a 1800 psi de confinamiento, una presión de poro de 400 psi y una temperatura de 90°C. La solución líquida irrumpió en el efluente pasados 10 volúmenes porosos de gas inyectados y los efluentes se recolectaron desde la trampa de líquido a partir de una válvula de teflón adaptada para este fin cada 16 volúmenes porosos aproximadamente. Esta inyección se realizó hasta que no se adsorbió más solución surfactante en el medio poroso, este análisis se describe a continuación.

**2.4.12 Medición de Concentración en el efluente y cuantificación de adsorción dinámica.** Este procedimiento se ejecutó a la par con el anterior. A medida que se recolectaron los efluentes, se sometieron a pruebas de espectrofotometría para

---

<sup>75</sup> Valencia Londoño, J. (2016). Op. Cit.

medir su absorbancia y calcular su concentración a partir de la curva de calibración construida previamente. La inyección fue continua hasta que la concentración en el efluente igualó a la de la solución inicial en la entrada<sup>76</sup>, en este punto la roca ya no adsorbió más surfactante por lo que todo el surfactante que se inyectó se recuperó en el efluente, en ese momento se suspendió la inyección. Para cuantificar la adsorción se realizó un balance de masa entre la cantidad de surfactante inyectado y la cantidad de surfactante total recolectado en los efluentes.

$$Surf. adsorbido = Surf. inyectado - Surf. Recuperado \quad \text{Ecuación 2}$$

La cantidad de surfactante recuperado en cada efluente se calculó multiplicando la concentración encontrada a través de espectrofotometría en cada frasco de muestra con el volumen de solución en cada uno de estos. En la literatura revisada el análisis común de las pruebas se hace en gráficas de adsorción normalizada (unidades de miligramos de surfactante/miligramos de roca) vs Vp de gas inyectados<sup>77</sup>, razón por la que cada valor hallado se dividió en el peso total de la muestra seca. Para cuantificar la adsorción total bastó con realizar la sumatoria de los valores de esta encontrados en cada uno de los efluentes. La ecuación de adsorción normalizada en cada efluente con el fin de construir la curva de adsorción fue la siguiente:

$$Adsorción normalizada = \frac{Viny * 500 \left(\frac{mg}{L}\right)}{Wm seco} - \frac{Vefl * [C]}{Wm seco} \quad \text{Ecuación 3}$$

Donde:

*Viny* = Volumen de solución surfactante inyectada en litros durante cada recolección de efluente.

*Wm seco* = Peso de la muestra seca en gramos.

---

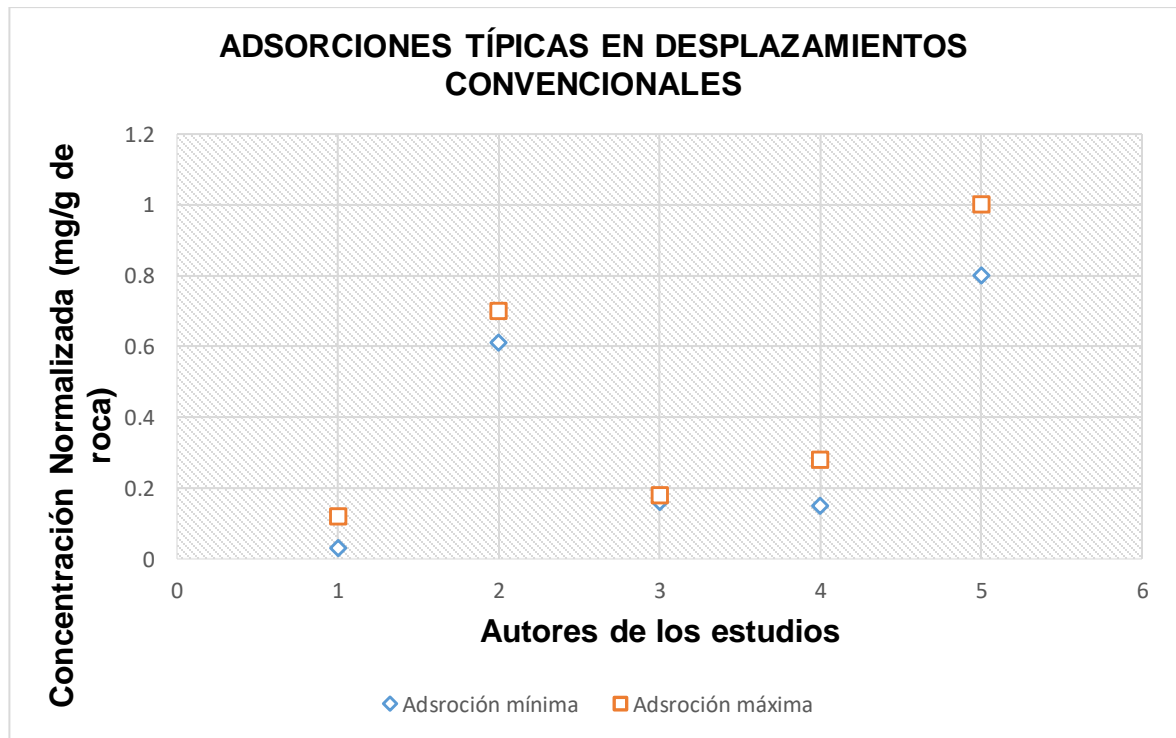
<sup>76</sup> Troughs, F., & Sophany, T. (1977). Static and Dynamic Adsorption of Anionic and Nonionic Surfactants. SPE.

<sup>77</sup> Londoño, A., & Paternina, C. (2017). *Op. Cit.*

$V_{efl}$  = Volumen medido en cada efluente hasta suspensión de inyección en litros.  
[C] = Concentración de cada efluente en ppm (mg/l).

Los resultados revisados en el estado del arte sirvieron para validar los valores de adsorción encontrados en el desplazamiento. A continuación, se muestran los resultados reportados por algunos autores que han abordado este estudio de la forma convencional, es decir, inyectando el surfactante en bache líquido. 1) {Ocampo Florez, 2016}, 2) {Austad , et al., 1996}, 3) {Zhou & Dong, 2005}, 4) {Grigg, et al., 2014} y 5) {Grigg, et al., 2000}.

**Figura 20 Valores de adsorción típicos reportados en la literatura**



En cuanto a los valores de adsorción para estudios que implican el tensoactivo disperso en la fase gaseosa se encontró en el estudio de Ocampo Florez, 2016, que el valor máximo en la concentración normalizada fue de 0.025 mg/g de roca, un valor muy por debajo de las adsorciones en inyecciones convencionales.

**2.4.13 Inyección de Gas Seco.** Con la finalidad de evidenciar una curva de desorción y evaluar el daño final al medio poroso se inyectó nitrógeno a 1 L/min. Al igual que la inyección de gas con surfactante disperso, se colectaron los efluentes cada 16 Vp de gas inyectados aproximadamente. Esta inyección se realizó de manera continua hasta que el efluente fue solamente gas durante 32 volúmenes porosos seguidos aproximadamente. También se monitoreó la concentración de los efluentes resultantes, se cuantificó el surfactante que se recuperó en cada efluente y se normalizaron estos datos para construir la curva de desorción. Para calcular la desorción normalizada en cada efluente se utilizó la siguiente ecuación:

$$\text{Desorción normalizada } \left( \frac{mg}{groca} \right) = \frac{V_{efldes} * [C]}{Wm \text{ seco}} \quad \text{Ecuación 4}$$

Donde:

$V_{efldes}$  = Volumen en cada efluente en etapa de desorción en litros.

$Wm \text{ seco}$  = Peso de la muestra seca en gramos.

$[C]$  = Concentración de cada efluente en ppm (mg/L).

Para graficar desorción se tuvo en cuenta la diferencia entre la cantidad total de surfactante adsorbido y la desorción normalizada en cada efluente. El surfactante recuperado en desorción es la suma del tensoactivo en todos los efluentes analizados en fase de inyección de gas seco.

$$Surf. \text{ en desor} = Surf. \text{ adsorbido} - Surf. \text{ en efluentes fase desor} \quad \text{Ecuación 5}$$

**2.4.14 Inyección de Salmuera y desmontaje de la muestra.** Para conocer el daño total, se calculó la diferencia entre la permeabilidad absoluta al agua inicial y la permeabilidad efectiva al agua después de inyectado el surfactante. Esta permeabilidad se calculó de la misma manera que la permeabilidad absoluta. Se

despresurizó el equipo, se desactivo el sistema de temperatura y se desmontó la muestra (Ver manual operativo en sección de anexos para verificar procedimiento). Finalmente, se pesó la muestra para verificar la retención final de surfactante por diferencia de masas, con la finalidad de comprobar los cálculos de adsorción y desorción, pues ambos métodos deben indicar la cantidad final de surfactante retenido.

$$\text{Surf. retenido} = W_{fm} - W_{m@Swirr} \quad \text{Ecuación 6}$$

Donde:

$W_{fm}$  = Peso de final de la muestra en miligramos.

$W_{m@Swirr}$  = Peso de la muestra a condiciones de Saturación de agua irreducible en miligramos.

**2.4.15 Calcular la incertidumbre de la medida.** Según Perez Hernandez, 2012, “la incertidumbre es el parámetro asociado al resultado de una medida, que caracteriza la dispersión de los valores que razonablemente pueden ser atribuidos al mensurando”. La incertidumbre se relaciona directamente con el término duda. Esta busca aumentar la confianza en el resultado obtenido. Proporciona un intervalo de confianza dentro del cual se puede encontrar el valor real de las medidas encontradas en un procedimiento experimental. Para proporcionar mayor validez al resultado de los datos obtenidos se cuantificó su incertidumbre utilizando guías generadas por laboratorios de renombre internacional. Apoyados en las metodologías para cálculo de incertidumbre generadas por (Eurachem, 2012)<sup>78</sup>, (Perez Hernandez, 2012)<sup>79</sup> y (JGCM, 2008)<sup>80</sup>, se desarrollaron los cálculos de incertidumbre para las medidas obtenidas desde el montaje diseñado. Las medidas

---

<sup>78</sup> Eurachem, 2012. Cuantificación de la incertidumbre en medidas analíticas. CITAC.

<sup>79</sup> Perez Hernandez, M., 2012. Estimación de incertidumbres. Guía-GUM. Centro Español de Metrología.

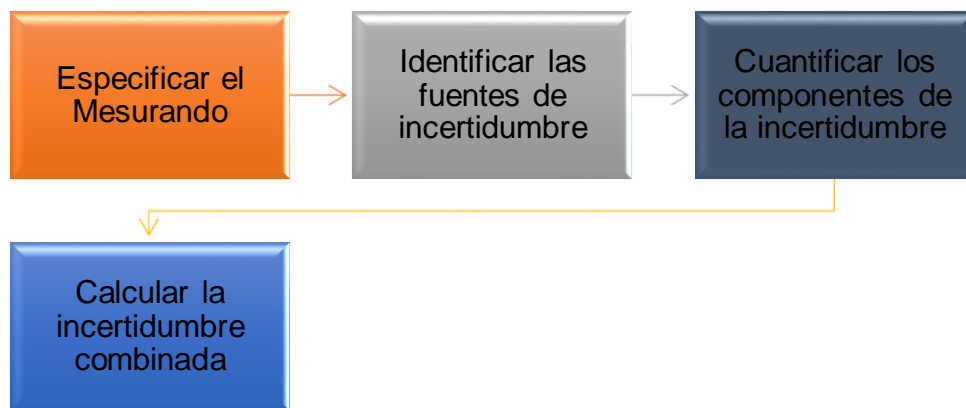
<sup>80</sup> JGCM, 2008. Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement. BIPM.

obtenidas de equipos externos al montaje experimental diseñado, no se tuvieron en cuenta para estos cálculos, pues estas se llevaron a cabo en laboratorios especializados con algunas de estas pruebas acreditadas, por lo que los resultados arrojados son confiables.

La incertidumbre calculada se realizó en torno al daño final en la muestra, que se relaciona directamente con las permeabilidades calculadas, es decir, se calculó la incertidumbre asociada a los valores de permeabilidad absoluta y efectiva obtenidas. Con respecto a la adsorción dinámica total, su incertidumbre no se pudo calcular por falta de datos reportados en estudios con espumas dispersas a las mismas condiciones de medida.

El proceso para calcular la incertidumbre de una medida se esquematiza en la Figura 21.

**Figura 21 Procedimiento para cálculo de incertidumbre**



El desarrollo de la teoría para llevar a cabo este proceso se puede observar en el Anexo E.

### 3 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Se debe resaltar que el diseño inicial del equipo contemplaba un sistema transductor de presión diferencial de alta precisión. El laboratorio contaba con un transmisor con un rango de 0 a 32 psi, pero su diafragma interno estaba deformado y sus lecturas por tanto eran erróneas. Se optó por acudir a manómetros digitales a la entrada y salida del coreholder, sin embargo, esto disminuyó la precisión de la lectura del delta de presión, aumentando la incertidumbre de las medidas. En el marco de lo descrito, al inicio del proyecto se contaba con una muestra de arenisca con una permeabilidad de 125 mD, pero se determinó que produciría una caída de presión muy baja que no sería registrada por los manómetros, por tanto, se optó por trabajar con una arenisca virgen de una permeabilidad mucho más baja.

El análisis se realizó seccionando las pruebas en 3 enfoques principales, pruebas anteriores a la inyección, pruebas que involucran inyección y pruebas de caracterización de los efluentes. Finalmente, se muestra el desarrollo del cálculo de la incertidumbre de los datos obtenidos durante los desplazamientos.

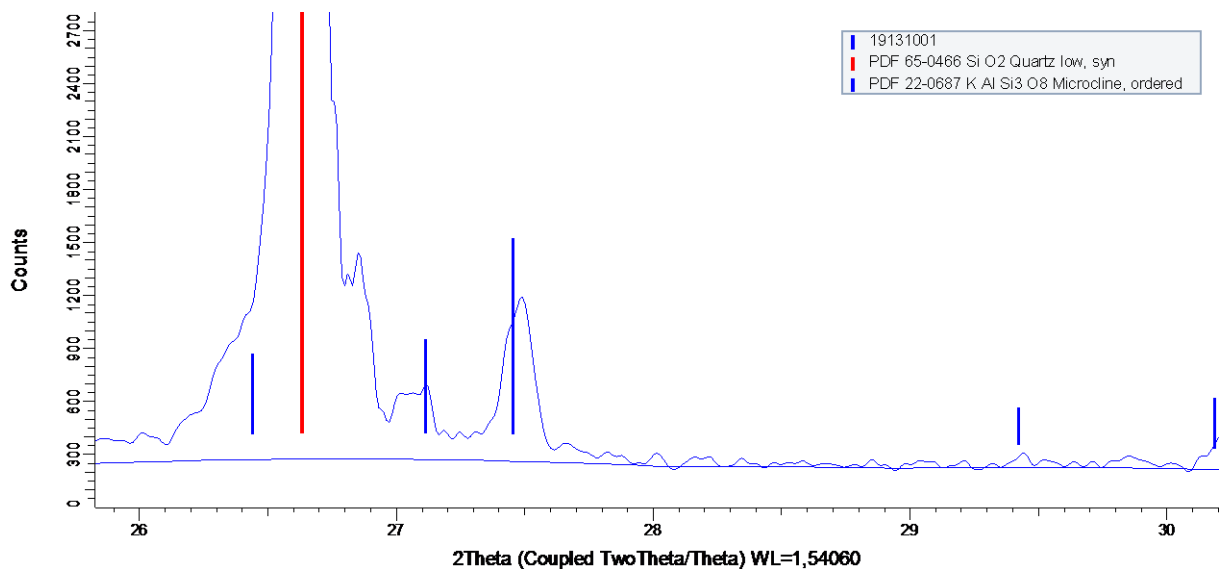
#### 3.1 RESULTADOS DE LAS PRUEBAS PRELIMINARES A LA INYECCIÓN DE FLUIDOS.

En lo referente a la muestra, se caracterizó tanto mineralógicamente como petrofísicamente a través de pruebas de Difracción de rayos X y de análisis petrofísicos respectivamente, para finalmente someterla a saturación. Los fluidos fueron sometidos a pruebas de caracterización y compatibilidad y se utilizaron con la finalidad de construir la curva de calibración.

**3.1.1 Mineralogía de la roca.** Un perfil ampliado de la muestra arrojado por la prueba de DRX se observa en la Figura 22 (línea azul continua). Al cotejar los perfiles de los minerales más comunes se encontraron los que mejor se ajustan a

la gráfica obtenida. Se evidencia que el cuarzo se ajusta perfectamente a los picos más altos de intensidad de rayos difractados por la muestra que indican que está presente dentro de la muestra. También se identifica la presencia de microclina, pues sus picos de menor intensidad que la del cuarzo a diferentes posiciones de ángulo  $2\theta$  se ajustan al perfil de la muestra. De esta misma forma se encontraron Kaolinita, Feldespatos de potasio y moscovita en la muestra. Los difractogramas individuales de cada mineral identificado se encuentran en el Anexo C.

**Figura 22 Ajuste de los picos de Cuarzo y Microclina al perfil de la muestra correspondiente a la presencia de estos minerales**



El análisis de estas pruebas se realizó antes de iniciar la inyección del surfactante. Teniendo en cuenta el tipo de surfactante a inyectar y el conocimiento de los minerales que componen el sustrato, se pudo estimar si el tensoactivo utilizado iba a favorecer la adsorción o no. Los sustratos cargados positivamente atraerán surfactantes aniónicos, mientras que los surfactantes catiónicos serán adsorbidos por superficies con cargas negativas<sup>81</sup>.

<sup>81</sup> Liu , Q., Dong , M., & Ayub , M. (2009). Op. Cit.

La estructura cristalina de un cuarzo está compuesta exclusivamente por  $[\text{SiO}_4]^{-4}$  con todos los  $\text{O}_2$  unidos en una red tridimensional. Por lo tanto, la fórmula es  $\text{SiO}_2$  y los átomos están dispuestos en una simetría trigonal <sup>82</sup>. En este contexto, el cuarzo en el medio poroso puede presentar iones negativos, pero en general es estable, entonces, en ningún caso favorece la adsorción.

La microclina se clasifica como un tectosilicato con valores de pH que oscilan entre 2 y 6 con fórmula química  $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$  que se puede dissociar en iones positivos de  $\text{K}^+$ ,  $\text{Al}^+$  que interactúan con los iones negativos del surfactante y provocan adsorción, y silicatos con carga negativa que repelen las moléculas de tensoactivo y por tanto evitan la adsorción. La moscovita tiene una estructura T-O-T y la unión de sus capas se realiza mediante cationes como  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$  y otros. Si  $\text{Si}^{4+}$  se reemplaza por  $\text{Al}^{3+}$  en tetraedros de sílice, aparece una carga negativa fija que se compensa con cationes monovalentes como  $\text{K}^+$  <sup>83</sup>. Esta carga negativa repele las cadenas de tensoactivo que buscan adsorberse en el sustrato.

Este análisis muestra que la mayor parte de minerales presentes repelen a las moléculas del tensoactivo aniónico utilizado. Esto complementa las afirmaciones realizadas por diversos autores como Lva, et al., 2011, que declaran a estos surfactantes como los más utilizados en inundaciones químicas para formación de espumas.

**3.1.2 Propiedades de la salmuera y el surfactante.** La Tabla 2 muestra los resultados de caracterización de la salmuera. Se puede observar que los valores de salinidad y TDS son aproximados y evidencian que la salmuera se preparó correctamente.

---

<sup>82</sup> Gotze, J., 2009. Chemistry, textures and physical properties of quartz-geological interpretation and technical application. Mineralogical Magazine.

<sup>83</sup> Roberto de Magalhães, P. (2006). Flotação de espodumênio, microclina, muscovita e quartzo com coletores aniônicos, catiônicos, anfotéricos e mistura de coletores. Belo Horizonte, Brasil.

**Tabla 2 Propiedades de la Salmuera para Medición de ADGS sobre muestra de Roca**

<b>Propiedad</b>	<b>Valor</b>	<b>Unidades</b>
Salinidad	4,47	Partes por mil
TDS	4,33	g/l
Índice de Refracción	1,337	N/A
pH	5	N/A
Conductividad	7,99	mS/cm
Resistividad	Resistividad	$\Omega$ *cm
Viscosidad	0,338	Cp
Densidad	1,0021	g/cc

Las propiedades del surfactante se calcularon de la misma manera. La Tabla 3 muestra las propiedades calculadas. El surfactante resultó ácido y completamente soluble en la salmuera. Se pudo identificar que el pH del surfactante contrasta con el de la salmuera acidificando la solución resultante, disminuyendo el pH. A medida que el pH de la solución acuosa se va reduciendo, la superficie sólida se vuelve más positiva, debido a la adsorción de protones desde el seno de la solución hacia los sitios cargados<sup>84</sup>. En este contexto, la solución produce un sustrato cargado más positivamente y favorece la adsorción, pues el tensoactivo es de naturaleza aniónica.

**Tabla 3 Propiedades del Surfactante Petro Step C1 para medición de ADGS sobre muestra de roca**

<b>Propiedad</b>	<b>Valor</b>	<b>Unidades</b>
pH	9	
Solubilidad	Soluble en la Salmuera	
Densidad	1,04644	g/ml
Índice de Refracción	1,394 a 20°C	

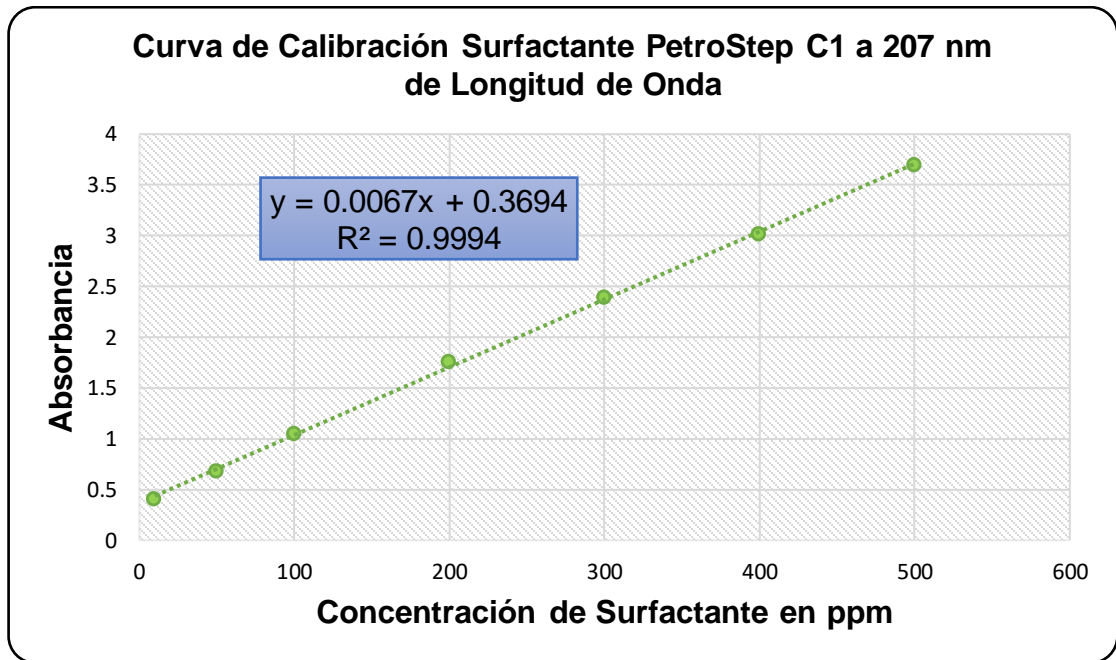
<sup>84</sup> Troughs, F., & Sophany, T. (1977). Op. Cit.

**3.1.3 Compatibilidad Salmuera/Surfactante.** Durante el desarrollo de estas pruebas se observaron pequeñas trazas de contaminante en forma de pelusa, pero solo en el frasco Schott con menor concentración de surfactante y con una observación detallada se comprobó que era suciedad. Es importante resaltar que inicialmente se trabajó con una salmuera sintética del campo Cusiana, pero el surfactante presentó precipitado y por tanto incompatibilidad. Debido a la dificultad para acceder a otro surfactante se optó por cambiar la salmuera a una mucho más simple. Los resultados de esta prueba se muestran en el Anexo F y permiten concluir que los fluidos son compatibles.

**3.1.4 Curva de Calibración para línea base de medida de concentración.** El término curva de calibración puede ser confuso, pues en realidad con los datos que se recolectan por espectrofotometría se extrapola una línea recta. La longitud de onda de máxima absorbancia para la solución salmuera surfactante fue de 207 nm y las concentraciones utilizadas llegaron hasta las 500 ppm. La curva de calibración mostrada en la Figura 23 permitió obtener la ecuación de una línea recta donde la variable independiente (x) corresponde a la concentración y la variable dependiente (y) corresponde a las absorbancias obtenidas al analizar los efluentes por espectrofotometría.

**3.1.5 Dimensiones, permeabilidad y porosidad de la muestra.** La muestra fue sometida a limpieza con el método de extracción por solventes. Al desmontar la muestra del extractor Soxhlet, el condensado de solvente no mostró cambios en su tono, por lo que se concluyó que la arenisca no presentaba contaminantes de ningún tipo. Las dimensiones de la muestra, los valores de porosidad y permeabilidad se muestran en la Tabla 4 y Tabla 5.

**Figura 23 Curva de Calibración para prueba de ADGS**



**Tabla 4 Resultados Cálculo de la Permeabilidad de la muestra para prueba de ADGS**

Muestra	Medidas de la muestra			Equipo	K [mD]	PROMEDIO (K) [mD]
	D (mm)	L (mm)	P (g)			
Berea Nugger	37,95	63,59	165,61	Permeámetro	30,447	29,198
				Core Pet	27,949	
				Sistema Key Phi	25,727	25,727

**Tabla 5 Resultados Cálculo de Porosidad de la muestra para prueba de ADGS**

Muestra	Medidas de la muestra			Equipo	POROSIDAD (%)
	D (mm)	L (mm)	P (g)		
Berea Nugger	37,95	63,59	165,61	Sistema Key Phi	13,439

Con los datos obtenidos se estimó la caída de presión al flujo de Nitrógeno, pues fue el fluido que se inyectó en mayor proporción al medio poroso. La viscosidad del

Nitrógeno a condiciones de presión y temperatura de prueba se calculó utilizando las fórmulas para tal fin encontradas en la norma API RP 40 y se calculó el caudal a estas mismas condiciones. El dato de permeabilidad utilizado fue el arrojado por el sistema Key Phi, pues es un equipo mucho más preciso y automatizado que el permeámetro Core Pet.

$$\Delta P = \frac{245 * 10,58348 \left(\frac{cc}{min}\right) * 0,02341(cp) * 6,359cm}{25.727(mD) * \pi * \left(\frac{3,795^2}{4}\right)}$$

$$\Delta P = 1,3264 \text{ psi}$$

Este valor sirvió como indicador de que la caída de presión que la muestra podía ocasionar si se llevaba a condiciones de Swirr era suficientemente grande para que el sistema de manómetros digitales la registrara. La porosidad hallada se utilizó para calcular el volumen poroso de la muestra:

$$Vp = \pi * \left(\frac{0.3795^2}{4}\right) (cm^2) * 6,359cm * 0,13439 = 9,67 \text{ cc}$$

**3.1.6 Saturación de la muestra con salmuera al 100%.** Se saturó la muestra con salmuera de 5000 ppm de KCl hasta que no se observó una sola burbuja de aire en el sistema de saturación. Se retiró cuidadosamente para luego pesarla (Figura 24).

**Figura 24** Peso muestra saturada con salmuera al 100%



*Peso muestra saturada: 174,74 g*

*Peso muestra seca: 165,61 g*

$$\Delta masa = 9,13 \text{ g}$$

$$Volumen ocupado = (9.13 \text{ g}) * \left( \frac{1 \text{ cc}}{1.0021 \text{ g}} \right) = 9,11 \text{ cc de Salmuera}$$

Un valor muy aproximado al del volumen poroso y por tanto un indicador confiable de que la saturación fue exitosa.

## **3.2 RESULTADOS DE PRUEBAS DE INYECCIÓN DE SALMUERA, GAS Y SOLUCIÓN SALMUERA SURFACTANTE**

**3.2.1 Permeabilidad absoluta al agua.** En la Figura 25 se muestra el comportamiento de la permeabilidad. Los cambios abruptos de permeabilidad se presentan especialmente cuando el  $\Delta P$  disminuye por debajo del valor promedio, sin embargo, la tendencia no es tan marcada cuando este se encuentra por encima del valor promedio. Cuando la caída de presión se estabiliza a un valor constante se observan valores de permeabilidad que forman una línea recta, se toman estos datos durante cinco o más volúmenes porosos continuos y se usan como los referentes para calcular la permeabilidad, pues en este momento es en el que se estabiliza el flujo en el medio y se puede calcular la permeabilidad de manera confiable.

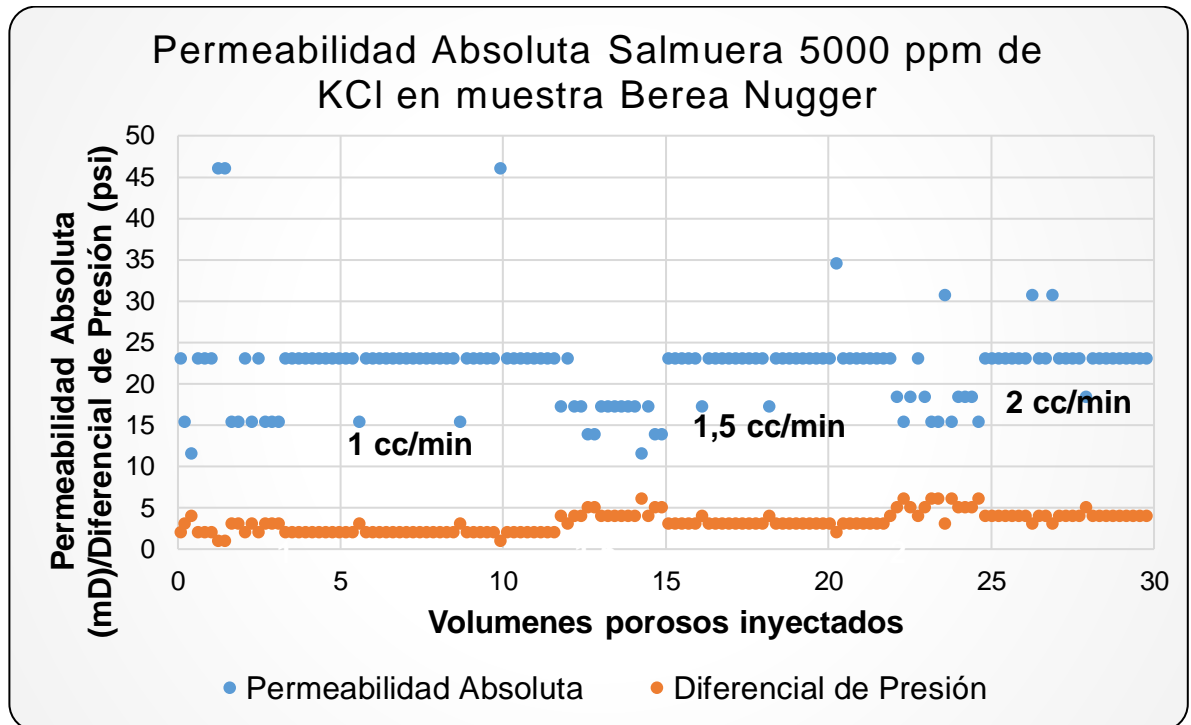
Cuando aumenta el caudal la caída de presión se desestabiliza generando una zona irregular que da como resultado una variación en los valores de permeabilidad hasta que se vuelve a estabilizar. Esto se produce debido al cambio de tasa, por el fenómeno conocido como threshold pressure<sup>85</sup>. Este depende del caudal al que se

---

<sup>85</sup> Civan, F., & Prada, A. (1998). Modification of Darcy's law for the threshold pressure gradient. Journal of Petroleum Science and Engineering.

inyecta el fluido, por lo que cada que aumenta la tasa existe una zona en la que el  $\Delta P$  se desestabiliza hasta que se supera este límite dentro del medio poroso en general.

**Figura 25 Permeabilidades absolutas a 3 tasas de inyección diferentes**



La

Figura 26 muestra la línea generada por los datos de caudal y presión con la que se calculó el factor de corrección por efecto del threshold pressure.

La Figura 1Figura 27 muestra como la gráfica se desplazó hasta el origen después de incluir el factor de corrección dentro de la ecuación de Darcy y permitió comprobar que la corrección de la permeabilidad fue correcta.

Figura 26 Línea de tendencia de la caída de presión para encontrar intercepto con el eje y

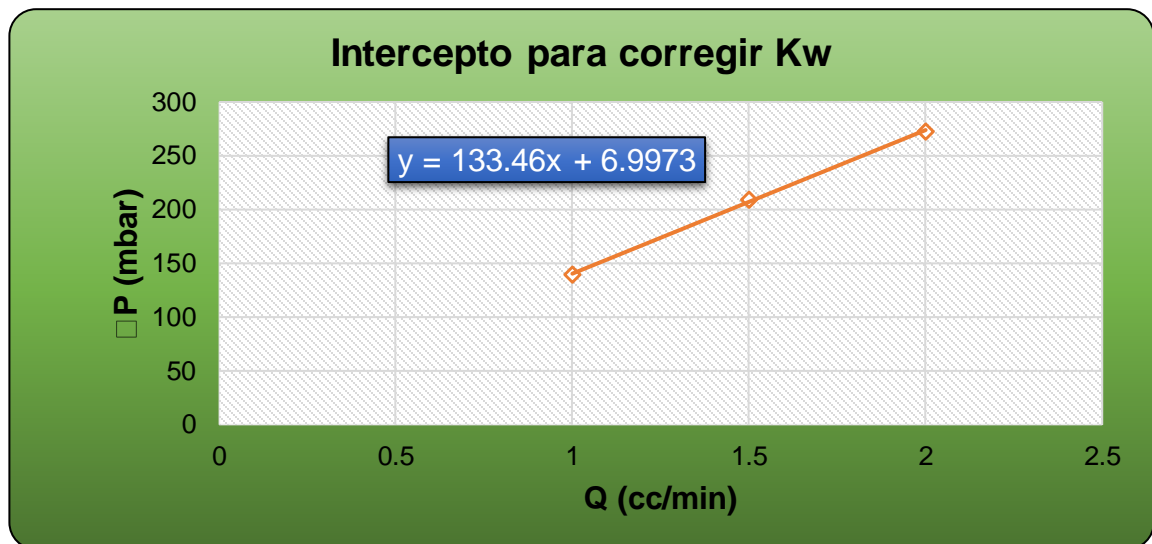
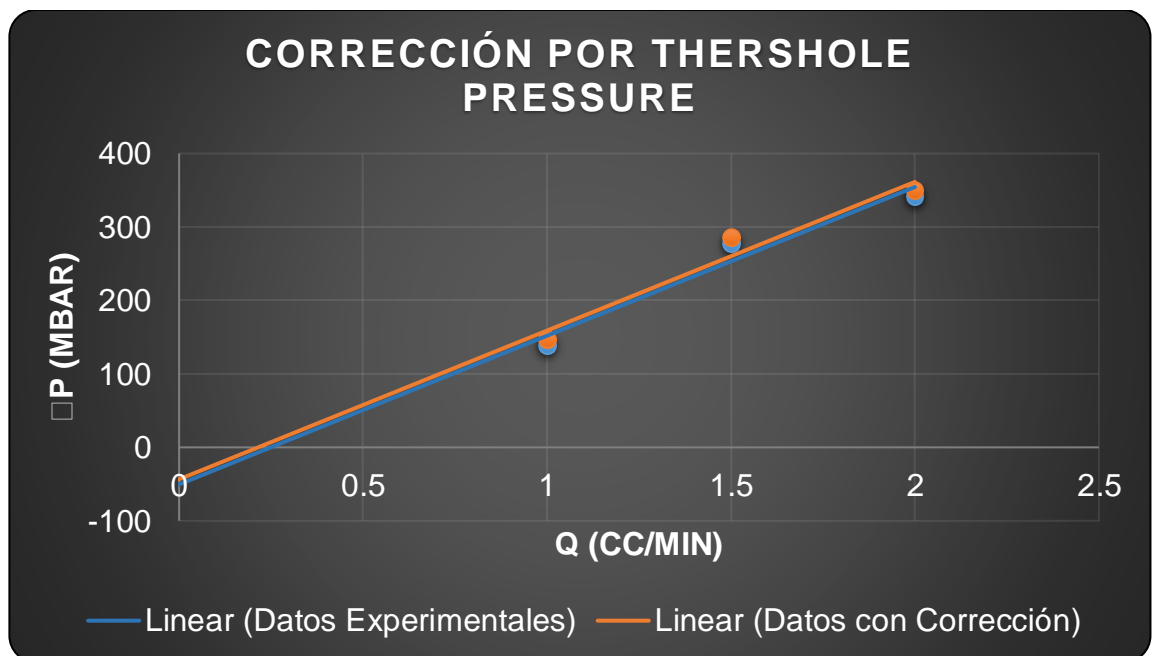


Figura 27 Desplazamiento de la línea de caída de presión hasta el origen



La Tabla 6 muestra los datos obtenidos al aplicar la corrección de la permeabilidad. Con la muestra saturada, la permeabilidad calculada fue de 15,761 mD, una disminución considerable comparada con la permeabilidad inicial que fue de 25,727

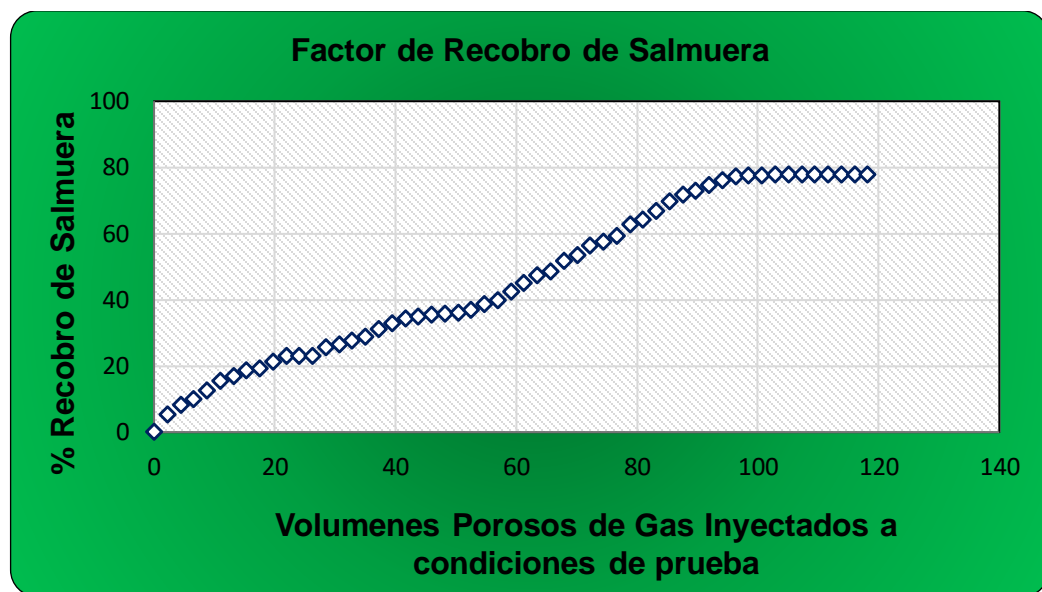
mD. Esto demuestra que al instante exacto en que se satura la muestra con salmuera parte de esta se adhiere inmediatamente al medio poroso provocando una saturación de agua inicial que disminuye la permeabilidad.

**Tabla 6 Datos de corrección de la permeabilidad absoluta a la salmuera**

Q (cc/min)	$\Delta P$ (psi)	$\Delta P$ (mbar)	k sin corr	k corr	$\Delta P$ corr	threshold
1	3,024	208,531	15,191	16,669	190,042	-0,731
1,5	4,6103	317,880	14,948	14,471	328,350	-0,731
2	5,93	408,873	15,495	16,144	392,453	-0,731
<b>Promedio Permeabilidades</b>			<b>15,211</b>	<b>15,761</b>	<b>mD</b>	

**3.2.2 Factor de recobro de la salmuera.** Con la muestra saturada 100% con salmuera se procedió a inyectar nitrógeno para llevarla a condiciones de Saturación de Agua irreducible. Antes de coleccionar los efluentes, se desplazó el volumen muerto de salmuera que quedó en las líneas debido a la anterior inyección. Estas iban desde la salida del coreholder hasta el efluente, un total de 15,438 cc. Con los efluentes coleccionados se construyó el perfil de recobro que se muestra en la Figura 28.

**Figura 28 Perfil del recobro de salmuera hasta Swirr**



Se puede notar que el recobro máximo se da cuando se alcanzan los 100 Vp de gas inyectados aproximadamente, logrando así un factor de recobro del 78%, que resulta en un porcentaje de saturación de agua irreducible del 22%. Un resultado muy aproximado a los valores obtenidos en estudios anteriores de adsorción como el de Ocampo & Sanchez, 2017.

### **3.3 RESULTADOS DE ADSORCIÓN/DESORCIÓN DINÁMICA CON EL SURFACTANTE DISPERSO EN FASE GASEOSA Y DAÑO FINAL SOBRE LA MUESTRA**

Se inyectó la solución salmuera/surfactante a una velocidad de 0,1 cc/min. En este punto el cilindro de desplazamiento se cargó con la solución espumante (Ver manual en anexos) y se desplazó la salmuera que había quedado dentro de las líneas producto de anterior inyección. Un volumen muerto total de 30,558 cc de salmuera fue desplazado. Inmediatamente después de finalizar la prueba de adsorción se procedió a inyectar gas seco al medio poroso con el fin de evidenciar la desorción de tensoactivo.

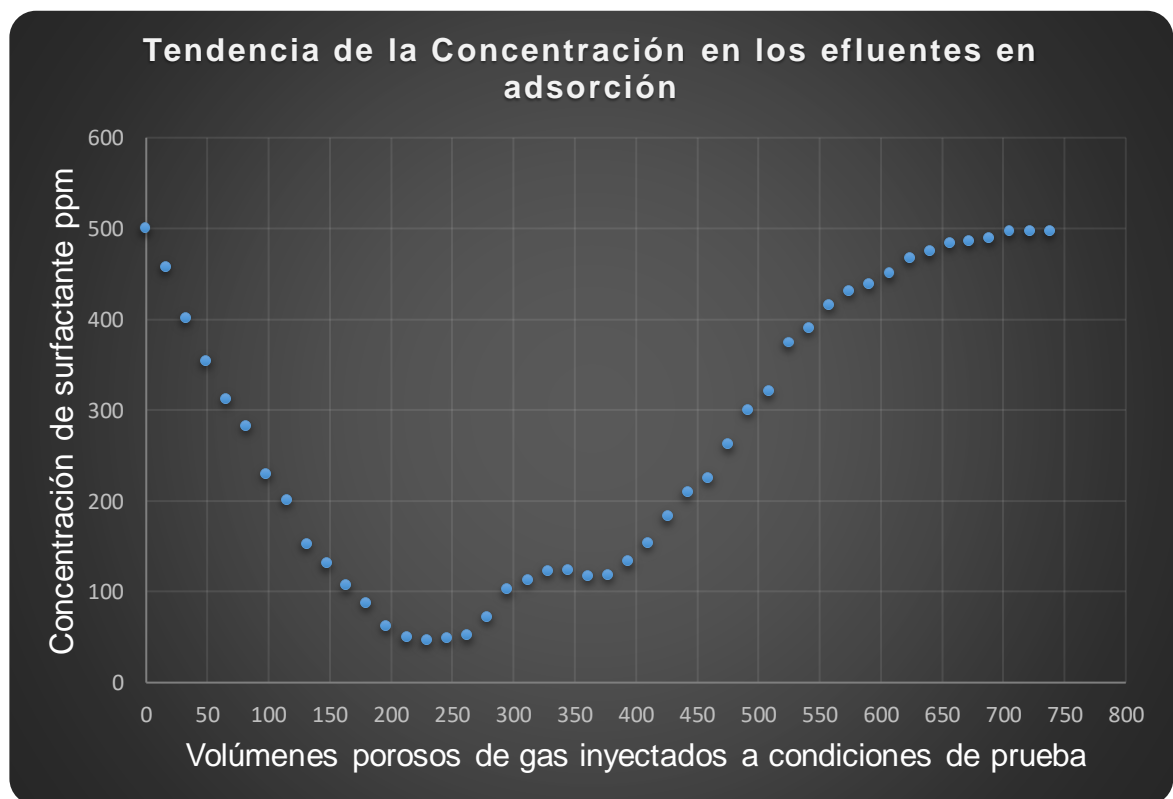
**3.3.1 Concentración de efluentes en adsorción y desorción.** La Figura 29 muestra el comportamiento de la concentración, se observa una disminución acelerada de la concentración en los efluentes, es decir, al comienzo de la inyección el surfactante tiene más facilidad de adsorberse sobre la superficie, aproximadamente hasta los 200 Vp de gas inyectados. Esto obedece al modelo de adsorción de 4 regiones, específicamente a la Región I, donde las moléculas tensoactivas se adsorben electrostáticamente sobre la superficie sólida con amplia área en forma de monómeros con alta facilidad para adsorberse<sup>86</sup>.

---

<sup>86</sup> Chang, Z., & Chen, X. (2018). Op. Cit.

Cuando se alcanza este punto, la concentración en el efluente se mantiene casi constante con una ligera variación entre 250 y 300 Vp, es decir, inicia un proceso de adsorción donde el surfactante satura parte de la roca y se alcanzan puntos de adsorción máxima hasta los 400 Vp. Esto se explica por la formación de hemimecelas debido a las interacciones laterales de las cadenas formadas por los monómeros iniciales y las cadenas del tensoactivo que ingresa, lo que corresponde a las regiones II y III del modelo de IV regiones<sup>87</sup>. Por esta razón se produce una adsorción máxima, que termina cuando el medio se satura de tensoactivo.

**Figura 29 Concentración de los efluentes en etapa de adsorción**



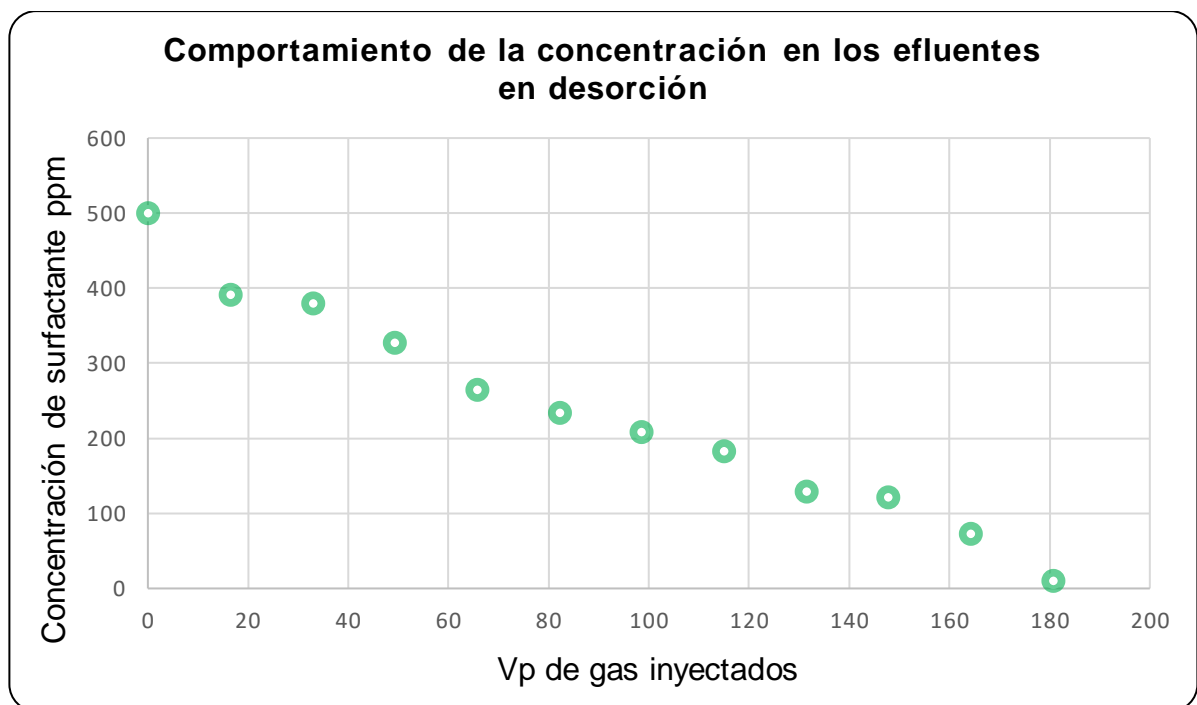
Después de los 400 Vp de gas inyectados inicia un aumento abrupto en la concentración registrada en los efluentes, lo que equivale a una disminución

<sup>87</sup> Fennell Evans, D., Wennerstrom, H., & Rajagopalan, R. (1995). The colloidal domain: where physics, chemistry, biology, and technology meet. *J. Colloid Interface Sci.* 172, 541–541.

acelerada de la adsorción del surfactante sobre la superficie. Esta tendencia se debe al hecho de que la muestra ha adsorbido una cantidad importante de surfactante y la superficie ha perdido capacidad de adsorción. En este punto, se ha logrado una concentración crítica de micelas, que termina por nivelar la adsorción (Región IV). Finalmente, cuando la roca pierde por completo su capacidad de adsorción la concentración se nivela casi a la concentración inicial.

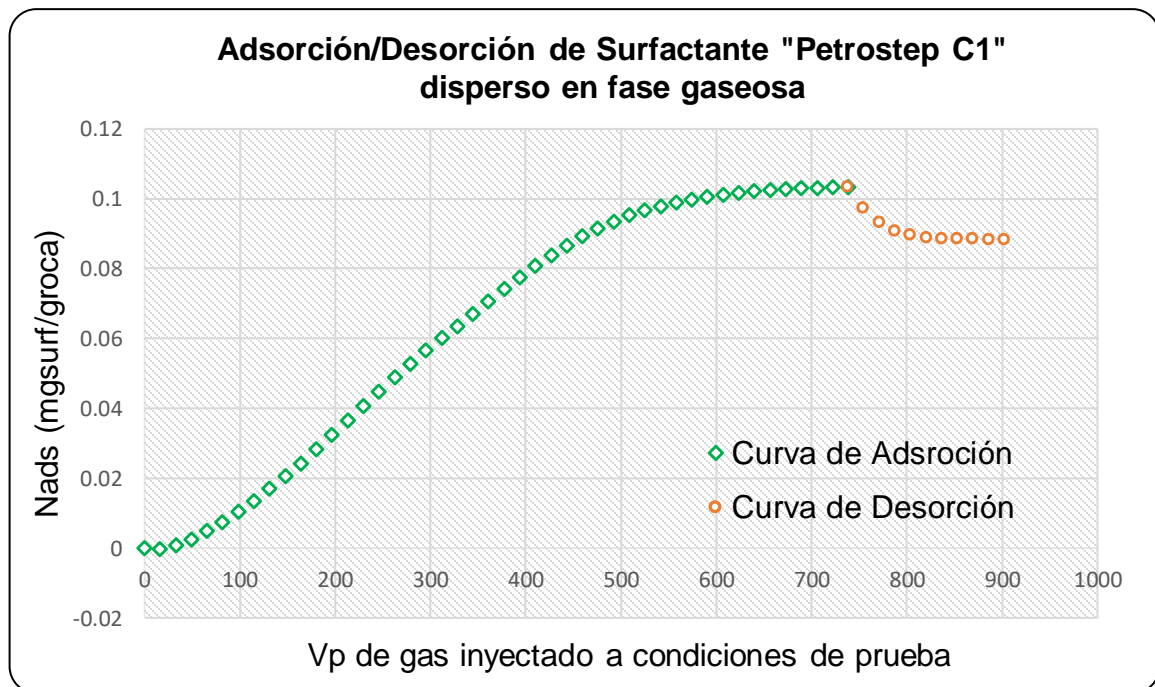
Antes de iniciar el análisis de adsorción dinámica, es importante analizar el comportamiento de la concentración en la etapa de desorción, esto debido a que la curva de adsorción dinámica se estudia en conjunto con la curva de desorción. La concentración en desorción tiene una tendencia menos compleja. Su comportamiento es casi lineal y se puede observar que a los 180 Vp de gas inyectados no se obtiene más tensoactivo en el efluente (Ver Figura 30), el gas arrastra cantidades de surfactante en forma de monómeros libres que no interactuaron lo suficiente para formar cadenas estables de tensoactivo.

**Figura 30 Concentración de los efluentes en etapa de desorción**



**3.3.2 Curva de adsorción/desorción dinámica.** Esta curva se construyó graficando la adsorción normalizada acumulada vs los volúmenes porosos de gas inyectados. La curva de adsorción inicia en el punto (0,0) y como se observa en la Figura 31 disminuye en los volúmenes porosos iniciales. Esto se debe a que se presenta un fenómeno en el que el tensoactivo reemplaza parte del volumen poroso ocupado por la salmuera, generando un recobro adicional<sup>88</sup>, por lo que el volumen recuperado en el efluente es mayor que el inyectado y el valor de adsorción resulta negativo. En esta parte se observa una razón de cambio mucho menor al resto de la curva.

**Figura 31 Curva de adsorción/desorción dinámica de la solución salmuera/surfactante inyectado a 500 ppm**



Cuando se han inyectado 40 Vp de gas hay un cambio de tendencia en la gráfica, en este punto finaliza el reemplazo de salmuera por surfactante, es decir termina el

<sup>88</sup> Ocampo, A., & Sanchez, J. (2017). Op. Cit.

recobro incremental y la adsorción aumenta de manera uniforme hasta los 500 volúmenes porosos de gas inyectados. Como se puede observar la gráfica de adsorción obedece a la forma del modelo de adsorción de IV regiones, esto explica la formación de hemimicelas que interactúan con otras para formar cadenas que aceleran la adsorción<sup>89</sup>, produciendo el comportamiento de adsorción uniforme. Después de los 500 Vp, se produce otro cambio importante en la razón de cambio de la gráfica donde la adsorción se nivela a un valor casi constante, esto debido a que se alcanza la concentración micelar crítica que satura el medio poroso de tensoactivo, obedeciendo a la región IV del modelo de IV regiones.

La fase de adsorción finaliza aproximadamente a los 750 Vp de gas inyectados con un valor máximo de adsorción de 0,103 mg surf/g roca. Un valor aproximadamente 4 veces mayor que el reportado por Ocampo Florez, 2016. Esto se debe a que la velocidad de inyección utilizada fue 5 veces mayor, lo que ocasionó un aumento de monómeros de surfactante atravesando la superficie, favoreciendo así la adsorción. La desorción se da de manera más acelerada. Después de inyectar 180 volúmenes porosos de gas seco cesó la recuperación de surfactante. Se evidencia una caída drástica en la concentración de surfactante reportado en el efluente hasta los 50 Vp de gas seco inyectados, cuando los monómeros de tensoactivo que no se asociaron en cadenas estables de surfactante salen del medio poroso<sup>90</sup>. Se puede observar que la fase de desorción es mucho más corta que la fase de adsorción; esta en realidad depende de la capacidad adsorptiva de la superficie de roca y de la tasa de gas en la fase adsorción. Finalmente, se observa una retención final de surfactante de 0,088 mg surf/g roca.

La Figura 32 permite observar y comparar la cantidad total de surfactante adsorbido en el presente proyecto y el promedio de los valores reportados en estudios de

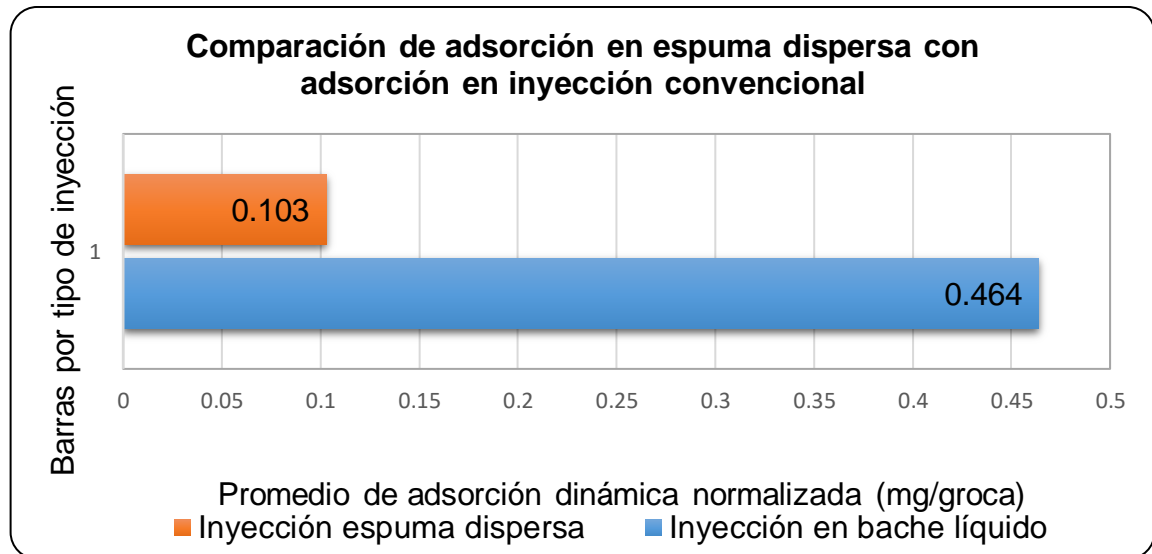
---

<sup>89</sup> Chang, Z. & Chen, X., 2018. *Op. Cit.*

<sup>90</sup> Fennell Evans, D., Wennerstrom, H., & Rajagopalan, R. (1995). *Op. Cit.*

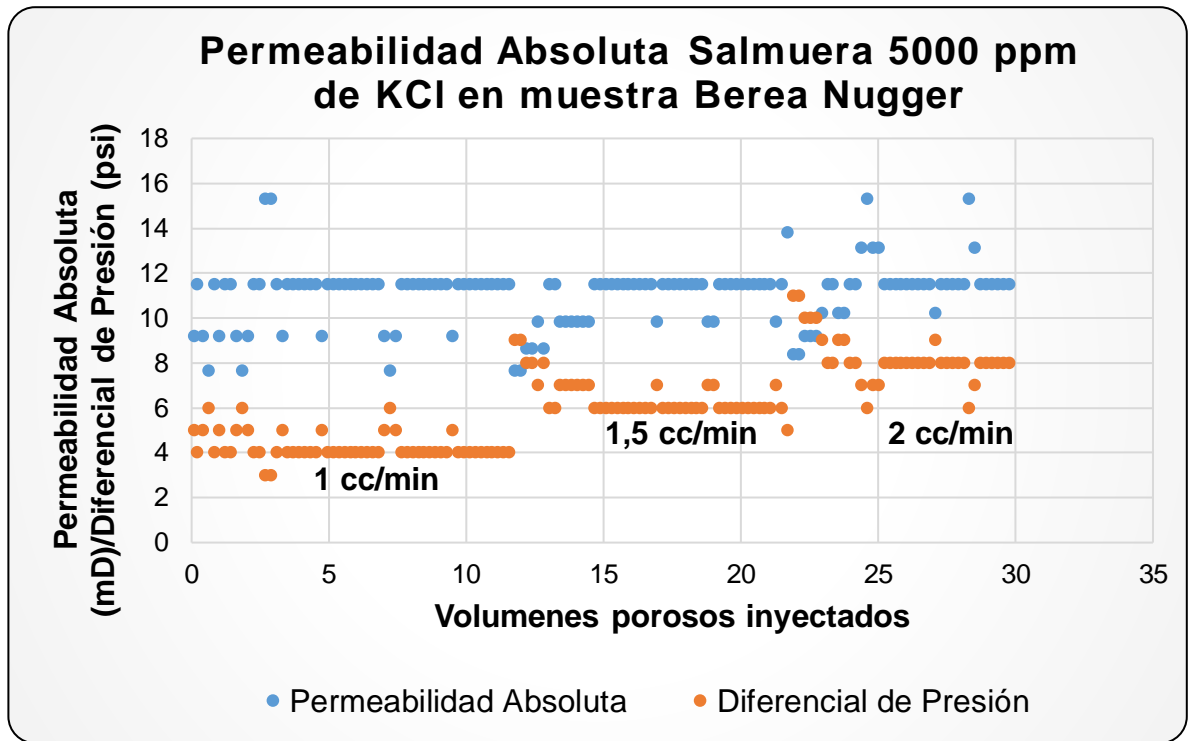
adsorción inyectando el surfactante en bache líquido. Esto permite inferir en la ventaja de inyectar el surfactante disperso en la fase gaseosa, pues la diferencia en los valores de adsorción es muy notable.

**Figura 32 Gráfico comparativo entre la adsorción total de surfactante con el método de espumas dispersas y el método de inyección en bache líquido**



**3.3.3 Permeabilidad efectiva final al agua, daño final en la muestra y retención final de surfactante.** Se procedió a realizar una inyección final de salmuera a tres caudales de inyección distintos (3; 1,5 y 2 cc/min) para conocer la reducción de la permeabilidad después de inyectado el tratamiento. En este caso las caídas de presión son más marcadas antes de que la presión se estabilice como se evidencia en la Figura 33, un indicador de los efectos ocasionados por la inyección de la solución espumante. Se puede observar que a tasas de 1 cc/min y 1,5 cc/min la permeabilidad promedio es la misma, hecho que se debe a la baja precisión del sistema de manómetros digitales y a la relación que existe entre la caída de presión y el caudal en la fórmula para calcular la permeabilidad, pues al aumentar ambas su valor se mantiene constante.

Figura 33 Permeabilidad efectiva a la salmuera después de inyección de solución salmuera/surfactante



La Tabla 7 muestra el valor de la permeabilidad promedio corregida. El valor obtenido es un dato de permeabilidad efectiva pues el medio poroso se encuentra saturado con salmuera, tensoactivo y gas. El valor calculado de permeabilidad efectiva (9,832 mD) está por debajo del valor de permeabilidad absoluta calculado anteriormente (15,761 mD), resultado del tratamiento inyectado en el medio poroso.

Tabla 7 Corrección de la permeabilidad efectiva a la salmuera

Q (cc/min)	$\Delta P$ (psi)	$\Delta P$ (mbar)	k sin corr	k corr	$\Delta P$ corr	threshold
1	4,170	287,571	11,015	9,557	331,471	-0,636
1,5	6,090	419,968	11,314	10,243	463,867	-0,636
2	8,84	609,518	11,894	9,696	653,417	-0,636
<b>Permeabilidad Promedio</b>			<b>11,406</b>	<b>9,832</b>		<b>mD</b>

El daño ocasionado por la inyección del químico se calculó como sigue:

$$\text{Reducción de } K = (9,832 - 15,761) \text{ mD} = -5,929 \text{ mD}$$

La permeabilidad se redujo en 5,929 mD, esto traducido en porcentaje equivale a una reducción de:

$$\% \text{Reducción de } K = 100\% - \frac{9,832}{15,761} * 100\%$$

$$\% \text{Reducción de } K = 37,62\%$$

Es importante resaltar que esta reducción no se debe solamente a la inyección del químico, pues al finalizar los desplazamientos, el medio poroso también presenta saturaciones de agua y gas que contribuyen a esta reducción.

Finalmente, se verificó la retención final de surfactante con diferencia de masa, con el fin de cotejar con los resultados obtenidos mediante la curva de adsorción/desorción.

$$\text{Surf. retenido} = 167,8275g - \left\{ 161,61g + \left[ 9,67cc * 0,22 * 1,0021 \left( \frac{g}{cc} \right) \right] \right\}$$

$$\text{Surf. retenido} = 0,01957 g$$

Para estos cálculos se usó el valor de saturación de agua irreducible, el volumen poroso y la densidad de la salmuera para calcular la masa de la muestra a condiciones de Swirr. Es importante resaltar que este cálculo se utiliza solamente como un valor comparativo, pues en realidad después de condiciones de Swirr se presentó un recobro incremental de salmuera. La masa de la muestra en saturación de agua irreducible se calcula así debido a que en el momento en que se inician las pruebas no es recomendable desmontar la muestra para pesarla, pues ya se tiene a condiciones de presión y temperatura. Se evidencia un valor de retención muy

aproximado al obtenido en la curva de adsorción/desorción (0,088 mg surf/g roca) que al ser convertido a gramos de surfactante es equivalente a 0,01457 g.

### 3.4 INCERTIDUMBRE DE LAS MEDIDAS REALIZADAS EN EL MONTAJE EXPERIMENTAL DISEÑADO

Se llevo a cabo el procedimiento encontrado en las metodologías dictadas por la JCGM (Joint Committee for Guides in Metrology).

**3.4.1 Desarrollo de la especificación del mesurando.** Se calcularon las permeabilidades tanto absoluta como efectiva con la finalidad de conocer el daño en la muestra después de la inyección del químico. Por definición la permeabilidad es:

$$K = \frac{245 * Q * \mu * L}{\Delta P * A} \quad \text{Ecuación 7}$$

### 3.4.2 Fuentes de incertidumbre asociadas.

**Tabla 8 Tipos de fuentes de incertidumbre identificados**

MAGNITUD DE ENTRADA		FUENTE DE INCERTIDUMBRE
Q	Caudal de inyección	Incertidumbre tipo B, por calibración y resolución de la bomba de inyección. Se obtiene del certificado de calibración.
$\mu$	Viscosidad	No genera incertidumbre.
L y A	Longitud y área	Incertidumbre tipo B por calibración y resolución del instrumento de medida (Pie de Rey), se obtiene del certificado de calibración.
Pi	Presión de inyección	Incertidumbre tipo A, debido a medidas obtenidas de n observaciones.
Pp	Presión de Producción	

Las fuentes de incertidumbre tipo B no se pudieron calcular falta de registros de calibración y datos de resolución de los equipos.

**3.4.3 Componentes de incertidumbre.** Solamente se utilizaron los datos de presión obtenidos cuando la caída de presión se estabilizó. Con los datos obtenidos se procedió a calcular la desviación estándar de la media de cada serie de datos arrojados a los 3 caudales de inyección, es decir, la incertidumbre tipo A de cada fuente para  $K_{abs}$  y  $K_{efe}$ .

La Tabla 9 muestra los resultados de los componentes de incertidumbre en el cálculo de permeabilidad absoluta a la salmuera a las tres tasas de inyección escogidas.

**Tabla 9 Componentes de incertidumbre tipo (A) a 1 cc/min en  $k_{abs}$**

Magnitud de Entrada	Fuente de Incertidumbre	Valor Estimado
$P_i$	Incertidumbre tipo A	0,0746202 (psi)
$P_p$		0,0725293 (psi)

La estimación de las demás componentes de incertidumbre tanto en el cálculo de permeabilidad efectiva como en el de permeabilidad absoluta se pueden ver en el Anexo D.

**3.4.4 Incertidumbre combinada.** Para poder aplicar la ley de propagación de la incertidumbre, se calcularon los coeficientes de sensibilidad. La Tabla 10 muestra los coeficientes de sensibilidad para las componentes de incertidumbre tipo A de la presión a 1 cc/min en  $K_{efe}$ . La Tabla 10 muestra los coeficientes de sensibilidad para la incertidumbre tipo A producida por la presión en el cálculo de permeabilidad efectiva. Los demás coeficientes se encuentran en el Anexo D.

**Tabla 10 Coeficientes de sensibilidad para las componentes de incertidumbre tipo A de la presión a 1 cc/min en Kefe**

Mesurando Evaluado	Modelo matemático	Coeficiente de Sensibilidad	Valor
K	$K = \frac{245 * Q * \mu * L}{(P_i - P_p) * A}$	$\frac{\partial K}{\partial P_i} = -\frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	-30,19902022
		$\frac{\partial \Delta P}{\partial P_p} = \frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	30,19902022

Con estos coeficientes se calcularon las incertidumbres asociadas a las medidas de permeabilidad encontradas. El modelo utilizado fue el siguiente:

$$U(K) = \sqrt{\left(\frac{\partial K}{\partial P_i} * U(P_i)\right)^2 + \left(\frac{\partial K}{\partial P_p} * U(P_p)\right)^2} \quad \text{Ecuación 8}$$

Para el cálculo de permeabilidad absoluta la incertidumbre obtenida fue:

**Tabla 11 Intervalo de confianza donde se puede encontrar el valor real de las permeabilidades absolutas calculadas**

Q (cc/min)	U(K) mD	Límite Superior (mD)	Límite Inferior (mD)
1	13,20652249	29,87552249	3,462477506
1,5	5,297076921	19,76807692	9,173923079
2	4,301368352	20,44536835	11,84263165

Para el cálculo de permeabilidad efectiva la incertidumbre obtenida fue:

**Tabla 12 Intervalo de confianza donde se puede encontrar el valor real de las permeabilidades efectivas calculadas**

Q (cc/min)	U(K) mD	Límite Superior (mD)	Límite Inferior (mD)
1	3,769065549	13,32606555	5,787934451
1,5	2,368308512	12,61130851	7,874691488
2	2,259345824	11,95534582	7,436654176

Se puede observar que las incertidumbres de las primeras permeabilidades estimadas (absolutas) tienen altas magnitudes, en especial la primera. La incertidumbre de las permeabilidades finales es mucho menor y más uniforme, sin embargo, se estimaron valores altos, esto se debe a que la resolución de los manómetros no es óptima para este tipo de medidas.

## 4 CONCLUSIONES

- El montaje experimental que se implementó y el manual operativo diseñado, servirán de apoyo a estudiantes que quieran realizar investigaciones que contemplen desplazamientos de fluidos en medios porosos a condiciones de presión y temperatura.
- La metodología diseñada le permite a la UIS realizar nuevas investigaciones para profundizar en estudios de adsorción en la técnica no convencional conocida como espumas dispersas. Esta metodología permite conocer la forma de diseñar un equipo para lograr estas mediciones, el desarrollo de las pruebas y el análisis detallado de los resultados necesarios para lograr la medida de ADGS.
- Se comprobó que los surfactantes aniónicos como el Petro Step C1 utilizado en este proyecto son los mejores para disminuir la adsorción al inyectarlos en medios porosos. Si este se inyecta por el método de espumas dispersas, la cantidad adsorbida resulta muy por debajo del promedio de valores de adsorción reportados en estudios con inyección en bache líquido.
- La resolución de los equipos utilizados en este tipo de estudios debe ser lo más alta posible, pues con instrumentos sin certificados de calibración y con resoluciones pobres, el valor de incertidumbre obtenido es estrechamente apreciable.

## 5 RECOMENDACIONES

- Se redactó un manual operativo para el montaje experimental realizado. Este repasa en los principios de funcionamiento de cada componente del equipo, en sus variables operativas y finalmente en la forma de realizar desplazamientos que involucren salmuera y gas. Es importante revisarlo detalladamente antes de iniciar cualquier prueba, pues especifica paso a paso como se realiza un desplazamiento y las operaciones previas a este.
- El equipo cuenta con manómetros digitales a la entrada y salida del coreholder para poder calcular el diferencial de presión. Sin embargo, su resolución no es la más adecuada para estas medidas. Esto ocasiona incertidumbre al momento de calcular la permeabilidad. Se puede aumentar la precisión de la medida si se adapta un transmisor de presión diferencial de alta precisión que una las líneas de entrada y la salida del coreholder y arroje directamente el dato de diferencial de presión calculado.
- Siempre es importante tener en cuenta la mineralogía de la muestra a utilizar. Dependiendo de los minerales detectados y su carga neta, se debe determinar el tipo de surfactante a utilizar. Si se identifica que el químico a inyectar favorece la adsorción la mejor opción es cambiar el tratamiento.
- Siempre se deben realizar las pruebas de compatibilidad. En caso de identificar que a la temperatura de yacimiento se van a presentar precipitados, lo más indicado es cambiar el químico a inyectar, pues en realidad los fluidos del yacimiento no cambian su naturaleza.
- Es importante realizar las pruebas para el cálculo de permeabilidad usando tres tasas de inyección diferentes como mínimo, esto para mejorar el dato de

permeabilidad calculado al corregir el efecto ocasionado por el diferencial de presión umbral.

- En lo posible es importante obtener certificados de calibración de los equipos utilizados y su resolución, con el fin calcular la incertidumbre tipo B, que está relacionada con la calibración instrumental.

## BIBLIOGRAFIA

- Antuñan Y, Arévalo J, y Lysandrou M. (2014). Pruebas de laboratorio, una fuente elemental en el diagnóstico y éxito de la estimulación de pozos.
- Ariza, I. and Bautista, L. (2017). Efecto de la concentración del surfactante y del tamaño de bache inyectado sobre la adsorción dinámica de un surfactante. UIS, Bucaramanga.
- Cases, J; Mielczarski, J. Ionic surfactants adsorption on heterogeneous surfaces. C. R. Geoscience 334. (2002).
- Civan, F., & Prada, A. (1998). Modification of Darcy's law for the threshold pressure gradient. Journal of Petroleum Science and Engineering.
- Chang, Z. and Chen, X. (2018). The adsorption behavior of surfactants on mineral surfaces in the presence of electrolytes – A critical review. ELSEVIER, Minerals Engineering.
- Choung, D. and Zhangxin, C. (2011). Development of isotherm Polymer/Surfactant Adsorption Models in Chemical Flooding. SPE.
- Churcher, P., French, R., Shaw, J., & Schramm, L. (1991). Rock Properties of Berea Sandstone, Baker Dolomite, and Indiana Limestone. *SPE*.
- Dong, Y., Cui, L. & Ma, K., 2013. Adsorción de tensioactivos catiónicos y aniónicos en materiales de carbonato naturales y sintéticos. ELSEVIER.

- Díaz Abril, E., Bárcena Ruiz, A., Fernandez, E., Galván , A., & Jorrín Jesús. (2014). Espectrofotometría: Espectros de absorción y cuantificación colrimétrica de biomoléculas. Cordoba.
- Eikemo, I. (2014). Mobility Control by CO2-foam Injection for Integrated EOR.
- Eurachem, 2012. Cuantificación de la incertidumbre en medidas analíticas. CITAC.
- Perez Hernandez, M., 2012. Estimación de incertidumbres. Guía-GUM. Centro Español de Metrología.
- Fennell Evans, D., Wennerstrom, H., & Rajagopalan, R. (1995). The colloidal domain: where physics, chemistry, biology, and technology meet . J. Colloid Interface Sci. 172, 541–541.
- Fred, W. and Shuler, J. (1980). Convection, Dispersion, and Adsorption of Surfactants in Porous Media.
- Grigg, R., Bai, B. & Liu, Y., 2014. Competitive Adsorption of a Hybrid Surfactant System onto five Minerals, Berea Sandstone and Limostone. SPE.
- Guinier, A., 1994. X-ray Diffraction in crystals, imperfect crystals, and amorphous bodies. New York: Dover Publications, INC.
- Gotze, J., 2009. Chemistry, textures and physical properties of quartz-geological interpretation and technical application. Mineralogical Magazine.

- Haroonia, A. & Marghmaleki , A., 2016. Experimental and modeling studies on adsorption of a nonionic surfactant on sandstone minerals in enhanced oil recovery process with surfactant flooding. *Journal of Molecular Liquids*.
- JGCM, 2008. Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement. BIPM.
- Koopal, L., Lee, E. & Böhmer, B., 1995. Adsorption of cationic and anionic surfactants on charged metal oxide surfaces. *J. Colloid Interface Sci.* 170, p. 85–9
- Krumrine, P., Falcone, J. & Campbell, T., 1982. The effect of alkaline additives on IFT, surfactant adsorption and recovery efficiency, s.l.: SPE, The PQ Corp.
- Kanicky, J. (2001). *Surface chemistry in the petroleum industry*. Center for Surface science and engineering. USA.
- Klug, H. P. & Leroy , A., 1974. *X-Ray Diffraction Procedures: For Polycrystalline and Amorphous Materials*. 2nd Edition ed. s.l.
- Lago, M. & Araujo, M., 2001. Threshold Pressure in Capillaries with Polygonal Cross Section. *Journal of Colloid and Interface Science*.
- Le, V., Nguyen, . Q. & Sanders, A., 2008. *A Novel Foam Concept with CO2 Dissolved Surfactants* Tulsa , OK (USA): s.n.
- Liu Q, Dong M, Ayub M. (2009). *Improved oil recovery by adsorption-desorption in chemical flooding*. Elsevier.

- Lva, W., Bazinb, B. and Ma, D. (2011). Static and dynamic adsorption of anionic and amphoteric surfactants with and without the presence of alkali. ELSEVIER.
- Marieta, L., & Saraiva, L. (2018). Detection in UV-visible spectrophotometry: Detectors, detection systems, and detection strategies. ELSEVIER.
- Malmberg, E., Smith, L. The adsorption losses of surfactants in tertiary recovery systems. En: Science Direct, Academic Press, Inc. 1977.
- Mohammad, S., Yufei, D. and Andrianov, A. (2011). Novel Insight into Foam Mobility Control. IPTC.
- Moore, D. and Reynolds, R. (1989). X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals. Oxford University Press.
- Morales, L., 2007. Estudio del Proceso de Transferencia de Calor Convectivo en Nanofluidos.
- Ocampo Florez, A. (2016). Efecto de la Concentración del Químico Disperso en la Formación de Espumas en Medios Porosos.
- Ocampo, A. & Sanchez, J., 2017. Adsorción Dinámica de Surfactantes Enfocados a Procesos de Recobro Mejorado, s.l.: ACIPET.
- Perry, R. and Green, D. (2008). Perry's Chemical Engineers Handbook. 8th ed. McGraw-Hill.

- Ramgopal, R., Uppaluri, V. and Tiwari, P. (2017). Effect of mineralogy on the adsorption characteristics of surfactant—Reservoir rock system. *Colloids and Surfaces A*.
- Roberto de Magalhães , P. (2006). Flotação de espodumênio, microclina, muscovita e quartzo com coletores aniônicos, catiônicos, anfotéricos e mistura de coletores. Belo Horizonte, Brasil.
- Rouquerol, F. (2014). Adsorption by powders and porous solids. Amsterdam. Elsevier, Academic Press.
- Rouquerol, F. & Sing, K., 1999. Adsorption by Powders and Porous Solids. s.l.: Academic Press.
- Safarzadeh, M. and Tabatabaei, S. (2014). An Experimental Examination of Adsorption Phenomenon in Foamassisted Water Alternative Gas: The Effect of Injection Rate. *Iranian Journal of Oil & Gas Science and Technology*,
- Salager, J. (2002). Cuaderno FIRP S300-PP, Surfactantes Tipos y Usos. Merida, Venezuela.
- Salaguer, J. & Fernandez, A., 2004. Cuaderno FIRP S301-PP, Surfactantes.
- Sandoval Y. y Franco L. (2010). Análisis de la implementación de la tecnología de espumas como método para aumentar el factor de recobro en campos petroleros. UIS, Bucaramanga.
- Schulz, J., Warr, G., Butler, P., & Hamilton, W. (2001). Adsorbed layer structure of cationic and anionic surfactants on mineral oxide surfaces. *Langmuir* 18, 3191–3197.

- ShamsiJazeyi, H. (2014). Reducción de la adsorción de tensioactivo aniónico para la recuperación mejorada de petróleo: Parte II. Aspectos aplicados. ELSEVIER.
- Treybal, R., 1981. Operaciones de Transferencia de masas. Segunda ed. s.l.:McGrawHill.
- Troughs, F. and Sophany, T. (1977). Static and Dynamic Adsorption of Anionic and Nonionic Surfactants. Texas: SPE.
- Tubert, I. and Talanque, V. (1997). Sobre Adsorción. UNAM, México.
- Valencia Londoño, J., 2016. Modelamiento del flujo y generación de espumas en medios porosos usando surfactante disperso en gas, s.l.
- Verma, Amit & Chauhan, Geetanjali & Ojha, Keka. (2018). Characterization of  $\alpha$ -olefin sulfonate foam in presence of cosurfactants: Stability, foamability and drainage kinetic study. Journal of Molecular Liquids. 264. 458-469
- Vidal, J. Factibilidad del uso de álcalis orgánicos como sustitutos de álcalis inorgánicos para recobro químico de crudo de los campos Dina Cretáceo y San Francisco. Universidad Industrial de Santander. 2014.
- Weifeng, L. and Brigitte, B. (2011). Static and dynamic adsorption of anionic and amphoteric surfactants with and without the presence of alkali. ELSEVIER, Journal of Petroleum Science and Engineering.
- Yu, H., Chen, T. & Liu , J., 2011. Estimates of surfactant concentration used for EOR in daqing oilfeld low permeability oil reservoir, s.l.: SPE.

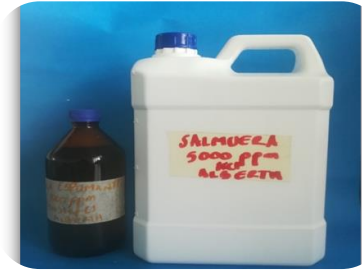
- Zhang, J., Meng, Y., Tian, Y. & Zhang, X., 2015. Effect of concentration and addition of ions on the adsorption of sodium dodecyl sulfate on stainless steel surface in aqueous solutions. *Colloids Surf. A* 484, p. 408–415.
- Zhang, R., & Somasundaran, P. (2006). Advances in adsorption of surfactants and their mixtures at solid/solution interfaces. *Advances in Colloid and Interface Science*..
- Zhou, W., & Dong, M. (2005). *Experimental Investigation of Surfactant Adsorption on Sand and Oil-Water Interface in Heavy Oil/Water/Sand Systems*. California.

## ANEXOS

### Anexo A. Materiales utilizados



**Surfactante**



**Solución Espumante y Salmuera**



**Muestra de Arenisca Berea**

## **Anexo B. Manual Operativo del montaje experimental diseñado**


### **SEGURIDAD Y ELEMENTOS DE PROTECCIÓN PERSONAL**

Antes de iniciar con cualquier procedimiento dentro del laboratorio debe tener en cuenta portar los elementos de protección necesarios para la manipulación de los equipos y las sustancias dispuestas dentro del laboratorio. A continuación, los EPP con los que debe contar:

- ✓ Botas de Seguridad punta de acero dieléctricas.
- ✓ Bata antifluido manga larga.
- ✓ Gafas de Seguridad Industrial.
- ✓ Guantes de Nitrilo para manipular sustancias químicas.
- ✓ Guantes Térmicos Reforzados.
- ✓ Máscara antigases doble filtro para protección industrial.

**NOTA:** Tenga en cuenta las fichas técnicas para todos los equipos y sustancias que se encuentran dispuestas en el laboratorio, antes de manipular cualquier equipo o sustancia, se debe revisar cada ficha técnica y conocer los riesgos y precauciones para tener en cuenta.

## PARTES DEL EQUIPO DE DESPLAZAMIENTO

EQUIPO	DESCRIPCIÓN Y VENTANA OPERATIVA
<p data-bbox="407 527 818 562"><b>CILINDRO DE NITRÓGENO</b></p> 	<p data-bbox="943 457 1458 600">El equipo cuenta con un sistema para inyección de gas, por tanto, se dispone de un cilindro de Nitrógeno para inyección.</p> <p data-bbox="943 642 1458 747">Los condiciones y aspectos a tener en cuenta en el cilindro son los siguientes:</p> <ul data-bbox="992 789 1458 1115" style="list-style-type: none"><li>✓ Presión inicial del Cilindro 3000 psig.</li><li>✓ Temperatura máxima del medio 54°C.</li><li>✓ COMPONENTE Nitrógeno.</li><li>✓ MOLAR % 99.9 – 99.999%.</li><li>✓ NUMERO CAS 7727-37-9</li><li>✓ LIMITES DE EXPOSICIÓN TLV: Gas asfixiante simple.</li></ul> <p data-bbox="943 1157 1458 1262">Verifique que el cilindro este sujeto de manera segura por la cadena en el lugar fijo para cilindros.</p>

### BOMBA ENERPAC



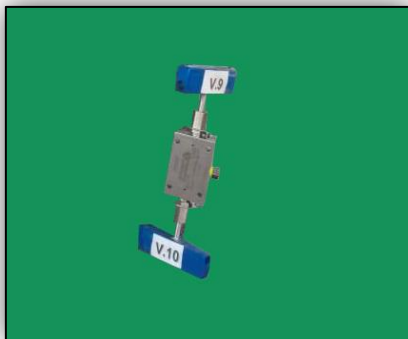
Se dispone de una bomba hidráulica manual para generar la presión de confinamiento. Cuando se acciona la palanca se incrementa la presión del fluido, imprimiéndole velocidad para desplazarlo a través de las líneas. Se recomienda el uso de aceite mineral como fluido principal.

Tenga en cuenta las siguientes condiciones operativas:

- ✓ Presión máxima: 10.000 psi.

- 
- ✓ Capacidad de depósito: 327,741 cc.
  - ✓ Volumen de aceite útil: 327,741 cc.
  - ✓ Esfuerzo máximo de bombeo: 78 libras.
- 

### VÁLVULAS 3 VÍAS



El control de flujo se da a través de válvulas 3 vías marca Parker Autoclave Engineers. Estas están debidamente identificadas para facilitar la manipulación del equipo y el entendimiento de los procedimientos.

Las condiciones operativas a tener en cuenta son las siguientes:

- ✓ Máxima Presión: 15000 psi
  - ✓ Rango de Temperatura: - 75°C a 350°C
  - ✓ Altas capacidades de flujo.
- 

### MANTA DE CALENTAMIENTO



Para llevar el núcleo de muestra de roca a la temperatura de yacimiento se dispone de una manta de calentamiento. Esta posee un sistema de cierre flexible (hebillas ajustables), ya que se puede instalar y desensamblar de forma fácil y rápida por medio de unas correas que permiten adaptar la manta al contorno de la superficie.

Condiciones Operativas

- ✓ Control de temperatura ajustable (300 °C máximo).
  - ✓ Longitud del cable 3 m.
  - ✓ Alimentación 220 V.
  - ✓ Distribución de temperatura uniforme
-

- 
- ✓ Instalación sencilla y rápida.
  - ✓ Posee un elemento resistivo espiral con aislamiento en silicona
- 

## SISTEMA PORTA NÚCLEOS



Con la finalidad de almacenar las muestras de roca y someterlas a las condiciones de yacimiento se dispone de un Core Holder de acero inoxidable 316, con puertos 1/8 NPT en los cabezotes. Los cabezotes están provistos de agujeros para la llave de ajuste.

Este cuenta con una manga interna dentro de la cual se ajusta la muestra. Las líneas que vienen de la bomba ENERPAC llenan el espacio libre dentro de la manga y la encogen, presionando la muestra, simulando así la presión de confinamiento.

Condiciones Operativas:

- ✓ Soporta presiones de hasta 10000 psi.
- ✓ Temperatura máxima 250°C.

---

## MANÓMETROS DIGITALES

El equipo cuenta con manómetros digitales marca ASHCROFT con especificación ASME B40.7 en inyección y en producción, esto con la finalidad de medir dichas presiones y calcular el diferencial de presión causado por el núcleo de muestra. Están provistos de baterías AA para su funcionamiento en su parte trasera.

Condiciones operativas:



- ✓ Tamaño de Conexión: ¼ NPT.
- ✓ Rango de Presión: Vacío hasta 10000 psi.
- ✓ Incluye 10 unidades de ingeniería.
- ✓ Salida de 4 mA.

---

### CUERPO DEL EQUIPO



El cuerpo del equipo permite fijar todos los componentes que permiten realizar los desplazamientos. Cuenta con abrazaderas resistentes para fijar el cilindro de desplazamiento y con conexiones NPT de 1/8 para las líneas de Confinamiento, inyección y producción.

Está provisto de una línea de 1/8" adaptada como baipás en caso de ser necesario el aislamiento del núcleo de muestra dentro del coreholder.

Cuenta con manómetros análogos que registran presiones de inyección y producción (máx. 5000 psi, no muy precisos, solo como medida de seguridad). También cuenta con un manómetro análogo (máx. 5000 psi) que permite establecer la presión de confinamiento.

Las líneas de acero inoxidable soportan hasta 10000 psi y cuenta con una línea de drenaje para la presión de confinamiento.

---

## CILINDRO DE DESPLAZAMIENTO

Se dispone de un cilindro con pistón libre en acero inoxidable para alojar los fluidos que se quieren desplazar. Tiene una tapa superior por la que se puede purgar ajustándola.



El pistón libre se mueve cuando se inyecta agua destilada por la parte inferior a través de la línea de inyección de 1/8" que está conectada directamente a la bomba de desplazamiento positivo. Al subir el pistón empuja de forma uniforme el fluido alojado dentro del cilindro.

Condiciones Operativas:

- ✓ Volumen total: 1000 ml.
- ✓ Volumen del pistón: 100 ml
- ✓ Volumen máximo de fluido recomendado: 850 ml.
- ✓ Presión máxima: 10000 psi
- ✓ Temperatura máxima recomendada: 250°C.

---

## REGULADOR DE CONTRAPRESIÓN (BPR)

Con la finalidad de mantener una presión aguas arriba de la salida de producción se cuenta con un regulador de contrapresión.

Cuando la presión del fluido excede el punto de ajuste, la válvula se abre más para aliviar el exceso de presión. Entonces se obtiene una producción a presión atmosférica y de manera controlada.

Esta presión se ajusta a través de un cilindro de aire conectado directamente al dispositivo a través de una línea de acero inoxidable de 1/8", esta línea llega por la parte



superior. En la parte inferior izquierda está conectada la línea que llega de producción, cuando la presión en esta línea excede la presión de la línea que llega por la parte superior, la válvula se abre para dar paso al fluido producido por la línea inferior.

Este se puede ajustar a 500 psi de presión máxima debido a las condiciones del regulador del cilindro de aire, que presenta algunos problemas operativos.

---

### SISTEMA DE RECUPERACIÓN DE LÍQUIDOS



Se diseñó un sistema para recuperar líquidos que se pueden ir en arrastre en la corriente de gas. Consiste en dos tubos concéntricos de vidrio que se adaptaron para que el gas pase por el tubo central. El tubo exterior estará lleno de hielo, de forma que al pasar el gas su temperatura disminuya y el líquido se condense.

En su parte inferior se adaptó un desagüe para retirar del tubo exterior el hielo que se vuelve líquido y en la parte superior un tubo conectado directamente al gasómetro, al cual pasará el gas seco para medir su velocidad de flujo. Esta provista de una válvula de teflón adaptada en la parte inferior, con la finalidad de recuperar los efluentes periódicamente.

Condiciones Operativas:

- ✓ Rango de Temperatura -20°C a 30°C.
- ✓ Presión máxima: Presión atmosférica.

---

---

## GASÓMETRO



Para saber el caudal de flujo del gas a la salida del sistema se cuenta con un gasómetro de cámara húmeda (wet test meter).

Está compuesto por un tambor interno hueco de varios compartimentos que puede girar libremente y que previamente se ha llenado de agua. El paso del gas a través de él hace que el agua pase de un compartimento para llenar otro a medida que este hace girar el tambor. El volumen de cada compartimento es conocido por lo que la medida del giro del tambor es una medida de la cantidad del gas que pasa.

En la parte izquierda tiene una cámara con un nivel que indica hasta donde se debe llenar con agua. En su parte superior está constituido por otro nivel que indica si el gasómetro está completamente horizontal, también tiene un termómetro que indica la temperatura de entrada del gas y de un sistema para calcular la presión por diferencia de altura. Una aguja que gira en el sentido de las manecillas del reloj permite contabilizar la cantidad de gas que pasa cada determinado tiempo y 3 agujas de menor tamaño indican la cantidad de gas acumulado que ha pasado a través de él.

### Condiciones Operativas

- ✓ Presión de Trabajo: Presión atmosférica.

- 
- ✓ Rango de Temperaturas: 10-50°C.
  - ✓ Unidades: Litros por minuto.
  - ✓ Unidades acumuladas: Litros.
  - ✓ Máximo Caudal acumulado: 3000 Litros.
- 

### BOMBA GILSON



Se instaló una bomba de desplazamiento positivo marca Gilson Ref. 305 para inyectar los líquidos de interés al medio poroso. Tiene la capacidad de inyectar a tasa constante, a presión constante y permite definir restricciones de máxima presión y máximo caudal para trabajar de forma más segura.

La bomba debe acumular la presión suficiente para vencer la que se configura en el Regulador de Contrapresión y aun así mantener el caudal constante. Se recomienda utilizar agua destilada como fluido de inyección. Siempre se debe asegurar que la bomba no succione aire, para evitar el mal funcionamiento, por tanto, siempre se debe purgar por el conector superior. El cable de alimentación siempre debe estar conectado a una toma de corriente con conexión a tierra.

Ventana Operativa:

- ✓ Rango de Caudales: 0,001-20 ml/min.
- ✓ Máxima Presión: 8700 psi.

---

Con la finalidad de mantener la presión de inyección del fluido, se

---

---

## CILINDRO DE AIRE



conecta una línea que alimenta al regulador de contrapresión y le imprime una presión que debe ser vencida por la bomba de desplazamiento positivo.

Esta presión se configura a través del cilindro de aire, cuando la bomba sobrepasa la presión que indica el manómetro del cilindro el fluido podrá producirse a presión atmosférica.

Para este cilindro las siguientes variables operativas recomendadas son:

Presión Máxima por configurar: 500 psi  
Temperatura máxima: 30°C.

---

## REGULADORES DE PRESIÓN



Los reguladores SR4 están diseñados para aplicaciones de servicio pesado y para cilindros grandes, son ideales para pruebas de recipientes a presión, están hechos de latón.

Estos reguladores cuentan con un manómetro de alta presión, que va conectado directamente al cilindro y lee la presión en su interior. El otro manómetro lee la presión a la cual se está inyectando el gas, esto dependiendo de que tanto se abra su válvula.

Ventana de operación

- ✓ Presión máxima: 4500 psi.

## CONDICIONES INICIALES DEL EQUIPO

El equipo cuenta con un sistema que permite inyección de gas e inyección de líquido a condiciones de Presión y Temperatura; sin embargo, al iniciar con el desarrollo de pruebas de desplazamiento, la configuración del equipo debe ser la siguiente:



**1.** Manta de Calentamiento desinstalada del coreholder.



**2.** Cuerpo principal del coreholder sin cabezotes, lavado y limpio.



**3.** Cabezales de inyección y producción desinstalados, limpios y secos.



**4.** Tornillos de inyección y producción desinstalados, limpios y secos.



5. Todas las válvulas deben estar completamente cerradas, estas están debidamente señaladas desde V.1 hasta V.10 de forma consecutiva. Los manómetros digitales de inyección y producción apagados y los manómetros análogos de inyección, confinamiento y producción no deben indicar lectura.

6. La válvula de cada uno de los cilindros de gas debe estar completamente cerrada y la lectura de los respectivos reguladores de presión no debe indicar presión.

**NOTA:** Si algún regulador indica presión, con la válvula del cilindro cerrada completamente, asegúrese de cerrar la válvula del Regulador. Posteriormente, abra la válvula V.8. (Producción) lentamente y libere el gas atrapado en la línea. Finalmente, abra la válvula del regulador lentamente para liberar el gas atrapado en él y vuelva a cerrarla.

## **PROCEDIMIENTOS PARA PREPARAR EL EQUIPO DE DESPLAZAMIENTO**

Antes de iniciar con la ejecución de procedimientos para desplazar fluidos en el equipo, se deben efectuar operaciones previas que garanticen el correcto funcionamiento de cada uno de los componentes de este. A continuación, se describen cada una de las actividades preparatorias que se deben ejecutar:

### **Predicción de efluentes**

Se deben realizar los respectivos cálculos previo a iniciar los desplazamientos con la finalidad de conocer los volúmenes que se esperan recuperar y la cantidad a inyectar. Se debe hacer una revisión de los antecedentes de la investigación con la finalidad de conocer la cantidad de volúmenes porosos de fluido de interés, que se han inyectado en estudios del mismo tipo. Conociendo el volumen poroso de la muestra y apoyándose en la revisión bibliográfica se puede calcular el volumen total de fluido a desplazar.

Después de calcular el volumen total a inyectar, habiendo definido las velocidades de inyección, se puede definir el tiempo estimado de inyección con la bomba y los recipientes adecuados para colocar en el efluente. Es importante tener en cuenta que se deben escoger recipientes que faciliten la recuperación de volúmenes de manera precisa y en su totalidad.

## IDENTIFICACIÓN Y PREPARACIÓN DE VÁLVULAS

Identifique todas las válvulas autoclave que hacen parte del equipo



Cada válvula autoclave está debidamente identificada con etiquetas que inician con la letra V seguidas de un número consecutivo.

Identifique las válvulas en los cilindros de gas y sus respectivos reguladores



VPR

VPC



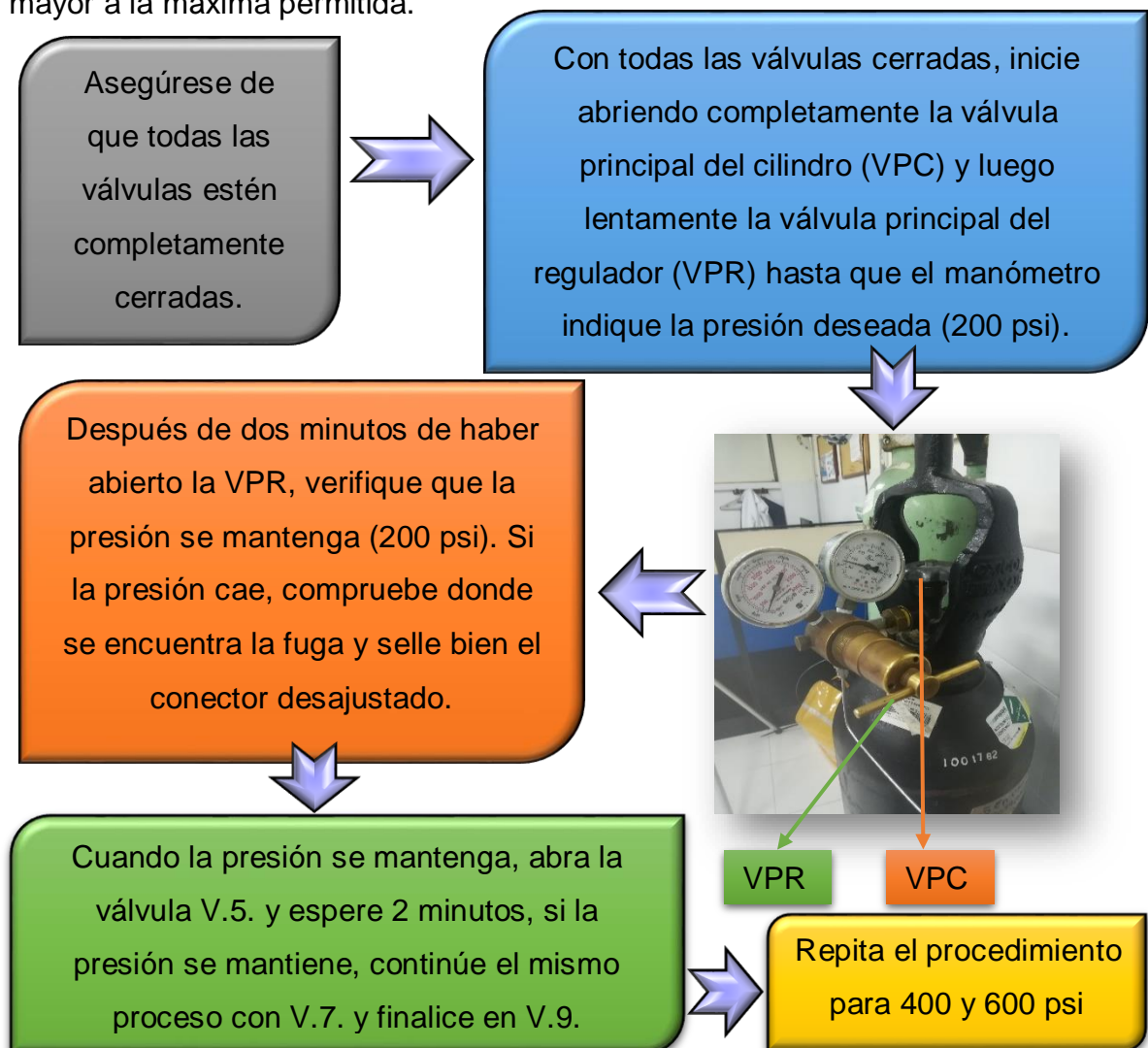
VPC se refiere a la válvula principal del cilindro y VPR a la válvula principal del regulador.



Todas las válvulas tanto autoclaves como de reguladores y de cilindros deben estar completamente cerradas.

## PRUEBA DE SOBREPRESIÓN DEL EQUIPO

Antes de iniciar a desplazar fluidos, se debe asegurar que el equipo no presenta ningún tipo de fugas, especialmente cuando se quiere manejar gas a alta presión. En ese contexto, esta prueba se realiza inyectando Nitrógeno a 3 presiones diferentes. Para el montaje experimental realizado la presión máxima permitida en el cilindro de aire es de 500 psi, entonces se debe probar el equipo de manera que se simule una presión baja, una presión media y una presión alta que debe ser mayor a la máxima permitida.



## CALCULAR VOLUMENES MUERTOS

Cuando se finaliza el desplazamiento de un líquido, las líneas quedan llenas de éste. Al iniciar a desplazar otro fluido, el efluente inmediatamente comenzará a producir el anterior, entonces, se debe conocer el volumen de fluido que quedó atrapado en el tubing, para saber el momento exacto en que inicia la producción del que se está inyectando. En este contexto es importante conocer el volumen total de las líneas que componen el equipo de la siguiente manera:



## PREPARAR FORMATOS DE REGISTRO DE DATOS

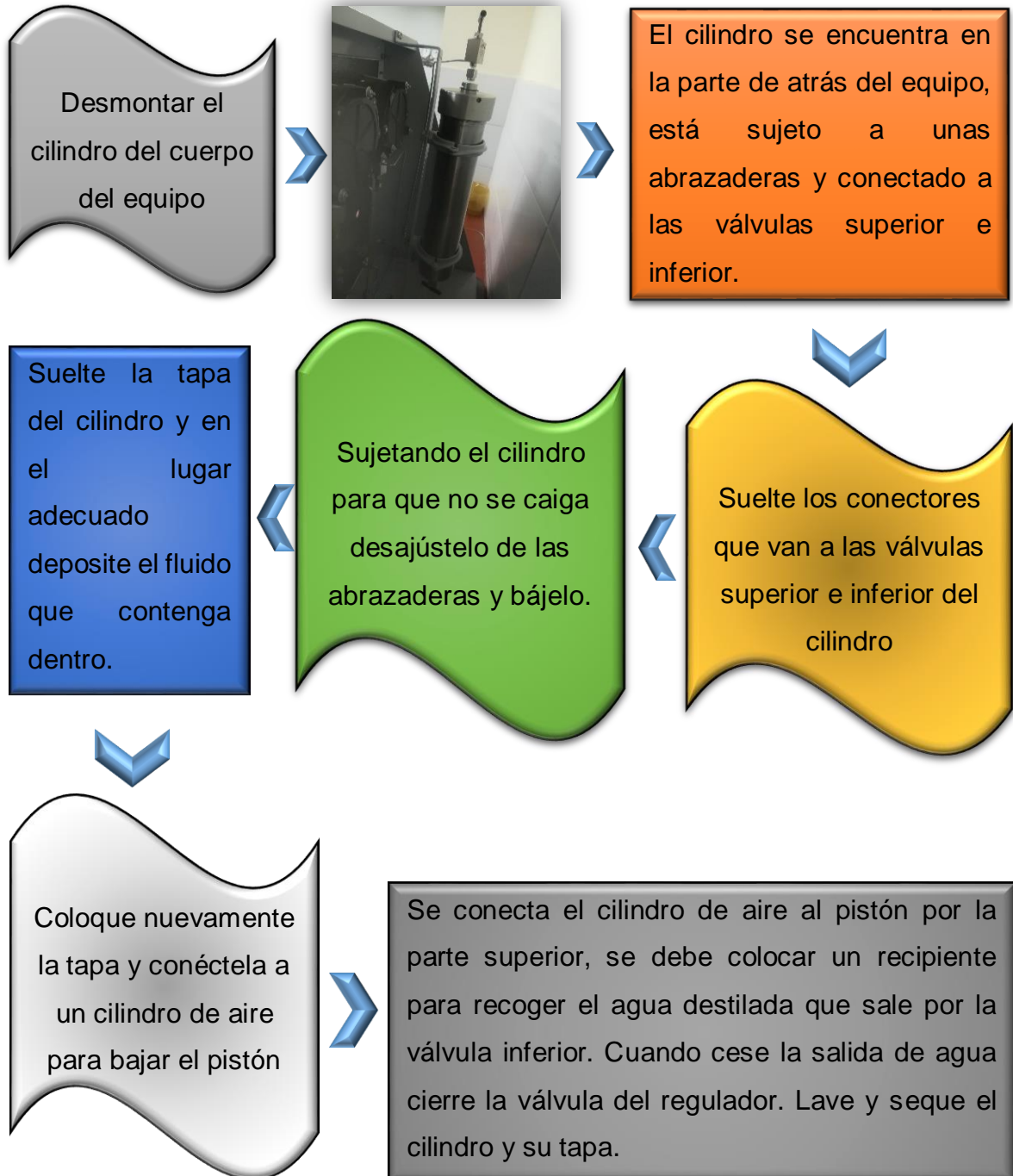
Cuando se realizan desplazamientos siempre se mide el cambio en la permeabilidad inicial de la muestra con la finalidad de calcular el daño final ya sea positivo o negativo. Para calcular esta permeabilidad se utiliza la ley de Darcy, la cual involucra una caída de presión, un caudal, el área de sección transversal y la longitud del núcleo. Esta permeabilidad se corrige a través de gráficas generadas a partir de tablas de datos, por lo que es necesario tomar datos en intervalos de tiempo determinados. Para esto se cuenta con el formato F030 (Ver Anexos), en el cual se pueden registrar los siguientes datos:

- ✓ Tiempo.
- ✓ Temperatura.
- ✓ Presión de Inyección.
- ✓ Presión de Producción.
- ✓ Delta de Presión.
- ✓ Presión de Confinamiento.
- ✓ Contrapresión.
- ✓ Volumen Desplazado.
- ✓ Caudal.

Se recomienda tomar datos cada 2 minutos, pero si se desea más precisión se puede elegir un intervalo de tiempo más corto.

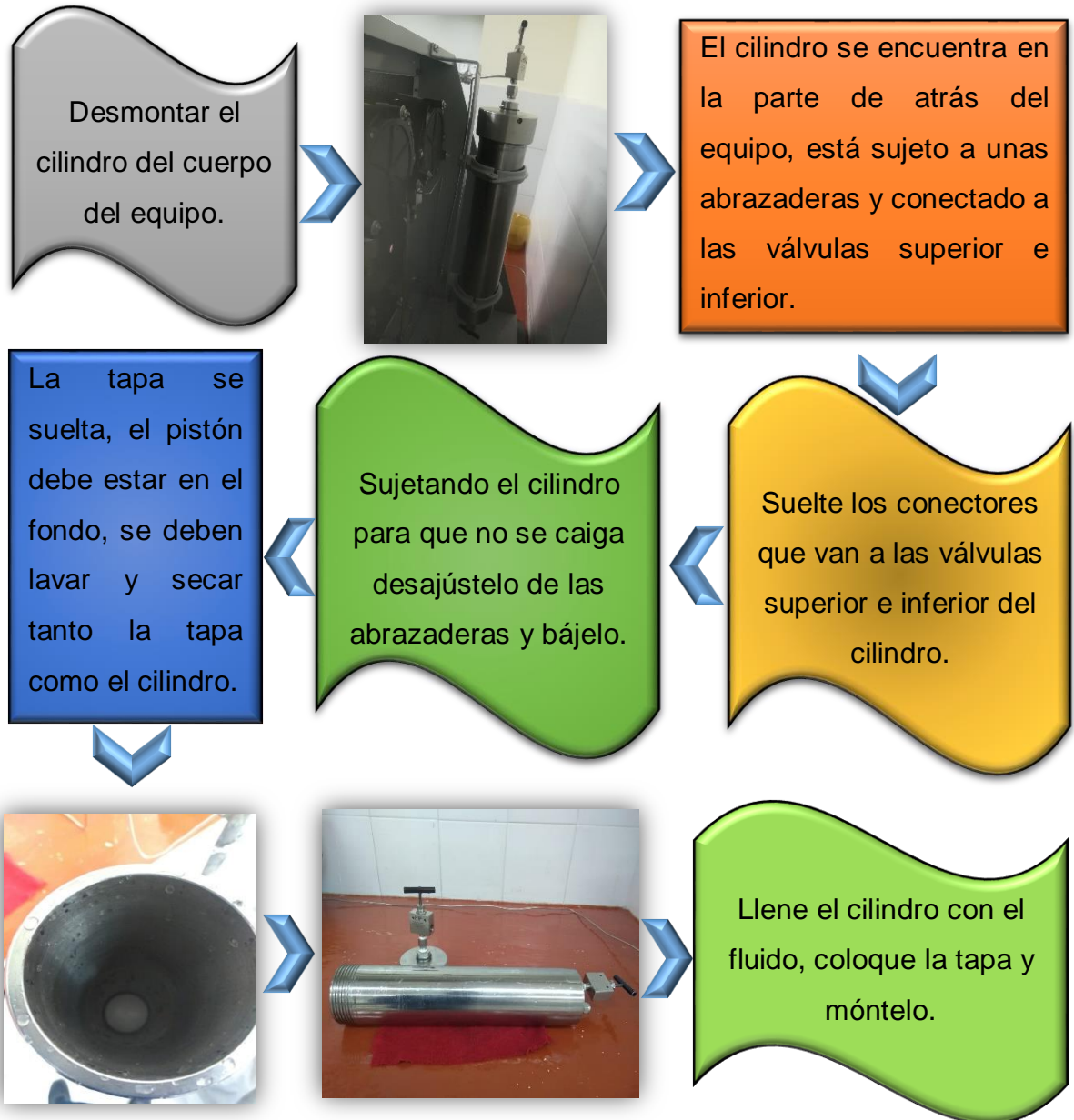
## DESCARGA DEL CILINDRO DE DESPLAZAMIENTO

Cuando se realiza inyección de líquidos, por lo general queda líquido en el cilindro de desplazamiento y el pistón en la parte superior. Es importante tener en cuenta que el pistón no debe llegar al tope del cilindro, con la finalidad de proteger su integridad. Es importante descargar el cilindro y bajar el pistón al fondo de este.



## CARGA DEL CILINDRO DE DESPLAZAMIENTO

El equipo cuenta con un cilindro de desplazamiento con pistón libre en el cual se carga el líquido que se desea desplazar. Este cuenta con una capacidad de albergar 900 ml de líquido a tope, pero se recomienda cargar con 850 l como máximo, pues cuando la tapa del cilindro se coloca, esta desaloja una parte.



## PRUEBA DE TASA DE LA BOMBA DE INYECCIÓN

Se cuenta con una bomba de desplazamiento positivo marca GILSON Ref. 305 para inyectar líquidos al medio poroso. Es importante, previo a darle uso en desplazamientos, probar si mantiene la tasa de inyección constante, pues la velocidad de inyección es un parámetro que no puede variar para evitar incertidumbre en las medidas experimentales. A continuación, la prueba de tasa para la bomba:



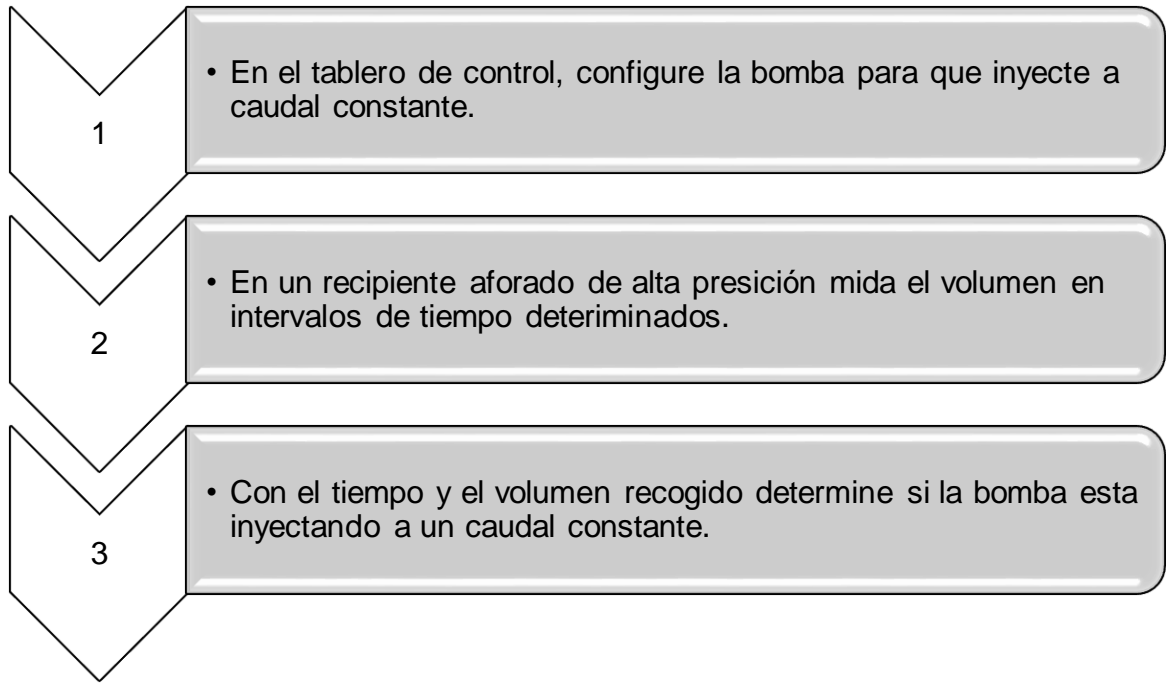
Desconecte para purgar



Llene el frasco Schott con agua destilada (la tapa debe tener un orificio superior para ingresar la manguera de succión de líquido) y sumerja la línea de succión. Conecte y encienda la bomba, en la parte trasera se encuentra el botón de encendido.

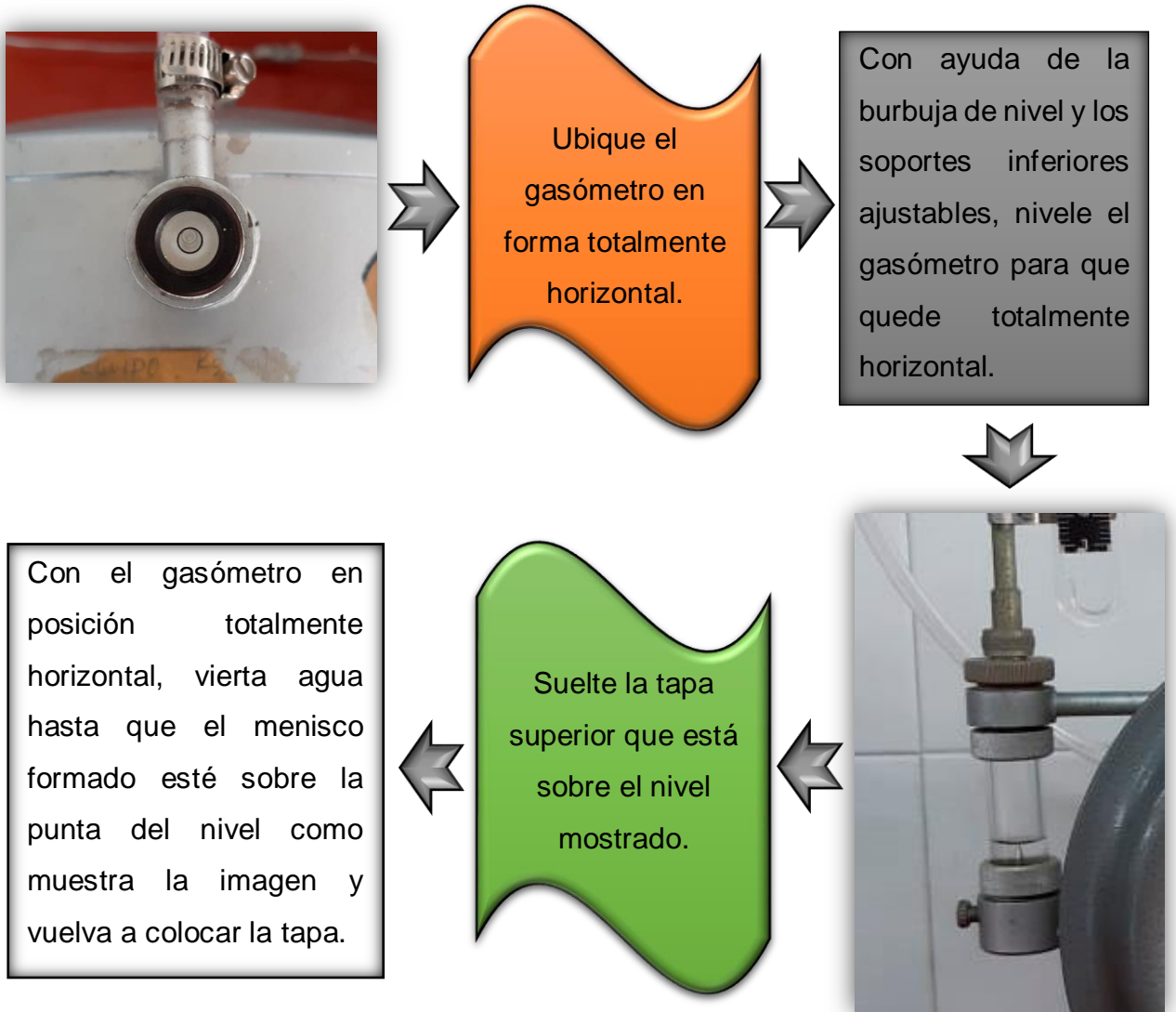
Se debe desconectar el tubing de 1/4" de salida de la bomba, de la línea de 1/8" que llega a la entrada de inyección del equipo como se muestra en la siguiente imagen. Se debe purgar por la parte superior del cabezote de succión de la bomba. Prepare los recipientes para recolectar el agua destilada en el efluente.

Se busca probar que la bomba inyecte a tasa constante, por tanto, se debe medir el caudal inyectado en un intervalo de tiempo a una tasa definida.



## LLENADO Y NIVELACIÓN DEL GASÓMETRO

Con la finalidad de medir la velocidad de flujo de gas se cuenta con un gasómetro tipo cámara húmeda. Este debe llenarse con agua hasta un determinado volumen y cuenta con una burbuja de nivel para lograr una posición totalmente horizontal, esto a través de soportes inferiores ajustables.



## AJUSTE DE LA TRAMPA DE LÍQUIDO

El principio de funcionamiento de la trampa diseñada es disminuir la temperatura del gas con la finalidad de recuperar posibles gotas de líquido que vayan dispersas. Teniendo en cuenta este principio se debe agregar hielo a la trampa previo a iniciar los desplazamientos, además de un recipiente para recoger el hielo que se vuelve líquido.

Agregue hielo triturado en el tubo exterior de la trampa.

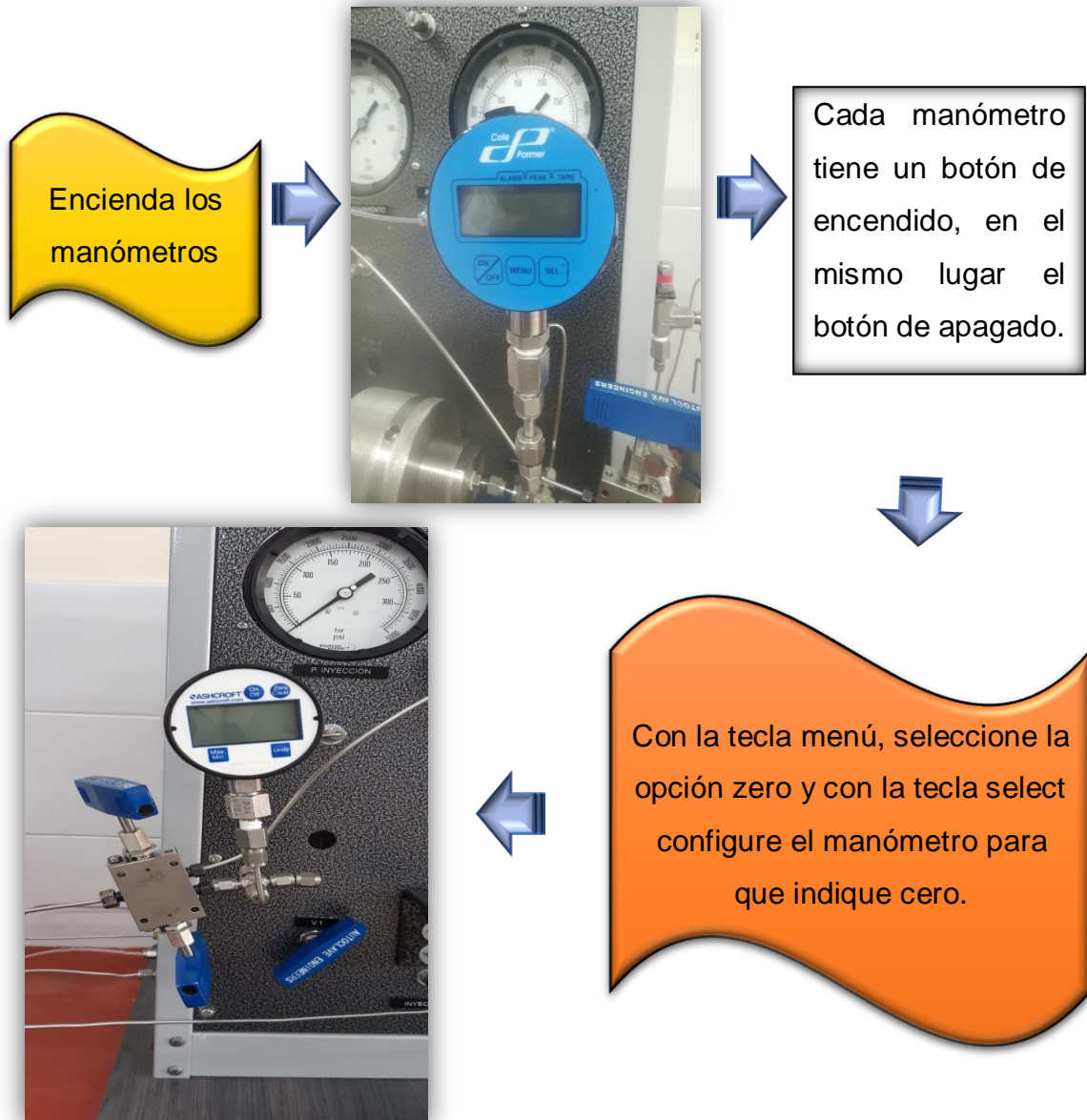


Prepare y ubique el recipiente para recoger el agua que se va acumulando, es importante tener en cuenta que se debe estar vertiendo hielo en la trampa constantemente.



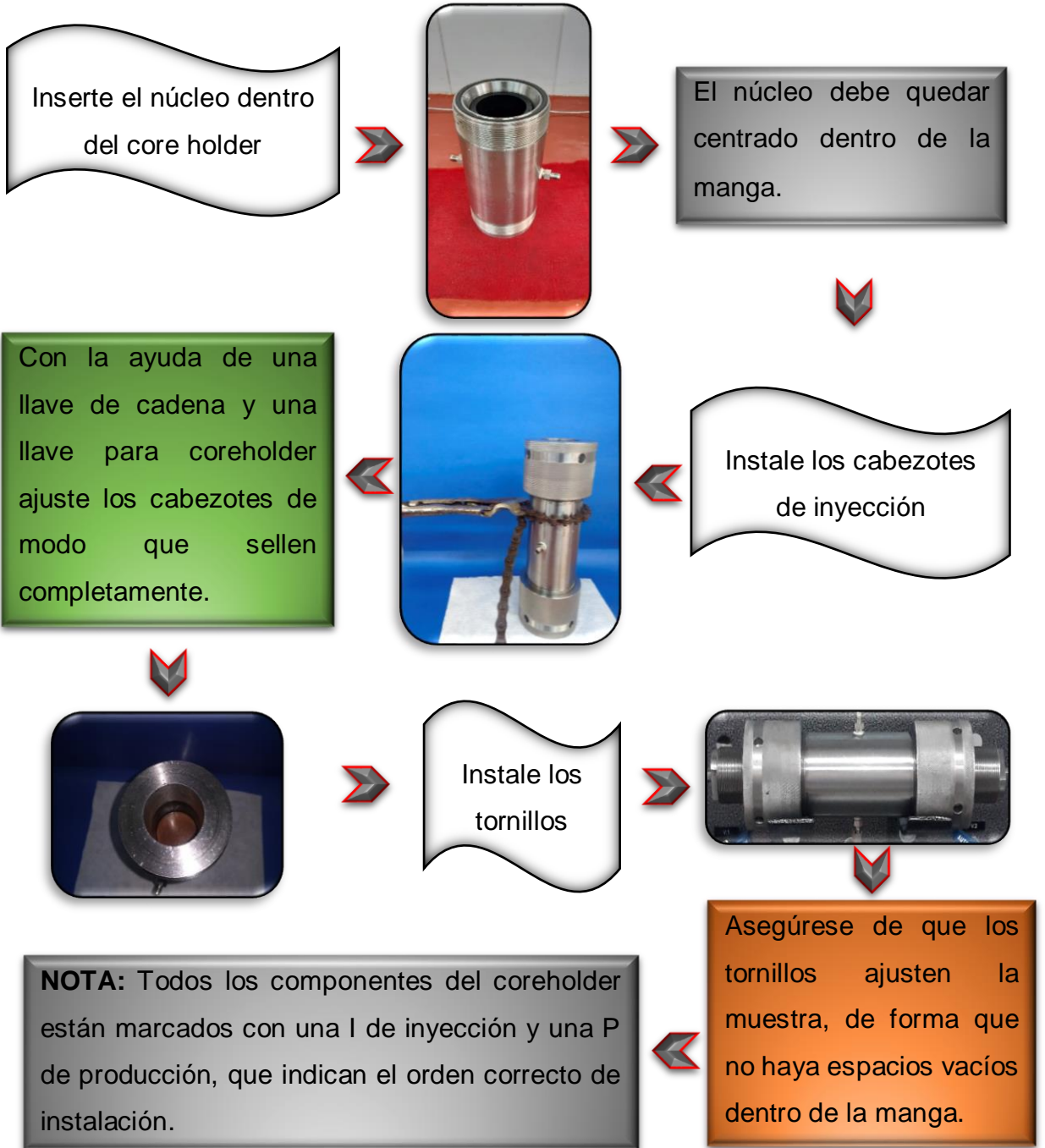
## CONFIGURACIÓN DE LOS MANÓMETROS

Los manómetros son digitales y funcionan con baterías AA. Como la lectura de presión no puede ser interrumpida, es importante que las baterías estén bien cargadas para que los manómetros no se apaguen en ningún momento. También, se deben configurar de forma que estén en ceros.



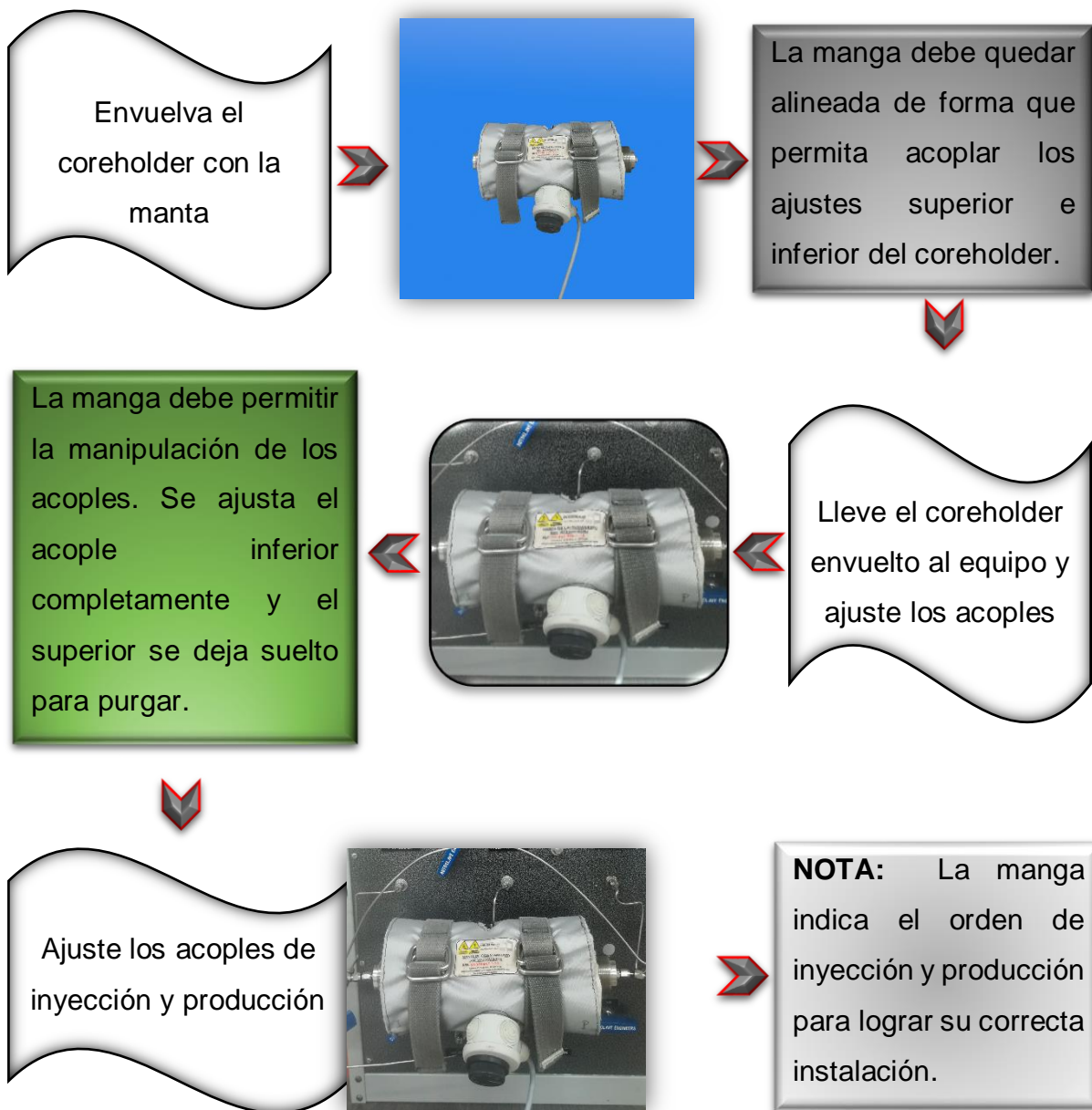
## MONTAJE DEL PLUG DE ROCA EN EL COREHOLDER

En este punto es importante contar con una muestra 100% saturada con salmuera, con la finalidad de llevarla condiciones de Swirr.



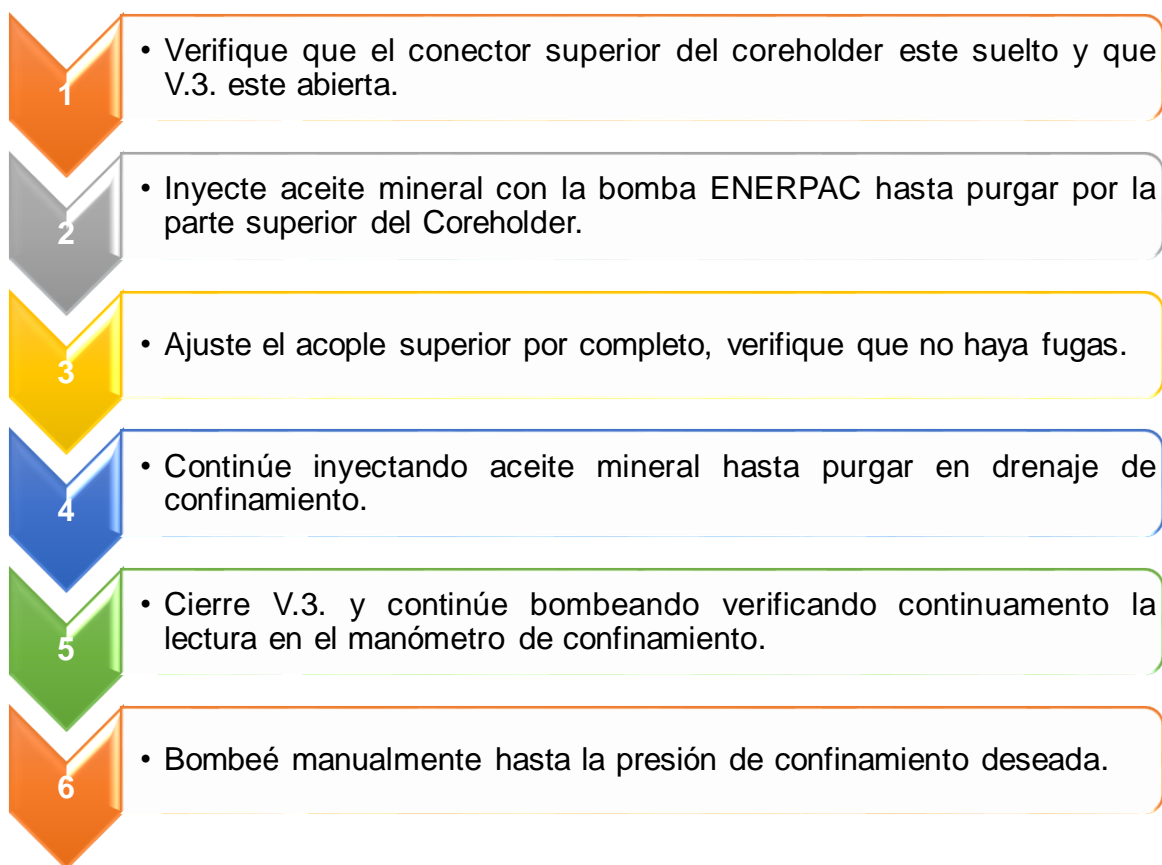
## INSTALACIÓN DEL COREHOLDER

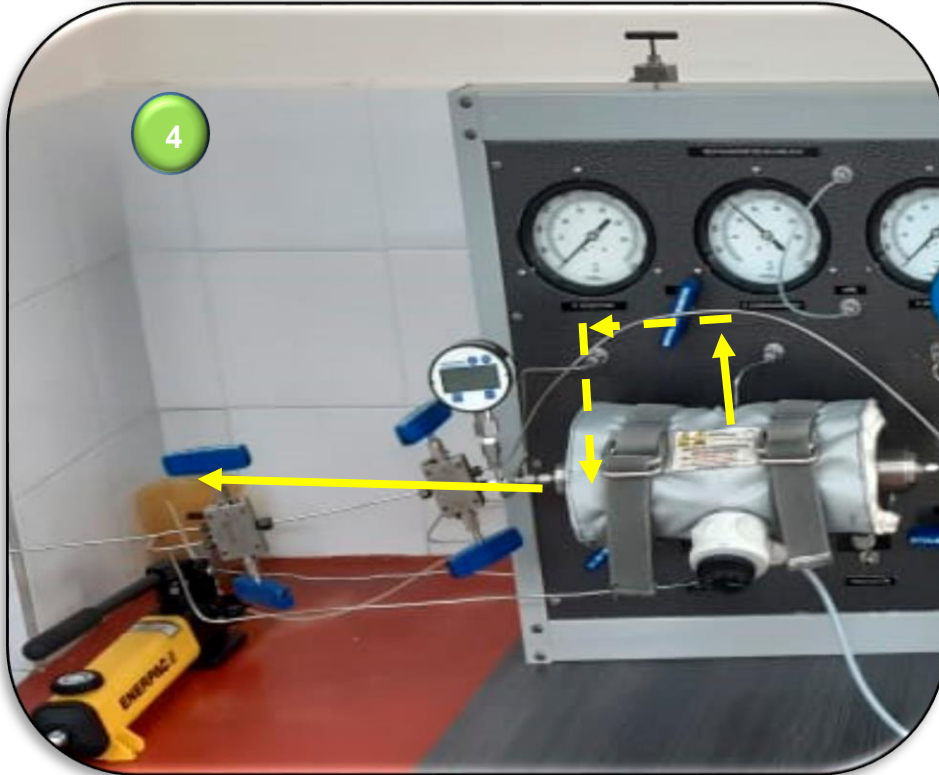
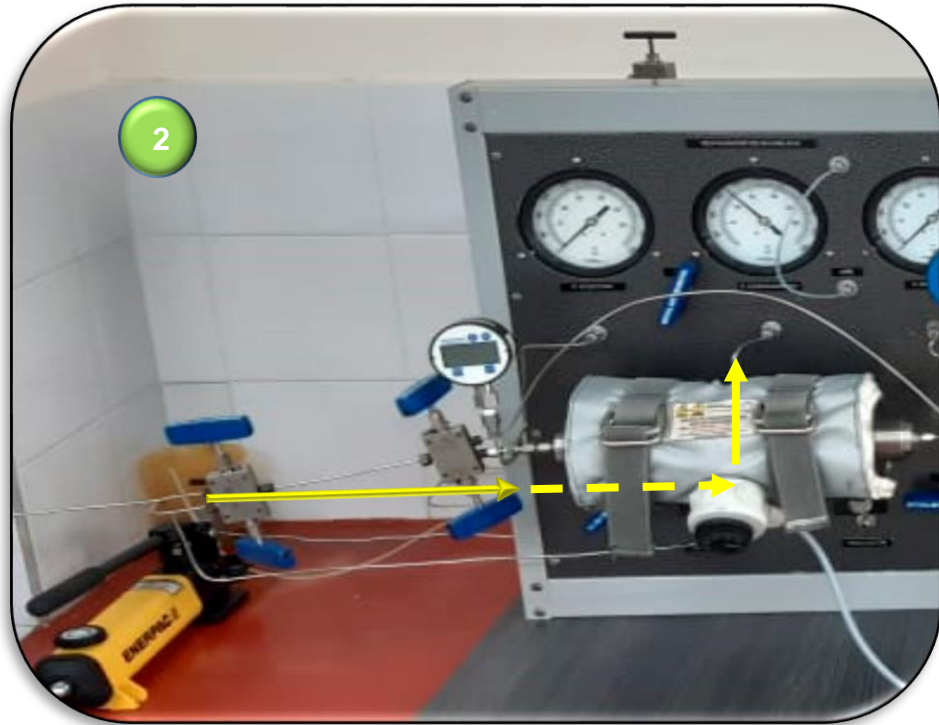
En este punto se cuenta con una manta de calentamiento para envolver el porta núcleos.



## PROCEDIMIENTO PARA APLICAR PRESIÓN DE CONFINAMIENTO

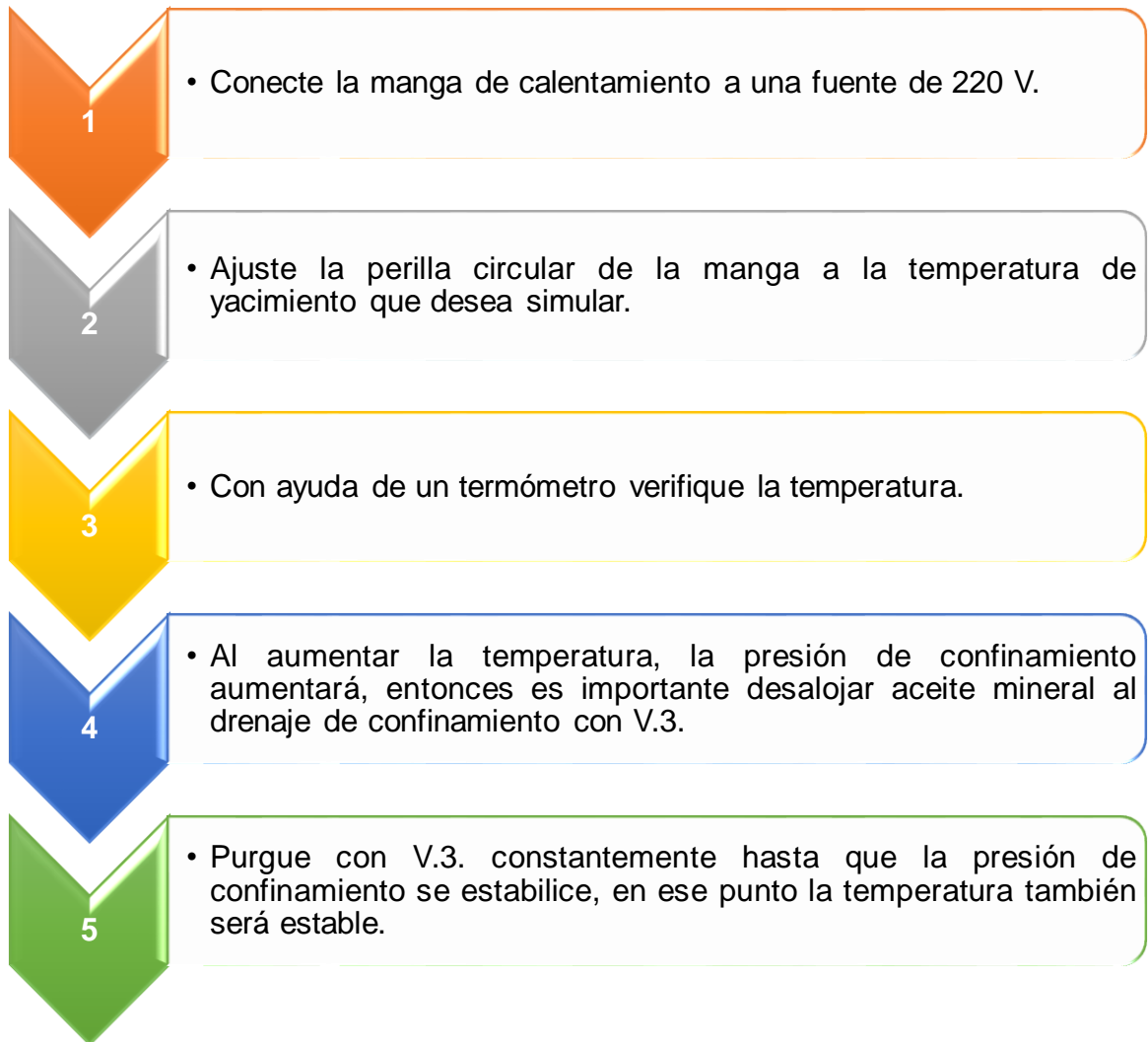
Con la finalidad de llevar la muestra a presiones representativas de yacimiento, el equipo dispone de un sistema para confinar. Este está compuesto por una bomba ENERPAC, línea acoplada a la parte inferior del coreholder, manómetro análogo para lectura de presión de confinamiento y una válvula para drenaje y alivio de presión. El procedimiento para confinar es el siguiente:

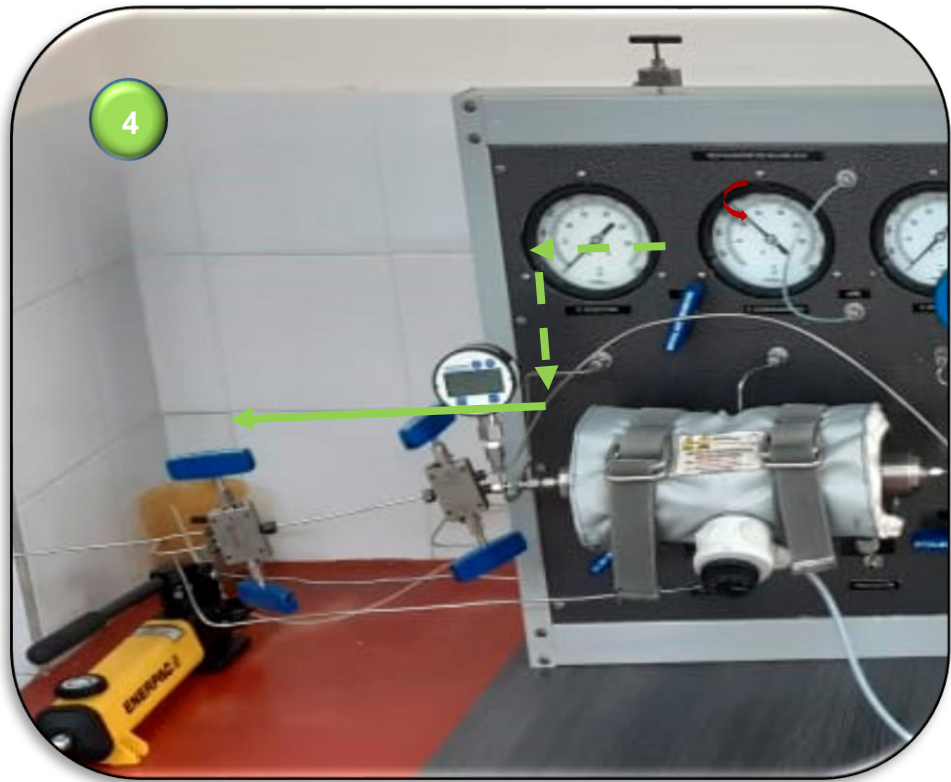




## PROCEDIMIENTO PARA AJUSTAR TEMPERATURA

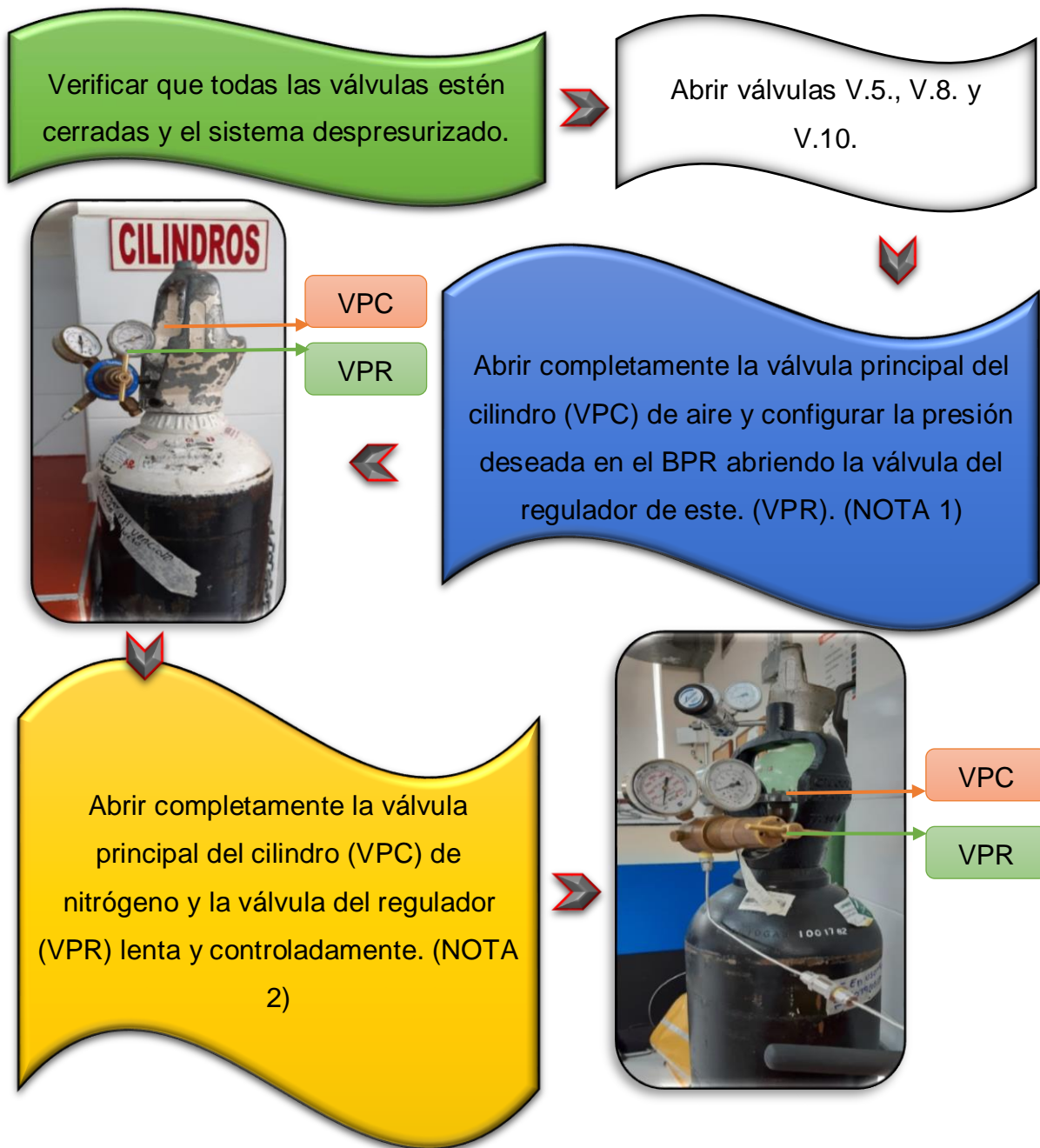
Para llevar la muestra a la temperatura de Yacimiento durante una prueba de desplazamiento, el equipo cuenta con una manta de Calentamiento ajustable con un rango de temperatura entre 50 y 300°C. Es muy importante evitar el exceso de humedad y verificar la integridad del cable de la manta, pues la instalación eléctrica debe ser trifásica a 220 V.





## PROCEDIMIENTO PARA LLEVAR LA MUESTRA A Swirr

Se busca obtener una muestra que permita simular lo mejor posible las condiciones de yacimiento, para esto se debe llevar la muestra a condiciones de Saturación de agua irreducible. El equipo cuenta con un sistema para inyección de gas que permite desalojar la salmuera de la muestra que previamente fue saturada 100% con esta.



Monitorear los manómetros digitales en inyección y producción y esperar a que la presión sea la configurada en el BPR



Monitorear la trampa de líquido cuando se supere la presión del BPR y recolectar el efluente. (NOTA 3).

Cuando cese la producción de salmuera, cerrar la válvula principal del cilindro de nitrógeno.

Cuantificar el volumen de líquido recuperado. (NOTA 4).

Calcular la Saturación de Agua irreducible de la muestra. (NOTA 5). Despresurice el sistema.



**NOTA 1:** La configuración de la presión en el BPR se realiza abriendo la válvula del regulador del cilindro de aire de manera controlada, esto hasta que el manómetro del regulador indique la presión deseada en el BPR (máx. 500 psi).

**NOTA 2:** Se debe abrir lenta y controladamente la válvula del regulador del cilindro de Nitrógeno de manera que se puede registrar con un cronómetro el tiempo de vuelta en el gasómetro, esto con la finalidad de calcular la velocidad de inyección del gas. Cuanto más se abra la válvula del regulador mayor será la velocidad de inyección del gas.

**NOTA 3:** Se dispone de un gasómetro (Wet Test Meter) para medir la velocidad de flujo del gas, esto permite cuantificar y controlar la cantidad de gas que se va a inyectar; esto depende directamente de las variables operativas que se definan para la prueba que se va a realizar y de la cantidad de gas existente en el laboratorio.

**NOTA 4:** Para cuantificar el volumen de líquido recuperado se debe disponer de recipientes aforados de alta precisión. De no ser así, se puede tomar un recipiente, conocer su peso seco, su peso con líquido recolectado y calcular la diferencia; finalmente calcular su densidad y de esta manera conocer el volumen de líquido recuperado.

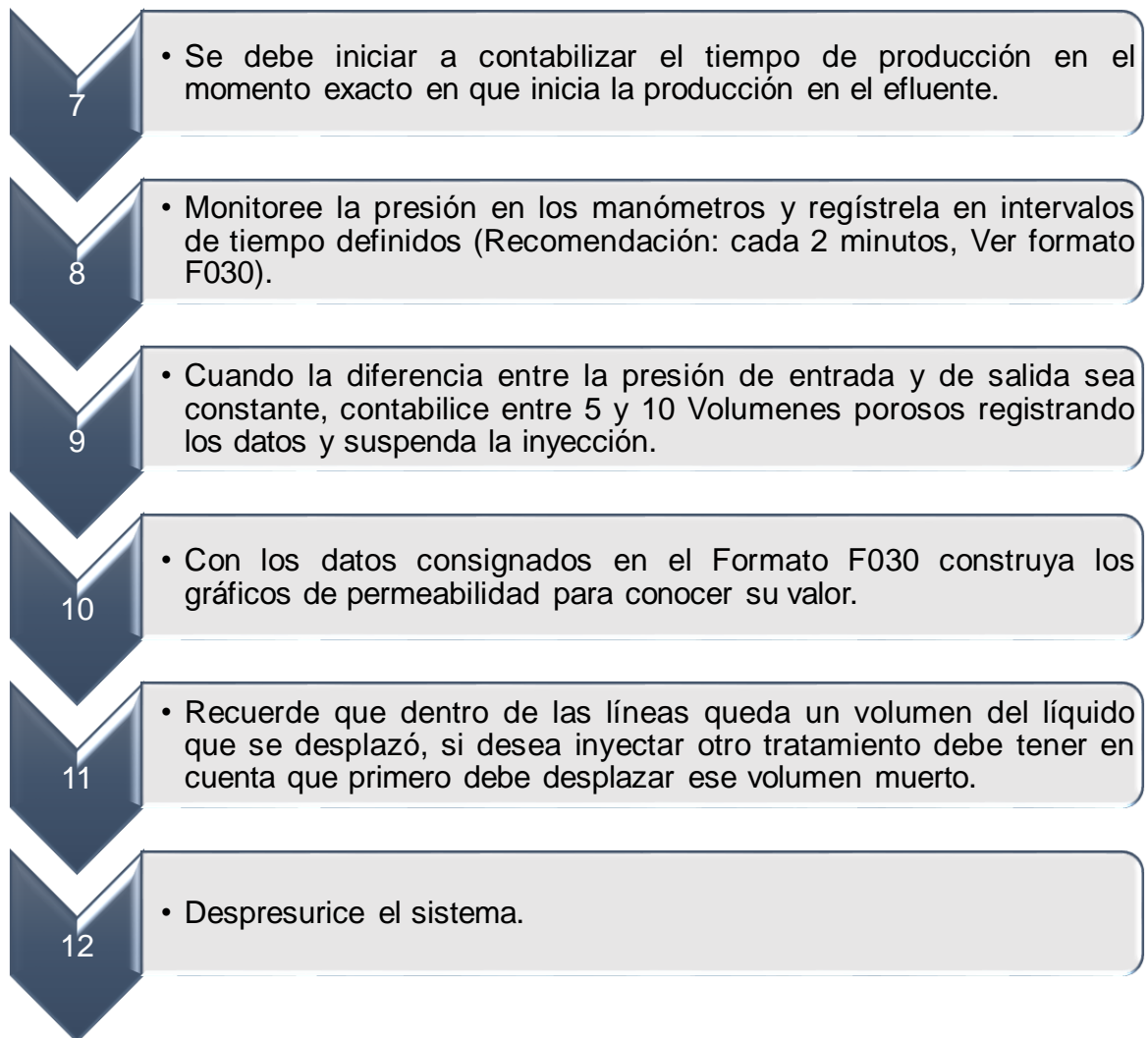
**NOTA 5:** Para calcular la Saturación de agua irreducible se realiza la diferencia entre el Volumen poroso y el volumen de salmuera recuperado, de manera que se conozca el volumen de agua que quedó contenido dentro de la muestra para usarlo en la siguiente ecuación:

$$S_{wirr} = \frac{V_{w \text{ en la muestra}}}{V_p \text{ de la muestra}} * 100$$

## PROCEDIMIENTO PARA DESPLAZAR LÍQUIDO

El equipo está configurado de manera tal que permite desplazar líquido. En este punto es importante tener en cuenta que se va a desplazar un líquido, el cual debe ser cargado previamente en el cilindro de desplazamiento como se indica en las actividades preparatorias, cada vez que se quiera cambiar el fluido de inyección se debe repetir el procedimiento de carga como se indicó con anterioridad.

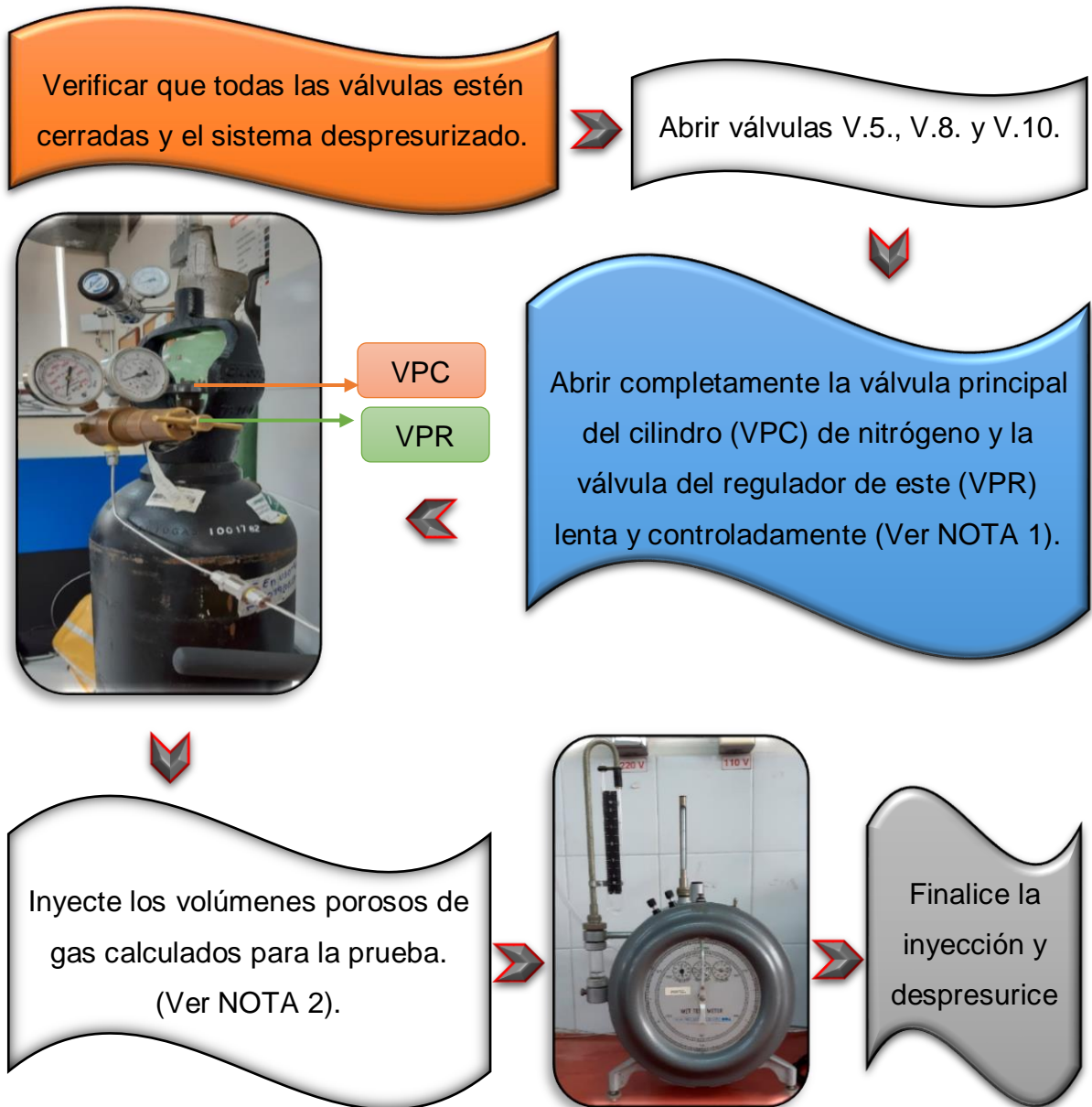
- 1 • Verifique que todas las válvulas se encuentren cerradas y el sistema este despresurizado (excepto confinamiento).
- 2 • Abra completamente la válvula del cilindro de aire conectado al BPR y posteriormente la válvula del regulador de este hasta que el manómetro indique la presión de inyección de la prueba que se desea (Máx. 500 psi).
- 3 • Configure la velocidad de la bomba de desplazamiento sin ponerla en funcionamiento.
- 4 • Suelte el conector que va ajustado al coreholder en la entrada de inyección.
- 5 • Abra las válvulas V.1., V.5. y V.8. y ponga en funcionamiento la bomba de desplazamiento hasta purgar por el conector de inyección.
- 6 • Abra la válvula V.10 y ajuste el conector de inyección al coreholder, monitoree la presión en los manómetros hasta que llegue a la presión configurada en el BPR, en este momento debe iniciar la producción.



**NOTA:** La suspensión de la inyección depende del tipo de desplazamiento que se esté realizando y de los fenómenos que se deseen experimentar. El procedimiento consignado y descrito en este Ítem da a entender la manera de inyectar líquidos a condiciones de presión y temperatura de yacimiento hasta que se tienen datos suficientes para calcular la permeabilidad de la roca. Después de conocer la permeabilidad en la roca, se procede a inyectar tratamientos químicos siguiendo el mismo procedimiento (sin despresurizar el sistema) y se recalcula la permeabilidad para conocer el daño. Al final de todos los desplazamientos se debe despresurizar el sistema.

## PROCEDIMIENTO PARA DESPLAZAR GAS

El equipo cuenta con un sistema para inyección de gas. Este cuenta con un gasómetro a la salida del efluente provisto con una cámara húmeda que permite medir la velocidad con la que se está inyectando el gas. Si se va a desplazar gas por primera vez tenga en cuenta que el sistema debe estar despresurizado y sin fluido en las líneas, pero si se va a inyectar después de un líquido inyéctelo a las condiciones de la prueba.



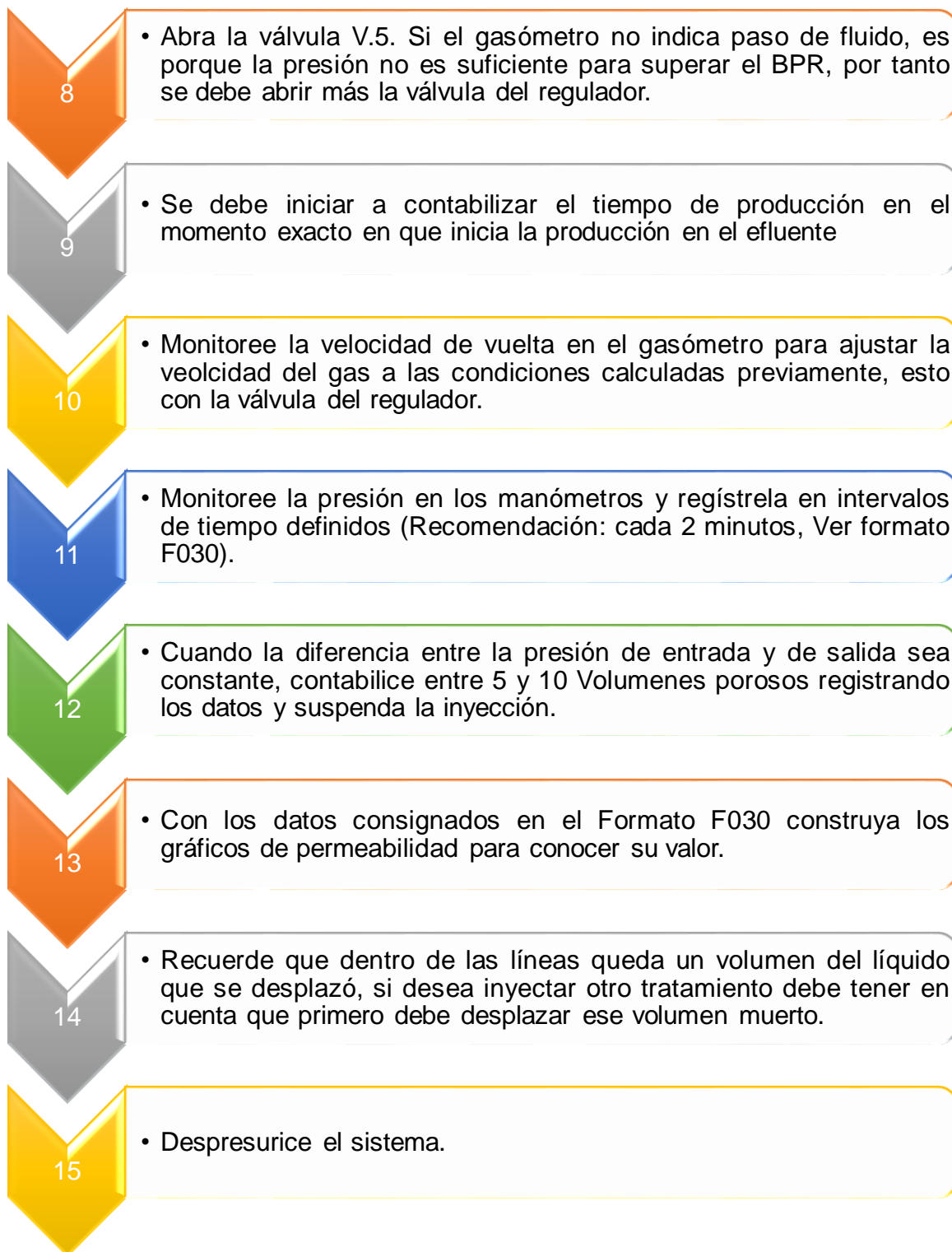
**NOTA 1:** Se debe abrir lenta y controladamente la válvula del regulador del cilindro de Nitrógeno de manera que se puede registrar con un cronómetro el tiempo de vuelta en el gasómetro, esto con la finalidad de calcular la velocidad de inyección del gas. Cuanto más se abra la válvula del regulador mayor será la velocidad de inyección del gas.

**NOTA 2:** Los volúmenes porosos de gas inyectados se deben calcular llevando el caudal de gas medido en el gasómetro, a las condiciones de presión de confinamiento y temperatura de la prueba, para después hacer la relación con el volumen poroso de la muestra.

## PROCEDIMIENTO PARA DESPLAZAR LÍQUIDO Y GAS SIMULTÁNEAMENTE








Básicamente este procedimiento se utiliza en pruebas especiales, en las que se necesite enviar un líquido disperso en la corriente de gas.

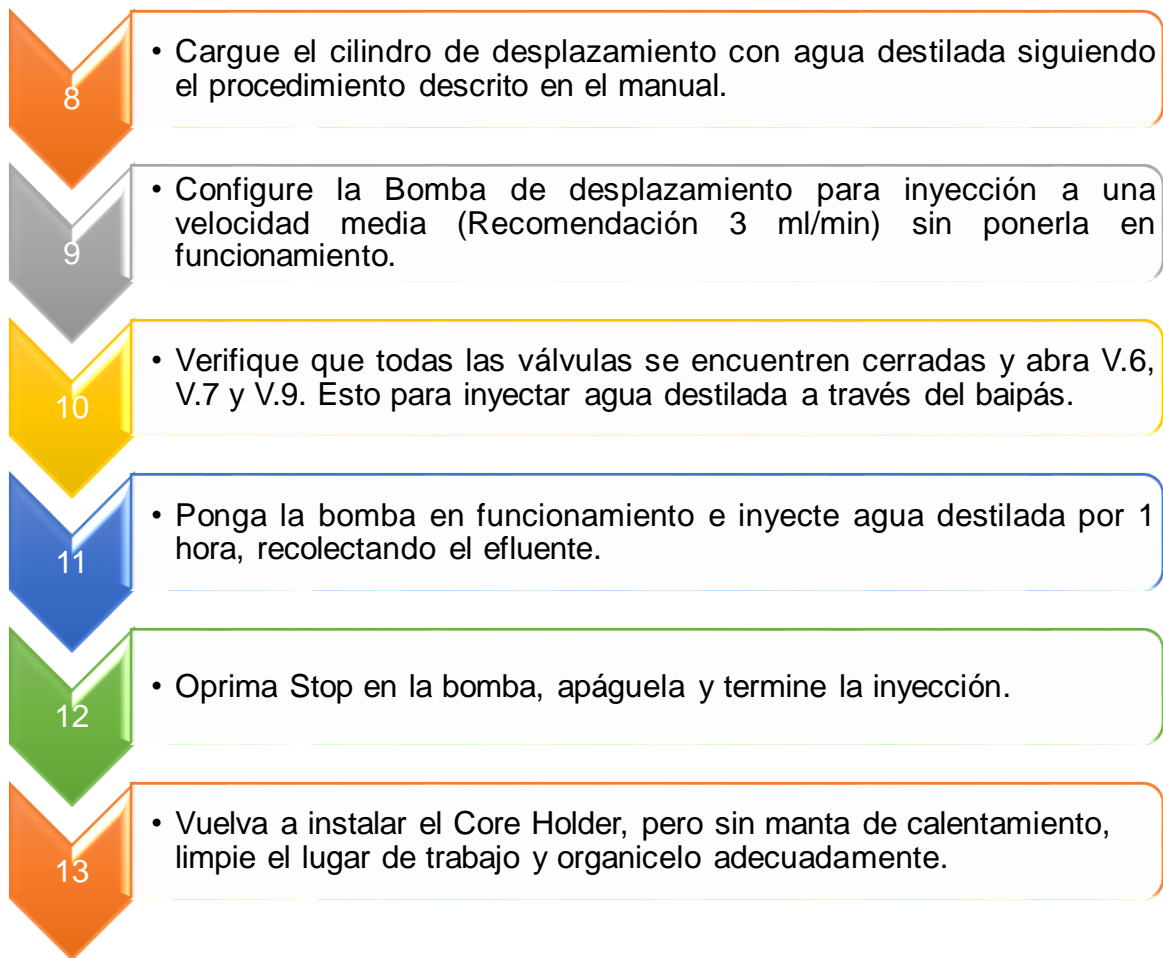




## DESMONTAJE DE LA MUESTRA Y LIMPIEZA DEL EQUIPO

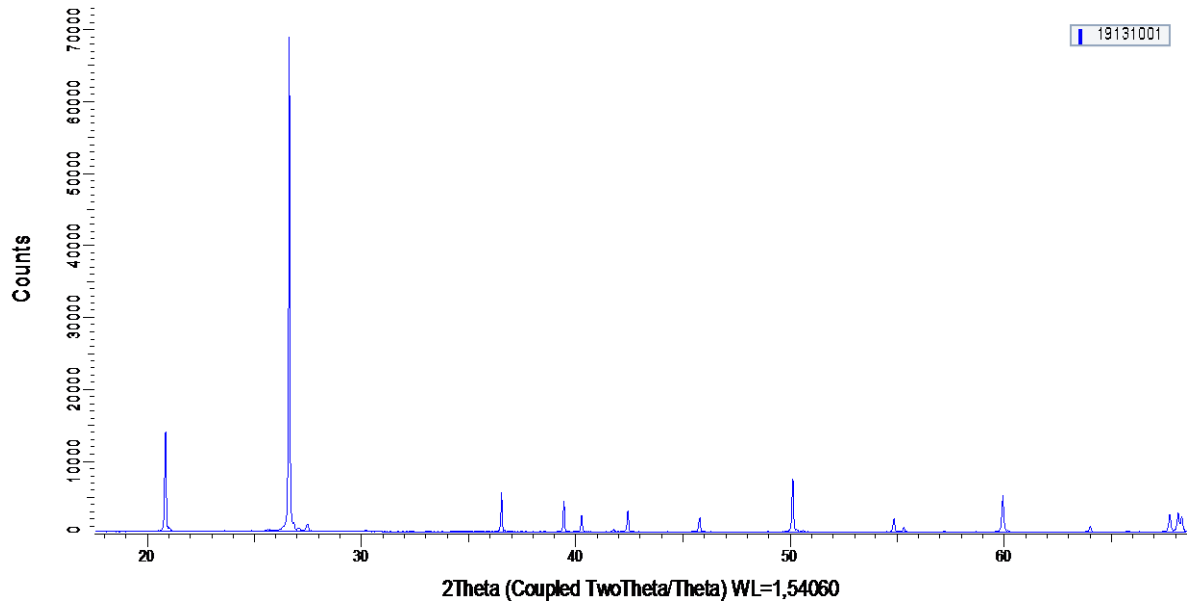
Cuando se finalizan los desplazamientos es importante limpiar las líneas y todas las partes que componen el equipo. En ocasiones se inyectan tratamientos que producen incrustaciones y pueden contaminar otros desplazamientos, produciendo incertidumbre al momento de realizar las mediciones.

-  1 • Cierre la perilla de control de temperatura de la manta de calentamiento y desconéctela. Espere hasta que el sistema disminuya su temperatura.
-  2 • Con las líneas de inyección y producción despresurizadas, abra la válvula V.3. para aliviar la presión en el porta núcleos por la línea de drenaje de confinamiento.
-  3 • Suelte los conectores superior e inferior del porta núcleos y los de inyección y producción.
-  4 • Baje el Core Holder, tenga presente que tiene parte de aceite mineral, por tanto, debe tener un recipiente para desalojarlo. Desenvuelva la manta.
-  5 • Suelte parcialmente los cabezotes del Core Holder, suelte por completo los tornillos de inyección y producción y termine de soltar los cabezotes. Esto en un lugar apto para la limpieza de los accesorios.
-  6 • De manera cuidadosa, empuje el núcleo de muestra fuera del cuerpo del Core Holder y almacénalo en una Tara para evitar contaminación.
-  7 • Lave todos los accesorios del Core Holder, estos presentarán quemaduras debido a las altas temperaturas a las que se exponen, pero con un adecuado lavado estas manchas desaparecerán.

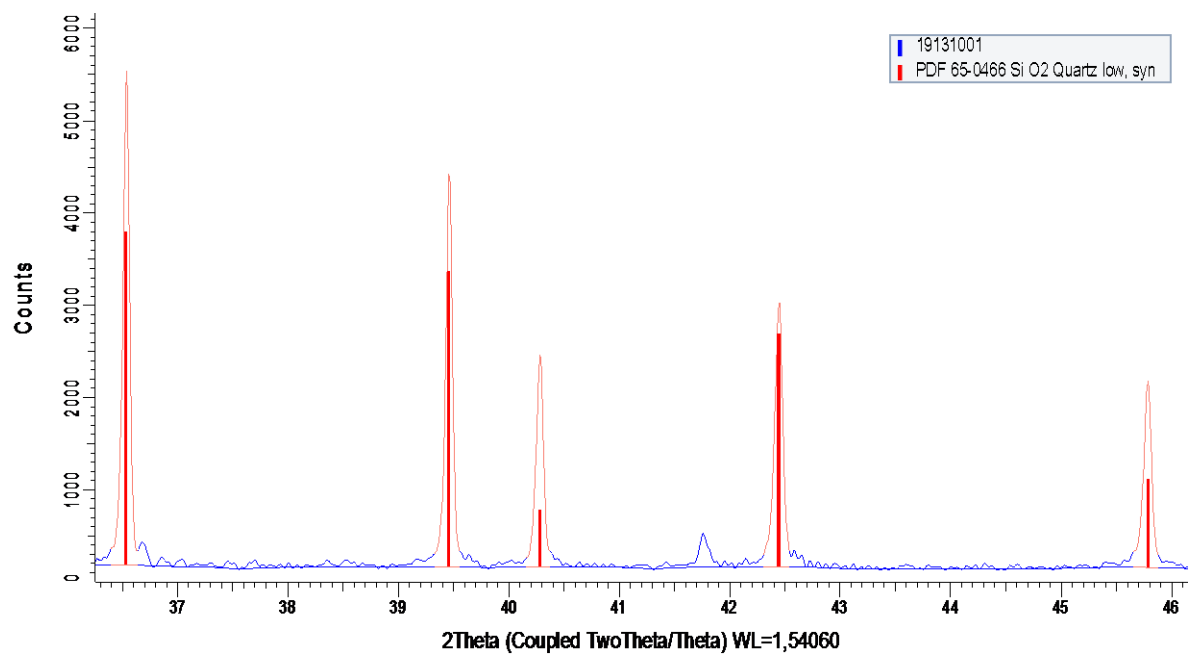


### Anexo C. Resultados de la prueba de DRX

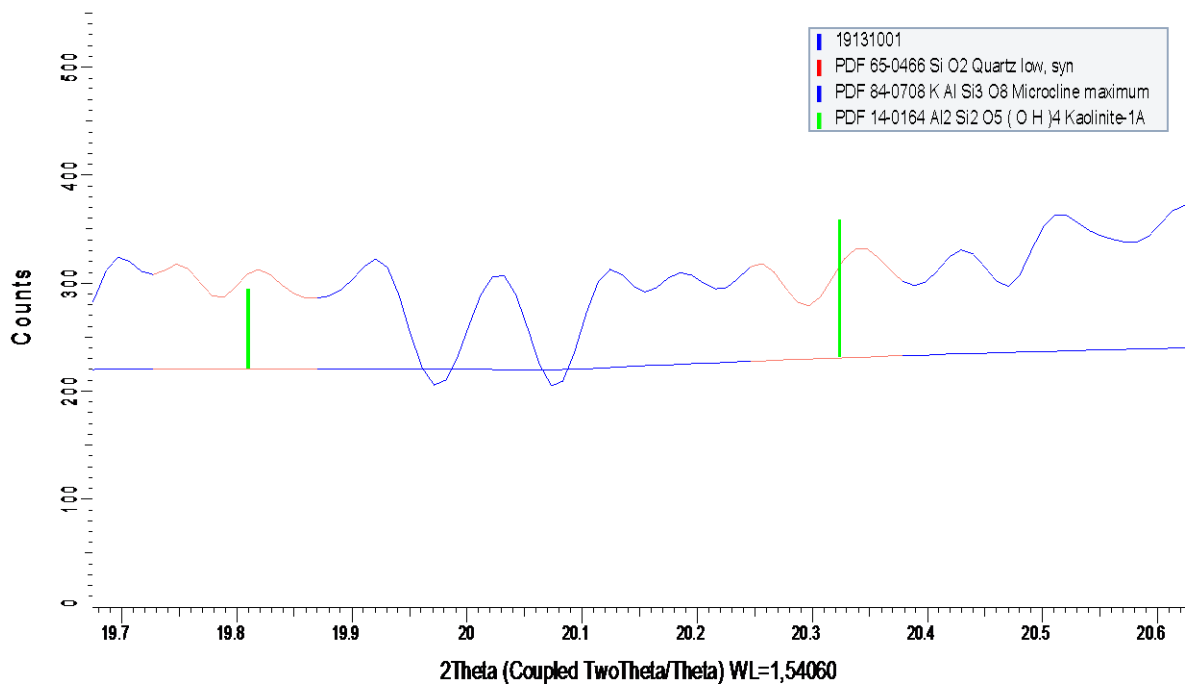
- Perfil DRX de la muestra 19131001 correspondiente a Arenisca Berea Nugger



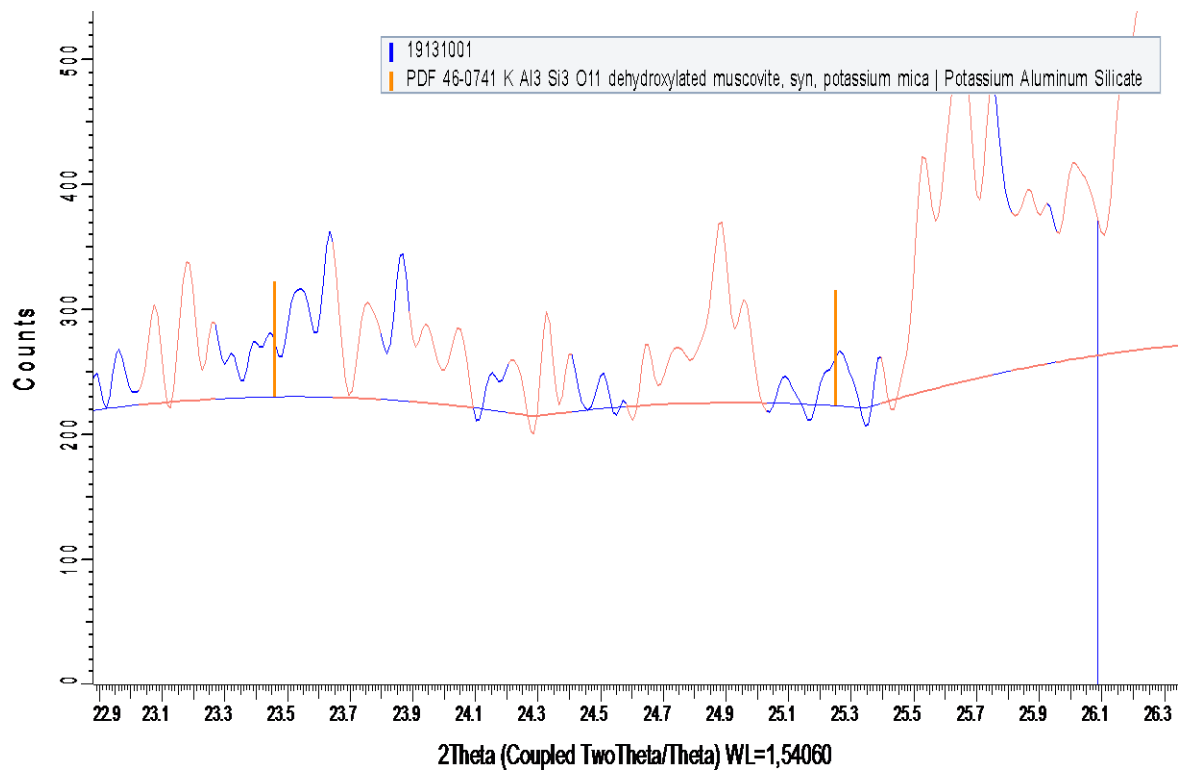
- Ajuste de los picos del mineral Quartz 65-0466, correspondiente a la presencia de Cuarzo en la muestra



- Identificación de la Caolinita dentro del perfil de la Berea Nugger



- **Ajuste de la moscovita al difractograma de la muestra Berea Nugger**



#### Anexo D. Tablas de cálculo de la incertidumbre

- Componentes de incertidumbre tipo (A) a 1,5 cc/min en  $k_{abs}$

Magnitud de Entrada	Fuente de Incertidumbre	Valor Estimado
$P_i$	Incertidumbre tipo A	0,07855452 (psi)
$P_p$		0,07741317 (psi)

- Componentes de incertidumbre tipo (A) a 2 cc/min en  $k_{abs}$

Magnitud de Entrada	Fuente de Incertidumbre	Valor Estimado
$P_i$	Incertidumbre tipo A	0,072201952 (psi)
$P_p$		0,071665624 (psi)

- Componentes de incertidumbre tipo (A) a 1 cc/min en  $k_{efe}$

Magnitud de Entrada	Fuente de Incertidumbre	Valor Estimado
$P_i$	Incertidumbre tipo A	0,079662751 (psi)
$P_p$		0,096076892 (psi)

- Componentes de incertidumbre tipo (A) a 1,5 cc/min en  $k_{efe}$

Magnitud de Entrada	Fuente de Incertidumbre	Valor Estimado
$P_i$	Incertidumbre tipo A	0,083333333 (psi)
$P_p$		0,075757576 (psi)

- Componentes de incertidumbre tipo (A) a 2 cc/min en  $k_{efe}$

Magnitud de Entrada	Fuente de Incertidumbre	Valor Estimado
$P_i$	Incertidumbre tipo A	0,12489996 (psi)
$P_p$		0,11944315 (psi)

- Coeficientes de sensibilidad para las componentes de incertidumbre tipo A de la presión en  $K_{abs}$

Q	Mesurando Evaluado	Modelo matemático	Coefficiente de Sensibilidad	Valor
1 cc/min	K	$K = \frac{245 * Q * \mu * L}{(P_i - P_p) * A}$	$\frac{\partial K}{\partial P_i} = -\frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	-126,9113

			$\frac{\partial \Delta P}{\partial P_p} = \frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	126,9113
1,5 cc/min	K	$K = \frac{245 * Q * \mu * L}{(P_i - P_p) * A}$	$\frac{\partial K}{\partial P_i} = -\frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	-48,0291
			$\frac{\partial \Delta P}{\partial P_p} = \frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	48,0291
2 cc/min	K	$K = \frac{245 * Q * \mu * L}{(P_i - P_p) * A}$	$\frac{\partial K}{\partial P_i} = -\frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	-42,2820
			$\frac{\partial \Delta P}{\partial P_p} = \frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	42,2820

- **Coefficientes de sensibilidad para las componentes de incertidumbre tipo A de la presión en  $K_{efe}$**

Q	Mesurando Evaluado	Modelo matemático	Coefficiente de Sensibilidad	Valor
1 cc/min	K	$K = \frac{245 * Q * \mu * L}{(P_i - P_p) * A}$	$\frac{\partial K}{\partial P_i} = -\frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	-30,1990
			$\frac{\partial \Delta P}{\partial P_p} = \frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	30,1990
1,5 cc/min	K	$K = \frac{245 * Q * \mu * L}{(P_i - P_p) * A}$	$\frac{\partial K}{\partial P_i} = -\frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	-21,0288
			$\frac{\partial \Delta P}{\partial P_p} = \frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	21,0288
2 cc/min	K	$K = \frac{245 * Q * \mu * L}{(P_i - P_p) * A}$	$\frac{\partial K}{\partial P_i} = -\frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	-13,0734
			$\frac{\partial \Delta P}{\partial P_p} = \frac{245 * Q * \mu * l}{(P_i - P_p)^2}$	13,0734

## **Anexo E Procedimiento para calcular la incertidumbre de medida**

### **Especificación del Medurando**

El daño ocasionado por la inyección de surfactante depende de la permeabilidad, por lo que el medurando utilizado fue la permeabilidad.

### **Identificar las fuentes de incertidumbre**

La fuente hace referencia a la definición misma del medurando. Se define a partir de un modelo matemático.

### **Calcular cada componente de la incertidumbre**

El componente permite definir en qué cantidad afecta cada fuente a la incertidumbre de la medida realizada. Existen dos tipos de evaluación de incertidumbre. La evaluación tipo A obtiene la incertidumbre a partir de una dispersión de los datos obtenidos de observaciones repetidas bajo condiciones de medida constantes.

Para este caso el mejor estimado de la componente de una fuente de incertidumbre es la media aritmética  $\bar{q}$  de las magnitudes obtenidas de diferentes observaciones ( $q_k$ ).

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k$$

En el caso del cálculo de permeabilidad  $q_k$  se refiere a los datos de presión obtenidos en las pruebas. La medida de adsorción dinámica es diferente, pues los datos usados en su cálculo no varían en un rango específico, es decir, no tienen comportamiento lineal entonces no existe componente tipo A de incertidumbre.

Las observaciones de los datos obtenidos tienen variaciones aleatorias, presentan una dispersión de datos o desviación estándar y está dada por:

$$s(qk) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (qj - \bar{q})^2}$$

Finalmente, la desviación estándar de la media de los datos se conoce como componente de incertidumbre tipo A y se define así:

$$s(\bar{q}) = \sqrt{\frac{s^2(qk)}{n}} = \frac{s(qk)}{\sqrt{n}}$$

La incertidumbre tipo B no contempla datos obtenidos de observaciones repetidas. Esta se establece a través de información científica basada en toda la información disponible ya sea en datos de otros estudios o en textos asociados acerca de la variabilidad posible de la fuente de incertidumbre. Su cálculo se realiza a través de distribuciones de probabilidad (normal, rectangular, triangular, tstudent, entre otras). Este tipo de incertidumbre sí puede ser aplicado a la medida de la adsorción dinámica, pues se cuenta con valores de esta reportados en la literatura. Sin embargo, estos valores deben estar reportados a condiciones de medida equivalentes. Los estudios de adsorción dinámica con el tensoactivo disperso son recientes, razón por la cual, en la literatura estudiada, se encontraron medidas de adsorción dinámica a condiciones de presión y temperatura más altas, por lo que no se pudo estimar la incertidumbre tipo B asociada a la medida obtenida en el desarrollo de este proyecto.

Los certificados de calibración y la resolución de los equipos son otra fuente de incertidumbre tipo B. En el caso de los equipos usados para el montaje experimental, no contaban con estos certificados, por lo que esta incertidumbre no se pudo asociar al desarrollo experimental.

### **Calcular la incertidumbre combinada**

Todas las componentes calculadas aportan a la incertidumbre final. Se deben tener en cuenta todas las magnitudes que contribuyen al resultado final.

Teniendo en cuenta el desarrollo en serie de Taylor de primer orden en torno al valor esperado, gracias a las propiedades de la varianza se puede obtener la ley de propagación de incertidumbres.

$$u_c^2(qk) = \sum_{i=1}^N \left[ \frac{\partial f}{\partial q_i} \right]^2 u^2(q_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial q_i} \frac{\partial f}{\partial q_j} u(q_i, q_j)$$

$$u_c^2(qk) = \sum_{i=1}^N [c_i u(q_i)]^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(q_i) u(q_j) r(q_i, q_j)$$

Los términos  $c_i, c_j$  se refieren al peso que supone cada una de las magnitudes en el resultado final de incertidumbre (coeficientes de sensibilidad). El segundo término correlaciona la influencia de unas magnitudes sobre otras a través de la covarianza. Si las magnitudes de entrada son independientes puede simplificarse la ecuación, desapareciendo el segundo término.

Los coeficientes de sensibilidad se obtienen derivando parcialmente el modelo matemático del mesurando con respecto a cada una de las magnitudes que aporten incertidumbre en el desarrollo de los ensayos para el caso de magnitudes independientes entre sí.

$$\frac{\partial f}{\partial (x_i)}$$

## Anexo F. Resultados de la prueba de compatibilidad de Fluidos

- Resultados compatibilidad de Surfactante/Salmuera a 90°C en una proporción de 25/75 en volumen

FECHA		2019/04/24		PROYECTO		Tesis Adsorción	
MUESTRA		POZO		t0	8:59	OBSERVACIONES	COMENTARIOS
Petro Step C1				%Rompimiento fases		No se observa	
				%Emulsión		100%	
CRUDO		SALMUERA		Aspecto solución		Transparente	
		5000 ppm KCl		Interfase		No se observa	
				Detergencia		Buena	
PROPORCIÓN		25:75		Turbidez		Baja	
				Precipitado		NINGUNO	
						Se formó espuma	
t1 (30 min)	9:29	OBSERVACIONES	COMENTARIOS	t2 (1 hora)	9:59	OBSERVACIONES	COMENTARIOS
%Rompimiento fases		No se observa		%Rompimiento fases		No se observa	
%Emulsión		100%		%Emulsión		100%	
Aspecto solución		Transparente		Aspecto solución		Transparente	
Interfase		No se observa		Interfase		No se observa	
Detergencia		Buena		Detergencia		Buena	
Turbidez		Baja		Turbidez		Baja	
Precipitado		NINGUNO		Precipitado		NINGUNO	
t3 (2 horas)	10:59	OBSERVACIONES	COMENTARIOS	t4 (4 horas)	12:59	OBSERVACIONES	COMENTARIOS
%Rompimiento fases		No se observa		%Rompimiento fases		No se observa	
%Emulsión		100%		%Emulsión		100%	
Aspecto solución		Transparente		Aspecto solución		Transparente	
Interfase		No se observa		Interfase		No se observa	
Detergencia		Buena		Detergencia		Buena	
Turbidez		Baja		Turbidez		Baja	
Precipitado		NINGUNO		Precipitado		NINGUNO	
t5 (6 horas)	14:59	OBSERVACIONES	COMENTARIOS	t6 (24 horas)	8:59	OBSERVACIONES	COMENTARIOS
%Rompimiento fases		No se observa		%Rompimiento fases		No se observa	

<i>%Emulsión</i>	100%		<i>%Emulsión</i>	100%	No se presentaron precipitados a la temperatura de prueba, por lo que se determinó compatibilidad.
<i>Aspecto solución</i>	Transparente		<i>Aspecto solución</i>	Transparente	
<i>Interfase</i>	No se observa		<i>Interfase</i>	No se observa	
<i>Detergencia</i>	Buena		<i>Detergencia</i>	Buena	
<i>Turbidez</i>	Baja		<i>Turbidez</i>	Baja	
<i>Precipitado</i>	NINGUNO		<i>Precipitado</i>	NINGUNO	

• **Resultados compatibilidad de Surfactante/Salmuera a 90°C en una proporción de 50/50 en volumen**

FECHA		2019/04/24		PROYECTO		Tesis Adsorción				
MUESTRA		POZO		t0		9:03	OBSERVACIONES	COMENTARIOS		
Petro Step C1				<i>%Rompimiento fases</i>		No se observa		Se formó espuma		
				<i>%Emulsión</i>		100%				
CRUDO		SALMUERA		<i>Aspecto solución</i>		Transparente				
		5000 ppm		<i>Interfase</i>		No se observa				
				<i>Detergencia</i>		Buena				
PROPORCIÓN		50:50		<i>Turbidez</i>		Baja				
				<i>Precipitado</i>		NINGUNO				
t1 (30 min)		9:33	OBSERVACIONES	COMENTARIOS	t2 (1 hora)		10:03		OBSERVACIONES	COMENTARIOS
<i>%Rompimiento fases</i>		No se observa				<i>%Rompimiento fases</i>			No se observa	
<i>%Emulsión</i>		100%				<i>%Emulsión</i>			100%	
<i>Aspecto solución</i>		Transparente				<i>Aspecto solución</i>		Transparente		
<i>Interfase</i>		No se observa				<i>Interfase</i>		No se observa		
<i>Detergencia</i>		Buena				<i>Detergencia</i>		Buena		
<i>Turbidez</i>		Baja				<i>Turbidez</i>		Baja		
<i>Precipitado</i>		NINGUNO				<i>Precipitado</i>		NINGUNO		
t3 (2 horas)		11:03	OBSERVACIONES	COMENTARIOS	t4 (4 horas)		13:03	OBSERVACIONES	COMENTARIOS	
<i>%Rompimiento fases</i>		No se observa				<i>%Rompimiento fases</i>		No se observa		
<i>%Emulsión</i>		100%				<i>%Emulsión</i>		100%		
<i>Aspecto solución</i>		Transparente				<i>Aspecto solución</i>		Transparente		

<i>Interfase</i>	No se observa			<i>Interfase</i>	No se observa		
<i>Detergencia</i>	Buena			<i>Detergencia</i>	Buena		
<i>Turbidez</i>	Baja			<i>Turbidez</i>	Baja		
<i>Precipitado</i>	NINGUNO			<i>Precipitado</i>	NINGUNO		
<b>t5 (6 horas)</b>	15:03	<b>OBSERVACIONES</b>	<b>COMENTARIOS</b>	<b>t6 (24 horas)</b>	9:03	<b>OBSERVACIONES</b>	<b>COMENTARIOS</b>
<i>%Rompimiento fases</i>	No se observa			<i>%Rompimiento fases</i>	No se observa		No se presentaron precipitados a la temperatura de prueba, por lo que se determinó compatibilidad.
<i>%Emulsión</i>	100%			<i>%Emulsión</i>	100%		
<i>Aspecto solución</i>	Transparente			<i>Aspecto solución</i>	Transparente		
<i>Interfase</i>	No se observa			<i>Interfase</i>	No se observa		
<i>Detergencia</i>	Buena			<i>Detergencia</i>	Buena		
<i>Turbidez</i>	Baja			<i>Turbidez</i>	Baja		
<i>Precipitado</i>	NINGUNO			<i>Precipitado</i>	NINGUNO		

- **Resultados compatibilidad de Surfactante/Salmuera a 90°C en una proporción de 75/25 en volumen**

<b>FECHA</b>		2019/04/24		<b>PROYECTO</b>		<b>Tesis Adsorción</b>		
<b>MUESTRA</b>		<b>POZO</b>		<b>t0</b>	9:08	<b>OBSERVACIONES</b>	<b>COMENTARIOS</b>	
Petro Step C1				<i>%Rompimiento fases</i>		No se observa	Se formó espuma	
				<i>%Emulsión</i>		100%		
<b>CRUDO</b>		<b>SALMUERA</b>		<i>Aspecto solución</i>		Transparente		
		5000 ppm		<i>Interfase</i>		No se observa		
				<i>Detergencia</i>		Buena		
				<i>Turbidez</i>		Baja		
<b>PROPORCIÓN</b>		75:25		<i>Precipitado</i>		NINGUNO		
<b>t1 (30 min)</b>	9:38	<b>OBSERVACIONES</b>	<b>COMENTARIOS</b>	<b>t2 (1 hora)</b>	10:08	<b>OBSERVACIONES</b>		<b>COMENTARIOS</b>
<i>%Rompimiento fases</i>		No se observa		<i>%Rompimiento fases</i>		No se observa		
<i>%Emulsión</i>		100%		<i>%Emulsión</i>		100%		
<i>Aspecto solución</i>		Transparente		<i>Aspecto solución</i>		Transparente		
<i>Interfase</i>		No se observa		<i>Interfase</i>		No se observa		
<i>Detergencia</i>		Buena		<i>Detergencia</i>		Buena		

<i>Turbidez</i>	Baja			<i>Turbidez</i>	Baja		
<i>Precipitado</i>	NINGUNO			<i>Precipitado</i>	NINGUNO		
<b>t3 (2 horas)</b>	11:08	<b>OBSERVACIONES</b>	<b>COMENTARIOS</b>	<b>t4 (4 horas)</b>	13:08	<b>OBSERVACIONES</b>	<b>COMENTARIOS</b>
<i>%Rompimiento fases</i>	No se observa			<i>%Rompimiento fases</i>	No se observa		
<i>%Emulsión</i>	100%			<i>%Emulsión</i>	100%		
<i>Aspecto solución</i>	Transparente			<i>Aspecto solución</i>	Transparente		
<i>Interfase</i>	No se observa			<i>Interfase</i>	No se observa		
<i>Detergencia</i>	Buena			<i>Detergencia</i>	Buena		
<i>Turbidez</i>	Baja			<i>Turbidez</i>	Baja		
<i>Precipitado</i>	NINGUNO			<i>Precipitado</i>	NINGUNO		
<b>t5 (6 horas)</b>	15:08	<b>OBSERVACIONES</b>	<b>COMENTARIOS</b>	<b>t6 (24 horas)</b>	9:08	<b>OBSERVACIONES</b>	<b>COMENTARIOS</b>
<i>%Rompimiento fases</i>	No se observa			<i>%Rompimiento fases</i>	No se observa		No se presentaron precipitados a la temperatura de prueba, por lo que se determinó compatibilidad.
<i>%Emulsión</i>	100%			<i>%Emulsión</i>	100%		
<i>Aspecto solución</i>	Transparente			<i>Aspecto solución</i>	Transparente		
<i>Interfase</i>	No se observa			<i>Interfase</i>	No se observa		
<i>Detergencia</i>	Buena			<i>Detergencia</i>	Buena		
<i>Turbidez</i>	Baja			<i>Turbidez</i>	Alta		
<i>Precipitado</i>	NINGUNO			<i>Precipitado</i>	NINGUNO		