

**METODOLOGÍA PARA CORRELACIONAR PROPIEDADES ELÁSTICAS DE  
ROCAS SHALE, MEDIDAS EN DIFERENTES ESCALAS DE OBSERVACIÓN**

**DIEGO ARMANDO HERNÁNDEZ DURÁN**

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

**2013**

**METODOLOGÍA PARA CORRELACIONAR PROPIEDADES ELÁSTICAS DE  
ROCAS SHALE, MEDIDAS EN DIFERENTES ESCALAS DE OBSERVACIÓN**

**DIEGO ARMANDO HERNÁNDEZ DURÁN**

**Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero de petróleos**

**Director**

**Ph.D. ZULY H. CALDERÓN CARRILLO**

**Co-Director**

**Ing. YAIR ANDRÉS QUINTERO PEÑA**

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

**2013**

## **AGRADECIMIENTOS**

El autor extiende sus agradecimientos a:

La Universidad Industrial de Santander por brindarme la oportunidad de crecer personal y académicamente.

El grupo de investigación “Estabilidad de pozo” por la oportunidad de realizar este trabajo.

La Doctora Zuly Calderón, Ingeniero Yair Quintero Peña, Ingeniera Deyna Martínez Díaz, y demás profesionales del Grupo de investigación estabilidad de pozo y del laboratorio Mecánica de rocas por sus valiosos consejos, colaboración oportuna y guía durante el trabajo.

Al instituto Colombiano del Petróleo ICP, por facilitar sus Instalaciones y los recursos para el desarrollo de esta investigación.

A Mis compañeros de Pregrado, por su constante apoyo y motivación durante mi formación.

## **DEDICATORIA**

A Dios y a la Virgen María por permitir concluir con éxito esta etapa de mi vida.

A mis padres, Armando Hernández y Flor Duran por su amor y apoyo incondicional brindado.

A mis hermanos Marisol, Oscar y Eduardo, por su apoyo y ánimo para salir adelante y culminar mis estudios universitarios.

A mis familiares y amigos quienes me brindaron su cariño y amistad durante mi formación.

Diego Armando Hernández D.

## TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN .....	15
1. ASPECTOS GENERALES DE GEOMECÁNICA .....	19
1.1. GEOMECÁNICA APLICADA A LA INDUSTRIA DEL PETRÓLEO .....	19
1.2. PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS ROCAS .....	19
1.3. PARÁMETROS ELÁSTICOS.....	20
1.3.1. Módulos Elásticos .....	23
1.4. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES ELÁSTICAS DE LAS ROCAS EN LABORATORIO .....	25
1.4.1. Mediciones Dinámicas (Módulos Dinámicos) .....	26
1.4.2. Mediciones Estáticas (Módulos Estáticos) .....	30
1.4.3. Diferencias entre los Módulos Elásticos Estáticos y Dinámicos .....	32
1.5. ROCAS SEDIMENTARIAS.....	33
1.5.1. ROCAS SHALE.....	35
2. TÉCNICA DE INDENTACIÓN.....	38
2.1. PRINCIPIO DE LA PRUEBA DE INDENTACIÓN.....	39
2.2. ENSAYOS DE INDENTACIÓN INSTRUMENTADA.....	41
2.3. EQUIPO DE INDENTACIÓN EMPLEADO.....	45
3. ÁREA DE ESTUDIO .....	53
3.1. FORMACIÓN LA LUNA .....	53
3.2. DESCRIPCIÓN DE LAS MUESTRAS EMPLEADAS EN ESTA INVESTIGACIÓN.....	54
4. ANÁLISIS DE LAS CURVAS DE INDENTACIÓN.....	58
4.1. METODOLOGÍA PARA EL CÁLCULO DE LOS PARÁMETROS DE INDENTACIÓN DEL PROYECTO .....	61
4.2. INFLUENCIA DE LA FUERZA MÁXIMA SOBRE LOS DATOS DE DESCARGA.....	67
4.3. RESULTADOS DEL ANÁLISIS DE LAS CURVAS DE INDENTACIÓN ...	74

4.4.	CORRELACIONES EXPERIMENTALES ENTRE EL MÓDULO DE YOUNG DINÁMICO (Ed) Y LOS PARÁMETROS DE INDENTACIÓN PARA LAS MUESTRAS DE SHALE EXTRAÍDAS DE LA FORMACIÓN LA LUNA. ....	77
4.4.1.	Construcción de correlaciones experimentales.....	79
5.	APLICACIÓN DE LA CORRELACIÓN EXPERIMENTAL EN MUESTRAS DE SHALE OBTENIDAS PARA LA FORMACIÓN LA LUNA A DIFERENTES PROFUNDIDADES.....	84
5.1.	METODOLOGÍA RECOMENDADA PARA EL DESARROLLO Y APLICACIÓN DE LAS CORRELACIONES EXPERIMENTALES ENTRE PARÁMETROS DE INDENTACIÓN Y EL MÓDULO DE YOUNG DINÁMICO.....	87
6.	CONCLUSIONES .....	89
7.	RECOMENDACIONES .....	91
8.	BIBLIOGRAFÍA .....	92
9.	ANEXOS .....	98

## LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Algunas relaciones entre los módulos elásticos.....	25
Tabla 2. Función de área para diferentes geometrías de indentador.....	45
Tabla 3. Especificaciones técnicas del equipo de indentación TA-HD.....	46
Tabla 4. Información disponible para la determinación de las constantes elásticas .....	55
Tabla 5. Base de datos construida a partir de las mediciones de velocidades de onda (S, P) y la densidad aparente de las muestras. ....	55
Tabla 6. Conjunto de muestras empleadas para el desarrollo de las correlaciones donde se indica los puntos indentados y la fuerza máxima alcanzada para cada uno de ellos.....	56
Tabla 7. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200828581 .....	68
Tabla 8. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200833893 .....	68
Tabla 9. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200833896 .....	69
Tabla 10. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200841068 .....	69
Tabla 11. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200842222 .....	69
Tabla 12. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200842226 .....	70
Tabla 13. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200843338 .....	70
Tabla 14. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200843348 .....	70
Tabla 15. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200844460 .....	71
Tabla 16. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200844463 .....	71
Tabla 17. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200845578 .....	71
Tabla 18. Resultados análisis curvas de indentación sample 200843338 .....	75
Tabla 19. Resumen de resultados promedios para el parámetro de indentación IM de la formación la Luna y su respectivo análisis estadístico.....	76
Tabla 20. Resumen de resultados promedios para el parámetro de indentación Er de la formación la Luna y su respectivo análisis estadístico.....	76
Tabla 21. Resumen de resultados promedios para el parámetro de indentación EIT de la formación la Luna y su respectivo análisis estadístico.....	77
Tabla 22. Valores de Ed y parámetros de indentación para las muestras de la Luna.....	78
Tabla 23. Resumen de resultados promedios para el parámetro de indentación EIT de la formación la luna y su respectivo análisis estadístico.....	85
Tabla 24. Módulo de Young dinámico Ed calculado a partir de la correlación desarrollada.....	86

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Definición de tensor de esfuerzo en un sistema coordenado cartesiano. ....	22
Figura 2. Equipo y arreglo empleado para medición de velocidades de pulso ultrasónico en rocas shale .....	28
Figura 3. Métodos para calcular el Módulo de Young y la relación de Poisson. ...	31
Figura 4. Clasificación de las rocas sedimentarias .....	35
Figura 5. Principio de la prueba de indentación para un indentador de punta plana. ....	39
Figura 6. Principio de la prueba de indentación: Izquierda, cronología de la prueba de indentación; derecha, curva de carga Vs profundidad. Las áreas bajo la curva indican el trabajo total proporcionado por el sistema. ....	40
Figura 7. (a) Perfil de una huella producida por un indentador (b) Curva de carga - desplazamiento producido durante el contacto.....	43
Figura 8. Diferentes geometrías de puntas de indentador .....	44
Figura 9. Derecha. Representación esquemática del equipo de indentación Izquierda. Fotografía del Indentador del laboratorio de rocas del ICP .....	46
Figura 10. Punta del indentador empleado en el Laboratorio Mecánica de Rocas del ICP.....	47
Figura 11. Esquema del montaje para la ejecución de la prueba de indentación .	48
Figura 12. Parámetros que se deben cargar en el momento de realizar la prueba de Indentación. ....	49
Figura 13. Parámetros obtenidos de una gráfica de indentación .....	50
Figura 14. Curva de indentación para una prueba controlada por profundidad. ...	51
Figura 15. Curva de indentación para una prueba controlada por Fuerza. ....	52
Figura 16. Orientación de las muestras considerando su laminación .....	57
Figura 17. Curva de indentación donde se muestran los Parámetros de indentación determinados y usados para el desarrollo de las correlaciones .....	60
Figura 18. Curvas de indentación seleccionadas para el análisis.....	61
Figura 19. Familia de curvas de indentación para un mismo sample. ....	62
Figura 20. A-B. Procedimiento para llevar los datos de descarga al origen, empleando la opción corrección al punto cero.....	63
Figura 21. Datos iniciales de descarga tomados para el análisis del comportamiento elástico. ....	64
Figura 22. Asignación del modelo matemático para el ajuste de los datos iniciales de descarga .....	65

Figura 23. Datos iniciales de descarga ajustados al modelo matemático ley de potencia, donde se muestra el valor de las diferentes constantes que lo componen. ....	66
Figura 24. Hoja de cálculo del software exponente 32 para el grupo de curvas realizado a 20N. ....	67
Figura 25. Efecto de la fuerza máxima sobre los datos de descarga (IM) sample 200843338. ....	73
Figura 26. Efecto de la fuerza máxima sobre los parámetros de indentación para el total de muestras empleadas en las correlaciones. ....	73
Figura 27. Familia de curvas para la muestra 200843338. ....	74
Figura 28. Gráfica de correlación lineal entre módulo de Young dinámico $E_d$ y el módulo de indentación IM. ....	80
Figura 29. Gráfica de correlación lineal entre módulo de Young dinámico $E_d$ y el módulo de reducido $E_r$ . ....	81
Figura 30. Gráfica de correlación lineal entre módulo de Young dinámico $E_d$ y el módulo elástico de indentación EIT. ....	82
Figura 31. Ejemplo de la familia de curvas para una muestra disponibles para la validación. ....	84

## LISTA DE ANEXOS

ANEXO A: familia de curvas para cada una de las muestras (sample) empleadas en la construcción de las correlaciones. Cada curva corresponde a la respuesta del material durante un ciclo completo de carga y descarga. ....	98
ANEXO B: Tablas de resultados para las muestras empleadas en las construcción de las correlaciones. Cada tabla incluye los puntos indentados, los parámetros determinados a partir del análisis de las curvas de indentación y un análisis estadístico básico. ....	104

## RESUMEN

**TITULO:** METODOLOGÍA PARA CORRELACIONAR PROPIEDADES ELÁSTICAS DE ROCAS SHALE, MEDIDAS EN DIFERENTES ESCALAS DE OBSERVACIÓN\*

**AUTOR:** DIEGO ARMANDO HERNÁNDEZ DURÁN\*\*

**PALABRAS CLAVES:** Módulo de Young (E), Prueba de indentación, shale, correlaciones.

Importantes investigaciones se han desarrollado en las últimas décadas con el objetivo de comprender y medir las propiedades elásticas como el módulo Young en formaciones shale, por su gran utilidad para optimizar los diseños de fracturamiento hidráulico, exploración sísmica, estimación de esfuerzos horizontales y disminución de problemas de estabilidad del pozo. Sin embargo, la alta complejidad y heterogeneidad de los shale limita las técnicas convencionales empleadas para la caracterización elástica. Adicionalmente, la investigación de los shale se ve obstaculizada por su inestabilidad mecánica y química, lo que dificulta la recuperación de muestras grandes (escala de cm) empleadas en pruebas mecánicas convencionales. Es así, como el desarrollo e implementación de correlaciones experimentales para obtener el módulo de elasticidad o módulo de Young, mediante la técnica de indentación constituye un adelanto de carácter técnico y económico debido a las ventajas que tiene su uso. Actualmente se cuenta con un importante avance en la técnica de indentación permitiendo el uso de pequeñas muestras tales como ripios obtenidos durante la perforación como producto de la inestabilidad del pozo.

En esta tesis se desarrolló una metodología para correlacionar el módulo de Young dinámico con parámetros de indentación. Para esto, se emplearon muestras cilíndricas que contaban tanto con mediciones ultrasónicas (deformaciones a escala de centímetros) para la obtención del módulo de Young dinámico como con curvas de fuerza-desplazamiento obtenidas con la técnica de indentación, las cuales permiten la detección de desplazamientos tan pequeños como 0,001 mm.

---

\* Trabajo de investigación

\*\* Facultad De Ingenierías Físicoquímicas, Escuela De Ingeniería De Petróleos, Director: Ph.D. Zuly Calderón. Co director: Ing. Yair Quintero.

## ABSTRACT

**TITLE:** METHODOLOGY TO CORRELATE ELASTIC PROPERTIES OF SHALE ROCKS, MEASURED AT DIFFERENT OBSERVATION SCALES\*.

**AUTHOR:** DIEGO ARMANDO HERNÁNDEZ DURÁN\*\*

**KEY WORDS:** Young moduli (E), indentation test, shale, correlations.

Important research have been carried out in recent decades with the aim to understand and measure the elastic properties as Young moduli in shale formations, for their usefulness to optimize hydraulic fracture design, seismic exploration, horizontal stresses estimation and reduce wellbore stability problems. However, the high complexity of the shale and heterogeneity limits conventional techniques employed for elastic characterization. In addition shale surveys are hampered by mechanical and chemical instability, which prevents retrieval of larger samples (cm scale) for conventional mechanical testing. Thus, the development and implementation of experimental correlations to obtain the Young moduli through the indentation technique is a technical and economic advancement due to the advantages of its use. Currently this technique has evolved allowing the use of small samples such as cuttings obtained during drilling as a result of wellbore instability.

In this thesis was developed a methodology to correlate the dynamic Young moduli with indentation parameters, using cylindrical samples which had both ultrasonic measurements (scale deformations in cm) to get this moduli, as with load-displacement curves from indentation technique that detect displacements as small as 0.001 mm.

---

\* Trabajo de investigación

\*\* Facultad De Ingenierías Físicoquímicas, Escuela De Ingeniería De Petróleos, Director: Ph.D. Zuly Calderón. Co director: Ing. Yair Quintero.

## INTRODUCCIÓN

Shale, roca sedimentaria compuesta principalmente de partículas de arcillas consolidadas y algunas fracciones de minerales, constituye una de las formaciones rocosas más comunes de la Tierra<sup>1</sup>. En muchos yacimientos de hidrocarburos los shale actúan como sello previniendo la migración de aceite y gas proveniente de las rocas fuente, debido a esto una baja permeabilidad es característica de este tipo de formaciones. Además de trabajar como formación sello, algunas capas de shale ricas en contenido orgánico pueden ser rocas fuente de hidrocarburos y gas natural.

La alta presencia de rocas shale en los campos petroleros resalta su importancia para muchos aspectos en ingeniería de yacimientos, que van desde la exploración sísmica para la perforación de pozos hasta la producción. La comprensión y medición de propiedades elásticas como el módulo Young en formaciones shale, es de gran utilidad para optimizar los diseños de fracturamiento hidráulico, exploración sísmica, estimación de esfuerzos horizontales y problemas de estabilidad del pozo. Los problemas de estabilidad del pozo son encontrados con mayor frecuencia durante la perforación a través de estas formaciones, causantes de tiempos no productivos y considerables pérdidas de dinero.

La complejidad y heterogeneidad de los shale comparado con otros tipos de formación, limita las técnicas convencionales empleadas para la caracterización elástica. Adicionalmente, la investigación de los shale se ve obstaculizada por su inestabilidad mecánica y química, lo que dificulta la recuperación de muestras

---

<sup>1</sup> ORTEGA, Alberto. Microporomechanical Modeling of Shale. Tesis de Doctorado. Massachusetts Institute of Technology, 2009. 429p.

grandes (escala de cm) empleadas en pruebas mecánicas convencionales. Es así, como el desarrollo e implementación de correlaciones experimentales para obtener el módulo de elasticidad o módulo de Young, mediante la técnica de indentación constituye un adelanto de carácter técnico y económico debido a las ventajas que tiene su uso. Actualmente se cuenta con un importante avance en la técnica de indentación permitiendo el uso de pequeñas muestras tales como ripios obtenidos durante la perforación como producto de la inestabilidad del pozo.

El objetivo principal de esta tesis de grado es obtener una metodología para correlacionar propiedades elásticas de rocas shale, medidas en diferentes escalas de observación. Las escalas relacionadas corresponden a medidas de velocidades de pulso ultrasónico (UPV) para la obtención de los módulos dinámicos sobre discos de rocas shale (escala de cm) y análisis de curvas de fuerza-desplazamiento obtenidas mediante una técnica denominada indentación sobre estos discos que permite la detección de desplazamientos tan pequeños como 0,001 mm y fuerzas de 1mN.

Importantes investigaciones se han desarrollado en las décadas pasadas con el objetivo del modelamiento de shale debido a su gran importancia para la Industria Petrolera, dando como resultado el desarrollo y avance en técnicas y equipos para la caracterización de este tipo de rocas en diferentes escalas de observación. Entre estas técnicas se encuentra la Indentación, descrita en este trabajo y base para el desarrollo de las correlaciones presentadas. Hay gran cantidad de equipos empleados para la determinación de las propiedades de una muestra aplicando la técnica de indentación y sus variaciones son principalmente en las escalas bajo las cuales se desarrolla la prueba y la resolución de los equipos utilizados. El equipo con el cual se obtuvieron los datos de indentación analizados en este trabajo de investigación es el Heavy Duty-texture analyzer (TA-HD) fabricado por

Stable Micro System, equipo que cuenta con el Software Texture Exponent 32, destinado para el control de la prueba y análisis de los datos obtenidos durante las mismas. Algunos de los trabajos realizados para la caracterización mecánica de rocas con este equipo se mencionan como sigue:

Torres, M. L. (2006). Analiza el efecto de la interacción entre el lodo de perforación y los shale, en los parámetros obtenidos de la técnica de indentación, fuerza crítica de transición y Módulo de Indentación.

Mateus, J et al (2007). Emplearon la técnica de indentación y desarrollan correlaciones para algunas formaciones de areniscas Colombianas. Estas correlaciones fueron obtenidas llevando a cabo 248 pruebas de indentación y paralelamente 21 pruebas de Compresión Uniaxial, sobre muestras provenientes de cilindros de roca de geometría convencional.

García, R et al (2008). Desarrollaron correlaciones experimentales empleando la técnica de mínimos cuadrados. Realizaron una serie de pruebas de Resistencia Compresiva Uniaxial (UCS) sobre cilindros de rocas y a su vez se llevaron a cabo 200 pruebas de indentación sobre fragmentos de Shale.

Martínez, D (2012). Elaboró una metodología para el desarrollo de correlaciones entre el Módulo de Indentación y Ángulo de Fricción Interno en material rocoso.

Este trabajo de investigación se presenta de la siguiente forma: La primera parte corresponde al marco teórico donde se pueden identificar técnicas y herramientas empleadas en la determinación de propiedades elásticas de los shale durante

procedimientos de pruebas de laboratorio. Esta revisión bibliográfica incluye la técnica de Indentación Instrumentada, base para el análisis y desarrollo de la metodología. Con el fin de determinar el módulo de elasticidad o módulo de Young, se seleccionaron los datos de las indentaciones realizadas sobre muestras de shale tomadas de la formación la luna. Por lo cual, se hace una descripción general de esta formación. Igualmente se ha construido una base de datos con propiedades elásticas, empleando mediciones de densidad y velocidades de ondas S y P tomadas durante ensayos previos y suministradas por el laboratorio Mecánica de Rocas del ICP. Posteriormente en este trabajo de investigación se realiza un análisis de las curvas de indentación suministradas, empleando metodologías propuestas en investigaciones previas y obteniendo correlaciones entre los parámetros obtenidos de la prueba de indentación y el valor del módulo dinámico de Young ( $E_d$ ). Finalmente se propone una metodología que permite realizar una correlación entre las escalas mencionadas y se realiza su validación con datos suministrados de esta formación a diferentes profundidades.

## 1. ASPECTOS GENERALES DE GEOMECÁNICA

### 1.1. GEOMECÁNICA APLICADA A LA INDUSTRIA DEL PETRÓLEO

La geomecánica es una disciplina que estudia las características mecánicas de los materiales geológicos que conforman las rocas de formación. Frecuentemente también es definida como la disciplina técnica que se dedica al diagnóstico, el modelamiento y el control de la deformación de las rocas, situación que conlleva a que los problemas que se presenten deben resolverse en un ámbito que relaciona los esfuerzos con la resistencia de las formaciones y su deformación<sup>2</sup>.

Entre las múltiples aplicaciones de la geomecánica en la industria del petróleo se encuentran: Manejo de producción de arena, fracturamiento hidráulico, completamiento de pozos, geomecánica de yacimientos y perforación.

### 1.2. PROPIEDADES MECÁNICAS DE LAS ROCAS

La evaluación del comportamiento mecánico de la roca *in situ* requiere de relevantes datos de entrada: ¿Cuál es el estado de esfuerzos y la presión de poro en la profundidad de interés? ¿Cuáles son los módulos elásticos y los parámetros de resistencia? ¿Se espera fluencia (creep) u otro tipo de comportamiento no lineal en el lugar?<sup>3</sup>

---

<sup>2</sup> VASQUEZ, Andrés. Curso: Introducción a la Geomecánica Petrolera. Caracas, 2001, Citado por ANGEL, John. Metodología para identificar en tiempo real las zonas de inestabilidad geomecánica, y mitigar los riesgos durante las operaciones de perforación de pozos petroleros. 2012. 136p.

<sup>3</sup> FJAER, Erling. Holt, Rune M. Horsrud, Per. Raaen, Anne M. Risnes, Rasmus. 2008. Petroleum Related Rock Mechanics 2<sup>nd</sup> Edition. 491p.

Una forma de intentar dar respuesta a estos interrogantes es empleando núcleos y datos adquiridos en campo (mediciones durante la perforación, registros, datos sísmicos y varias pruebas de pozo). Los núcleos proveen una posibilidad para la medida directa de propiedades elásticas y parámetros de resistencia. El conocimiento y comprensión de estos parámetros de las rocas, es decir, cómo el material rocoso se deforma y/o falla bajo la acción de fuerzas aplicadas es fundamental durante las operaciones de perforación y completamiento de pozos.

Los parámetros mecánicos de una formación rocosa pueden ser clasificados en tres grupos principales según (FJAER E and RASMUS R. 1996).

- Parámetros elásticos.
- Parámetros de resistencia (Dependientes del nivel de esfuerzos).
- Esfuerzos in-situ: los cuales técnicamente no clasifican como propiedades mecánicas de las formaciones rocosas, aunque es importante afirmar que influyen tanto en los parámetros elásticos como en los parámetros de resistencia.

Seguidamente se hace una descripción de la teoría elástica lineal y se definen algunos conceptos empleados para el desarrollo de la metodología objetivo de este proyecto.

### **1.3. PARÁMETROS ELÁSTICOS**

Como es descrito por Fjaer E. et al., (2008) la mayoría de los materiales poseen la habilidad para resistir y recuperarse de deformaciones producidas por fuerzas. Esta habilidad es conocida como elasticidad y es el fundamento para el estudio de las propiedades mecánicas de las rocas. En los materiales sólidos como las

rocas es necesario incluir la teoría poro-elástica para así poder describir adecuadamente su comportamiento, ya que la teoría elástica por sí sola no logra hacerlo.

La estructura de los materiales rocosos sufre alteraciones o cambios cuando la roca es sometida a un campo de esfuerzos. Dichos cambios estructurales que la roca presenta han sido cuidadosamente estudiados para diferentes valores de esfuerzos con el fin de comprender las alteraciones estructurales ya mencionadas, dando como resultado teorías como la elástica lineal descrita a continuación.

**Teoría elástica lineal:** Es el tipo de respuesta más simple que presenta un material, donde existe una relación lineal entre las fuerzas externas y las deformaciones correspondientes. La teoría de elasticidad es frecuentemente discutida en términos de pequeñas deformaciones infinitesimales. En este caso se ignora el daño o alteración de la roca causado por el esfuerzo aplicado<sup>4</sup>. Esta teoría fue introducida en 1676 por Robert Hooke, quien estableció que la fuerza aplicada a cualquier cuerpo elástico es proporcional a su deformación, es decir:

$$\sigma = E\varepsilon \quad (1)$$

Donde, ( $\sigma$ ) es el esfuerzo aplicado, ( $E$ ) es el módulo de Young y ( $\varepsilon$ ) es la deformación producida.

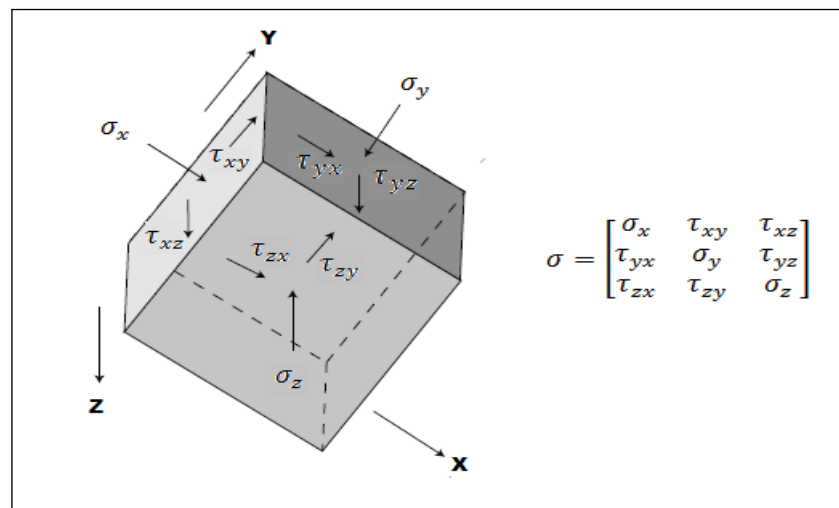
**Definición de Esfuerzo:** En términos sencillos se define como la fuerza que actúa sobre la sección transversal de una superficie. Para cumplir con la práctica común en la industria de petróleo y gas se utiliza en este trabajo las unidades inglesas

---

<sup>4</sup> ZOBACK M., Reservoir Geomechanics: Earth Stress and Rock Mechanics Applied to Exploration, Production and Wellbore Stability. Department of Geophysics Stanford University. 2006.

(PSI) y unidades del Sistema Internacional (Megapascuales (MPa), donde 1 MPa = 145 psi). De manera más precisa, ZOBACK. 2006, define el esfuerzo como un tensor que describe la densidad de fuerzas actuando en todas las superficies que pasan a través de determinado punto. En términos de mecánica de medios continuos, el esfuerzo actuando en un cuerpo homogéneo, isotrópico en profundidad es descrito como un tensor de segundo orden, con nueve componentes figura 1. El esfuerzo relacionado a la superficie normal al eje  $x$  puede ser denotada como  $\sigma_x$ ,  $\tau_{xy}$  y  $\tau_{xz}$ , representado el esfuerzo normal, el esfuerzo de corte relacionado a la fuerza en la dirección  $y$ , y el esfuerzo de corte relacionado a la fuerza en la dirección  $z$ , respectivamente. Del mismo modo, los esfuerzos en relación con la superficie normal al eje  $y$  se denotan  $\sigma_y$ ,  $\tau_{yx}$  y  $\tau_{yz}$ , mientras que los esfuerzos relacionadas con una superficie normal al eje  $z$  se indican como  $\sigma_z$ ,  $\tau_{zx}$  y  $\tau_{zy}$ .

Figura 1. Definición de tensor de esfuerzo en un sistema coordenado cartesiano.



Fuente: Mark D. Zoback. 2007

En mecánica de rocas se establece que los esfuerzos compresivos que son los más comunes históricamente hablando de los esfuerzos relacionados con la

geología, poseen signo positivo de acuerdo con la convención de signos utilizada en mecánica de rocas.

**Definición de Deformación.** Es la compresión o extensión de un cuerpo que resulta de la aplicación de fuerzas externas. La cantidad de deformación se incrementa con la magnitud de los esfuerzos y también con el tiempo. De manera similar al esfuerzo, para dar una descripción completa de la deformación se expresa mediante un tensor.

Las relaciones entre esfuerzos y de formaciones se representan mediante constantes llamadas constantes elásticas de un material. Las principales constantes elásticas son: Módulo de Young, Relación de Poisson, Módulo de Rigidez, Módulo Volumétrico y Constante de Lamé.

### 1.3.1. Módulos Elásticos<sup>5</sup>

En un material isotrópico y linealmente elástico, los esfuerzos y deformaciones están relacionados por la ley de Hooke, utilizando módulos elásticos. Los módulos elásticos se miden generalmente utilizando experimentos de cizalla y compresión (deformación estática) o propagación de ondas elásticas (deformación dinámica).

**Módulo de Young ( $E$ ):** Está definido como la relación entre el esfuerzo uniaxial aplicado y la deformación sufrida a lo largo del eje de aplicación del esfuerzo.

$$E = \frac{\sigma_X}{\epsilon_X} \quad (2)$$

---

<sup>5</sup> MAVKO, Gary, *et al.* The Rock Physics Handbook. 2<sup>nd</sup> Edition. 2009. 574p.

**Relación de Poisson ( $\nu$ ):** Se define como la relación entre la deformación lateral y la deformación uniaxial. Este parámetro representa la capacidad del material para transferir su deformabilidad perpendicular a la carga.

$$\nu = \frac{\epsilon_x}{\epsilon_y} \quad (3)$$

**Módulo elástico de Bulk (Volumétrico) ( $K$ ):** Definido como la relación del esfuerzo hidrostático y la deformación volumétrica. Se da cuando la deformación es un cambio en el volumen, resultado de aplicar una carga hidrostática a una muestra, midiendo posteriormente su deformación volumétrica, de lo anterior se puede decir que representa la resistencia opuesta por el material a la compresión hidrostática aplicada.

$$K = \frac{d\sigma}{d\epsilon_v} \quad (4)$$

Donde ( $\sigma$ ) y ( $\epsilon_v$ ), son respectivamente esfuerzo hidrostático y deformación volumétrica.

**Módulo de corte ( $G$ ):** Relación entre el esfuerzo de corte y la deformación de corte. Si se considera una trayectoria de carga tal que  $\sigma_x = -\sigma_y = \sigma_z$ , se tiene un estado conocido como cizalladura pura, el módulo resultante bajo este estado de esfuerzos se denomina módulo de corte o de rigidez que representado en términos de módulos elásticos será:

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (5)$$

Fjaer E. et al., (2008) mostraron que para la teoría elástica lineal es necesario conocer sólo dos parámetros elásticos para describir de manera completa el

medio bajo estudio; los otros parámetros elásticos pueden ser conocidos por medio de relaciones como se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Algunas relaciones entre los módulos elásticos.

$E = 3K(1 - 2\nu)$	$K = \lambda \frac{1 + \nu}{3\nu}$	$\frac{\lambda}{\lambda + G} = 2\nu$
$E = 2G(1 + \nu)$	$K = \frac{2}{3}G \frac{1 + \nu}{1 - 2\nu}$	$\frac{G}{\lambda + G} = 1 - 2\nu$
$E = \frac{9KG}{3K + G}$	$K = \lambda + \frac{2}{3}G$	$\frac{\lambda + 2G}{\lambda + G} = 2(1 - \nu)$
$E = G \frac{3\lambda + 2G}{\lambda + G}$	$K = \frac{GE}{9G - 3E}$	$\frac{3\lambda + 2G}{\lambda + G} = 2(1 + \nu)$
$E = \frac{\lambda}{\nu}(1 + \nu)(1 - 2\nu)$	$\frac{\lambda}{G} = \frac{2\nu}{1 - 2\nu}$	$\frac{3\lambda + 4G}{\lambda + G} = 2(2 - \nu)$
$H = \lambda + 2G$	$H = K + \frac{4}{3}G$	$\nu = \frac{3K - 2G}{2(3K + G)}$
$H = E \frac{1 - \nu}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}$	$H = 2G \frac{1 - \nu}{1 - 2\nu}$	$H = 3K \frac{1 - \nu}{1 + \nu}$

Fuente: Fjaer E. et al., (2008). Petroleum Related Rock Mechanics.

#### 1.4. DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES ELÁSTICAS DE LAS ROCAS EN LABORATORIO<sup>6</sup>

La medición directa de las propiedades mecánicas in situ es difícil. Sin embargo, existen métodos experimentales para obtener estas propiedades, tales como medidas de las relaciones entre esfuerzo y deformación (estáticas), y la medición de las velocidades de ondas elásticas (dinámicas). Para un medio elástico ideal ambas técnicas dan resultados similares. Sin embargo las rocas no tienen este

<sup>6</sup> Venkataraman Jambunathan. Study of mechanical properties of carbonates. University Of Oklahoma 2008.

comportamiento y la magnitud de las curvas y características dependen del tipo de roca; mineralogía, fabrica, tamaño de grano, etc. En laboratorio así como en campo, se ha encontrado que bajo presiones de confinamiento, los módulos elásticos son generalmente más pequeños que los módulos dinámicos.

A pesar de los numerosos estudios que han confirmado la naturaleza anisotrópica de las rocas sedimentarias, en aras de la simplicidad la roca se trata generalmente como un material isotrópico idealmente elástico.

#### **1.4.1. Mediciones Dinámicas (Módulos Dinámicos)**

Actualmente, la técnica de velocidades sónicas en laboratorio, llamada prueba ultrasónica, se ha vuelto muy popular debido a su naturaleza no destructiva, alta precisión y bajo costo. En mecánica de rocas esta técnica es utilizada para la determinación de las constantes elásticas dinámicas. Adicionalmente esta técnica permite evaluar la calidad de la roca e identificar la presencia de fracturas y defectos en la matriz de la roca. En esta técnica, el tiempo de transición de un pulso elástico viajando es medido entre dos puntos en un núcleo y las velocidades de onda de compresión y de corte (P & S) son calculadas. Teniendo estos valores, las constantes elásticas de las rocas pueden ser determinadas.

La velocidad de ondas elásticas en rocas depende de varios parámetros como: mineralogía, tamaño de grano, densidad, porosidad, nivel de esfuerzos, contenido de agua y temperatura. Las muestras pueden ser bloques rectangulares, núcleos cilíndricos o incluso esferas (para la determinación de la simetría elástica de rocas anisotrópicas). Esta prueba se lleva a cabo de acuerdo con métodos ISRM o el

método estándar D2848 ASTM. Los métodos comúnmente usados en laboratorio para determinar las constantes elásticas dinámicas son los siguientes (Wang 1997)<sup>7</sup>:

**Método de resonancia:** En este método, la muestra se excita por una señal periódica a través de transductores piezoeléctricos o elastostáticos. Esto hace que la muestra vibre a una de sus frecuencias de resonancia. La frecuencia de resonancia determinada se utiliza para estimar las velocidades (tanto extensional y de cizallamiento). Usando la densidad aparente ( $\rho$ ) y la velocidad de propagación, las constantes elásticas pueden ser determinadas. Este método determina las velocidades en el rango de frecuencia de Kiloherzt. La velocidad extensional ( $v_e$ ) y la de corte ( $V_s$ ) son calculadas mediante las siguientes expresiones.

$$V_e = (E/\rho)^{0.5} = 2Lfe \quad (6)$$

$$V_s = (\mu/\rho)^{0.5} = 2Lfs \quad (7)$$

Donde (E) y ( $\mu$ ) son el módulo de Young y de corte, (L) es la longitud de la muestra y (Fs) y (Fe) son respectivamente los modos de frecuencia de corte y la extensional.

**Método de pulsos ultrasónicos:** En este método, los pulsos ultrasónicos, generados por el “*generador de pulsos*”, se convierten en vibraciones mecánicas por los transductores piezoeléctricos montados en la muestra. Las vibraciones viajan a través de la longitud de la muestra y son recibidas por otro transductor piezoeléctrico que la convierte en señales eléctricas, ver Figura 2. Las velocidades

---

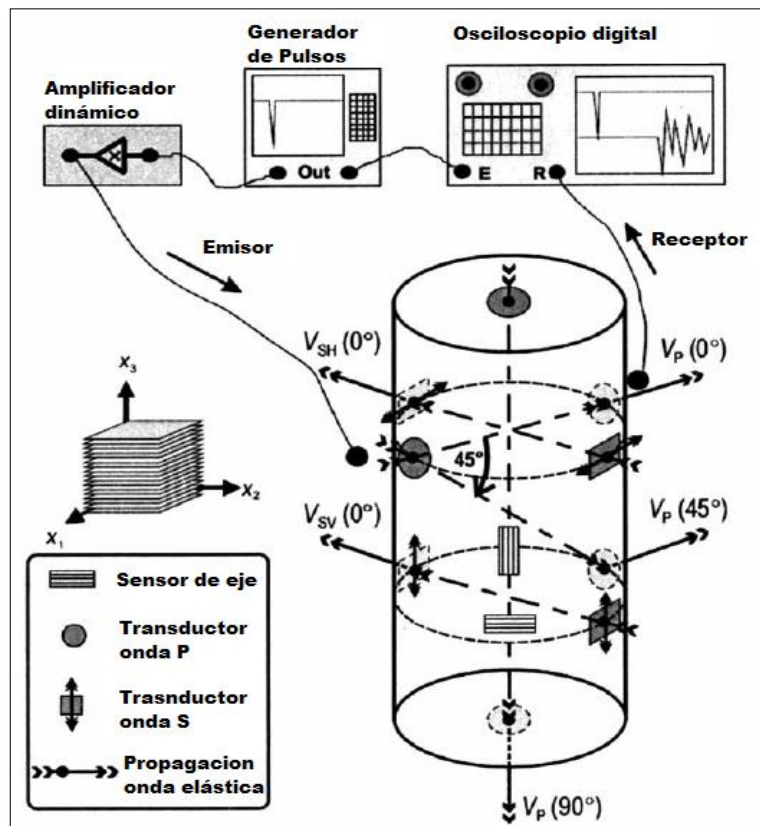
<sup>7</sup> WANG, Z. 1997. Seismic properties of carbonate rocks. Citado por Venkataraman Jambunathan. Study of mechanical properties of carbonates. University Of Oklahoma 2008.

de las ondas se calculan a partir de la longitud de la muestra y el tiempo de viaje, que se determina a partir de la primera llegada de la onda. El conocimiento de la densidad aparente y las velocidades (tanto de cizallamiento y de compresión), permite calcular las constantes elásticas. La fórmula para el cálculo de la velocidad de compresión y de corte se da a continuación:

$$V_p = L_p/T_p \quad (8)$$

$$V_s = L_s/T_s \quad (9)$$

Figura 2. Equipo y arreglo empleado para medición de velocidades de pulso ultrasónico en rocas shale



Fuente: J. Alberto Ortega 2006.

Donde ( $V_p$ ) y ( $V_s$ ) son las velocidades de propagación de compresión y corte, ( $L$ ) es la longitud de la muestra, ( $T_p$ ) y ( $T_s$ ) son los tiempos de viaje de las respectivas ondas. Obtenidas las velocidades se puede calcular las constantes elásticas de la siguiente forma:

$$E = \frac{[\rho V_s^2(3V_p^2 - 4V_s^2)]}{V_p^2 - V_s^2} \quad (10)$$

Donde ( $E$ ) es el módulo de Young (psi o Pa) y ( $\rho$ ) la densidad volumetrica de la muestra.

$$G = \rho V_s^2 \quad (11)$$

Donde ( $G$ ) es el módulo de rigidez o de corte psi (o Pa).

$$\nu = \frac{(V_p^2 - 2V_s^2)}{2(V_p^2 - V_s^2)} \quad (12)$$

Donde ( $\nu$ ) es la relacion de Poisson.

$$\lambda = p(V_p^2 - 2V_s^2) \quad (13)$$

Donde  $\lambda$  es la constante de Lamé, psi (o Pa).

$$K = \frac{\rho(3V_p^2 - 4V_s^2)}{3} \quad (14)$$

Donde ( $K$ ) es la el módulo de Bulk , psi (o Pa).

### 1.4.2. Mediciones Estáticas (Módulos Estáticos)

Los métodos estáticos comprenden un procedimiento donde la muestra de roca es cargada gradualmente hasta lograr su falla. Durante este proceso, tanto el esfuerzo aplicado como la deformación (axial y lateral) ocasionada son monitoreados. La pendiente de la región lineal de la curva esfuerzo-deformación axial, generalmente tomada al 50% del valor de esfuerzo de falla, proporciona el módulo de Young o módulo elástico que es la relación entre el cambio de esfuerzo axial y el cambio en la deformación causada por este esfuerzo. El módulo de Young calculado de esta forma es conocido como módulo tangente de Young y adicional a este cálculo Brown (1981) propone otros dos métodos para el cálculo del módulo de Young: el módulo promedio de Young y el módulo secante de Young, ver figura 3.

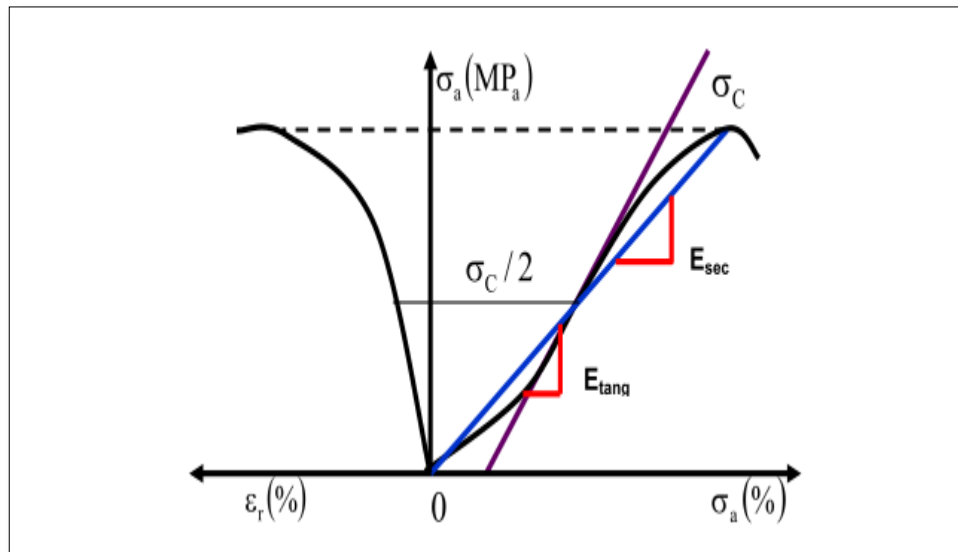
- Módulo tangente de Young, ET: es la inclinación de la curva esfuerzo-axial/deformación-axial a algún porcentaje fijo, generalmente 50% del pico de la resistencia en una prueba de compresión uniaxial.
- Módulo de Young promedio, EP: es el promedio de inclinación de la porción aproximadamente lineal de la curva esfuerzo-axial / deformación-axial.
- Módulo de Young secante, ES: inclinación de la línea que une el origen de la curva esfuerzo-axial / deformación-axial al punto en la curva de algún porcentaje fijo de la resistencia pico.

La relación de Poisson se calcula a partir de la relación de las pendientes, calculadas utilizando cualquiera de los tres métodos descritos para el módulo de

Young, de las regiones lineales de la curva de esfuerzo-deformación axial y la curva de esfuerzo-deformación lateral (Brown 1981).

Goodman (1980)<sup>8</sup> sugiere que la pendiente de la descarga o de la curva de recarga en lugar de la curva de carga intacta puede utilizarse para medir el módulo de Young y la relación de Poisson. Esto es debido a que la curva de carga intacta contiene deformación tanto elástica como no recuperable. El autor también sugiere que el valor del módulo calculado a partir de la pendiente de la parte de la curva de carga intacta se denomina como módulo de deformación. En este trabajo, el módulo de elasticidad o módulo de Young será el calculado a partir de la curva de descarga o recarga.

Figura 3. Métodos para calcular el Módulo de Young y la relación de Poisson.



Fuente: Cabrera, 2003.

<sup>8</sup> GOODMAN, R. E. 1980. Introduction to rock mechanics. 478 p. Wiley, New York.

### 1.4.3. Diferencias entre los Módulos Elásticos Estáticos y Dinámicos

Algunas de las causas ampliamente reportadas sobre la diferencia entre los módulos estáticos y dinámicos se discuten a continuación:

**Grietas (Cracks):** Las rocas sedimentarias, debido a su estructura granular, tienen grietas intergranulares y límites microestructurales. Esto es considerado como responsable de la respuesta no lineal de las rocas (Tutuncu et al. 1998). Van Heerden (1987) atribuyó la diferencia entre los módulos estáticos y dinámicos al hecho de que las rocas no se comportan de una manera elástica, homogénea e isotrópica perfectamente lineal que es debido a la presencia de grietas. Las grietas y la respuesta no lineal de las rocas afectan las mediciones estáticas más que las mediciones dinámicas que conducen a las diferencias en los módulos estáticos y dinámicos.

**Cementación:** Los granos de las rocas se mantienen unidos por arcilla, silicato o cemento carbonatado. El tipo de cementación tiene efecto sobre los módulos estáticos y dinámicos. Yale et al. (1995) estudio el efecto de la cementación en las propiedades dinámicas y estáticas de areniscas del mar del norte, encontrando que la relación módulo dinámico/estático incrementa con la reducción en el grado de cementación del cuarzo.

**Amplitud de deformación:** La diferencia entre los módulos estático y dinámico también se atribuye a la diferencia en la amplitud de la deformación entre los dos métodos. Winkler et al. (1979) midieron la velocidad y atenuación, usando el método de resonancia, a diferentes amplitudes de deformación en rocas areniscas

y muestras de granito. Ellos encontraron que incrementando la presión de confinamiento se reduce la variación de la velocidad con la amplitud.

**Frecuencia:** Para rocas secas, los módulos se consideran ser independiente de la frecuencia, por debajo de las frecuencias ultrasónicas. Batzle et al. (2006) encontró muy poca dispersión de las mediciones llevadas a cabo en muestras de arenisca seca en un amplio rango de frecuencia de 5 Hz a 800 kHz. Por lo tanto, si la frecuencia fuera causante de diferencia entre los módulos estáticos y dinámicos en rocas secas, la discrepancia entre los módulos debe observarse sólo en el rango de alta frecuencia ya que los módulos son independientes de la frecuencia por debajo de las frecuencias ultrasónicas<sup>9</sup>.

## 1.5. ROCAS SEDIMENTARIAS

Las rocas sedimentarias cubren aproximadamente tres cuartas partes de la superficie terrestre. Además, muchas de las rocas sedimentarias contienen minerales y combustibles fósiles con gran importancia económica. Petróleo, gas natural, carbón, sal, fósforo, minerales metálicos azufre, hierro entre otros son ejemplos de algunos de los productos económicos extremadamente importantes que se producen en las rocas sedimentarias.

El origen de las rocas sedimentarias está relacionado con la depositación de sedimentos por hielo, agua y viento, durante largos periodos de tiempo. Su formación es el producto de una serie de complejos procesos geológicos,

---

<sup>9</sup> Batzle, M. L., Han, D., and Hofmann, R. 2006. Fluid mobility and frequency-dependent seismic velocity-Direct measurements. *Geophysics* 71(1): N1-N9.

involucrando actividades físicas, químicas y biológicas. Boggs<sup>10</sup>, describe estos procesos como sigue:

- Inicialmente, procesos físico/químicos desintegran las rocas fuentes, llevando a la concentración de partículas resistentes (por ejemplo, minerales silicatos, fragmentos de roca), adicionalmente a la creación de productos secundarios (por ejemplo, minerales arcillosos, óxidos de hierro) y a la liberación de los elementos solubles (por ejemplo, calcio, potasio, sodio).
- Las partículas resultantes y componentes solubles son removidos por la erosión, y posteriormente transportados por diversos agentes (agua, viento, hielo) a las cuencas sedimentarias. Los sedimentos transportados finalmente llegan a una cuenca y se depositan.
- En la cuenca sedimentaria, los sedimentos son enterrados por los más jóvenes, produciéndose aumento de temperatura y presión. En esta etapa, la disolución de algunos constituyentes y la generación de nuevos minerales se produce. Por último, la consolidación y litificación de estos productos resultan en la creación de una roca sedimentaria.

Dependiendo de la secuencia particular de los procesos sedimentarios, se generan tres tipos de componentes: partículas siliciclásticas terrígenas, elementos químicos / biológicos y constituyentes carbonosos. Sus proporciones relativas determinan los tipos fundamentales de rocas sedimentarias. Curiosamente, a partir de los muchos tipos de rocas sedimentarias que se muestran en la figura 4, en términos de composiciones y tamaños de grano (desde una perspectiva

---

<sup>10</sup> SAM BOGGS, Jr. Petrology of sedimentary rocks. Second edition. 2009. Cambridge University. 600p

petrológica), tres tipos de roca particulares constituyen las formas dominantes de rocas sedimentarias encontradas: shale, areniscas, y roca caliza.

Figura 4. Clasificación de las rocas sedimentarias

Composición		Nombre del Grupo	Tamaño de Partícula	Principales constituyentes	Principales Tipos de Rocas
< 15% de residuos carbonosos	< 50% de granos siliciolásticos terrígenos	Rocas siliciolásticas	> 2 mm	Fragmentos de roca	Conglomerados y brechas
			1/16 - 2mm	minerales silicatos y fragmentos de roca	Areniscas
			< 1/16 mm	minerales silicatos	Shale (mudrocks)
	> 50% de constituyentes químico/bioquímicos	Variable	Minerales de carbonato, granos; fragmento esqueletal	Rocas carbonatadas (caliza y dolomitas)	
			Mineral evaporita (sulfatos, cloruros)	Evaporitas (Halita, yeso anhidrita)	
			Calcedonia, ópalo, restos esqueletos silíceos	Rocas silíceas( cherts y rocas relacionadas)	
			Minerales ferruginosos	Formaciones férricas	
		Minerales fosfáticos	Fosforita		
> 15% de residuos carbonosos	Roca carbonácea	Variable	siliciclasticos o quimico-bioquimicos componentes: residuo carbonoso	Oil shale Carbón impuro	
			Residuos carbonosos	Carbón Húmico Carbón canal Hidrocarburos (bitumen)	

Fuente: SAM BOGGS, Jr. Petrology of sedimentary rocks. Second edition. 2009.

### 1.5.1. ROCAS SHALE

Es difícil encontrar una definición única de shale. Amer Deirieh (2011), define shale como una roca sedimentaria compuesta en su mayoría de minerales arcillosos, micas de tamaño fino y feldespatos. Otros minerales pueden estar presentes en menos proporción en este tipo de rocas tales como carbonatos,

sulfatos, zeolita, óxidos férricos y sulfuros. Este tipo de roca es característica de ambientes con niveles de energía bajos que permiten la depositación de minerales cuyo tamaño de grano es inferior a 2 micras y su forma de partícula es laminar (minerales arcillosos), además de niveles de energía bajos es necesario un espacio de acomodación del sedimento que no afecte la energía del medio, es decir, si el espacio de acomodación en una cuenca sedimentaria no es el adecuado, por ejemplo un riachuelo, en donde la velocidad del agua es suficiente como para mantener en suspensión las partículas más finas solo se depositaran las partículas pesadas. En algunos casos el shale no es laminar sino que es masivo lo cual indica unas condiciones de depositación diferentes, el grado de diagénesis (incluye todos los procesos físicos y químicos que ocurren tan pronto como el sedimento comienza a ser depositado y compactado hasta que se convierte en roca) también influye en la estructura.

**Petrología de las rocas shale:** Desde una perspectiva histórica, el término shale se ha utilizado en dos casos particulares: 1) como una definición restringida de las rocas arcillosas laminadas, y 2) como nombre de grupo general para todas las rocas clásticas de grano fino. Hoy en día, los términos de *shale*, *mudstone* y *mudrock* siguen siendo empleadas como nombres de grupos de rocas clásticas de grano fino<sup>11</sup>. En este trabajo, se investigan los materiales shale desde la perspectiva geomecánica.

Algunas de las características físicas más sobresalientes de los materiales shale incluyen tamaños de grano, formas de partículas y orientaciones, mineralogía, porosidad y permeabilidad. Estas características son fundamentales para la

---

<sup>11</sup> SAM BOGGS, Jr. Petrology of sedimentary rocks. Second edition. 2009. Cambridge University. 600p

determinación y comprensión del comportamiento elástico de los shale, objetivo fundamental de este proyecto.

La composición mineralógica particular de los shale depende de varios factores, tales como tectónica, ambientes sedimentarios, edad, formación y procesos diagenéticos. La materia orgánica más abundante en los shale es *sapropel*, que consta de fitoplancton, zooplancton, polen, y fragmentos de plantas superiores. Durante la depositación y diagénesis, procesos químicos / biológicos conducen a la disolución de una parte de la materia orgánica y para la transformación del resto en una sustancia insoluble llamado Kerógeno, componente sólido, de alto peso molecular, que normalmente se identifica por métodos ópticos o químicos.

Propiedades como la porosidad y permeabilidad para las rocas shale a diferencia de las areniscas se encuentran en escalas mucho más pequeñas. Los procesos diagenéticos y de depositación causan la formación de la mayoría de los espacios porosos en escalas nanométricas y la permeabilidad para los shale puede ser tan baja como 1 nD.

## 2. TÉCNICA DE INDENTACIÓN

Una prueba de indentación consiste en presionar una punta de indentador de propiedades geométricas y mecánicas conocidas ortogonalmente sobre la superficie del material de interés, obteniendo los datos de carga-desplazamiento durante un ciclo completo (carga y descarga). La respuesta de un material a la indentación depende de la naturaleza del material y en el caso más sencillo es una respuesta elástica isotrópica. Sin embargo muchos materiales de ingeniería presentan heterogeneidades y comportamiento inelástico y se deben usar modelos más complejos.

A. Delafargue 2004, realiza una revisión de los antecedentes de la prueba de indentación como sigue: La prueba de indentación tiene inicios tan tempranos como 1722 (Réaumur , 1722), pero realmente viene de los trabajos realizados por Swedish Brinell en 1901. Brinell encontró relaciones empíricas entre la forma de la superficie deformada y la resistencia de las muestras. Adicionalmente con las contribuciones de Meyer (1908), O'Neill (1944) y Tabor (1951), el concepto nuevo de dureza fue introducido. Obtenida experimentalmente a partir de la aplicación de carga y el área de la impresión permanente, la dureza se refiere a la presión promedio en la zona de contacto bajo el indentador mientras el esfuerzo máximo deforma plásticamente la muestra de interés<sup>12</sup>.

La idea de extraer las propiedades elásticas a partir de las fases de descarga fue introducida por Bulychev y colaboradores en 1975, y recibieron considerable atención a nivel mundial cuando Doerner y Nix, Oliver y Pharr a finales de 1980 y

---

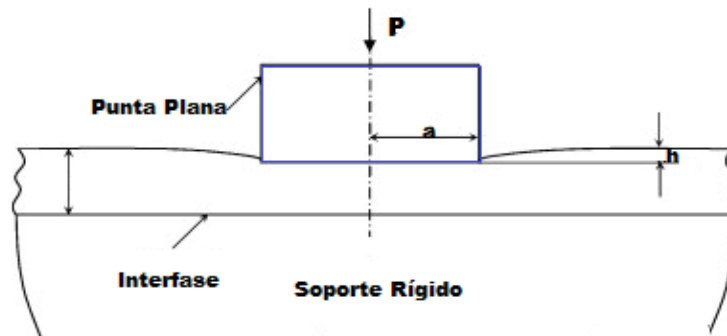
<sup>12</sup> A. Delafargue. Material invariant properties of shale: nanoindentation and microporoelastic analysis. Massachusetts Institute of Technology.2004

principios de 1990, también identificaron esta técnica para la determinación de propiedades mecánicas de materiales. La clave para la determinación de las propiedades de un material es el análisis posterior de la curva de carga  $P$ , obtenida como función de la profundidad de indentación,  $h$ , dentro de la muestra indentada. Recientemente gracias a los progresos en hardware y software, las técnicas de detección de la profundidad permiten un continuo monitoreo del desplazamiento del indentador dentro de la superficie de una muestra junto con la fuerza aplicada durante los periodos de carga y descarga. Adicionalmente estos avances permiten que la técnica de indentación se pueda realizar en diferentes escalas, empleando fuerzas tan pequeñas como milinewton (mN) y desplazamientos nanométricos (nm).

## 2.1. PRINCIPIO DE LA PRUEBA DE INDENTACIÓN

En una prueba de indentación, la carga aplicada,  $P$ , y la profundidad de indentación,  $h$ , entre la punta del indentador y la superficie libre inicial (Figura 5), son medidas continuamente con el tiempo durante (al menos) una fase completa de carga y descarga. La carga es ocasionalmente mantenida en su valor máximo, permitiendo un periodo de fluencia “*creep*”.

Figura 5. Principio de la prueba de indentación para un indentador de punta plana.

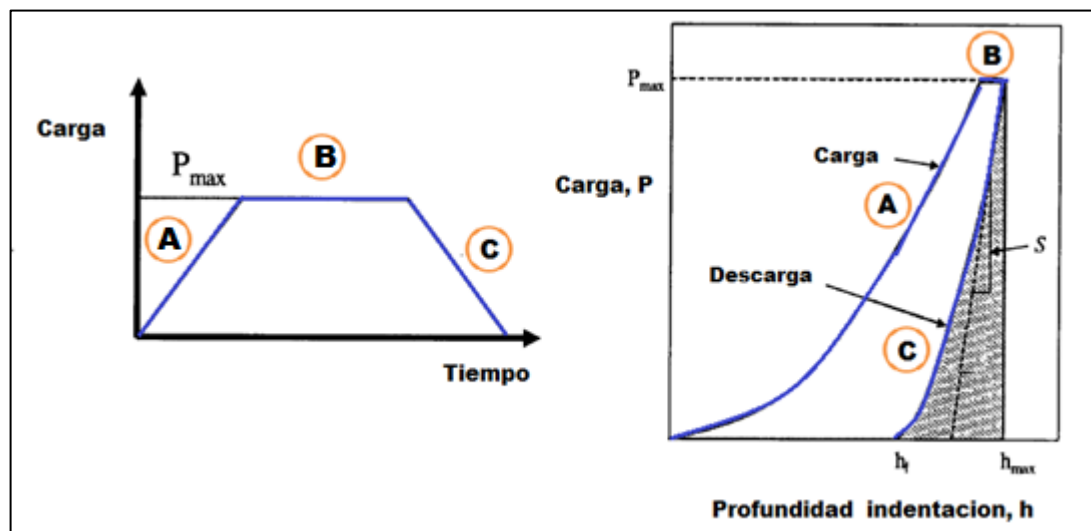


Fuente: CAO, Yanping, *et al.* Acta Biomaterialia. 2009

Una respuesta de la prueba de indentación figura 6 donde  $P_{max}$  y  $h_{max}$  son la carga y profundidad máximas medidas, respectivamente.  $h_f$  se refiere a la profundidad de la impresión permanente cuando el indentador pierde contacto con el sólido. Las siguientes tres fases son interpretadas tradicionalmente de manera separada:

- A. Durante la fase de carga. El material es deformado plásticamente y elásticamente.
- B. La fase de descarga es generalmente asumida como elástica, y permite acceder a las propiedades elásticas del material.
- C. Un periodo opcional de estancia puede ser usado para estudiar las propiedades dependientes del tiempo tales como viscosidad, propiedades poroelásticas y viscoplásticas.

Figura 6. Principio de la prueba de indentación: Izquierda, cronología de la prueba de indentación; derecha, curva de carga Vs profundidad. Las áreas bajo la curva indican el trabajo total proporcionado por el sistema.



Fuente: A. Delafargue. 2004.

## 2.2. ENSAYOS DE INDENTACIÓN INSTRUMENTADA.

Al igual que en una prueba de dureza, un indentador con una geometría bien definida es forzado en la superficie de una muestra utilizando una fuerza de prueba conocida. Sin embargo a diferencia de una prueba de dureza en la que sólo el tamaño del Indentador o profundidad se mide después de que la fuerza total se ha retirado, la indentación Instrumentada utiliza instrumentación de alta resolución para vigilar y controlar continuamente el desplazamiento del indentador a medida que ingresa en y se retira de la muestra.

La metodología utilizada con mayor frecuencia para el cálculo del módulo de Young a partir de la técnica de indentación fue propuesta por Oliver y Pharr en 1992. El método se introdujo para medir la dureza y el módulo elástico por técnicas de indentación instrumentada, adoptado y utilizado en la caracterización del comportamiento mecánico a pequeña escala. Desde su desarrollo inicial, el método ha sido objeto de numerosas mejoras y cambios provocados por los avances en equipos y técnicas de prueba. Una representación esquemática de los datos obtenidos durante la indentación de una muestra así como de los principales parámetros empleados para el análisis propuesto por Oliver es presentada en la figura 7. Para propósitos de modelamiento Oliver y Pharr asumen que durante la carga la deformación es de naturaleza plástica y elástica, pero durante la descarga asumen que sólo los desplazamientos elásticos se recuperan, esto es la curva de descarga es de naturaleza elástica, facilitando el análisis. En general, las relaciones entre la profundidad de penetración,  $h$ , y la carga,  $P$ , para diferentes geometrías de indentador tales como (cilíndrico de punta plana, paraboloides de revolución y esférico) se puede representar en la forma:

$$P = \alpha(h - hf)^m \quad (15)$$

Donde ( $\alpha$ ) contiene constantes geométricas; el módulo elástico de la muestra, la relación de Poisson de la muestra, el módulo elástico del indentador, y la relación de Poisson del indentador, ( $h_f$ ) es la profundidad final de descarga, y ( $m$ ) es un exponente de la ley de potencia que está relacionada con la geometría del indentador; para una punta cilíndrica de extremo plano,  $m = 1$ , para un paraboloides de revolución,  $m = 1,5$ , y por un cono,  $m = 2$ . No obstante en trabajos publicados recientemente Oliver et al (2004) realizan algunos ajustes a su metodología, entre los que se encuentra que para un indentador de punta plana el exponente de la ley de potencia se puede aproximar a  $m=1.5$ , y para una punta cónica  $m=2$  muestra un mejor ajuste al modelo ley de potencia descrito por la ecuación 15.

Oliver y Pharr hicieron dos afirmaciones importantes. En primer lugar, la pendiente de la curva de descarga cambia constantemente debido a un área de contacto constantemente cambiante. Esta práctica crea una dependencia de los valores de módulo calculado sobre el número de puntos utilizados en el ajuste lineal. En segundo lugar, si la curva de descarga puede estar en forma de una expresión de la ley de potencia (es decir, la ecuación 15), a continuación, una derivada,  $dP / dh$ , aplicada en el punto de carga máxima ( $H_{max}$ ,  $P_{max}$ ) deberían proporcionar información sobre el estado de contacto en ese punto. Esta derivada se denominó la rigidez de contacto,  $S$ , y está dada por<sup>13</sup>:

$$S = 2\alpha Er = \frac{2}{\sqrt{\pi}} Er \sqrt{A} \quad (16)$$

Donde ( $a$ ) es el radio de contacto y ( $A$ ) es el área proyectada de la punta de contacto de la muestra. El módulo reducido, ( $Er$ ), representa la deformación, tanto del indentador como de la muestra y se da por:

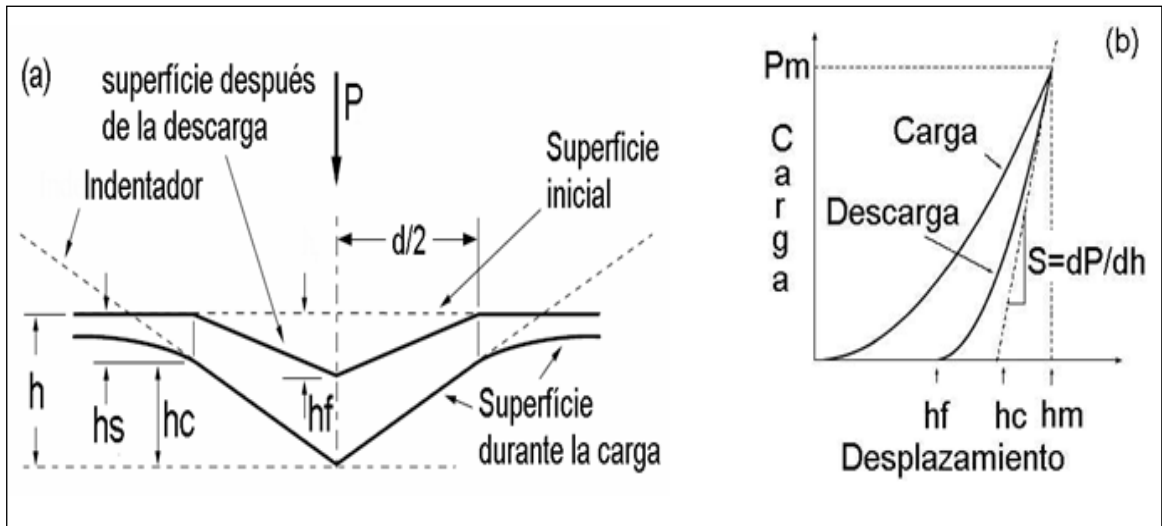
---

<sup>13</sup> M. R. VanLandingham, *et al.* Nanoindentation of polymers: an overview. Macromol. Symp. 2001, 167, p 15-43.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{EIT} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{Ei} \quad (17)$$

Donde (EIT) y ( $\nu$ ) son el módulo de elasticidad y el coeficiente de Poisson de la muestra, respectivamente, y (Ei) y ( $\nu_i$ ) son el módulo de elasticidad y el coeficiente de Poisson del material penetrador.

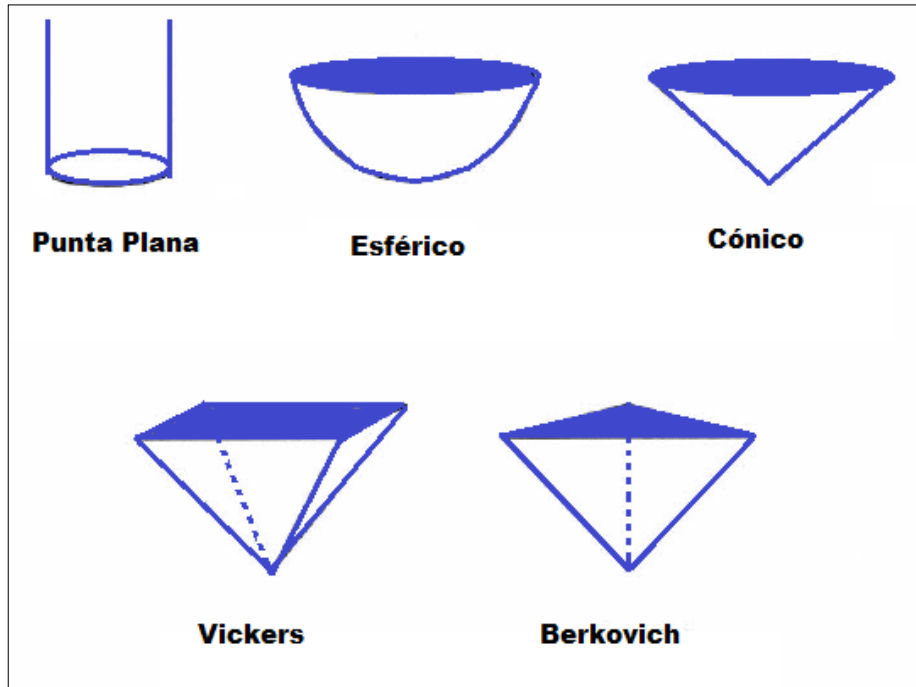
Figura 7. (a) Perfil de una huella producida por un indentador (b) Curva de carga - desplazamiento producido durante el contacto.



Fuente: MEZA, Juan, et al. Técnicas De Indentación: Medición De Propiedades Mecánicas En Cerámicas 2005

Las geometrías de indentadores más empleadas son mostradas en la figura 8. Aunque raramente empleado en pruebas de indentación, el indentador de punta plana es fundamental desde una perspectiva teórica, ya que el análisis del problema de contacto es simplificado por una superficie de contacto constante entre el indentador y la superficie indentada durante la prueba.

Figura 8. Diferentes geometrías de puntas de indentador



Fuente: J. Alberto Ortega, 2010.

En la práctica los indentadores más empleados son los de forma piramidal tales como indentador Berkovich, Vickers y puntas en forma esférica, usados con diferentes equipos de resolución para la detección tanto de la profundidad como de la fuerza o carga aplicada durante el ensayo. Las expresiones que permiten realizar el cálculo del área de contacto fundamental para el análisis y determinación de las propiedades del material en estudio, para las diferentes geometrías de indentador se muestran en la tabla 2. Para este trabajo se emplean curvas de indentación generadas durante trabajos previos por profesionales del laboratorio Mecánica de Rocas del ICP, empleando un indentador con una punta cilíndrica plana, una descripción más detallada del equipo se muestra posteriormente en este capítulo.

Tabla 2. Función de área para diferentes geometrías de indentador

FUNCIONES DE AREA PARA VARIAS GEOMETRIAS DE INDENTADOR		
TIPO DE PUNTA	FUNCION DE AREA	COMENTARIOS
Ideal Berkovich	$A = 24,56 h_c^2$	Usado cuando $h_c > 2$ micras
Real Berkovich	$A = 24,56 h_c^2 + Ch_c$	C es determinado por indentacion de un material conocido, su valor puede ser 150nm
Esférica	$A = 2\pi R h_c$	R radio de la punta; el valor puede ser determinado por indentacion de un material conocido
Cono	$A = \pi \tan^2 \psi h_c^2$	$\psi$ Angulo medio del cono.
Cilindro de punta plana	$A = \pi a^2$	a es el radio de la punta; A es constante (independiente de la profundidad)

Fuente: J. Hay. Introduction To Instrumented Indentation Testing. Society for Experimental Mechanic. 2009

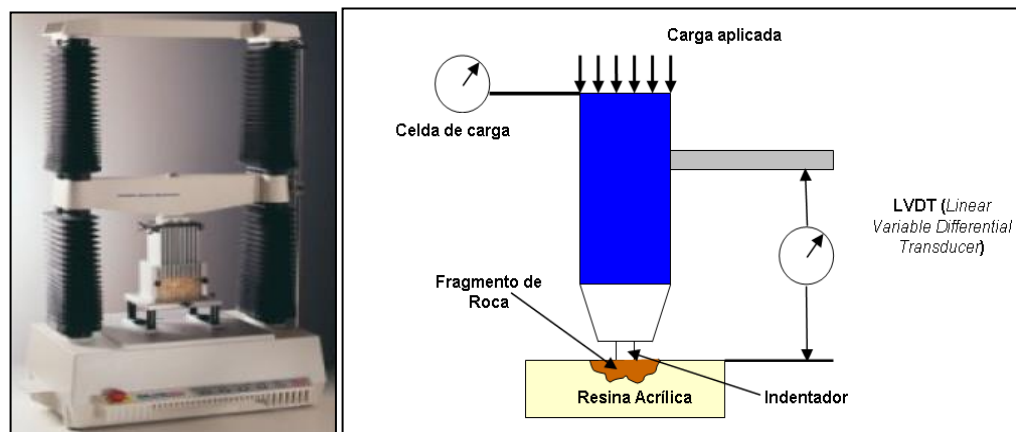
Los ensayos de indentación se pueden realizar con diversos equipos y a diferentes escalas (amplio rango de desplazamientos y Fuerzas de prueba). Para propósitos de este trabajo se ha adoptado los principios de la metodología propuesta por Oliver, empleando un equipo indentador descrito a continuación.

### 2.3. EQUIPO DE INDENTACIÓN EMPLEADO.

El equipo que se empleó para la obtención de las curvas analizadas es el Heavy Duty-texture analyzer (TA-HD) fabricado por Stable Micro System y se puede ver

en la Figura 9, donde los componentes principales son: la celda de carga que permite llevar un registro de la magnitud de la carga aplicada durante la realización de la prueba y el LVDT (Linear Variable Differential Transducer) el cual registra la profundidad de penetración del indentador en la roca. Las especificaciones del equipo se muestran en la tabla 3.

Figura 9. Derecha. Representación esquemática del equipo de indentación Izquierda. Fotografía del Indentador del laboratorio de rocas del ICP



Fuente: Zausa, F and Santarelli. F.J 1997.

Tabla 3. Especificaciones técnicas del equipo de indentación TA-HD.

<b>Capacidad de carga aplicada</b>	5-500 Kg
<b>Capacidad de penetración</b>	0,1-524mm
<b>Resolución de distancia</b>	0,001mm
<b>Capacidad de velocidad</b>	0,01mm/seg – 13mm/seg

El equipo descrito anteriormente se ha empleado en trabajos previos para la determinación de parámetros de resistencia como el UCS y el ángulo de fricción interna de material rocoso, empleando una pieza metálica maciza de forma

cilíndrica con una punta alargada y plana cuyas dimensiones son 1mm de longitud en punta y 1mm de diámetro figura 10.

Figura 10. Punta del indentador empleado en el Laboratorio Mecánica de Rocas del ICP.



Fuente: Martínez Deyna 2012.

Con el equipo descrito se ha demostrado que esta prueba mide en forma indirecta la resistencia de las rocas por medio de mediciones directas sobre ripios de perforación de una forma simple, bajo costo y poco consumo de tiempo. Dentro de las ventajas de esta técnica están la caracterización de la resistencia mecánica de la roca en tiempo real y de que no es necesario disponer de corazones, es una prueba rápida y económica, el equipo para llevar a cabo la prueba es portátil, permite un control continuo de la resistencia de la roca directamente en el sitio de la perforación. La metodología empleada para la ejecución de la prueba de indentación es descrita a continuación<sup>14</sup>:

---

<sup>14</sup> Martínez Deyna. Desarrollo de correlaciones entre el módulo de indentación y ángulo de fricción interno en material rocoso. Universidad Industrial de Santander. 2012

- La muestra se ubica en el equipo debajo de la punta cilíndrica plana , se enciende el equipo el cual está conectado al computador dispuesto con el software Texture Exponent 32, destinado al control automático del equipo figura 11.

Figura 11. Esquema del montaje para la ejecución de la prueba de indentación

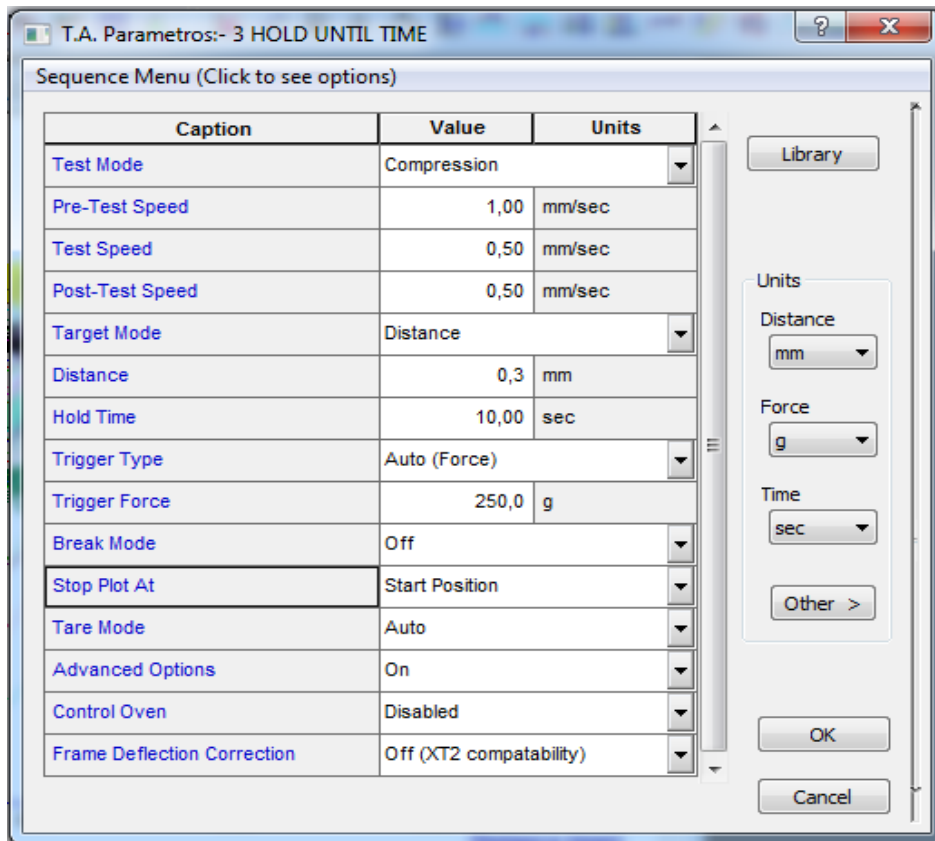


Fuente: Martínez Deyna, 2012.

- Los parámetros que se deben cargar en el momento de realizar la prueba son figura 12:
  - Modo de prueba: Se selecciona la opción de Compresión.
  - Velocidad pre-prueba: Velocidad del indentador antes de entrar en contacto con la muestra.
  - Velocidad de prueba: Velocidad de penetración del indentador.
  - Velocidad pos-prueba: Velocidad con la que el indentador sale de la muestra.

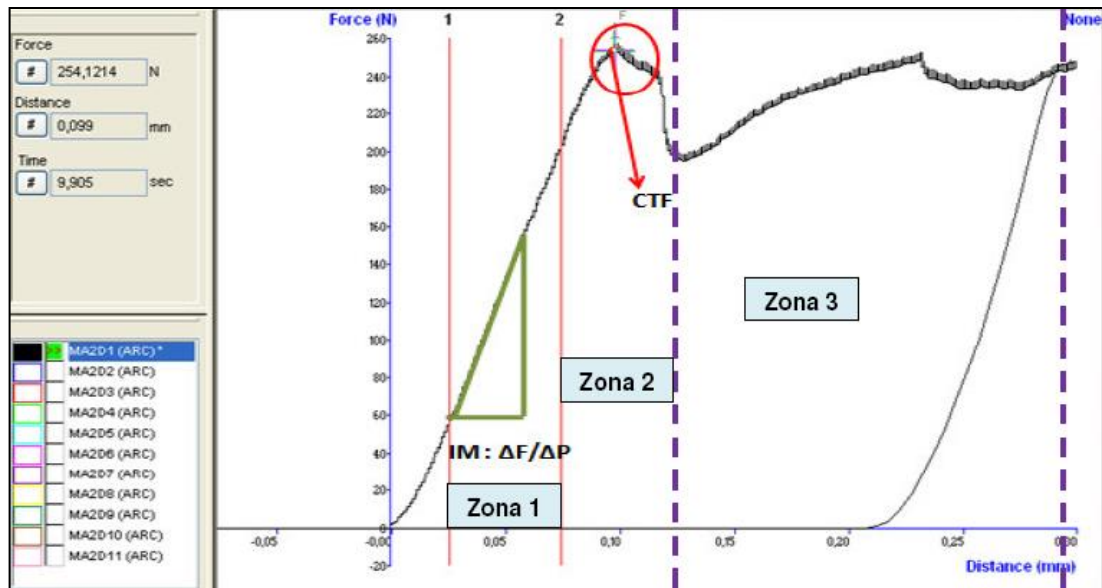
- Modo de Objetivo: Permite realizar el control de la prueba. Para la determinación convencional de los parámetros de indentación se selecciona distancia, el desplazamiento máximo del indentador, que es la profundidad a la cual el equipo detiene la aplicación de la carga, este es de 0,3 mm (30% de la longitud de la punta aproximadamente).
- Tipo de sensor seleccione fuerza.
- Fuerza de sensor. .
- Unidades de la prueba: mm, N, seg.

Figura 12. Parámetros que se deben cargar en el momento de realizar la prueba de Indentación.



- Los resultados de cada prueba de indentación quedan grabados en el software Texture Exponent 32 en una gráfica de carga vs. desplazamiento figura 13. En un mismo gráfico se pueden mostrar las pruebas realizadas para una misma probeta. El programa calcula los parámetros de MI y FCT para cada curva.

Figura 13. Parámetros obtenidos de una gráfica de indentación



Fuente: Corzo R. Reinel, 2009.

**El módulo de Indentación (IM).** Zona 1. Corresponde a la pendiente de la zona de comportamiento elástico de la roca y se define como la resistencia de una muestra a ser penetrada por un indentador.

**La Fuerza Crítica de Transición (FCT).** Zona 2. Es el punto donde se pierde la linealidad en el gráfico de carga versus desplazamiento y marca el fin del comportamiento elástico de la roca.

**Región de Fractura. Zona 3.** La muestra se deforma irreversiblemente hasta fracturarse, debido a que esta es una región totalmente plástica donde la deformación de la roca no es proporcional a la carga aplicada.

Los parámetros críticos o de control empleados para la ejecución de la prueba de indentación son el desplazamiento máximo (profundidad a la cual el equipo detiene la aplicación de la carga) en caso de tratarse de una prueba controlada por profundidad Figura 14, o carga máxima (fuerza a la cual el equipo detiene la penetración dentro de la muestra) para una prueba controlada por fuerza Figura 15. Al igual que para el caso de la indentación instrumentada, esta técnica permite obtener curvas de carga versus profundidad indentada (desplazamiento).

Figura 14. Curva de indentación para una prueba controlada por profundidad.

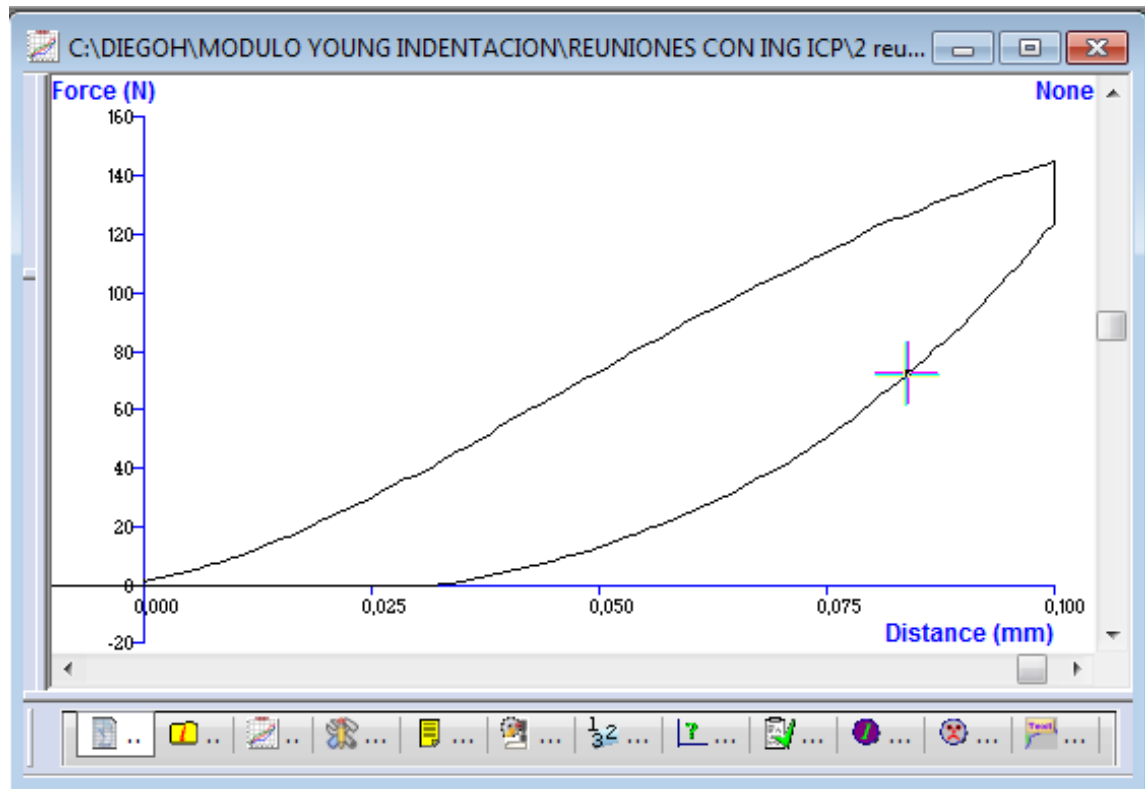
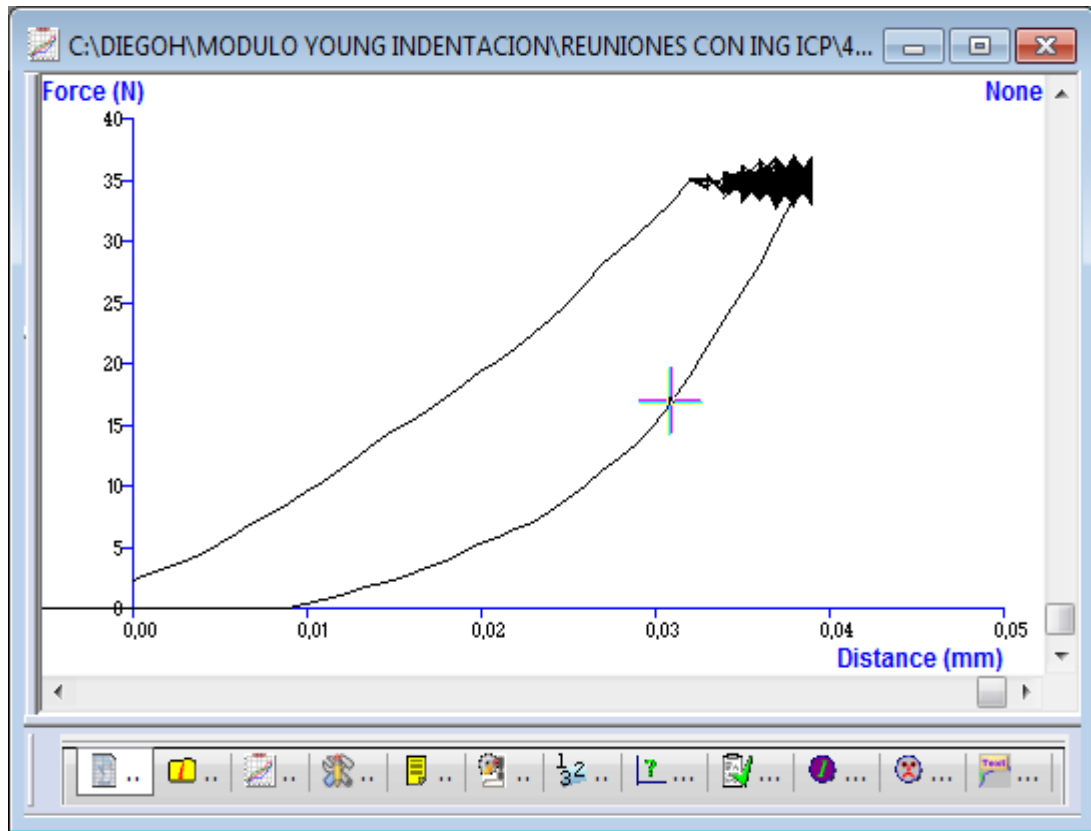


Figura 15. Curva de indentación para una prueba controlada por Fuerza.



En este trabajo de investigación se analizan las curvas de indentación controladas por fuerza, buscando de este modo similitud con la metodología presentada para indentación Instrumentada. Cada una de las curvas corresponde a un punto (indentación) realizada sobre diferentes muestras de rocas shale tomadas de un mismo pozo.

### 3. ÁREA DE ESTUDIO

Con el fin de correlacionar el módulo de Young dinámico (obtenido a partir de medición de velocidades de pulso ultrasónico) con los parámetros de indentación, se seleccionó como área de estudio un pozo perforado en la formación la Luna. Todos los datos suministrados para esta investigación provienen de esta formación, descrita a continuación.

#### 3.1. FORMACIÓN LA LUNA <sup>15</sup>

La unidad está constituida por calizas gris oscuras, arcillosas, lutitas grises a negras, calcáreas, en capas delgadas, lutitas gris oscuras con delgadas intercalaciones de calizas arcillosas, concreciones de calizas con fósiles, que alcanzan más de dos metros de diámetro y capas delgadas de chert negro y también capas fosfáticas hacia la parte superior. En el valle medio del Magdalena la formación La Luna se subdivide en tres miembros: el inferior Salada, el intermedio Pujamana y el superior Galembo. El ambiente de depositación es marino de aguas relativamente poco profundas, con poca ventilación en el fondo. El espesor varía entre 275 y 575 m. El contacto de la formación La Luna con la infrayacente formación Simití es concordante. Entre las formaciones La Luna y Umir existe una ligera discontinuidad estratigráfica.

**Miembro Salada:** Este miembro suprayace la Formación Simiti, de edad Albiano-Cenomaniano. Fue definido por Morales et al. (1958). Está constituido por shale

---

<sup>15</sup> Grupo de Investigación sobre Desarrollo Regional Y Ordenamiento Territorial – GIDROT. Diagnóstico dimensión biofísico ambiental territorial de santander, universidad industrial de Santander.

negros laminados, a menudo silíceos y algunos niveles de calizas negras. Espesor aproximado de 50 a 100 m. Su edad se ubica en el Turoniano inferior.

**Miembro Pujamana:** Fue descrito por Morales et al. (1958). Esta constituido principalmente por Shale calcáreos de color gris a negro. En algunos sectores aparece intercalado con arenisca hacia la base de este miembro. Su espesor aproximado es 50 a 225 m (Allen et al., 1994). Su edad se sitúa en el Turoniano Superior y Coniaciano Inferior.

**Miembro Galembo:** Es una secuencia de lodolitas calcáreas, intercaladas con delgadas capas de caliza, capas de arenisca fosfática y niveles delgados de chert colores azul y negro. Su espesor varía entre 180 – 350m. Su edad fue definida por Morales et al (1958) entre el Coniaciano y Santoniano.

### **3.2. DESCRIPCIÓN DE LAS MUESTRAS EMPLEADAS EN ESTA INVESTIGACIÓN.**

Para esta investigación se emplearon datos de pruebas de indentación y mediciones dinámicas realizadas en el laboratorio Mecánica de Rocas del ICP. Las muestras que contaban con esta información, corresponden a discos de roca shale tomadas de un pozo perforado en la formación la luna. Dentro de la información disponible se contaba con las velocidades de onda (S, P) y el valor de la densidad aparente tabla 4, con lo que se pudo construir una base de propiedades elásticas, empleando las ecuaciones 8-14. Tabla 5.

Tabla 4. Información disponible para la determinación de las constantes elásticas

DATA MEDICIONES DINÁMICAS						
SAMPLE	Orientación	Longitud (mm)	Diámetro (mm)	Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	Velocidad P (m/seg)	Velocidad S (m/seg)
200828581	Horizontal	11,536	25,204	2,574	4523,922	2335,220
200833893	Horizontal	11,636	25,172	2,402	3504,819	1515,104
200833896	Vertical	12,317	25,142	2,366	2877,804	1642,267
200841068	Horizontal	11,920	25,084	2,599	3973,333	1432,692
200842222	Horizontal	13,350	25,082	2,580	4438,010	1588,110
200842226	vertical	12,621	25,394	2,608	3956,960	1917,790
200843338	Horizontal	11,542	25,310	2,342	3952,740	1495,078
200843348	Horizontal	12,326	25,300	2,301	3201,558	1536,908
200844460	Horizontal	12,079	25,146	2,335	3921,753	1564,637
200844463	vertical	12,826	25,174	2,353	3097,143	1498,618
200845578	Horizontal	9,938	25,368	2,281	3701,176	1494,537

Tabla 5. Base de datos construida a partir de las mediciones de velocidades de onda (S, P) y la densidad aparente de las muestras.

PROPIEDADES ELÁSTICAS					
SAMPLE	Orientación	M. Young E [Pa]	R. Poisson $\nu$	M. Rigidez G [Pa]	M. Bulk K[Pa]
200828581	Horizontal	3,700E+10	0,318	1,403E+10	3,396E+10
200833893	Horizontal	1,528E+10	0,385	5,514E+09	2,216E+10
200833896	Vertical	1,606E+10	0,259	6,382E+09	1,109E+10
200841068	Horizontal	1,521E+10	0,425	5,335E+09	3,392E+10
200842222	Horizontal	1,857E+10	0,427	6,508E+09	4,215E+10
200842226	vertical	2,583E+10	0,346	9,591E+09	2,804E+10
200843338	Horizontal	1,483E+10	0,417	5,235E+09	2,961E+10
200843348	Horizontal	1,468E+10	0,350	5,436E+09	1,634E+10
200844460	Horizontal	1,607E+10	0,405	5,718E+09	2,830E+10
200844463	vertical	1,424E+10	0,347	5,284E+09	1,552E+10
200845578	Horizontal	1,429E+10	0,403	5,096E+09	2,446E+10

1MPa=145,04 PSI

Para las muestras indicadas en las anteriores tablas se contaba con indentaciones realizadas a diferentes fuerzas máximas. En la tabla 6 se muestra las diferentes fuerzas máximas alcanzadas durante la prueba y el número de indentaciones realizada para estas fuerzas.

Tabla 6. Conjunto de muestras empleadas para el desarrollo de las correlaciones donde se indiga los puntos indentados y la fuerza maxima alcanzada para cada uno de ellos.

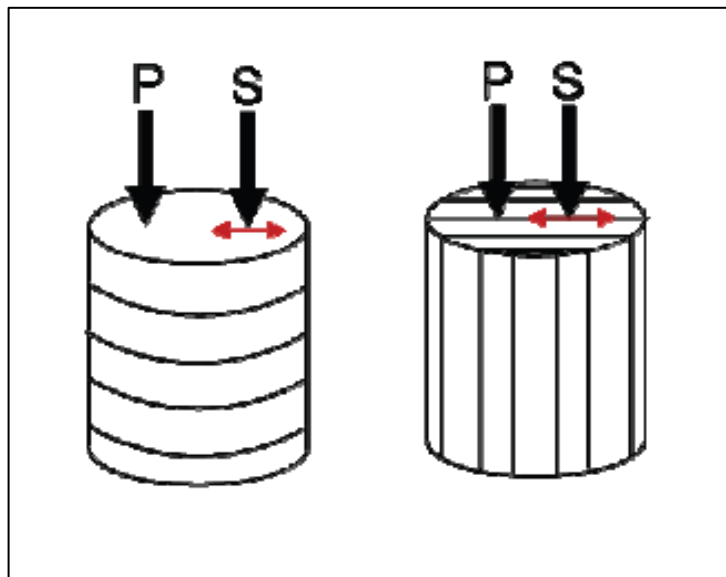
<b>PUNTOS INDENTADOS PARA CADA FUERZA MÁXIMA ALCANZADA</b>										
<b>SAMPLE</b>	<b>Orientación</b>	<b>20N</b>	<b>25N</b>	<b>30N</b>	<b>35N</b>	<b>40N</b>	<b>45N</b>	<b>50N</b>	<b>55N</b>	<b>TOTAL</b>
200828581	Horizontal	2	3	2	3	2	3	----	----	15
200833893	Horizontal	5	5	5	5	5	5	5	5	40
200833896	Vertical	5	5	5	5	5	5	5	6	41
200841068	Horizontal	4	5	5	5	5	5	5	5	39
200842222	Horizontal	4	5	4	5	5	5	5	5	38
200842226	vertical	5	5	5	5	5	5	5	5	40
200843338	Horizontal	5	5	5	5	5	5	5	5	40
200843348	Horizontal	5	5	5	5	5	5	5	5	40
200844460	Horizontal	5	5	4	5	5	4	5	5	38
200844463	vertical	3	5	5	5	5	5	5	5	38
200845578	Horizontal	5	5	5	5	5	5	5	5	40
<b>TOTAL</b>										<b>409</b>

Como fue descrito anteriormente la técnica de indentación consiste en presionar una punta de indentador de propiedades geométricas y mecánicas conocidas ortogonalmente sobre la superficie del material de interés, obteniendo los datos de carga-desplazamiento durante un ciclo completo (carga y descarga). Por las características de esta prueba solo se permite obtener el comportamiento esfuerzo deformación en una sola dirección (eje axial u ortogonal a la superficie de la muestra). Dentro de las constantes elásticas el módulo de elasticidad o módulo de Young corresponde a este comportamiento, por lo tanto es la constante que se

permite correlacionar con la técnica de indentación. Adicionalmente como es descrito en la literatura las dos propiedades medidas con mayor frecuencia usando detección de profundidad y carga de la técnica de indentación son el módulo de Young y la dureza de un material. Casi cualquier propiedad que se puede medir por la tensión uniaxial o pruebas de compresión puede medirse o estimarse usando la técnica de indentación<sup>16</sup>.

La orientación de las muestras varia debido a que estos discos fueron obtenidos en dos direcciones, de manera paralela a las laminaciones y perpendicular a estas. Igualmente para el caso de la medición de las velocidades de onda se consideró la dirección de las laminaciones de los shale como se muestra en la figura 16.

Figura 16. Orientación de las muestras considerando su laminación



Fuente: MINH, Tran. Geomechanics field and laboratory characterization of woodford shale. Tesis de Maestría. Norman, Oklahoma, 2009. 125p.

<sup>16</sup> ASTM. Instrumented Indentation Testing: A Draft ASTM Practice.2003

#### 4. ANÁLISIS DE LAS CURVAS DE INDENTACIÓN

La metodología usada para el desarrollo de las correlaciones consiste en la utilización de resultados de dos tipos de pruebas de laboratorio; la indentación donde se realiza el análisis de las curvas de carga-desplazamiento con el software Texture Exponent 32, y Prueba de la medición de velocidades acústicas para el cálculo del módulo de Young dinámico. Las curvas de carga-desplazamiento se obtuvieron de trabajos previos, indentaciones realizadas sobre muestras cilíndricas tomadas de una formación shale colombiana. El indentador con el cual se realizaron las pruebas es una pieza mecánica de 1 mm de longitud en punta y 1 mm de diámetro, con un módulo de Young y relación de Poisson de  $2,10E+11$  [Pa] y 0,3 respectivamente.

Para el desarrollo de las correlaciones se analizaron un total de 409 curvas de indentación, que se encuentran en un rango de fuerza máxima de 20-55N. Este análisis se realizó con el software Texture Exponent 32, fabricado por Stable Micro System que permite igualmente el control durante la prueba. La figura 17 es un ejemplo de estas curvas, donde se puede ver los diferentes parámetros que se determinaron para hacer la respectiva correlación con el módulo de Young dinámico. Los parámetros incluyen el Módulo de indentación (IM) de la región de descarga, el módulo reducido o compuesto ( $E_r$ ) y el módulo elástico de indentación (EIT). En este último parámetro se puede observar el efecto real de la deformación del material indentado ya que el indentador es considerando como una pieza metálica no rígida (se considera su deformación).

**Módulo de indentación IM:** Corresponde a la pendiente de la zona de comportamiento elástico de la roca y se define como la resistencia de una muestra a ser penetrada por un indentador.

$$IM = \frac{C_2 - C_1}{D_2 - D_1} \quad [N/mm] \quad (18)$$

Donde (C) y (D) son la carga y desplazamiento alcanzado por el indentador y los subíndices 1 y 2 indican el punto máximo y mínimo respectivamente en la zona de proporcionalidad.

**Módulo compuesto o reducido Er:** Este parámetro está compuesto tanto por la deformación de la muestra como por la deformación del material indentador, que para este trabajo es una punta cilíndrica plana con un módulo de Young y relación de Poisson de  $2,10E+11$  [Pa] y 0,3 respectivamente. El módulo reducido puede ser expresado de acuerdo a la metodología de Oliver como.

$$Er = \frac{S}{2a} \quad [Pa] \quad (19)$$

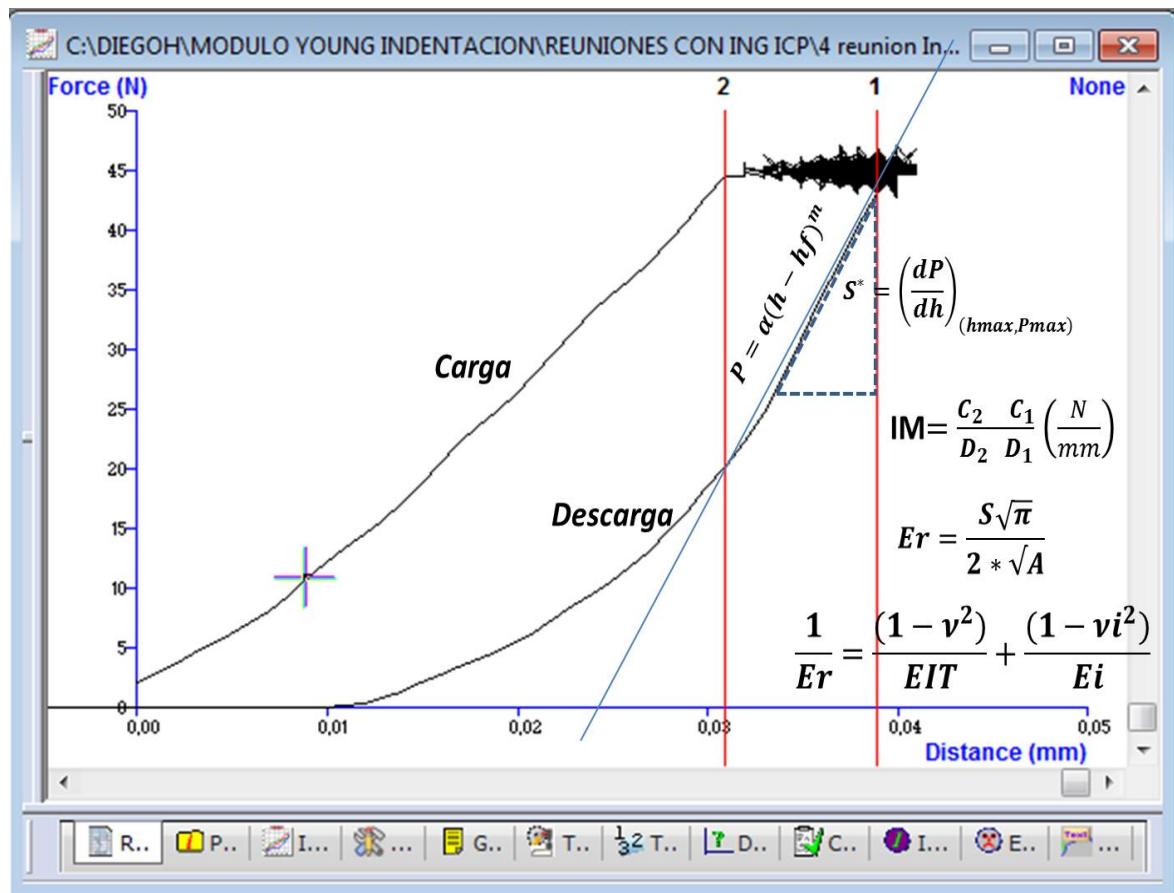
Donde (a) es el radio del indentador, y (S) se define como la rigidez de contacto o respuesta elástica instantánea del material.

**Módulo elástico de Indentación EIT:** Parámetro que refleja la deformación elástica real de la muestra sufrida por la indentación. En pruebas de indentación Instrumentada su valor es similar al módulo dinámico de Young y es calculado de la siguiente forma:

$$EIT = (1 - V_s^2) \left[ \frac{1}{Er} - \frac{(1 - V_i^2)}{Ei} \right]^{-1} \quad [Pa] \quad (20)$$

Donde (Ei) y (Vi) son respectivamente el módulo de Young y relación de Poisson del indentador y (Vs) es la relación de Poisson de la Muestra obtenida a partir de las velocidades de onda (S,P).

Figura 17. Curva de indentación donde se muestran los Parámetros de indentación determinados y usados para el desarrollo de las correlaciones



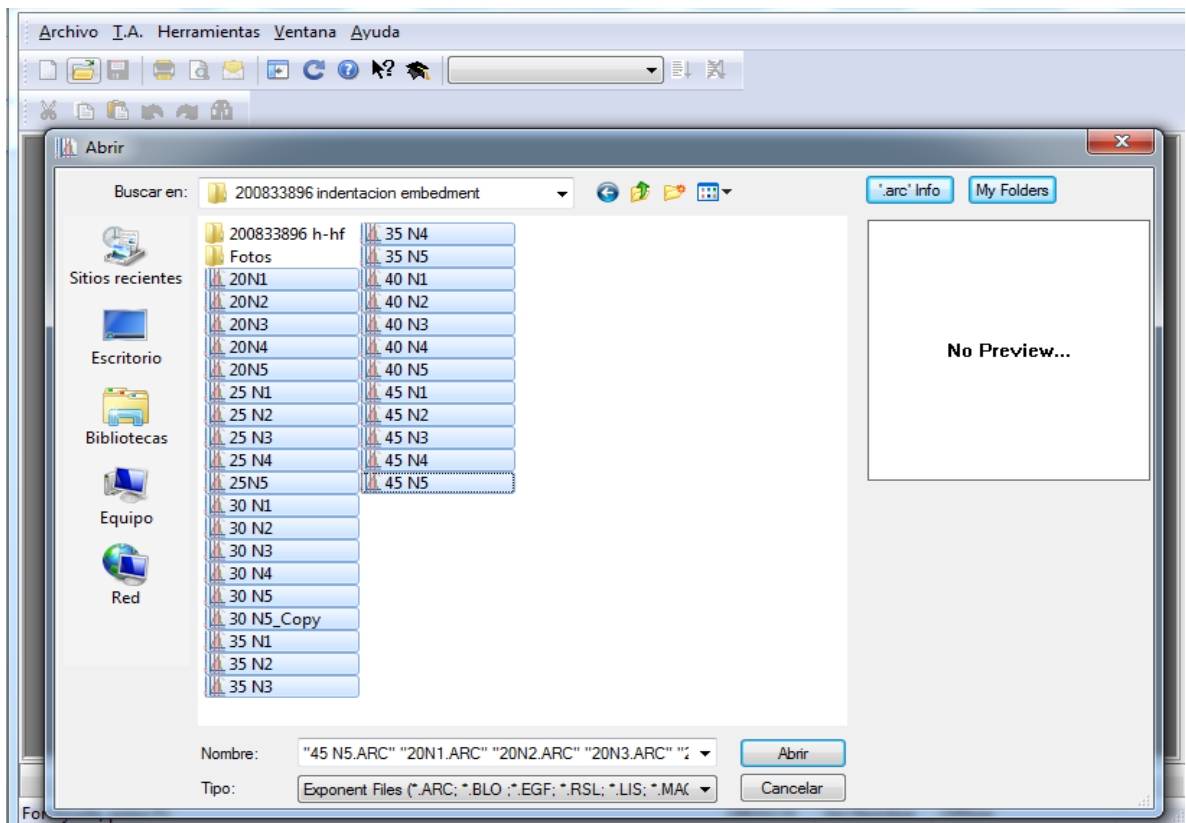
Los resultados obtenidos de la prueba siempre deben ser sometidos a análisis estadísticos con el fin de obtener valores promedios de las propiedades que se miden sobre los cortes de roca.

#### 4.1. METODOLOGÍA PARA EL CÁLCULO DE LOS PARÁMETROS DE INDENTACIÓN DEL PROYECTO

Esta metodología propuesta se utilizara para calcular los parámetros de Indentación tanto para las curvas empleadas en el desarrollo de las correlaciones, así como las de validación. La técnica tiene como base el software del equipo de Indentación conocido como Texture Exponent 32 y la metodología se puede describir en los siguientes pasos:

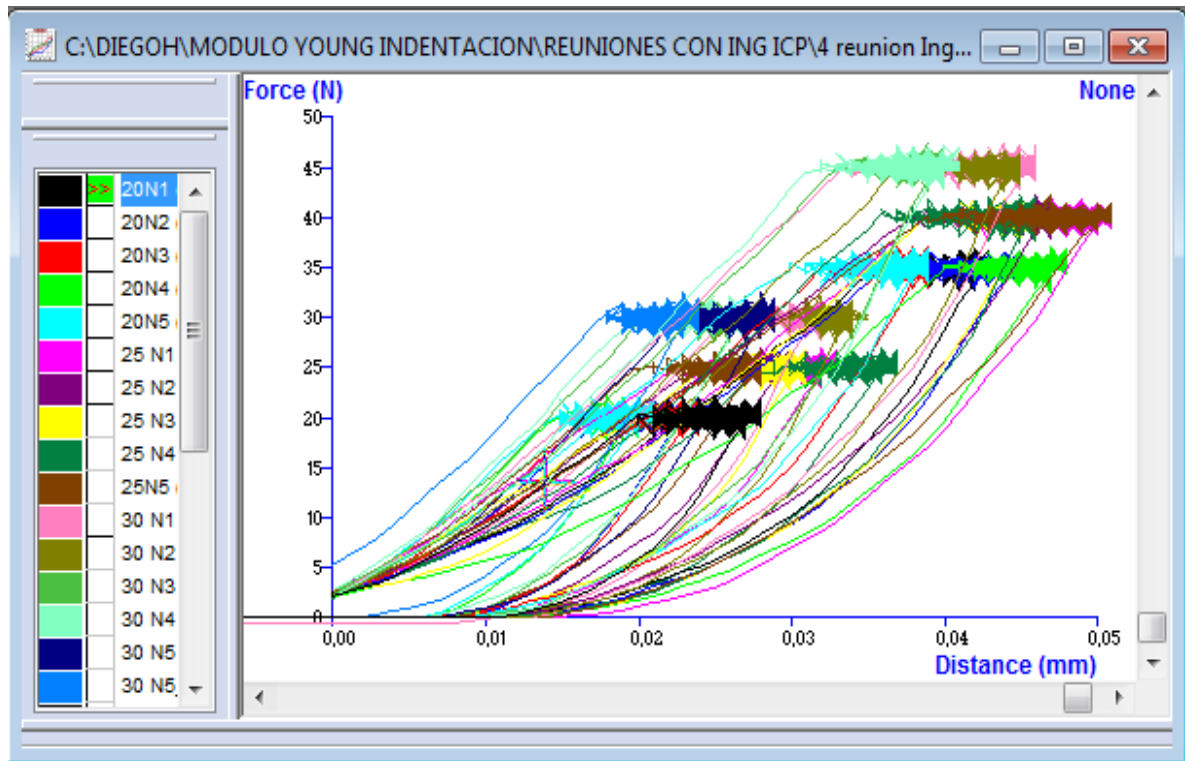
- Se abre el software Texture Exponent 32 y se selecciona la opción abrir carpetas, allí nos ubicamos donde se encuentran los resultados de las pruebas de Indentación para cada sample (Figura 18).

Figura 18. Curvas de indentación seleccionadas para el análisis.



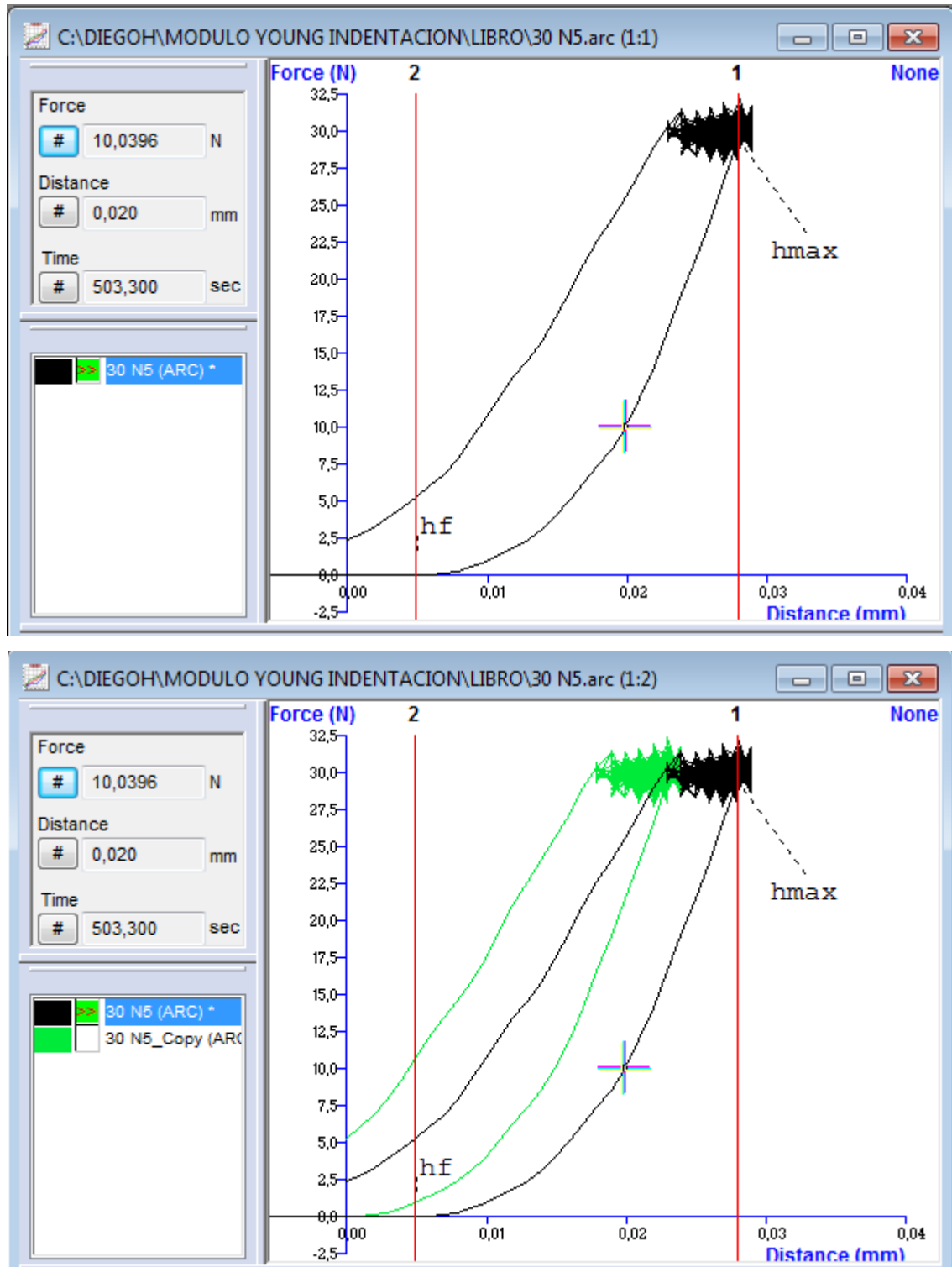
- Se abren los resultados y estos se presentan en curvas de carga versus desplazamiento, en un mismo grafico se presentan todas las pruebas realizadas sobre una misma muestra (familia de curvas), en el rango de fuerza de 20-55N (Figura 19).

Figura 19. Familia de curvas de indentación para un mismo sample.



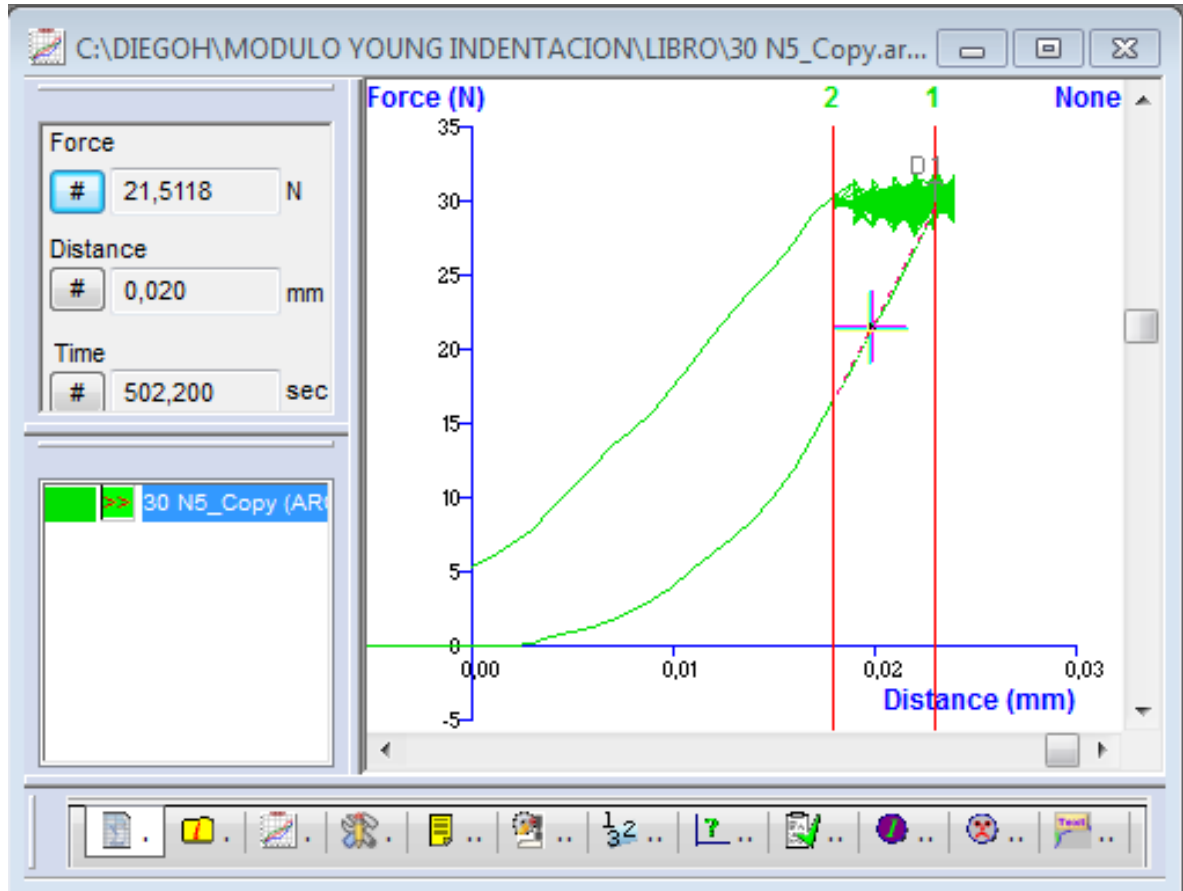
- Las curvas ahora se seleccionan en forma individual y se procede a determinar los parámetros de Indentación, para esto el programa cuenta con la opción de líneas de anclaje las cuales son ubicadas sobre la gráfica por la persona que analiza los resultados. Dentro de sus herramientas el software cuenta con una opción denominada corrección al punto cero, facilitando el análisis de la zona de descarga ya que se puede trasladar al origen mediante la utilización de las líneas de anclaje, esto de se puede ver en las figuras 20 (A-B).

Figura 20. A-B. Procedimiento para llevar los datos de descarga al origen, empleando la opción corrección al punto cero.



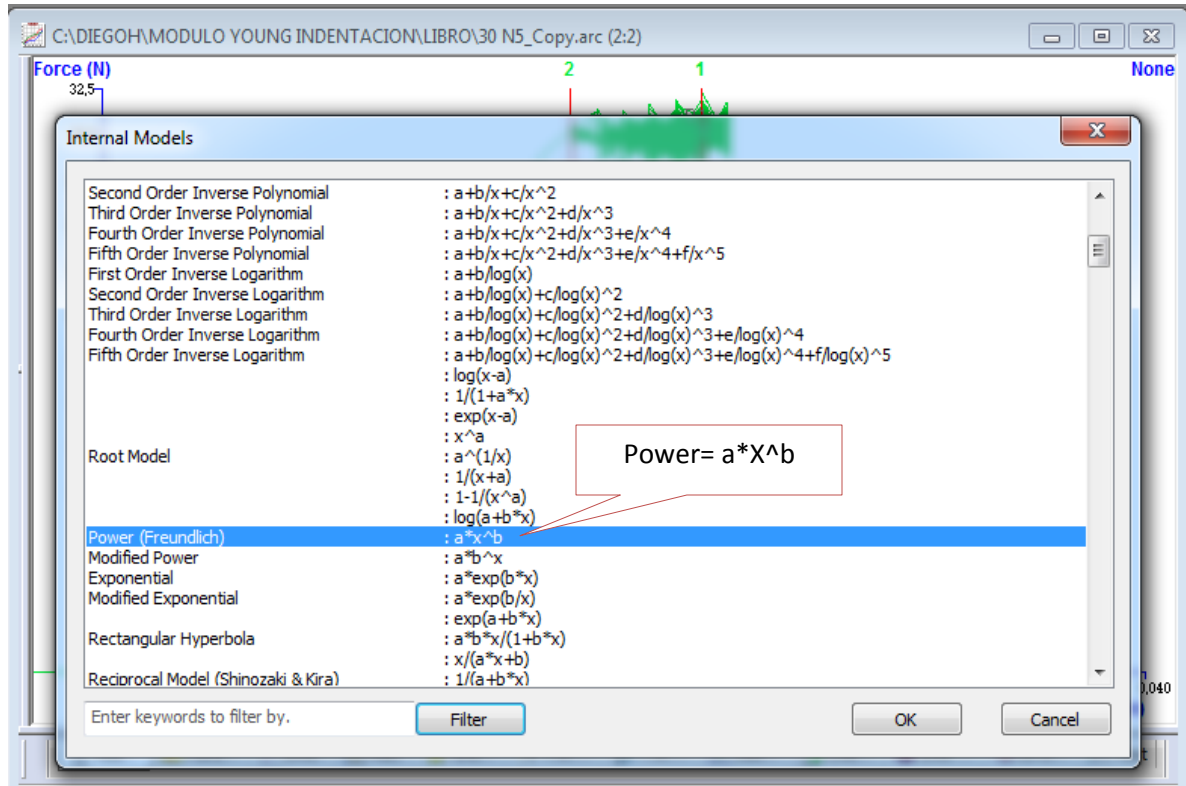
- Con la curva llevada al origen (curva verde) y mediante la utilización de las líneas de anclaje se toman los datos iniciales de la zona de descarga (25% de los datos de descarga). Esto es mostrado en la figura 21.

Figura 21. Datos iniciales de descarga tomados para el análisis del comportamiento elástico.



- El software permite asignar un modelo matemático al 25% de los datos de descarga seleccionados. Dentro de los modelos matemáticos se encuentra uno denominado *Power (Freundlich)*, que cumple con la estructura del modelo que se describe en la metodología de indentación instrumentada (modelo ley de potencia) ver figura 22.

Figura 22. Asignación del modelo matemático para el ajuste de los datos iniciales de descarga

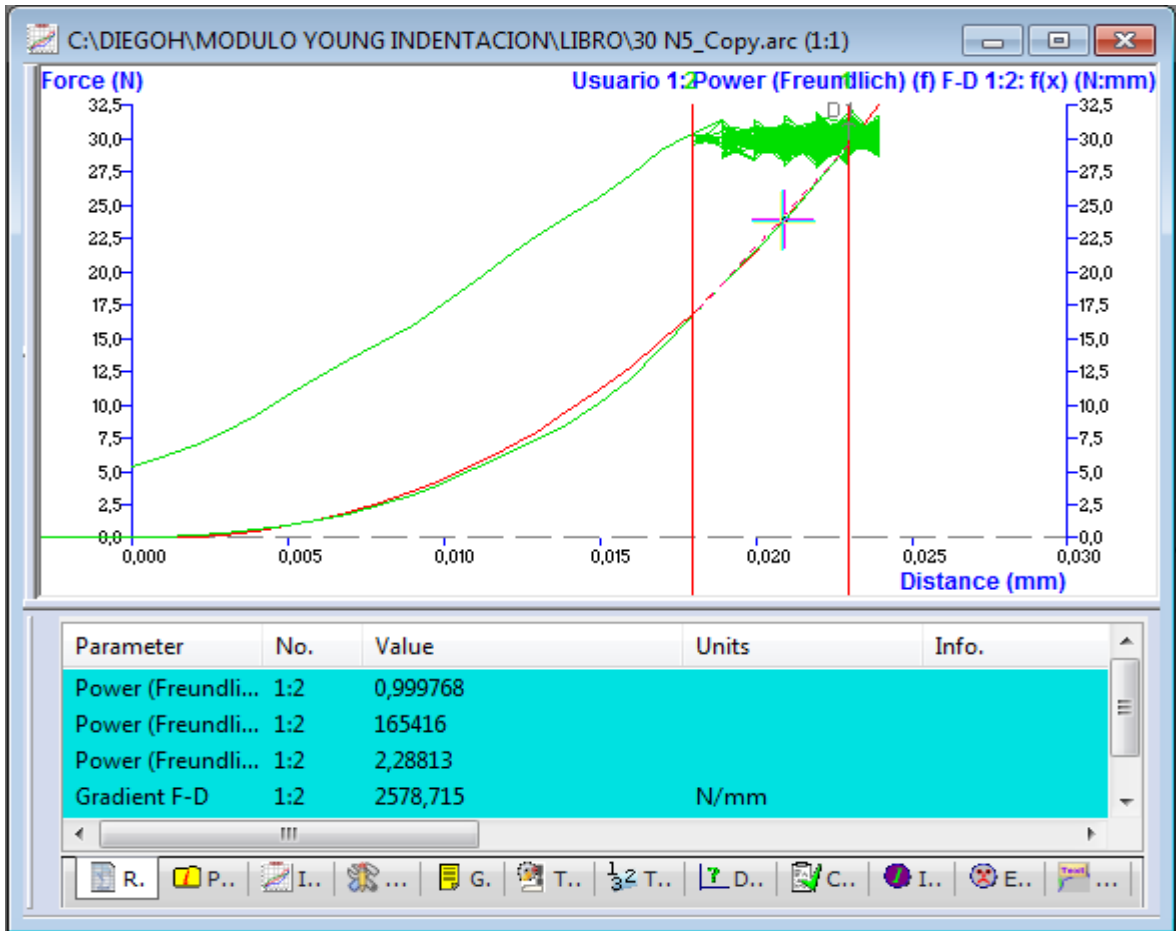


- Asignado el modelo matemático, el software visualiza el valor de las respectivas constantes, fundamentales para el cálculo de los parámetros de indentación Figura 23. La ecuación 21 corresponde al modelo matemático que permite asignar el software y la ecuación 22 corresponde al modelo matemático propuesto en el trabajo de Oliver and Pharr. Podemos observar la similitud de los modelos con lo cual ya tendríamos ajustados los datos iniciales de descarga al comportamiento descrito para la indentación instrumentada.

$$Power(Freundlich) = a * X^b \quad (21)$$

$$P = \alpha(h)^m \quad (22)$$

Figura 23. Datos iniciales de descarga ajustados al modelo matemático ley de potencia, donde se muestra el valor de las diferentes constantes que lo componen.



El procedimiento anterior se realizó para la familia de curvas de cada sample. El software permite almacenar el valor de las constantes del modelo matemático, el gradiente de la zona de descarga y el punto de carga-profundidad máxima, empleados para el cálculo de la rigidez de contacto y la posterior determinación de los parámetros de indentación. Como fue mostrado en la tabla 6, para cada muestra (sample) se contaba con curvas de indentación a diferentes fuerzas máximas en el rango de 20-55N. La figura 24 corresponde a la hoja de cálculo para el grupo de curvas realizadas a 20N.

Figura 24. Hoja de cálculo del software exponente 32 para el grupo de curvas realizado a 20N.

	A	B	D	E	F	G	H
1	Test ID	Batch	Power (Freundlich) (f) F-D 1:2: R2	Power (Freundlich) (f) F-D 1:2: a	Power (Freundlich) (f) F-D 1:2: b	Gradient F-D	Distance
2						N/mm	mm
3			Power (Freundlich) (f) F-D 1:2: R2	Power (Freundlich) (f) F-D 1:2: a	Power (Freundlich) (f) F-D 1:2: b	Gradient F-D 1:2	Distance 1
5	Start Batch 20N	20N					
6	20N1_Copy	20N	0,996	22227859,745	3,608	2371,154	0,021
7	20N2_Copy	20N	0,996	876231,381	2,766	2492,983	0,021
8	20N3_Copy	20N	0,999	26069,439	1,668	2227,892	0,013
9	20N4_Copy	20N	1,000	21590,182	1,570	2349,157	0,011
10	20N5_Copy	20N	0,993	184241,367	2,083	2586,047	0,012
11	End Batch 20N	20N					
12	Average:	20N (F)	0,997	4667198,423	2,339	2405,447	0,016
13	S.D.	20N (F)	0,003	9823020,352	0,851	137,976	0,005
14	Coef. of Variation	20N (F)	0,274	210,469	36,404	5,736	31,923
15	End of Test Data						

Los valores almacenados en la hoja de cálculo del software pueden ser exportados a Excel donde se realiza el cálculo de los parámetros de indentación como fue presentado en el capítulo 4 y el respectivo análisis estadístico. Debido a que no todas las muestras tanto las empleadas en la correlación como las de validación, contaban con datos de indentación a 50N y 55N, se realiza inicialmente un análisis de la influencia de la fuerza máxima sobre los resultados obtenidos del software.

#### 4.2. INFLUENCIA DE LA FUERZA MÁXIMA SOBRE LOS DATOS DE DESCARGA.

Como se mencionó anteriormente algunas de las muestras empleadas tanto en el desarrollo de las correlaciones como las disponibles para la validación no contaban con indentaciones a las fuerzas máximas de 50N y 55N, se realiza un análisis de la influencia de la fuerza sobre los parámetros determinados a partir del análisis de las curvas. Este análisis se realiza a las muestras empleadas para el

desarrollo de la correlación mostradas en la tabla 6 y consiste en determinar la variación de la pendiente o Módulo de indentación IM del 25% de los datos de descarga como función de la fuerza máxima ya que los demás parámetros ( $E_r$  y EIT) dependen de este comportamiento. Las tablas 7-17 muestran los resultados del módulo de indentación (IM) o pendiente de la zona de descarga para las muestras empleadas en el desarrollo de las correlaciones. El análisis estadístico incluye la determinación del promedio aritmético, desviación estándar, coeficiente de variación en porcentaje, para cada grupo de curvas realizadas a la misma fuerza máxima de indentación.

Tabla 7. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200828581

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200828581								
FUERZA MÁXIMA $h_{max}$ [N]	20N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	2	3	2	3	2	3	-----	-----
IM PROMEDIO	3624,07	3858,86	4065,20	4379,64	4389,51	4538,51	-----	-----
DESVIACIÓN	72,09	318,69	183,31	405,19	169,50	117,72	-----	-----
MEDIANA	3624,07	3855,10	4254,15	4238,64	4389,51	4571,41	-----	-----
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	1,99	8,26	4,51	9,25	3,86	2,59	-----	-----

Tabla 8. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200833893

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200833893								
FUERZA MÁXIMA $h_{max}$ [N]	20 N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	5	5	5	5	5	5	5	5
IM PROMEDIO	2912,62	3130,33	3273,25	3556,05	3750,53	3896,72	4339,37	4327,04
DESVIACIÓN	171,56	90,40	320,39	136,32	215,45	123,37	181,79	203,68
MEDIANA	2927,28	3133,15	3147,25	3587,19	3889,51	3916,58	4329,44	4354,26
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	5,89	2,89	9,79	3,83	5,74	3,17	4,19	4,71

Tabla 9. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200833896

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200833896								
FUERZA MÁXIMA h <sub>max</sub> [N]	20N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	5	5	5	5	5	5	5	5
IM PROMEDIO	2214,69	2224,51	2641,43	2371,67	2129,19	2799,95	2663,14	2599,31
DESVIACIÓN	147,28	132,94	128,34	157,56	240,71	164,07	225,25	666,66
MEDIANA	2143,29	2159,08	2578,72	2427,18	2110,86	2720,00	2554,22	2380,41
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	6,65	5,98	4,86	6,64	11,31	5,86	8,46	25,65

Tabla 10. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200841068

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200841068								
FUERZA MÁXIMA h <sub>max</sub> [N]	20N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	5	5	5	5	5	5	5	5
IM PROMEDIO	2632,86	3197,07	2928,41	4351,10	4438,75	4181,56	5088,62	5198,04
DESVIACIÓN	378,81	347,84	436,42	895,43	402,27	256,79	301,69	467,22
MEDIANA	2532,47	3198,01	2732,69	3872,02	4371,18	4146,70	5070,57	5346,94
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	14,39	10,88	14,90	20,58	9,06	6,14	5,93	8,99

Tabla 11. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200842222

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200842222								
FUERZA MÁXIMA h <sub>max</sub> [N]	20N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	4	5	4	5	5	5	5	5
IM PROMEDIO	3035,86	3687,02	3637,25	4221,29	4535,54	4567,46	4309,70	4806,38
DESVIACIÓN	144,91	238,06	656,08	427,36	361,54	295,81	678,95	471,82
MEDIANA	2980,86	3722,55	3866,38	4231,87	4507,67	4596,79	4661,65	4895,72
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	4,77	6,46	18,04	10,12	7,97	6,48	15,75	9,82

Tabla 12. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200842226

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200842226								
FUERZA MÁXIMA h <sub>max</sub> [N]	20N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	5	5	4	5	5	5	5	5
IM PROMEDIO	3570,83	3591,70	3778,96	4139,03	4348,39	3552,45	4761,26	4916,03
DESVIACIÓN	138,15	441,42	708,57	260,28	333,42	612,43	449,75	221,85
MEDIANA	3494,12	3759,22	3712,68	4040,66	4259,50	3595,27	4943,66	5031,09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	3,87	12,29	18,75	6,29	7,67	17,24	9,45	4,51

Tabla 13. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200843338

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200843338								
FUERZA MÁXIMA h <sub>max</sub> [N]	20N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	5	4	5	5	5	5	5	5
IM PROMEDIO	2959,43	3317,16	3507,66	3518,94	3974,79	3883,30	4261,65	4494,81
DESVIACIÓN	114,25	113,21	224,77	207,20	172,73	302,14	421,29	198,86
MEDIANA	2932,92	3293,90	3556,17	3429,26	4038,41	3967,90	4284,32	4446,76
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	3,86	3,41	6,41	5,89	4,35	7,78	9,89	4,42

Tabla 14. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200843348

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200843348								
FUERZA MÁXIMA h <sub>max</sub> [N]	20N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	5	5	5	5	5	5	5	5
IM PROMEDIO	2720,28	3088,59	3124,13	3466,49	3744,66	3728,98	3882,29	4157,30
DESVIACIÓN	82,91	123,79	277,39	213,77	275,05	328,81	292,96	240,99
MEDIANA	2710,13	3107,77	3206,47	3460,28	3783,47	3690,97	3808,29	4167,00
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	3,05	4,01	8,88	6,17	7,35	8,82	7,55	5,80

Tabla 15. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200844460

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200844460								
FUERZA MÁXIMA h <sub>max</sub> [N]	20N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	5	5	5	5	5	5	5	5
IM PROMEDIO	3194,63	3261,18	3379,06	3403,32	3647,65	4036,15	4827,02	5400,97
DESVIACIÓN	235,65	206,20	125,86	196,76	450,00	358,12	243,95	402,34
MEDIANA	3079,57	3302,36	3403,88	3488,48	3575,91	4021,49	4703,95	5315,92
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	7,38	6,32	3,72	5,78	12,34	8,87	5,05	7,45

Tabla 16. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200844463

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200844463								
FUERZA MAXIMA h <sub>max</sub> [N]	20N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	5	5	5	5	5	5	5	5
IM PROMEDIO	2016,38	2105,99	2637,82	2174,50	2480,09	2552,98	3116,85	3100,52
DESVIACIÓN	150,47	135,61	110,99	53,11	130,20	52,89	215,67	123,39
MEDIANA	1985,36	2038,00	2605,79	2165,85	2481,70	2539,72	3100,52	3073,12
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	7,46	6,44	4,21	2,44	5,25	2,07	6,92	3,98

Tabla 17. Variación en el Módulo de indentación IM, sample 200845578

IM [N/mm] (25% Datos de descarga) SAMPLE 200845578								
FUERZA MÁXIMA h <sub>max</sub> [N]	20N	25N	30N	35N	40N	45N	50N	55N
INDENTACIONES	5	5	5	5	5	5	5	5
IM PROMEDIO	2802,07	3017,52	3526,27	3567,45	3713,30	3569,45	3904,47	4063,58
DESVIACIÓN	311,27	269,52	326,88	324,26	357,05	389,57	195,71	193,51
MEDIANA	2752,43	3034,45	3587,19	3505,41	3762,04	3527,03	3940,64	4060,97
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %	11,11	8,93	9,27	9,09	9,62	10,91	5,01	4,76

Como puede ser observado en las anteriores tablas la pendiente o módulo de indentación IM para el 25% de los datos de descarga se ve afectado por la fuerza máxima alcanzada. Algunas de las causas pueden ser condiciones de prueba tales como; aumento de las vibraciones en el equipo e influencia de la geometría del indentador ya que este presentaba desgaste. Igualmente la variación en la pendiente de descarga puede estar relacionada con la alta anisotropía y heterogeneidad de las muestras shale y su estructura laminar. A. Rico et al (2008), mostraron que los valores de las propiedades, Módulo de Young y Dureza, cambian con el tamaño de la indentación, la rigidez del material indentado y la geometría del indentador.

En la figura 25 se muestra la variación del promedio del módulo de indentación IM para una de las muestras empleadas en la construcción de las correlaciones, y en la figura 26 se observa la variación de este parámetro para el total de muestras empleadas en la construcción de las correlaciones. Se puede ver en estas figuras que la fuerza afecta el valor de los parámetros de indentación, por esta razón se considerara para las correlaciones así como para la validación las curvas realizadas a Fuerzas máximas de prueba entre 20-45N ya que todas las muestras cuentan con indentaciones a estas fuerzas. Así se disminuirá los errores ya que tendríamos condiciones similares para cada una de las muestras.

Una vez seleccionadas las muestras que contaban con las mismas condiciones de prueba (indentaciones realizadas en el mismo rango de fuerzas máximas), posteriormente se construyen las correlaciones para los tres parámetros calculados a partir del análisis de las curvas de indentación.

Figura 25. Efecto de la fuerza máxima sobre los datos de descarga (IM) sample 200843338.

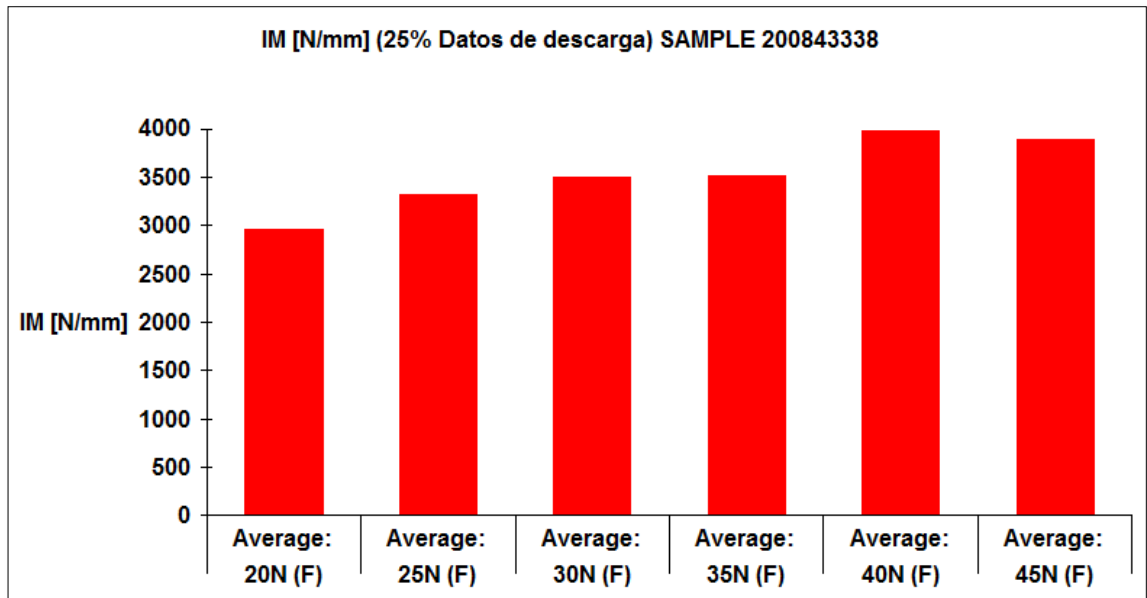
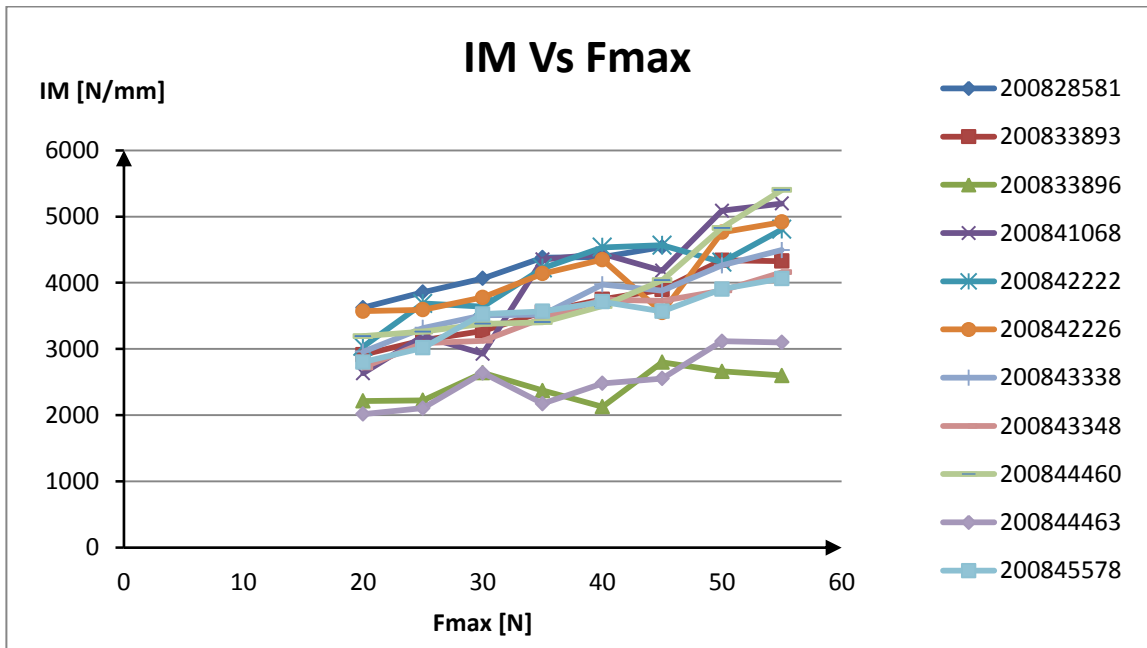


Figura 26. Efecto de la fuerza máxima sobre los parámetros de indentación para el total de muestras empleadas en las correlaciones.



### 4.3. RESULTADOS DEL ANÁLISIS DE LAS CURVAS DE INDENTACIÓN

Un total de 409 curvas de indentación se encontraban disponibles para el desarrollo de las correlaciones, de este grupo de curvas y considerando el análisis del efecto de la fuerza así como que presentaran un comportamiento lógico se seleccionó 311 curvas o puntos indentados correspondientes a 11 muestras. Las curvas y tablas de resultados para las muestras de manera individual se presentan en los anexos A y B respectivamente. La figura 27 pertenece a la familia de curvas para una de estas muestras y los resultados respectivos de los parámetros de indentación se presentan en la tabla 18, estos resultados incluyen el valor promedio de cada uno de los parámetros de indentación junto con el cálculo de la desviación estándar y coeficiente de variación.

Figura 27. Familia de curvas para la muestra 200843338

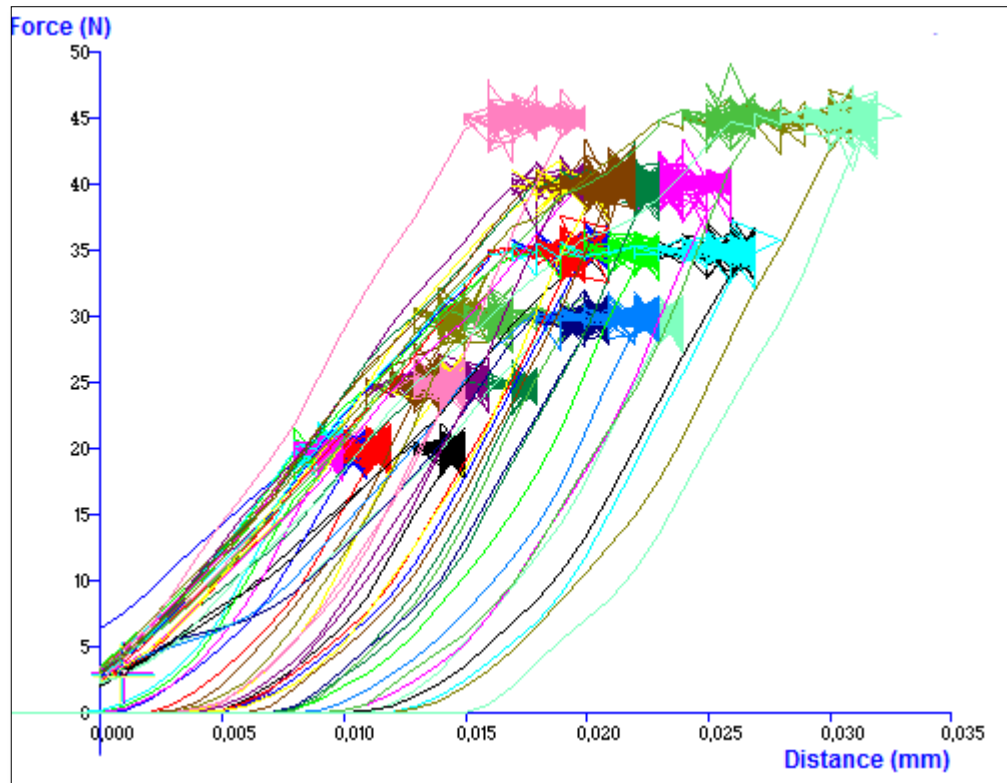




Tabla 19. Resumen de resultados promedios para el parámetro de indentación IM de la formación la Luna y su respectivo análisis estadístico.

IM [N/mm]					
SAMPLE	ORIENTACIÓN	INDENTACIONES	MEDIA	DESVIACIÓN $\sigma$	CV%
200828581	Horizontal	15	4200,966	392,020	9,332
200833893	Horizontal	30	3419,918	392,667	11,482
200833896	Vertical	30	2396,907	290,625	12,125
200841068	Horizontal	30	3596,758	828,833	23,044
200842222	Horizontal	28	3982,506	649,494	16,309
200842226	vertical	29	3841,979	507,656	13,213
200843338	Horizontal	29	3534,112	395,232	11,183
200843348	Horizontal	30	3312,189	421,452	12,828
200844460	Horizontal	30	3453,152	354,984	10,280
200844463	vertical	30	2350,217	254,505	10,829
200845578	Horizontal	30	3366,011	454,167	13,493

Tabla 20. Resumen de resultados promedios para el parámetro de indentación Er de la formación la Luna y su respectivo análisis estadístico.

Er [Pa]					
SAMPLE	ORIENTACIÓN	INDENTACIONES	MEDIA	DESVIACIÓN $\sigma$	CV%
200828581	Horizontal	15	4,720E+09	5,257E+08	11,137
200833893	Horizontal	30	3,881E+09	4,942E+08	12,735
200833896	Vertical	30	2,831E+09	3,916E+08	13,834
200841068	Horizontal	30	3,777E+09	8,827E+08	23,368
200842222	Horizontal	28	4,271E+09	7,390E+08	17,302
200842226	vertical	29	4,327E+09	7,142E+08	16,504
200843338	Horizontal	29	3,921E+09	4,920E+08	12,548
200843348	Horizontal	30	3,658E+09	5,785E+08	15,979
200844460	Horizontal	30	3,666E+09	5,108E+08	13,935
200844463	vertical	30	2,768E+09	3,468E+08	12,530
200845578	Horizontal	30	3,712E+09	5,521E+08	14,874
<b>1MPa= 145,04 PSI</b>					

Tabla 21. Resumen de resultados promedios para el parámetro de indentación EIT de la formación la Luna y su respectivo análisis estadístico.

EIT[Pa]					
SAMPLE	ORIENTACIÓN	INDENTACIONES	MEDIA	DESVIACIÓN $\sigma$	CV%
200828581	Horizontal	15	4,332E+09	4,931E+08	11,383
200833893	Horizontal	30	3,363E+09	4,356E+08	12,954
200833896	Vertical	30	2,675E+09	3,747E+08	14,009
200841068	Horizontal	30	3,149E+09	7,484E+08	23,771
200842222	Horizontal	28	3,562E+09	6,273E+08	17,612
200842226	vertical	29	3,882E+09	6,533E+08	16,828
200843338	Horizontal	29	3,298E+09	4,207E+08	12,755
200843348	Horizontal	30	3,262E+09	5,240E+08	16,234
200844460	Horizontal	30	3,114E+09	4,415E+08	14,179
200844463	vertical	30	2,464E+09	3,126E+08	12,685
200845578	Horizontal	30	3,163E+09	4,778E+08	15,108
<b>1MPa= 145,04 PSI</b>					

#### 4.4. CORRELACIONES EXPERIMENTALES ENTRE EL MÓDULO DE YOUNG DINÁMICO ( $E_d$ ) Y LOS PARÁMETROS DE INDENTACIÓN PARA LAS MUESTRAS DE SHALE EXTRAÍDAS DE LA FORMACIÓN LA LUNA.

Con los datos de Módulo elástico o de Young dinámico  $E_d$  obtenidos a partir de las mediciones de velocidades de onda ultrasónicas (S, P) y el valor de la densidad aparente, presentados en la tabla 5 y los datos promedio de los parámetros obtenidos a partir del análisis de las curvas de indentación, se pueden construir correlaciones de tipo lineal.

La correlación se realizó por el método de mínimos cuadrados. Una correlación no significativa o simplemente muy baja, puede ser tan informativa e interesante como una correlación alta. El descubrir una no relación puede tener tanto interés como verificar que sí existe relación. También puede suceder que se dé una clara relación, y esto puede apreciarse en un diagrama de dispersión. A continuación en la tabla 22 se presentan los valores de Módulo de Young dinámico  $E_d$  con los correspondientes valores de los parámetros de indentación que se utilizaran para la construcción de las correlaciones.

Tabla 22. Valores de  $E_d$  y parámetros de indentación para las muestras de la Luna.

SAMPLE	PARÁMETROS DE INDENTACIÓN			MÓDULO DINÁMICO
	IM [N/mm]	Er [Pa]	EIT[Pa]	Ed[Pa]
200828581	4200,966	4,720E+09	4,332E+09	3,623E+10
200833893	3419,918	3,881E+09	3,363E+09	1,527E+10
200833896	2396,907	2,831E+09	2,675E+09	1,606E+10
200841068	3596,758	3,777E+09	3,149E+09	1,521E+10
200842222	3982,506	4,271E+09	3,562E+09	1,860E+10
200842226	3841,979	4,327E+09	3,882E+09	2,580E+10
200843338	3534,112	3,921E+09	3,298E+09	1,483E+10
200843348	3312,189	3,658E+09	3,262E+09	1,468E+10
200844460	3453,152	3,666E+09	3,114E+09	1,607E+10
200844463	2350,217	2,768E+09	2,464E+09	1,479E+10
200845578	3366,011	3,712E+09	3,163E+09	1,430E+10
				<b>1MPa= 145,04 PSI</b>

#### 4.4.1. Construcción de correlaciones experimentales

**Correlación entre Ed y el Módulo de Indentación IM:** Los datos de módulo de indentación (IM) se correlacionaron con sus respectivos datos de Ed (Tabla 22). Para estos datos se hicieron regresiones de tipo lineal como se muestra a continuación.

$$Y = ax + b$$

Donde

$$X = Ed$$

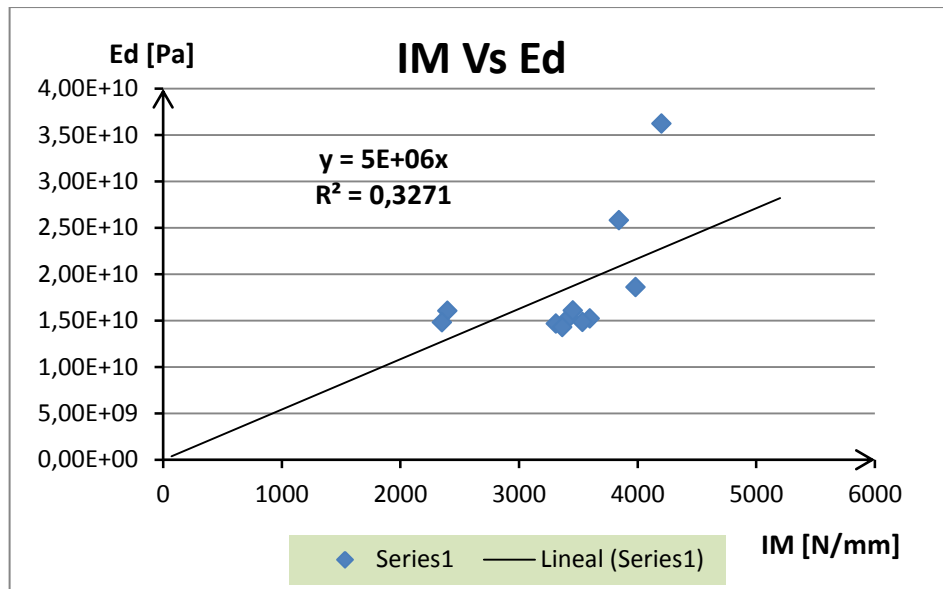
$$X = IM$$

$R^2$  = Coeficiente de correlación.

La fuerza de asociación entre las dos variables puede obtenerse descriptivamente por medio del coeficiente de correlación, denotado por  $R^2$ . Los valores oscilan entre -1 y 1. Entre más cercano sea el valor a 1 o -1 mejor es el ajuste de la recta de regresión. Un valor de  $R^2 = 0$  indica que no existe relación lineal entre las dos variables pero puede existir otro tipo de relación (curvilínea). Un valor positivo de  $R^2$  indica que la recta sube hacia la derecha; un valor negativo, que la recta baja hacia la derecha. El método de mínimos cuadrados busca encontrar un modelo estadístico que relacione la mayor cantidad de puntos, de tal forma que la distancia entre la función de correlación y cada uno de los puntos sea mínima. El resultado de la regresión lineal se puede ver a continuación:

$$y = 5,502 E6 * IM \qquad R^2 = 0,319 \qquad (23)$$

Figura 28. Grafica de correlación lineal entre módulo de Young dinámico  $E_d$  y el módulo de indentación  $IM$ .



**Correlación entre  $E_d$  y el Módulo compuesto o reducido  $E_r$ :** Los datos de Módulo reducido ( $E_r$ ) se correlacionaron con sus respectivos datos de  $E_d$  (Tabla 22). Para estos datos se hicieron regresiones de tipo lineal como se muestra a continuación.

$$Y = ax + b$$

Donde

$$X = E_d$$

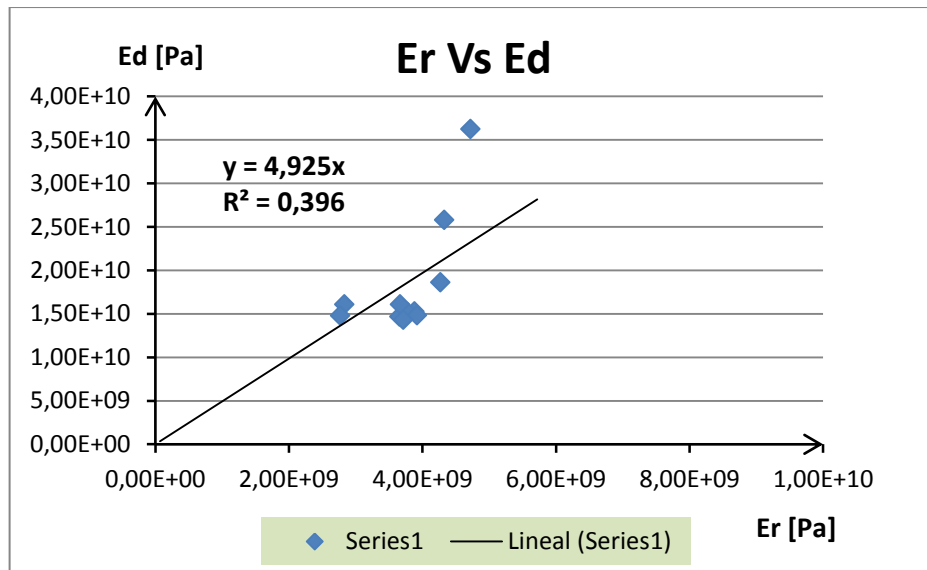
$$X = E_r$$

$R^2$  = Coeficiente de correlación.

El resultado de la regresión lineal se puede ver a continuación:

$$y = 4,929 * E_r \qquad R^2 = 0,396 \qquad (24)$$

Figura 29. Gráfica de correlación lineal entre módulo de Young dinámico  $E_d$  y el módulo de reducido  $E_r$ .



**Correlación entre  $E_d$  y el Módulo elástico de Indentación EIT:** Los datos de Módulo elástico de indentación (EIT) se correlacionaron con sus respectivos datos de  $E_d$  (Tabla 22). Para estos datos se hicieron regresiones de tipo lineal como se muestra a continuación.

$$Y = ax + b$$

Donde

$$X = E_d$$

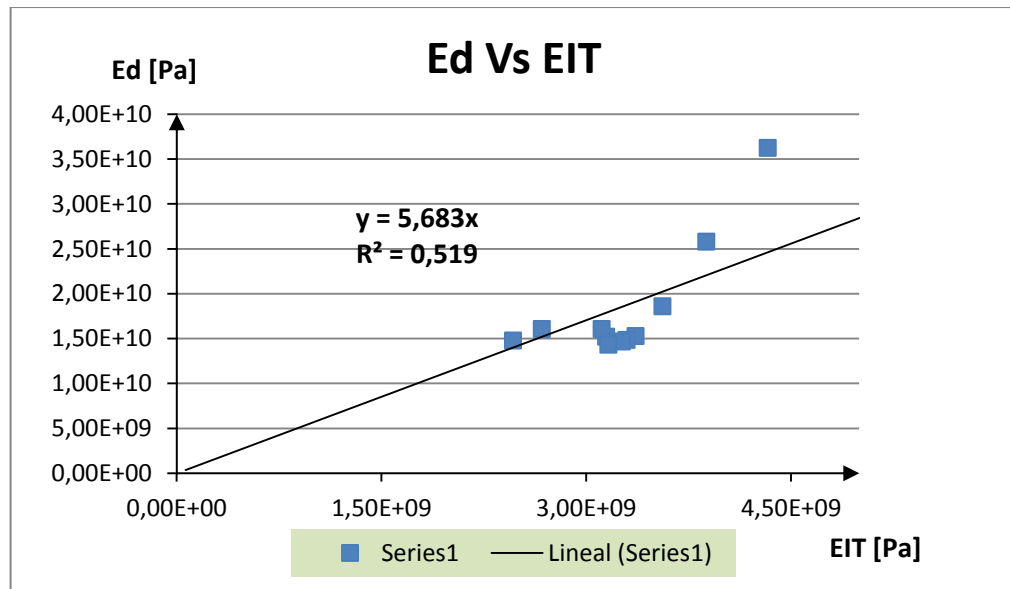
$$X = EIT$$

$R^2$  = Coeficiente de correlación.

El resultado de la regresión lineal se puede ver a continuación:

$$y = 5,683 * EIT \qquad R^2 = 0,519 \qquad (25)$$

Figura 30. Gráfica de correlación lineal entre módulo de Young dinámico  $E_d$  y el módulo elástico de indentación EIT



De acuerdo con el coeficiente de correlación obtenido, se selecciona la correlación entre el módulo de Young dinámico y el parámetro de indentación EIT (módulo elástico de indentación), como la que mejor representa la relación entre las variables para las muestras de la formación la Luna y queda en evidencia que la correlación obtenida con este parámetro de Indentación es preliminar y además requiere en trabajos futuros ser fortalecida con una mayor cantidad de puntos y en un rango elástico más amplio.

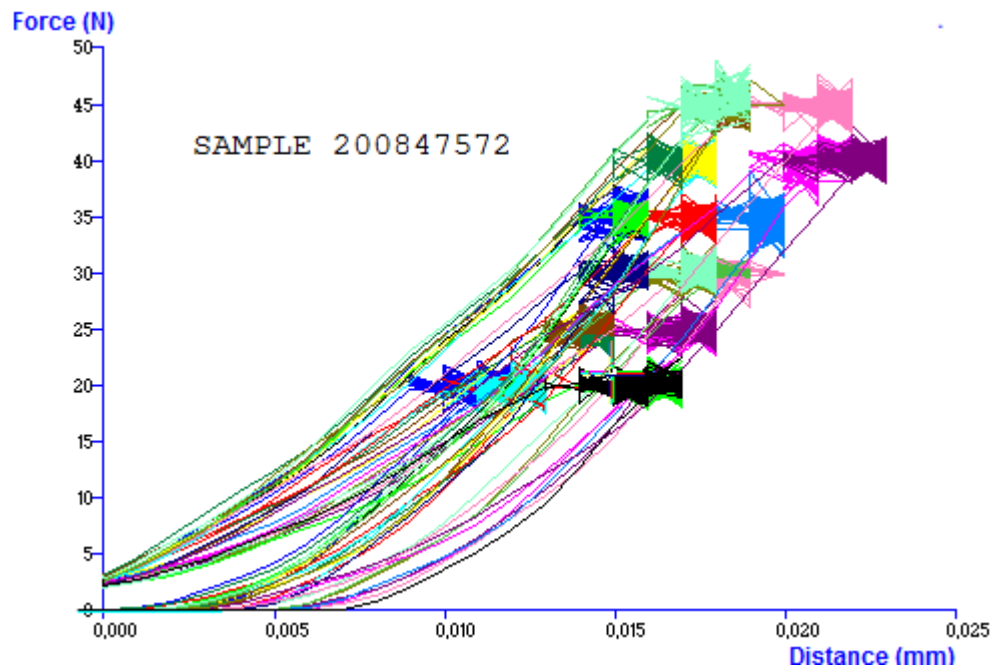
En el caso de indentación Instrumentada (escalas nanométricas) EIT y  $E_d$  son similares, sin embargo debido a la escala mucho mayor bajo la cual se desarrolla la técnica de indentación con el analizador de textura este valor disminuye, pero conserva una tendencia lógica. La precisión del método como es reportado en la literatura depende de la capacidad para determinar adecuadamente el área de

contacto entre el indentador y la muestra. Por ello, si existen desviaciones en la geometría real del indentador con respecto a la ideal considerada en el método de Oliver y Pharr se cometerán errores en el cálculo de las propiedades mecánicas de la muestra. Por otro lado, existen diversos efectos asociados al tamaño de la indentación relacionados con la respuesta del propio material, sin embargo, hay otros que pueden deberse a efectos introducidos por el propio método de análisis de las curvas fuerza – desplazamiento.

## 5. APLICACIÓN DE LA CORRELACIÓN EXPERIMENTAL EN MUESTRAS DE SHALE OBTENIDAS PARA LA FORMACIÓN LA LUNA A DIFERENTES PROFUNDIDADES.

La aplicación se realizó sobre la misma formación considerada para la obtención de las correlaciones, ya que se disponía de datos de pruebas de indentación y mediciones dinámicas realizadas en el laboratorio Mecánica de Rocas del ICP. La metodología empleada para la obtención del parámetro de indentación EIT es la señalada en los capítulos anteriores de este trabajo. La figura 31 corresponde a la familia de curvas de indentación de una de las muestras empleadas para la validación de la correlación, los datos empleados corresponden al análisis de las curvas de indentación en la zona de carga.

Figura 31. Ejemplo de la familia de curvas para una muestra disponibles para la validación.



Las características principales de las muestras utilizadas para la evaluación de la correlación entre el parámetro de indentación EIT y el módulo de Young dinámico así como el resultado promedio de este parámetro de indentación se presentan en la tabla 23.

Tabla 23. Resumen de resultados promedios para el parámetro de indentación EIT de la formación la luna y su respectivo análisis estadístico.

SAMPLE	ORIENTACIÓN	INDENTACIONES	MEDIA	$\sigma$	CV%
200845580	vertical	30	2,977E+09	3,790E+08	12,731
200847572	Horizontal	30	3,326E+09	5,567E+08	16,741
200851933	vertical	30	3,739E+09	5,508E+08	14,732
200847257	Vertical	30	2,055E+09	2,643E+08	12,861
200851932	Horizontal	30	3,419E+09	4,453E+08	13,023
200843359	vertical	30	4,038E+09	6,974E+08	17,271
200854239	Horizontal	30	3,796E+09	5,641E+08	14,859
200853501	Vertical	30	2,827E+09	4,350E+08	15,385
200849721	Horizontal	30	3,464E+09	5,325E+08	15,375
<b>1MPa= 145,04 PSI</b>					

Los resultados de Módulos elásticos de Indentación (EIT) presentados en la (Tabla 23), fueron evaluados en la correlación obtenida para el Módulo de indentación dinámico  $E_d$  a partir de este Parámetro (Ecuación 25) los resultados de estas evaluaciones del  $E_d$  se presentan en la Tabla 24. En esta tabla se incluye el cálculo del error entre la medición dinámica del módulo de Young (Teórico) y el calculado a partir de la correlación (Experimental).

Tabla 24. Módulo de Young dinámico  $E_d$  calculado a partir de la correlación desarrollada.

$Y=5,683 \cdot EIT$		$R^2= 0,519$		
SAMPLE	EIT [Pa]	M. de Young dinámico $E_d$ [Pa]	M. de Young dinámico $E_d^*$ [Pa]	% Error
200845580	2,977E+09	1,424E+10	1,692E+10	18,767
200847572	3,282E+09	1,634E+10	1,865E+10	14,168
200851933	3,739E+09	1,874E+10	2,125E+10	13,378
200847257	2,031E+09	1,425E+10	1,154E+10	18,988
200851932	3,419E+09	1,895E+10	1,943E+10	2,515
200843359	3,997E+09	1,993E+10	2,271E+10	13,951
200854239	3,796E+09	2,662E+10	2,157E+10	18,954
200853501	2,827E+09	1,834E+10	1,607E+10	12,418
200849721	3,464E+09	2,212E+10	1,968E+10	11,007
Ed* Valor calculado con la correlación, 1MPa= 145,5 PSI				

En la anterior tabla se observa un error promedio de 14% al aplicar la correlación entre el módulo dinámico de Young y el parámetro de indentación EIT. Este error es considerable y puede estar asociado a la alta heterogeneidad y anisotropía de las muestras shale. Adicionalmente como es reportado en la literatura algunas causas de error al aplicar la técnica de indentación están relacionadas con condiciones de prueba y estado inicial de las muestras: Espesor, rugosidad, variación mineralógica, influencia del soporte de la muestra, vibraciones y variaciones de temperatura entre otros.

## 5.1. METODOLOGÍA RECOMENDADA PARA EL DESARROLLO Y APLICACIÓN DE LAS CORRELACIONES EXPERIMENTALES ENTRE PARÁMETROS DE INDENTACIÓN Y EL MÓDULO DE YOUNG DINÁMICO.

Para el desarrollo de las correlaciones presentadas se disponía de las curvas de indentación y las mediciones de velocidades ultrasónicas, debido a esto la metodología que se recomendara no incluye selección, preparación ni ejecución de los ensayos de indentación y mediciones acústicas. Se recomienda revisar los trabajos citados en la bibliografía de este documento en los que se logró correlacionar parámetros de resistencia con parámetros de indentación, estableciendo diferentes procedimientos y metodologías para este fin. La metodología es la siguiente:

1. **Revisión de la data disponible:** Para la construcción de las correlaciones entre el módulo de Young dinámico y los parámetros de indentación se debe garantizar disponer de información de dos tipos de pruebas, la indentación donde se realiza el análisis de las curvas de carga-desplazamiento y la Prueba de la medición de velocidades acústicas para el cálculo del módulo de Young dinámico.
2. **Selección de las curvas de indentación:** Garantizar que las curvas de indentación tomadas se encuentren en las mismas condiciones de prueba (parámetros de prueba similares), esto para disminuir la dispersión de los datos y obtener correlaciones más ajustadas.

3. **Análisis de las curvas de indentación:** Emplear la metodología presentada en el capítulo 4 de este documento para el cálculo de los parámetros de indentación, que tiene como base el uso del software Texture Exponent 32.
4. **Interpretación de los resultados:** A las gráficas obtenidas de los ensayos de indentación se realiza un análisis hallando el módulo elástico de indentación EIT, empleando los datos iniciales de descarga (25% de los datos iniciales) y el modelo matemático propuesto para la indentación Instrumentada.
5. **Desarrollo de correlaciones:** Con los datos de Módulo elástico o de Young dinámico  $E_d$  obtenidos a partir de las mediciones de velocidades de onda ultrasónicas (S, P) y los datos promedio de los parámetros obtenidos a partir del análisis de las curvas de indentación, se pueden construir correlaciones de tipo lineal. El método empleado es el de mínimos cuadrados.
6. **Aplicación de las Correlaciones Experimentales:** Consiste en obtener los parámetros de indentación promedio para las diferentes muestras y aplicar las correlaciones respectivas. Si se desea emplear esta metodología a otras formaciones shale, considerar el estado de las correlaciones debido a la naturaleza heterogénea y anisotrópica de estas rocas.

## 6. CONCLUSIONES

En este trabajo se presentó el marco teórico correspondiente a la determinación de propiedades elásticas de las rocas shale, empleando técnicas convencionales como análisis de las curvas esfuerzo/deformación, ensayos ultrasónicos y no convencionales como la técnica de nanoindentación. Adicionalmente se realizó una breve revisión de la técnica de indentación empleada en el laboratorio Mecánica de Rocas del Instituto Colombiano Del Petróleo.

Se logró correlacionar el módulo de Young dinámico ( $E_d$ ) con los distintos parámetros obtenidos a partir del análisis de los datos iniciales de descarga para la familia de curvas de indentación de cada muestra. Estos datos de descarga se ajustan al modelo ley de potencia, como es descrito en la literatura.

Basados en los coeficientes de correlación obtenidos, se puede concluir que existe una correlación entre los parámetros de indentación ( $IM$ ,  $E_r$  y  $EIT$ ) versus módulo dinámico de Young ( $E_d$ ). Lo anterior demuestra la aplicabilidad de la técnica de indentación para la caracterización mecánica de las rocas.

El parámetro que mostró una mayor correlación con la medición dinámica del módulo de Young fue el módulo elástico de indentación  $EIT$ . En el caso de indentación Instrumentada  $EIT$  y  $E_d$  son similares, sin embargo debido a las escala mucho mayor bajo la cual se desarrolla la técnica de indentación con el analizador de textura y en general a las condiciones de prueba y muestra este valor disminuye, pero conserva una tendencia lógica.

El uso de las correlaciones como las desarrolladas en este trabajo de investigación expone un gran potencial para determinar el módulo de Young de formaciones shale de manera precisa, permitiendo a su vez la determinación de esta propiedad elástica fundamental cuando no existen datos de registro de pozo o no se cuenta con rocas representativas para las pruebas convencionales de laboratorio. En estos casos, esto representa una herramienta muy práctica y útil ya que el equipo utilizado en esta prueba de indentación es portátil. Por lo tanto, la caracterización de los shale en tiempo real durante el proceso de perforación es posible mediante el uso de esta técnica.

## 7. RECOMENDACIONES

Se recomienda hacer un fortalecimiento de la cantidad de puntos indentados que conforman las correlaciones, incluyendo un rango más amplio de rigidez.

Se recomienda realizar pruebas preliminares que permitan definir los parámetros óptimos de prueba, mostrando el grado de influencia de los mismos sobre las propiedades de las rocas medidas con la técnica de indentación.

Se recomienda realizar el mismo procedimiento sobre curvas de indentación de muestras de material más homogéneo, con el fin de calibrar el equipo y verificar la metodología. Igualmente se recomienda realizar un procedimiento similar para otro tipo de geometrías de punta de indentador.

Se recomienda efectuar análisis previos de mineralogía a muestras representativas para estudiar el efecto de las diferentes composiciones mineralógicas sobre la rigidez de los shales, permitiendo una correlación más ajustada acorde a la formación estudiada lo que ayudara a comprender el complejo y variado comportamiento mecánico que presentan estas formaciones.

## 8. BIBLIOGRAFÍA

ABOUSLEIMAN, Y. *et al.* 2009, GeoMechanics Field Characterization of the Two Prolific U.S. Mid-West Gas Plays with Advanced Wire-Line Logging Tools. Paper SPE 124428.

ABOUSLEIMAN, Y. *et al.* 2007. Geomechanics Field and Lab Characterization of Woodford Shale: The Next Gas Play. Paper SPE 110120.

ANGEL, John. Metodología para identificar en tiempo real las zonas de inestabilidad geomecánica, y mitigar los riesgos durante las operaciones de perforación de pozos petroleros. Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Minas Escuela de Ingeniería Civil Medellín, Colombia 2012. 136p.

ASTM Designation: D7012 – 10. Standard Test Method for Compressive Strength and Elastic Moduli of Intact Rock Core Specimens under Varying States of Stress and Temperatures.

ASTM Designation: D2845–08. (Reapproved 2005). Standard Test Method for Laboratory Determination of Pulse Velocities and Ultrasonic Elastic Constants of Rock.

BALLESTEROS, Carlos y PARRA, Joulin. Estudio estratigráfico secuencial para la formación la luna en el costado oriental de la cuenca del valle medio del magdalena: una visión exploratoria de hidrocarburos no convencionales. Universidad Industrial de Santander, facultad de Fisicoquímicas, Escuela de Geología. Bucaramanga 2012. 112p

BATZLE, M. L., HAN, D., and HOFMANN, R. 2006. Fluid mobility and frequency-dependent seismic velocity-Direct measurements. Geophysics 71(1): N1-N9.

B. POON; D. Rittel and G. Ravichandran. An analysis of nanoindentation in linearly elastic solids. *International Journal of Solids and Structures* Vol. 45, Issue 24, 1 December 2008, P 6018–6033

BROWN, E. T. ed. 1981. *Rock characterization, testing and monitoring: ISRM suggested methods*. 211 pp. New York: Pergamon Press.

CABRERA J. R., and DE GENNARO S. *Aplicaciones Prácticas de la Geomecánica en la Industria Petrolera y Gasífera*, ICP, Diciembre 2003.

CAO, Yanping, *et al.* The use of flat punch indentation to determine the viscoelastic properties in the time and frequency domains of a soft layer bonded to a rigid substrate. *Volume 5, Issue 1, January 2009, Pages 240–248.*

CORZO, Reinel y RINCÓN, Claudio. *Medición y evaluación de la magnitud y dirección de los esfuerzos in-situ en campo*. Universidad Industrial De Santander. Facultad De Ingeniería Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería de Petróleos, Escuela de Geología. Bucaramanga 2004. 242p.

DEIRIEH, Amer. *Statistical nano-chemo-mechanical assessment of shale by wave dispersive spectroscopy and nanoindentation-* Massachusetts Institute of Technology. Dept. of Civil and Environmental Engineering. 2011. 265p.

DELAFARGUE, A. *Material Invariant Properties of Shales: Nanoindentation and Microporoelastic Analysis*. Tesis de Maestría. Massachusetts Institute of Technology. Dept. of Civil and Environmental Engineering, 2005. 132 p.

FJAER E, Holth R.M, Horsrud P, Raaen A.M. & Risnes R. *Petroleum Related Rock Mechanics*. Second Edition. Elsevier. 2008. 491p.

FRANCO, Adonias, *et al.* The Use of a Vickers Indenter in Depth Sensing Indentation for Measuring Elastic Modulus and Vickers Hardness. En: *Materials Research*. 2004, Vol. 7, no. 3., p. 483-49.

GARCIA, Ricardo, *et al.* Development of experimental correlations between indentation parameters and unconfined compressive strength (UCS) values in shale samples. En: CT&F-Ciencia Tecnología y Futuro. Vol. 3, No. 4, Dic 2008. P.125-135.

GARCÍA, Ricardo. Desarrollo de correlaciones experimentales a partir de parámetros de indentación para la obtención de la resistencia compresiva uniaxial (ucs) en muestras de shale. Trabajo de grado (Ingeniero de Petróleos). Universidad Industrial De Santander. Facultad De Ingenierias Fisico-Quimicas, Escuela De Ingenieria De Petróleos. Bucaramanga 2008. 238p

GOODMAN, R. E. 1980. Introduction to rock mechanics. 478 pp. Wiley, New York.  
Grupo de Investigación sobre Desarrollo Regional Y Ordenamiento Territorialrial –  
GIDROT. Diagnóstico dimensión biofísico ambiental territorial de santander,  
universidad industrial de Santander.

H. ARAKIM and S.Hasegawa. 2010. Micro-indentation Tests to Evaluate Micro-scale Mechanical Properties of Granites. Paper ARMA 10-378.

Instrumented Indentation Testing: A Draft ASTM Practice. Disponible en web:  
[http://www.astm.org/SNEWS/OCTOBER\\_2003/tobolski\\_oct03.html](http://www.astm.org/SNEWS/OCTOBER_2003/tobolski_oct03.html).

JAMBUNATHAN, Venkataraman. Study of mechanical properties of carbonates. Norman, Oklahoma.2008 University Of Oklahoma. 2008. 173p.

J. Hay. Introduction To Instrumented Indentation Testing. Society for Experimental  
Mechanic. 2009. 66-72p.

KOU, Shao-Quan, *et al.* Identification of the governing parameters related to rock indentation depth by using similarity analysis. Engineering Geology Vol. 49, Issues 3–4, 2 April 1998, P 261–269.

- KUMAR, Vikas. Geomechanical characterization of shale using Nano-indentation. Tesis de Maestría. Norman, Oklahoma, 2012. 157 p.
- KUMAR, Vikas; SONDERGELD, Carl y RAI, Chandra. 2012. Nano to macro mechanical characterization of shale. Paper SPE 159804.
- KUMAR, Vikas, *et al.* 2012. Estimation of elastic properties of organic matter and Woodford Shale through nano-indentation measurements. Paper SPE 162778.
- MARTÍNEZ, Deyna. Desarrollo de correlaciones entre el módulo de indentación y ángulo de fricción interno en material rocoso. Trabajo de grado Ingeniera Civil). Universidad Industrial de Santander, Facultad De ingeniería Físico – Mecánica Escuela De Ingeniera Civil. Bucaramanga 2012. 116p.
- MATEUS, Jefferson, *et al.* Correlation development between indentation parameters and uniaxial compressive strength for Colombian sandstones. En: CT&F-Ciencia Tecnología y Futuro. Vol. 3, No. 3, Dic 2007. P.125-135.
- MEZA, Juan; CHAVES, Cesar y VÉLEZ, Juan. Técnicas de indentación: medición de propiedades mecánicas en cerámicas. En: Dyna, Año 73, no. 149, pp. 81-93. Medellín, Julio de 2006.
- MINH, Tran. Geomechanics field and laboratory characterization of woodford shale. Tesis de Maestría. Norman, Oklahoma, 2009. 125p.
- MORALES, L. (1958). General geology and oil occurrences of Middle Magdalena Valley, Colombia. In: Habitat of Oil Symposium. American Association of Petroleum Geologists, pp. 641-695.
- M. R. VanLandingham, *et al.* Nanoindentation of polymers: an overview. Macromol. Symp. 2001, 167, p 15-43.
- NICHOLAS, Randall; VANDAMME, Matthieu y ULM, Franz-Josef. Nanoindentation analysis as a two-dimensional tool for mapping the mechanical properties of complex surfaces. En: Journal of Materials Research Vol. 24, No. 3, Mar 2009.

ORTEGA, Alberto. Microporomechanical Modeling of Shale. Tesis de Doctorado. Massachusetts Institute of Technology, 2010. 429p.

ORTEGA, J; F.-J. Ulm, and Y. Abousleiman. "The Effect of the Nanogranular Nature of Shale on Their Poroelastic Behavior" Acta Geotechnica, 2007, vol. 2, pp. 155-182.

GARCÍA, Ricardo. Desarrollo de correlaciones experimentales a partir de parámetros de indentación para la obtención de la resistencia compresiva uniaxial (UCS) en muestras de shale. 2008. Universidad Industrial de Santander.

RICO, M y GARRIDO, A. Problemática en la determinación de módulo elástico y dureza de materiales cerámicos de alta rigidez mediante indentación. En: Cerámica y Vidrio. 2008, vol. 47 no. 2., p. 110-116.

SAM BOGGS, Jr. Petrology of sedimentary rocks. Second edition. 2009. Cambridge University. 600p.

TORRES, Mayda L. Análisis del efecto de interacción entre el lodo de perforación y los shale, en las medidas de módulo de indentación IM y fuerza crítica de transición CTF, obtenidas de la prueba de indentación. 2006. Universidad Industrial de Santander.

TUTUNCU, A. N., Podio, A. L., Gregory, A. R. and Sharma, M. M. 1998a. Nonlinear viscoelastic behavior of sedimentary rocks, Part 1: Effect of frequency and strain amplitude. Geophysics 63(1): 184-194.

VASQUEZ, Andrés R. Curso: Introducción a la Geomecánica Petrolera. Caracas, 2001.

W.C., Oliver and G.M., Pharr.. 2004. Measurement of Hardness and Elastic Modulus by Instrumented Indentation: Advances in Understanding and Refinements to Technology. Journal of Materials Research. Vol. 19, No. 1, Jan 2004

WANG, Z. 1997. Seismic properties of carbonate rocks. In Carbonate Seismology, ed. Palaz, I. and Marfurt, K. J. 29-52. Society of Exploration Geophysicists, Tulsa.

W.C., Oliver and G.M., Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Journal of Materials Research, Vol. 7, No. 6, Jun. 1992. P 1564–1583.

YALE, D. P., Nieto, J. A. and Austin, S. P. 1995. The effect of cementation on the static and dynamic mechanical properties of Rotliegendes sandstone. Proc. 35th U.S. Symposium on Rock Mechanics, Balkema, Rotterdam. 169-175.

ZAUSA, F., *et al.* (1997). Real time wellbore stability analysis at the rig site. SPE/IADC Drilling Conference, Amsterdam, The Netherlands, March 4-6. SPE 37670.

ZOBACK M., Reservoir Geomechanics: Earth Stress and Rock Mechanics Applied to Exploration, Production and Wellbore Stability. Department of Geophysics Stanford University. 2006.

ZOFKA, Adam. Development of simple asphalt test for determination of rap blending charts. June 2004. University of Minnesota Department of Civil Engineering 500 Pillsbury Drive S.E. Minneapolis, MN 55455-0116.

## 9. ANEXOS

ANEXO A: familia de curvas para cada una de las muestras (sample) empleadas en la construcción de las correlaciones. Cada curva corresponde a la respuesta del material durante un ciclo completo de carga y descarga.

Figura A-1. Familia de curvas para la muestra 200828581

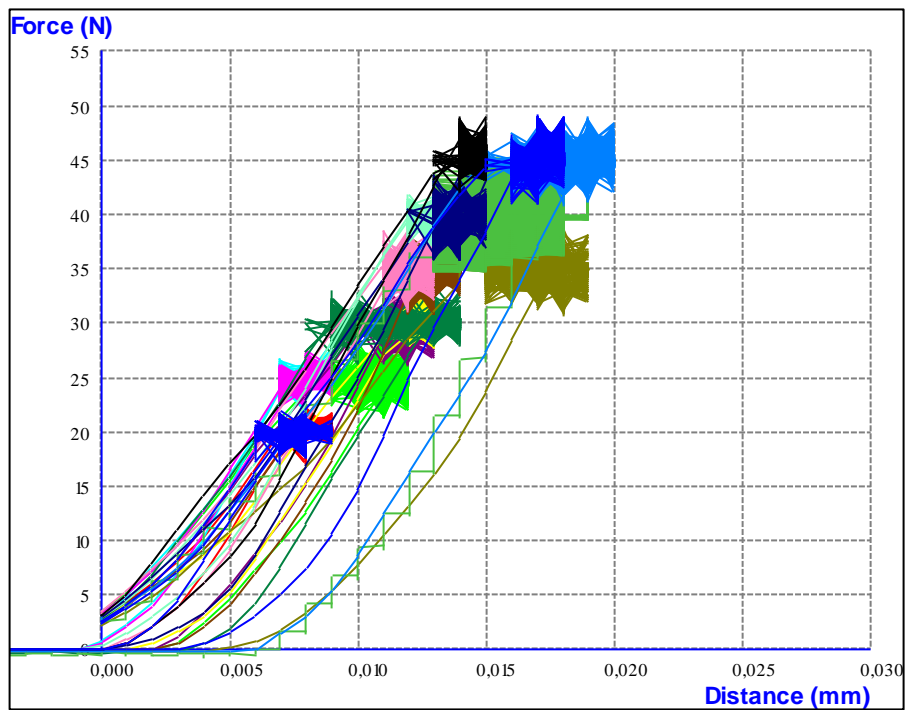


Figura A-2. Familia de curvas para la muestra 200833893

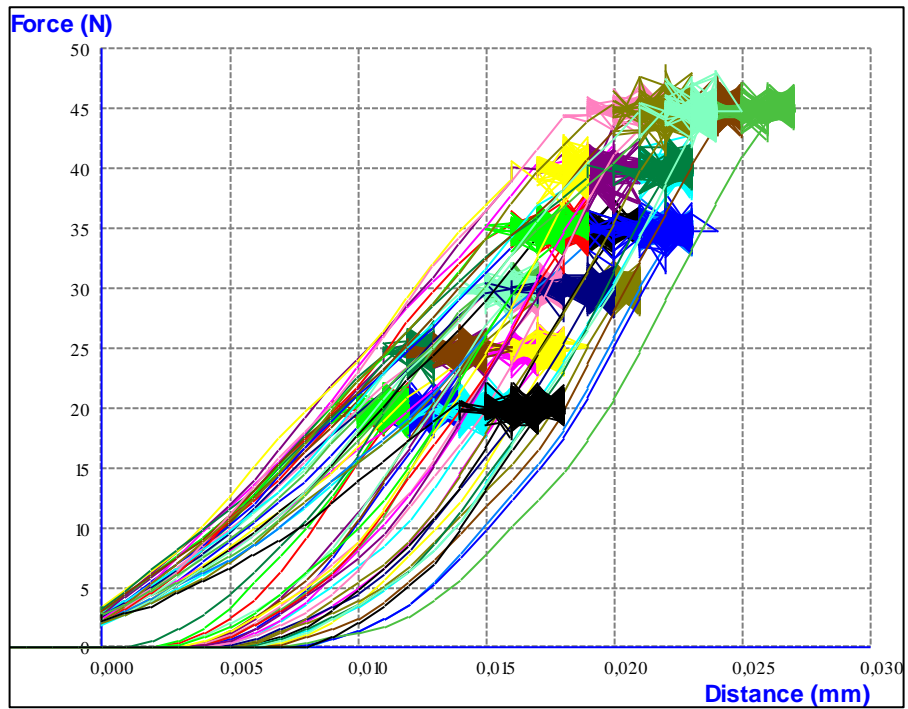


Figura A-3. Familia de curvas para la muestra 200833896

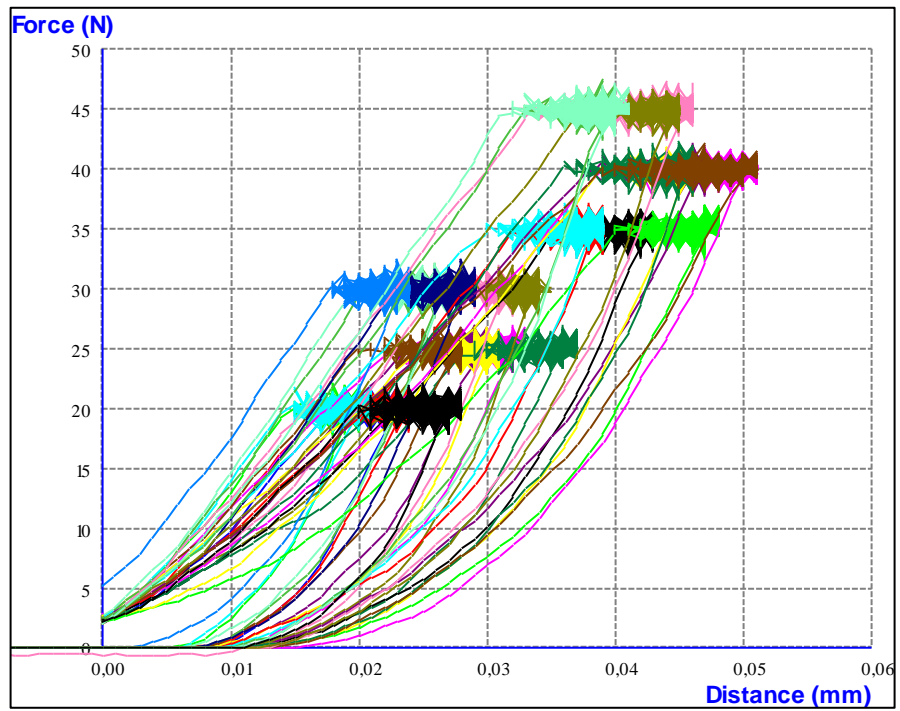


Figura A-4. Familia de curvas para la muestra 200841068

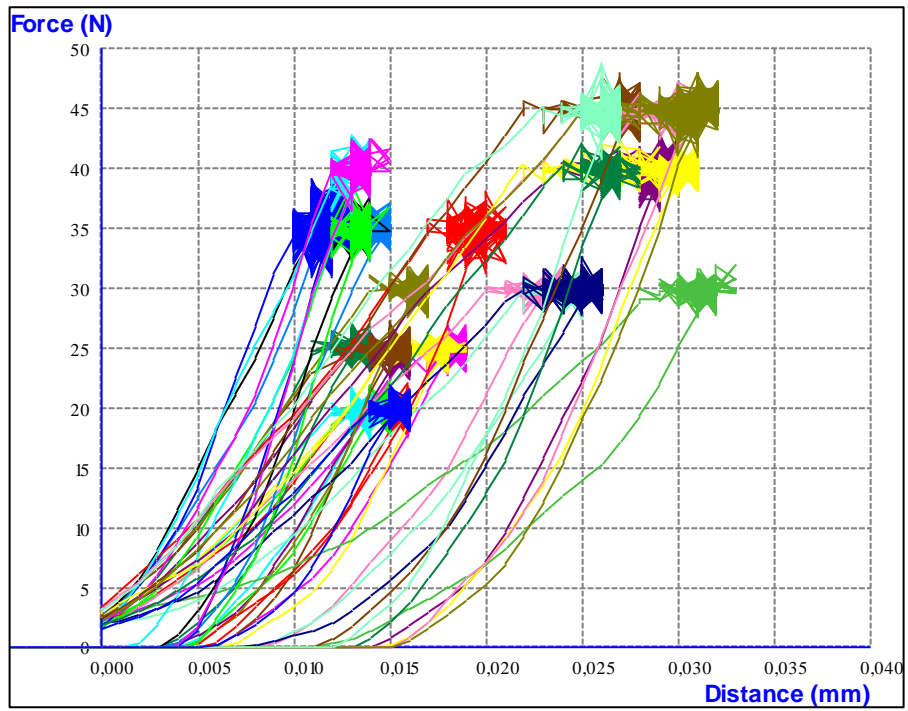


Figura A-5. Familia de curvas para la muestra 200842222

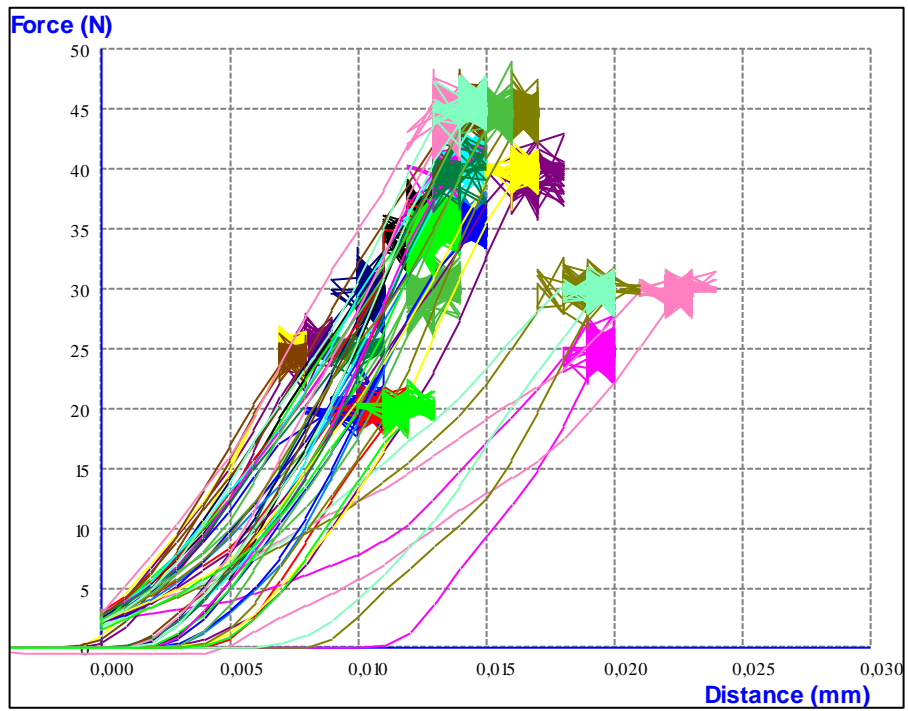


Figura A-6. Familia de curvas para la muestra 200842226

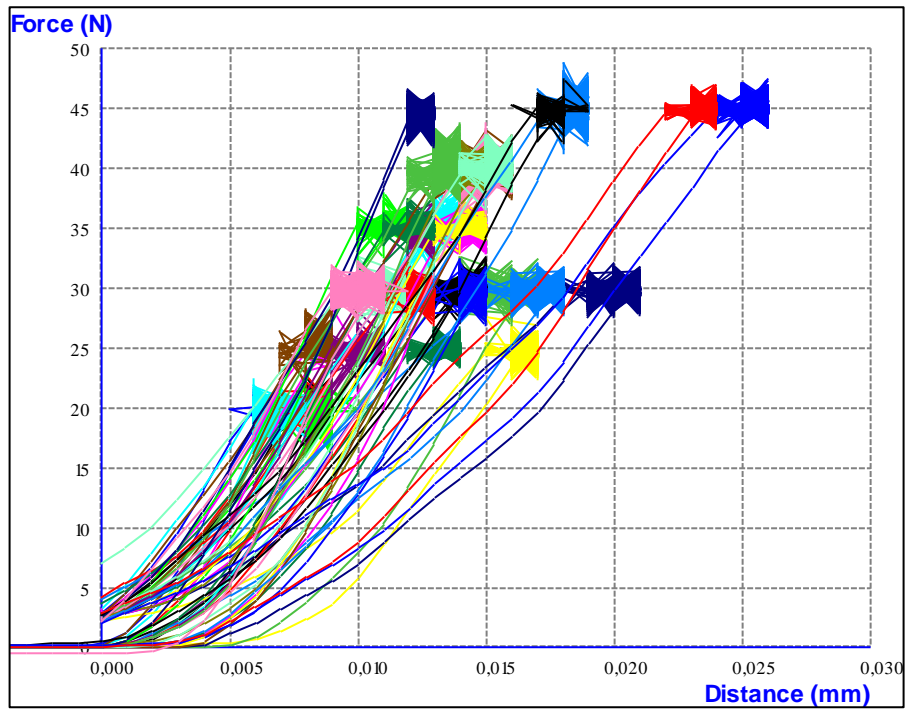


Figura A-7. Familia de curvas para la muestra 200843338

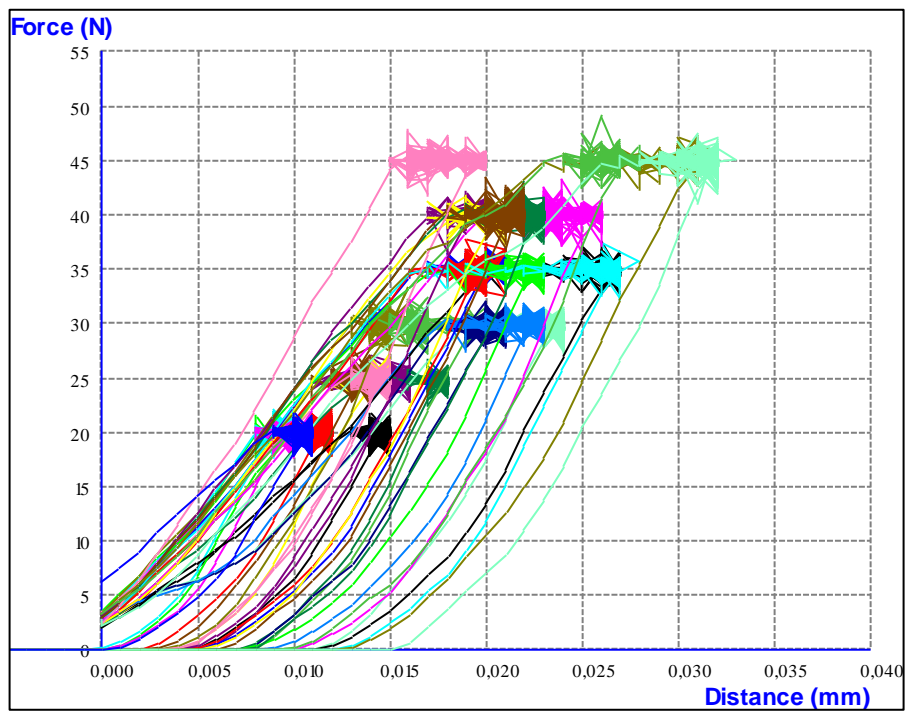


Figura A-8. Familia de curvas para la muestra 200843348

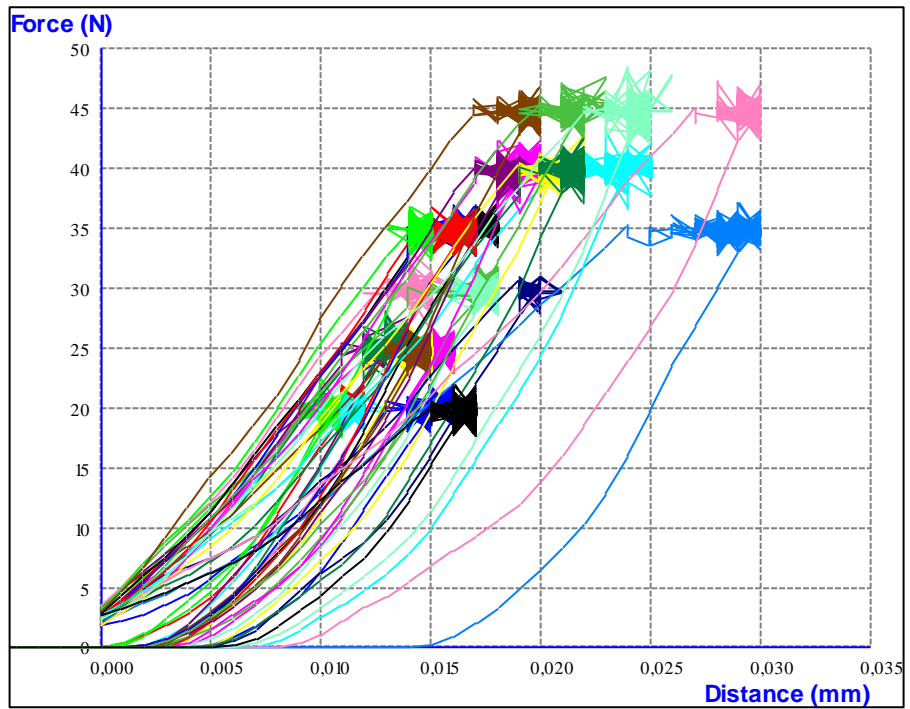


Figura A-9. Familia de curvas para la muestra 200844460

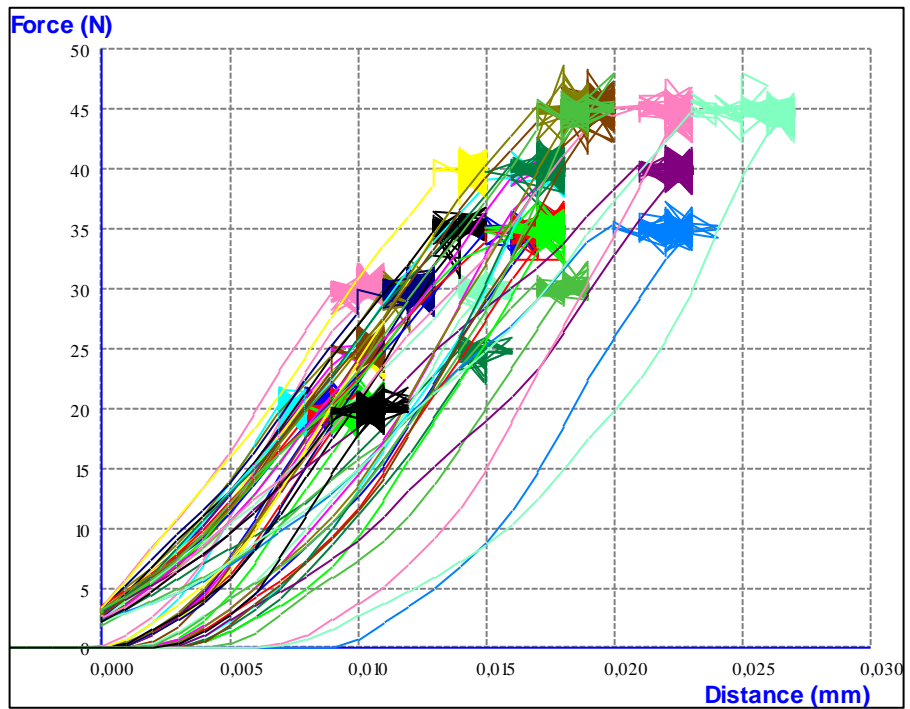


Figura A-10. Familia de curvas para la muestra 200844463

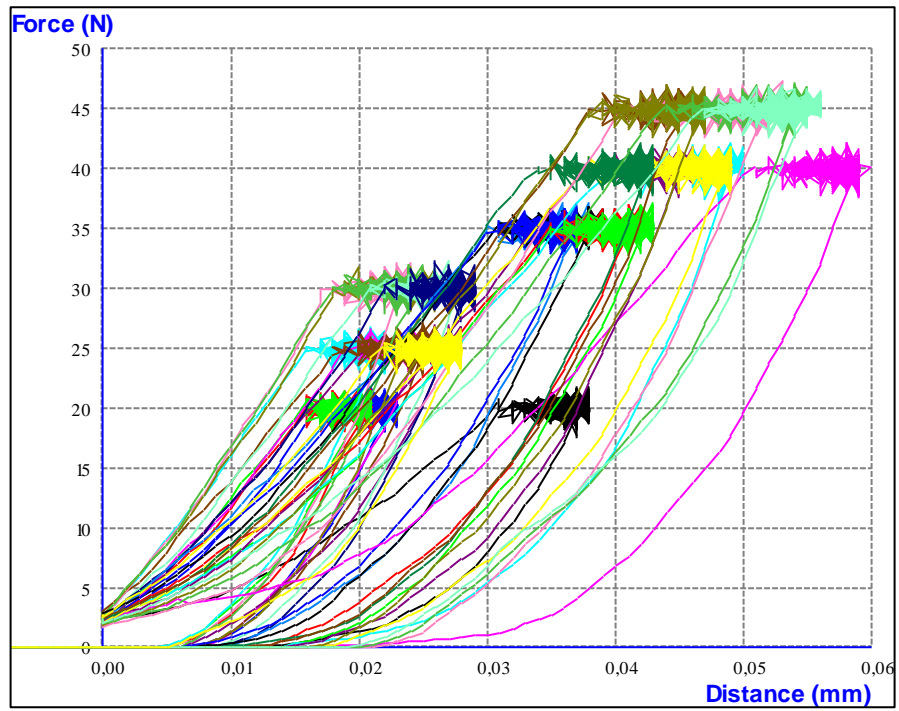
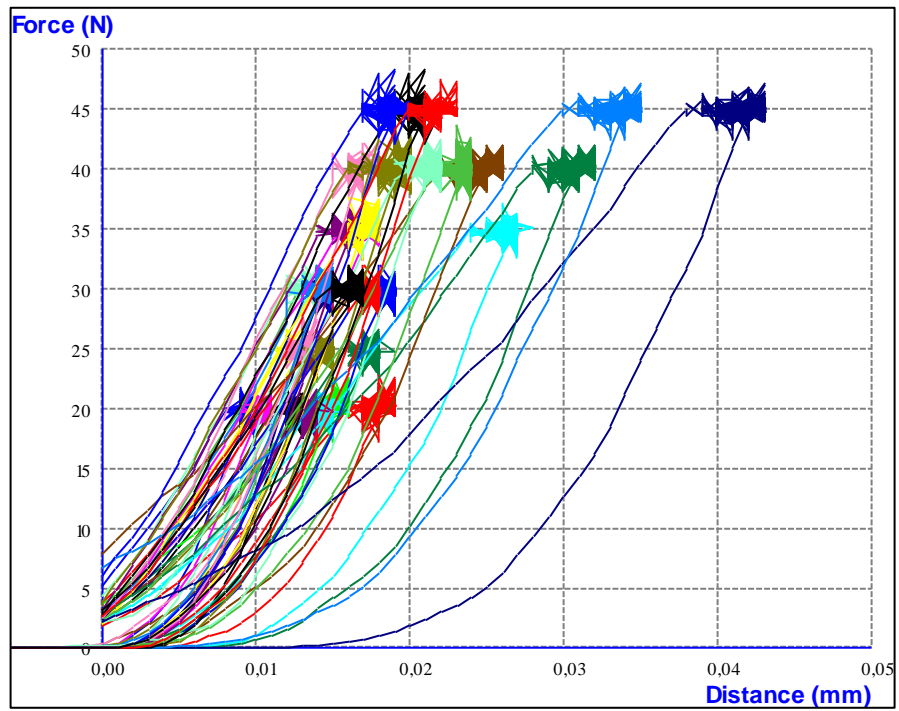


Figura A-11. Familia de curvas para la muestra 200845578



ANEXO B: Tablas de resultados para las muestras empleadas en la construcción de las correlaciones. Cada tabla incluye los puntos indentados, los parámetros determinados a partir del análisis de las curvas de indentación y un análisis estadístico básico.

Tabla B-1. Resultados análisis curvas de indentación sample 200828581

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT [Pa]	EIT [PSI]
20N3_Copy	20N	3573,088	4,196E+09	6,084E+05	3,840E+09	5,568E+05
25N2_Copy	25N	4179,413	5,020E+09	7,279E+05	4,612E+09	6,687E+05
25N3_Copy	25N	3855,099	4,129E+09	5,987E+05	3,778E+09	5,479E+05
25N1_Copy	25N	3542,066	4,093E+09	5,935E+05	3,745E+09	5,430E+05
30N1_Copy	30N	4309,138	4,983E+09	7,225E+05	4,576E+09	6,636E+05
30N2_Copy	30N	3821,258	4,401E+09	6,381E+05	4,031E+09	5,846E+05
35N1_Copy	35N	4836,500	5,915E+09	8,576E+05	5,455E+09	7,910E+05
35N2_Copy	35N	4063,788	4,440E+09	6,438E+05	4,068E+09	5,899E+05
35N3_Copy	35N	4238,635	5,003E+09	7,254E+05	4,595E+09	6,663E+05
40N2_Copy	40N	4269,656	4,186E+09	6,070E+05	3,831E+09	5,555E+05
40N3_Copy	40N	4509,366	5,108E+09	7,407E+05	4,694E+09	6,807E+05
45N1_Copy	45N	4571,409	5,188E+09	7,523E+05	4,769E+09	6,916E+05
45N2_Copy	45N	4407,842	4,519E+09	6,552E+05	4,142E+09	6,006E+05
45N3_Copy	45N	4636,272	4,904E+09	7,111E+05	4,503E+09	6,529E+05
MEDIA ARITMÉTICA		4200,966	4,720E+09	6,844E+05	4,332E+09	6,281E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		392,020	5,257E+08	7,623E+04	4,931E+08	7,149E+04
VARIANZA		153679,535	2,764E+17	5,811E+09	2,431E+17	5,111E+09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		9,332	11,137	11,137	11,383	11,383

Tabla B-2. Resultados análisis curvas de indentación sample 200833893

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT[Pa]	EIT [PSI]
20N 1_Copy	20N	3119,049	3,410E+09	4,945E+05	2,948E+09	4,275E+05
20N 2_Copy	20N	2927,281	3,146E+09	4,562E+05	2,716E+09	3,939E+05
20N 3_Copy	20N	3031,625	3,176E+09	4,606E+05	2,743E+09	3,977E+05
20N 4_Copy	20N	2780,635	3,311E+09	4,801E+05	2,861E+09	4,148E+05
20N 5_Copy	20N	2704,492	3,275E+09	4,748E+05	2,829E+09	4,102E+05
25N 1_Copy	25N	3113,409	3,053E+09	4,427E+05	2,635E+09	3,821E+05
25N 2_Copy	25N	2994,964	3,430E+09	4,973E+05	2,965E+09	4,300E+05
25N 3_Copy	25N	3243,134	4,249E+09	6,161E+05	3,687E+09	5,346E+05
25N 4_Copy	25N	3133,150	3,814E+09	5,531E+05	3,303E+09	4,790E+05
25N 5_Copy	25N	3166,991	3,427E+09	4,969E+05	2,963E+09	4,296E+05
30N 1_Copy	30N	3194,628	3,781E+09	5,482E+05	3,274E+09	4,747E+05
30N 2_Copy	30N	3140,482	4,024E+09	5,835E+05	3,488E+09	5,058E+05
30N 3_Copy	30N	3838,179	3,671E+09	5,323E+05	3,177E+09	4,607E+05
30N 4_Copy	30N	3045,726	3,474E+09	5,037E+05	3,004E+09	4,356E+05
30N 5_Copy	30N	3147,250	3,731E+09	5,411E+05	3,230E+09	4,684E+05
35N1_Copy	35N	3657,127	4,543E+09	6,588E+05	3,947E+09	5,723E+05
35N2_Copy	35N	3587,188	3,849E+09	5,580E+05	3,333E+09	4,833E+05
35N3_Copy	35N	3684,200	4,606E+09	6,679E+05	4,003E+09	5,804E+05
35N4_Copy	35N	3345,786	3,963E+09	5,747E+05	3,435E+09	4,980E+05
35N5_Copy	35N	3505,969	3,917E+09	5,680E+05	3,394E+09	4,921E+05
40N1_Copy	40N	3445,054	3,894E+09	5,646E+05	3,373E+09	4,892E+05
40N2_Copy	40N	3891,761	3,683E+09	5,340E+05	3,188E+09	4,622E+05
40N3_Copy	40N	3600,725	3,881E+09	5,627E+05	3,362E+09	4,875E+05
40N4_Copy	40N	3889,505	4,657E+09	6,752E+05	4,048E+09	5,870E+05
40N5_Copy	40N	3925,602	4,748E+09	6,885E+05	4,129E+09	5,987E+05
45N1_Copy	45N	4036,151	4,327E+09	6,274E+05	3,756E+09	5,446E+05
45N2_Copy	45N	3950,419	4,210E+09	6,104E+05	3,652E+09	5,296E+05
45N3_Copy	45N	3702,249	4,298E+09	6,232E+05	3,730E+09	5,409E+05
45N4_Copy	45N	3878,224	4,142E+09	6,005E+05	3,592E+09	5,208E+05
45N5_Copy	45N	3916,578	4,728E+09	6,856E+05	4,111E+09	5,961E+05
MEDIA ARITMÉTICA		3419,918	3,881E+09	5,627E+05	3,363E+09	4,876E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		392,667	4,942E+08	7,166E+04	4,356E+08	6,316E+04
VARIANZA		154187,119	2,442E+17	5,135E+09	1,898E+17	3,990E+09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		11,482	12,735	12,735	12,954	12,954

Tabla B-3. Resultados análisis curvas de indentación sample 200833896

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT[Pa]	EIT[PSI]
20N1_Copy	20N	2295,575	2,947E+09	4,274E+05	2,786E+09	4,040E+05
20N2_Copy	20N	2122,984	2,434E+09	3,529E+05	2,295E+09	3,328E+05
20N3_Copy	20N	2077,862	2,441E+09	3,540E+05	2,303E+09	3,339E+05
20N4_Copy	20N	2433,761	2,827E+09	4,100E+05	2,671E+09	3,873E+05
20N5_Copy	20N	2143,289	2,418E+09	3,506E+05	2,280E+09	3,306E+05
25 N1_Copy	21N	2120,728	2,361E+09	3,423E+05	2,226E+09	3,227E+05
25 N2_Copy	21N	2159,081	2,402E+09	3,482E+05	2,265E+09	3,284E+05
25 N3_Copy	21N	2398,227	3,032E+09	4,397E+05	2,867E+09	4,157E+05
25 N4_Copy	21N	2109,447	2,317E+09	3,359E+05	2,184E+09	3,167E+05
25N5_Copy	21N	2335,057	2,526E+09	3,663E+05	2,383E+09	3,456E+05
30 N1_Copy	30 N	2763,714	3,324E+09	4,820E+05	3,148E+09	4,564E+05
30 N2_Copy	30 N	2793,043	3,590E+09	5,205E+05	3,403E+09	4,934E+05
30 N3_Copy	30 N	2565,178	3,100E+09	4,495E+05	2,933E+09	4,252E+05
30 N4_Copy	30 N	2506,520	2,799E+09	4,059E+05	2,644E+09	3,834E+05
30 N5_Copy	30 N	2578,715	2,937E+09	4,259E+05	2,776E+09	4,026E+05
35 N1_Copy	35 N	2445,605	2,984E+09	4,327E+05	2,821E+09	4,091E+05
35 N2_Copy	35 N	2321,896	2,677E+09	3,882E+05	2,528E+09	3,665E+05
35 N3_Copy	35 N	2427,180	2,756E+09	3,996E+05	2,603E+09	3,774E+05
35 N4_Copy	35 N	2125,562	2,340E+09	3,393E+05	2,206E+09	3,199E+05
35 N5_Copy	35 N	2538,105	3,080E+09	4,466E+05	2,913E+09	4,224E+05
40 N1_Copy	40 N	2110,857	2,543E+09	3,687E+05	2,399E+09	3,479E+05
40 N2_Copy	40 N	2000,027	2,438E+09	3,535E+05	2,299E+09	3,334E+05
40 N3_Copy	40 N	2460,552	2,929E+09	4,247E+05	2,768E+09	4,014E+05
40 N4_Copy	40 N	2247,069	2,924E+09	4,240E+05	2,763E+09	4,007E+05
40 N5_Copy	40 N	1827,436	2,274E+09	3,297E+05	2,143E+09	3,108E+05
45 N1_Copy	45 N	2675,082	3,095E+09	4,488E+05	2,928E+09	4,245E+05
45 N2_Copy	45 N	2691,801	3,428E+09	4,970E+05	3,247E+09	4,708E+05
45 N3_Copy	45 N	2720,002	3,476E+09	5,041E+05	3,294E+09	4,776E+05
45 N4_Copy	45 N	3068,287	3,498E+09	5,072E+05	3,314E+09	4,805E+05
45 N5_Copy	45 N	2844,558	3,026E+09	4,387E+05	2,861E+09	4,148E+05
MEDIA ARITMÉTICA		2396,907	2,831E+09	4,105E+05	2,675E+09	3,879E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		290,625	3,916E+08	5,678E+04	3,747E+08	5,434E+04
VARIANZA		84462,683	1,534E+17	3,224E+09	1,404E+17	2,953E+09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		12,125	13,834	13,834	14,009	14,009

Tabla B-4. Resultados análisis curvas de indentación sample 200841068

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT[Pa]	EIT[PSI]
20N1_Copy	20N	2357,617	2,640E+09	3,827E+05	2,187E+09	3,171E+05
20N2_Copy	20N	3158,531	3,752E+09	5,441E+05	3,124E+09	4,530E+05
20N3_Copy	20N	2509,904	2,569E+09	3,725E+05	2,128E+09	3,086E+05
20N4_Copy	20N	2822,937	3,264E+09	4,733E+05	2,712E+09	3,933E+05
20N5_Copy	20N	2540,925	2,736E+09	3,968E+05	2,268E+09	3,289E+05
25 N1_Copy	21N	2969,583	3,309E+09	4,798E+05	2,750E+09	3,988E+05
25 N2_Copy	21N	2553,898	2,709E+09	3,929E+05	2,246E+09	3,256E+05
25 N3_Copy	21N	3198,012	3,452E+09	5,005E+05	2,871E+09	4,162E+05
25 N4_Copy	21N	3434,902	3,354E+09	4,864E+05	2,788E+09	4,043E+05
25N5_Copy	21N	3699,993	3,982E+09	5,774E+05	3,319E+09	4,813E+05
30 N1_Copy	30 N	2983,683	2,774E+09	4,023E+05	2,300E+09	3,335E+05
30 N2_Copy	30 N	3657,691	3,692E+09	5,354E+05	3,074E+09	4,457E+05
30 N3_Copy	30 N	2667,830	2,529E+09	3,667E+05	2,095E+09	3,037E+05
30 N4_Copy	30 N	2452,373	2,740E+09	3,973E+05	2,271E+09	3,293E+05
30 N5_Copy	30 N	2765,970	2,996E+09	4,344E+05	2,486E+09	3,605E+05
35 N1_Copy	35 N	3616,517	3,451E+09	5,004E+05	2,870E+09	4,161E+05
35 N2_Copy	35 N	4058,712	4,058E+09	5,884E+05	3,384E+09	4,906E+05
35 N3_Copy	35 N	5380,782	5,945E+09	8,620E+05	4,998E+09	7,248E+05
35 N4_Copy	35 N	3903,041	4,483E+09	6,500E+05	3,745E+09	5,430E+05
35 N5_Copy	35 N	4791,378	4,554E+09	6,604E+05	3,806E+09	5,518E+05
40 N1_Copy	40 N	4365,540	4,550E+09	6,597E+05	3,802E+09	5,512E+05
40 N2_Copy	40 N	5011,347	4,364E+09	6,327E+05	3,643E+09	5,283E+05
40 N3_Copy	40 N	4371,181	5,169E+09	7,494E+05	4,331E+09	6,280E+05
40 N4_Copy	40 N	3857,919	3,480E+09	5,046E+05	2,894E+09	4,197E+05
40 N5_Copy	40 N	4551,668	5,064E+09	7,343E+05	4,241E+09	6,150E+05
45 N1_Copy	45 N	3886,121	4,263E+09	6,181E+05	3,558E+09	5,158E+05
45 N2_Copy	45 N	4066,608	4,397E+09	6,376E+05	3,672E+09	5,324E+05
45 N3_Copy	45 N	4430,403	4,603E+09	6,674E+05	3,847E+09	5,578E+05
45 N4_Copy	45 N	3713,529	3,869E+09	5,609E+05	3,223E+09	4,673E+05
45 N5_Copy	45 N	4124,138	4,574E+09	6,632E+05	3,823E+09	5,543E+05
MEDIA ARITMÉTICA		3596,758	3,777E+09	5,477E+05	3,149E+09	4,565E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		828,833	8,827E+08	1,280E+05	7,484E+08	1,085E+05
VARIANZA		686964,428	7,792E+17	1,638E+10	5,602E+17	1,178E+10
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		23,044	23,368	23,368	23,771	23,771

Tabla B-5. Resultados análisis curvas de indentación sample 200842222

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT[Pa]	EIT[PSI]
20N 1_Copy	20N	2958,302	3,031E+09	4,395E+05	2,512E+09	3,643E+05
20N 2_Copy	20N	3003,424	3,402E+09	4,933E+05	2,825E+09	4,096E+05
20N 3_Copy	20N	3248,774	3,227E+09	4,678E+05	2,677E+09	3,881E+05
20N 4_Copy	20N	2932,921	3,091E+09	4,481E+05	2,562E+09	3,716E+05
25N 1_Copy	25N	3327,738	3,890E+09	5,640E+05	3,236E+09	4,693E+05
25N 2_Copy	25N	3781,776	4,023E+09	5,833E+05	3,349E+09	4,856E+05
25N 3_Copy	25N	3976,364	4,528E+09	6,566E+05	3,778E+09	5,478E+05
25N 4_Copy	25N	3626,670	3,599E+09	5,218E+05	2,990E+09	4,336E+05
25N 5_Copy	25N	3722,554	3,651E+09	5,295E+05	3,035E+09	4,401E+05
30N 1_Copy	30N	2673,471	3,120E+09	4,525E+05	2,587E+09	3,752E+05
30N 2_Copy	30N	3835,359	4,241E+09	6,149E+05	3,534E+09	5,124E+05
30N 3_Copy	30N	3897,401	4,258E+09	6,174E+05	3,548E+09	5,145E+05
30N 5_Copy	30N	4142,751	4,950E+09	7,177E+05	4,138E+09	6,000E+05
35N2_Copy	35N	4656,012	5,348E+09	7,755E+05	4,479E+09	6,494E+05
35N1_Copy	35N	3957,188	4,129E+09	5,987E+05	3,439E+09	4,987E+05
35N3_Copy	35N	3765,420	3,903E+09	5,660E+05	3,248E+09	4,709E+05
35N4_Copy	35N	4506,546	4,980E+09	7,221E+05	4,164E+09	6,037E+05
40N1_Copy	40N	3979,184	3,959E+09	5,741E+05	3,295E+09	4,778E+05
40N2_Copy	40N	4830,860	5,136E+09	7,447E+05	4,297E+09	6,230E+05
40N3_Copy	40N	4475,525	5,399E+09	7,829E+05	4,523E+09	6,558E+05
40N4_Copy	40N	4507,674	5,161E+09	7,483E+05	4,318E+09	6,261E+05
40N5_Copy	40N	4884,442	5,375E+09	7,794E+05	4,502E+09	6,528E+05
45N1_Copy	45N	4162,492	4,368E+09	6,334E+05	3,642E+09	5,281E+05
45N2_Copy	45N	4393,742	4,716E+09	6,839E+05	3,939E+09	5,711E+05
45N3_Copy	45N	4887,262	4,738E+09	6,871E+05	3,957E+09	5,738E+05
45N4_Copy	45N	4797,018	4,546E+09	6,592E+05	3,793E+09	5,501E+05
45N5_Copy	45N	4596,790	4,549E+09	6,596E+05	3,796E+09	5,504E+05
MEDIA ARITMÉTICA		3982,506	4,271E+09	6,193E+05	3,562E+09	5,164E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		649,494	7,390E+08	1,072E+05	6,273E+08	9,095E+04
VARIANZA		421842,904	5,461E+17	1,148E+10	3,935E+17	8,273E+09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		16,309	17,302	17,302	17,612	17,612

Tabla B-6. Resultados análisis curvas de indentación sample 200842226

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT[Pa]	EIT[PSI]
20N1_Copy	20N	3652,051	5,051E+09	7,323E+05	4,544E+09	6,588E+05
20N2_Copy	20N	3773,316	4,481E+09	6,497E+05	4,021E+09	5,830E+05
20N3_Copy	20N	3440,542	3,862E+09	5,600E+05	3,456E+09	5,011E+05
20N4_Copy	20N	3494,124	3,910E+09	5,670E+05	3,500E+09	5,075E+05
20N5_Copy	20N	3494,124	4,619E+09	6,698E+05	4,147E+09	6,014E+05
25N1_Copy	25N	4097,629	4,695E+09	6,808E+05	4,217E+09	6,115E+05
25N2_Copy	25N	3759,215	4,024E+09	5,835E+05	3,604E+09	5,226E+05
25N3_Copy	25N	2992,144	3,303E+09	4,789E+05	2,948E+09	4,275E+05
25N4_Copy	25N	3296,716	3,202E+09	4,643E+05	2,857E+09	4,143E+05
25N5_Copy	25N	3812,798	4,151E+09	6,018E+05	3,719E+09	5,393E+05
30 N1_Copy	30 N	4703,954	4,301E+09	6,236E+05	3,856E+09	5,592E+05
30 N2_Copy	30 N	3795,877	3,861E+09	5,599E+05	3,455E+09	5,010E+05
30 N4_Copy	30 N	2986,503	3,331E+09	4,830E+05	2,974E+09	4,312E+05
30 N5_Copy	30 N	3629,490	4,347E+09	6,303E+05	3,898E+09	5,653E+05
35 N1_Copy	35 N	4374,565	4,719E+09	6,843E+05	4,239E+09	6,147E+05
35 N2_Copy	35 N	3821,822	4,627E+09	6,709E+05	4,155E+09	6,024E+05
35 N3_Copy	35 N	4439,992	5,664E+09	8,212E+05	5,109E+09	7,408E+05
35 N4_Copy	35 N	4040,663	4,426E+09	6,417E+05	3,971E+09	5,757E+05
35 N5_Copy	35 N	4018,102	4,084E+09	5,921E+05	3,658E+09	5,304E+05
40 N1_Copy	40 N	4121,882	4,627E+09	6,709E+05	4,155E+09	6,024E+05
40 N2_Copy	40 N	3975,236	4,703E+09	6,819E+05	4,224E+09	6,125E+05
40 N3_Copy	40 N	4760,357	6,078E+09	8,814E+05	5,493E+09	7,965E+05
40 N4_Copy	40 N	4624,991	5,390E+09	7,815E+05	4,856E+09	7,042E+05
40 N5_Copy	40 N	4259,504	4,484E+09	6,502E+05	4,024E+09	5,835E+05
45 N2_Copy	45 N	3909,810	4,381E+09	6,352E+05	3,929E+09	5,697E+05
45 N3_Copy	45 N	4187,873	4,352E+09	6,310E+05	3,903E+09	5,659E+05
45 N4_Copy	45 N	2831,397	3,064E+09	4,443E+05	2,732E+09	3,962E+05
45 N5_Copy	45 N	3280,736	3,425E+09	4,966E+05	3,059E+09	4,435E+05
MEDIA ARITMÉTICA		3841,979	4,327E+09	6,274E+05	3,882E+09	5,629E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		507,656	7,142E+08	1,036E+05	6,533E+08	9,473E+04
VARIANZA		257714,433	5,100E+17	1,072E+10	4,268E+17	8,974E+09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		13,213	16,504	16,504	16,828	16,828

Tabla B-7. Resultados análisis curvas de indentación sample 200843338

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT[Pa]	EIT[PSI]
20N1_Copy	20N	2884,979	3,660E+09	5,308E+05	3,074E+09	4,458E+05
20N2_Copy	20N	3009,064	3,688E+09	5,347E+05	3,098E+09	4,491E+05
20N3_Copy	20N	2839,857	2,909E+09	4,218E+05	2,435E+09	3,531E+05
20N4_Copy	20N	2932,921	2,977E+09	4,316E+05	2,493E+09	3,614E+05
20N5_Copy	20N	3130,329	3,646E+09	5,286E+05	3,061E+09	4,439E+05
25N1_Copy	25N	3307,997	4,075E+09	5,908E+05	3,428E+09	4,971E+05
25N2_Copy	25N	3206,473	3,325E+09	4,821E+05	2,788E+09	4,043E+05
25N3_Copy	25N	3474,384	4,134E+09	5,994E+05	3,479E+09	5,044E+05
25N4_Copy	25N	3279,796	4,068E+09	5,899E+05	3,423E+09	4,963E+05
30N1_Copy	30N	3618,210	4,468E+09	6,479E+05	3,766E+09	5,461E+05
30N2_Copy	30N	3556,167	3,363E+09	4,876E+05	2,821E+09	4,090E+05
30N3_Copy	30N	3530,786	4,162E+09	6,036E+05	3,503E+09	5,080E+05
30N4_Copy	30N	3124,689	3,253E+09	4,717E+05	2,727E+09	3,954E+05
30N5_Copy	30N	3708,453	4,465E+09	6,475E+05	3,763E+09	5,457E+05
35N1_Copy	35N	3350,298	3,560E+09	5,162E+05	2,989E+09	4,333E+05
35N2_Copy	35N	3429,262	3,732E+09	5,412E+05	3,135E+09	4,546E+05
35N3_Copy	35N	3426,442	3,788E+09	5,493E+05	3,183E+09	4,616E+05
35N4_Copy	35N	3874,840	4,134E+09	5,994E+05	3,479E+09	5,045E+05
35N5_Copy	35N	3513,865	3,711E+09	5,381E+05	3,117E+09	4,520E+05
40N1_Copy	40N	4148,391	4,727E+09	6,854E+05	3,988E+09	5,783E+05
40N2_Copy	40N	4038,407	3,888E+09	5,638E+05	3,269E+09	4,739E+05
40N3_Copy	40N	4106,090	4,419E+09	6,408E+05	3,724E+09	5,399E+05
40N4_Copy	40N	3793,057	4,627E+09	6,709E+05	3,902E+09	5,658E+05
40N5_Copy	40N	3787,981	4,346E+09	6,302E+05	3,661E+09	5,308E+05
45N1_Copy	45N	4218,894	4,498E+09	6,523E+05	3,792E+09	5,498E+05
45N2_Copy	45N	3511,045	3,625E+09	5,256E+05	3,044E+09	4,414E+05
45N3_Copy	45N	4089,169	3,787E+09	5,491E+05	3,182E+09	4,614E+05
45N4_Copy	45N	3967,904	4,629E+09	6,712E+05	3,904E+09	5,661E+05
45N5_Copy	45N	3629,490	4,055E+09	5,880E+05	3,411E+09	4,946E+05
MEDIA ARITMÉTICA		3534,112	3,921E+09	5,686E+05	3,298E+09	4,782E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		395,232	4,920E+08	7,135E+04	4,207E+08	6,100E+04
VARIANZA		156208,332	2,421E+17	5,090E+09	1,770E+17	3,721E+09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		11,183	12,548	12,548	12,755	12,755

Tabla B-8. Resultados análisis curvas de indentación sample 200843348

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT[Pa]	EIT[PSI]
20N1_Copy	20N	2710,132	3,363E+09	4,876E+05	2,994E+09	4,341E+05
20N2_Copy	20N	2693,211	2,701E+09	3,917E+05	2,398E+09	3,477E+05
20N3_Copy	20N	2741,153	2,948E+09	4,275E+05	2,620E+09	3,799E+05
20N4_Copy	20N	2842,677	3,607E+09	5,230E+05	3,214E+09	4,661E+05
20N5_Copy	20N	2614,248	3,097E+09	4,490E+05	2,754E+09	3,993E+05
25N1_Copy	25N	3260,055	3,499E+09	5,073E+05	3,117E+09	4,519E+05
25N2_Copy	25N	3042,906	3,760E+09	5,452E+05	3,354E+09	4,863E+05
25N3_Copy	25N	3113,409	3,102E+09	4,498E+05	2,758E+09	3,999E+05
25N4_Copy	25N	3107,768	3,553E+09	5,152E+05	3,166E+09	4,591E+05
25N5_Copy	25N	2918,821	3,543E+09	5,138E+05	3,157E+09	4,578E+05
30N1_Copy	30N	3451,823	4,186E+09	6,070E+05	3,740E+09	5,424E+05
30N2_Copy	30N	2724,233	2,761E+09	4,004E+05	2,452E+09	3,555E+05
30N3_Copy	30N	3248,774	3,086E+09	4,474E+05	2,744E+09	3,979E+05
30N4_Copy	30N	3206,473	3,378E+09	4,898E+05	3,007E+09	4,361E+05
30N5_Copy	30N	2989,324	3,107E+09	4,506E+05	2,763E+09	4,007E+05
35N1_Copy	35N	3339,018	3,192E+09	4,628E+05	2,839E+09	4,117E+05
35N2_Copy	35N	3183,912	2,881E+09	4,177E+05	2,559E+09	3,711E+05
35N3_Copy	35N	3677,432	4,360E+09	6,322E+05	3,899E+09	5,653E+05
35N4_Copy	35N	3460,283	3,224E+09	4,674E+05	2,868E+09	4,159E+05
35N5_Copy	35N	3671,792	4,380E+09	6,352E+05	3,917E+09	5,680E+05
40N1_Copy	40N	3891,761	4,093E+09	5,935E+05	3,656E+09	5,301E+05
40N2_Copy	40N	4094,809	4,507E+09	6,535E+05	4,032E+09	5,847E+05
40N3_Copy	40N	3783,468	4,292E+09	6,223E+05	3,837E+09	5,563E+05
40N4_Copy	40N	3395,420	3,601E+09	5,222E+05	3,210E+09	4,654E+05
40N5_Copy	40N	3557,859	4,256E+09	6,171E+05	3,804E+09	5,516E+05
45N1_Copy	45N	4015,846	4,384E+09	6,357E+05	3,921E+09	5,685E+05
45N2_Copy	45N	3690,969	4,536E+09	6,577E+05	4,059E+09	5,885E+05
45N3_Copy	45N	3562,371	3,966E+09	5,750E+05	3,540E+09	5,133E+05
45N4_Copy	45N	3289,384	3,463E+09	5,021E+05	3,084E+09	4,472E+05
45N5_Copy	45N	4086,349	4,908E+09	7,117E+05	4,400E+09	6,380E+05
MEDIA ARITMÉTICA		3285,355	3,620E+09	5,249E+05	3,228E+09	4,680E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		421,452	5,785E+08	8,388E+04	5,240E+08	7,598E+04
VARIANZA		177622,041	3,346E+17	7,035E+09	2,746E+17	5,773E+09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		12,828	15,979	15,979	16,234	16,234

Tabla B-9. Resultados análisis curvas de indentación sample 200844460

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT[Pa]	EIT[PSI]
20N1_Copy	20N	3307,997	3,243E+09	4,702E+05	2,749E+09	3,986E+05
20N2_Copy	20N	3079,567	3,125E+09	4,531E+05	2,648E+09	3,839E+05
20N3_Copy	20N	2997,784	3,301E+09	4,786E+05	2,798E+09	4,058E+05
20N4_Copy	20N	3031,625	3,109E+09	4,509E+05	2,634E+09	3,819E+05
20N5_Copy	20N	3556,167	4,242E+09	6,152E+05	3,612E+09	5,237E+05
25N1_Copy	25N	3209,293	3,045E+09	4,415E+05	2,579E+09	3,739E+05
25N2_Copy	25N	3302,357	3,723E+09	5,398E+05	3,162E+09	4,585E+05
25N3_Copy	25N	3372,859	3,555E+09	5,154E+05	3,017E+09	4,375E+05
25N4_Copy	25N	2938,561	3,290E+09	4,771E+05	2,789E+09	4,045E+05
25N5_Copy	25N	3482,844	3,623E+09	5,253E+05	3,076E+09	4,460E+05
30N2_Copy	30N	3488,484	3,920E+09	5,684E+05	3,333E+09	4,833E+05
30N3_Copy	30N	3341,838	3,569E+09	5,175E+05	3,029E+09	4,392E+05
30N4_Copy	30N	3181,091	3,341E+09	4,844E+05	2,833E+09	4,107E+05
30N5_Copy	30N	3403,881	3,539E+09	5,131E+05	3,003E+09	4,355E+05
35N1_Copy	35N	3536,426	3,487E+09	5,056E+05	2,959E+09	4,290E+05
35N2_Copy	35N	3488,484	4,047E+09	5,867E+05	3,442E+09	4,991E+05
35N3_Copy	35N	3223,393	3,223E+09	4,673E+05	2,732E+09	3,961E+05
35N4_Copy	35N	3164,171	3,327E+09	4,825E+05	2,821E+09	4,091E+05
35N5_Copy	35N	3604,109	4,121E+09	5,976E+05	3,507E+09	5,085E+05
40N1_Copy	40N	4001,745	4,673E+09	6,776E+05	3,986E+09	5,779E+05
40N2_Copy	40N	3575,908	2,941E+09	4,264E+05	2,489E+09	3,610E+05
40N3_Copy	40N	3043,470	3,309E+09	4,798E+05	2,805E+09	4,068E+05
40N4_Copy	40N	3446,182	3,417E+09	4,955E+05	2,899E+09	4,203E+05
40N5_Copy	40N	4170,952	4,218E+09	6,115E+05	3,590E+09	5,206E+05
45N1_Copy	45N	3587,188	3,842E+09	5,571E+05	3,265E+09	4,734E+05
45N2_Copy	45N	4021,486	4,431E+09	6,425E+05	3,776E+09	5,475E+05
45N3_Copy	45N	3795,877	4,083E+09	5,920E+05	3,473E+09	5,036E+05
45N5_Copy	45N	4334,519	4,907E+09	7,115E+05	4,190E+09	6,075E+05
MEDIA ARITMÉTICA		3453,152	3,666E+09	5,316E+05	3,114E+09	4,515E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		354,984	5,108E+08	7,407E+04	4,415E+08	6,402E+04
VARIANZA		126013,750	2,610E+17	5,487E+09	1,950E+17	4,099E+09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		10,280	13,935	13,935	14,179	14,179

Tabla B-10. Resultados análisis curvas de indentación sample 200844463

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT[Pa]	EIT[PSI]
20N2_Copy	20N	1883,838	2,391E+09	3,466E+05	2,124E+09	3,080E+05
20N3_Copy	20N	1985,362	2,545E+09	3,690E+05	2,263E+09	3,282E+05
20N4_Copy	20N	2179,950	2,256E+09	3,272E+05	2,004E+09	2,906E+05
25N1_Copy	25N	2206,459	2,499E+09	3,623E+05	2,222E+09	3,221E+05
25N2_Copy	25N	2025,972	2,282E+09	3,308E+05	2,027E+09	2,939E+05
25N3_Copy	25N	2038,004	2,430E+09	3,524E+05	2,160E+09	3,132E+05
25N4_Copy	25N	1969,569	2,350E+09	3,407E+05	2,088E+09	3,027E+05
25N5_Copy	25N	2289,935	2,739E+09	3,971E+05	2,437E+09	3,534E+05
30N1_Copy	30N	2813,348	3,532E+09	5,121E+05	3,155E+09	4,574E+05
30N2_Copy	30N	2673,471	2,875E+09	4,169E+05	2,560E+09	3,712E+05
30N3_Copy	30N	2540,361	2,843E+09	4,123E+05	2,532E+09	3,671E+05
30N4_Copy	30N	2605,788	3,068E+09	4,448E+05	2,734E+09	3,965E+05
30N5_Copy	30N	2556,154	3,091E+09	4,482E+05	2,755E+09	3,995E+05
35N1_Copy	35N	2192,923	2,524E+09	3,660E+05	2,245E+09	3,255E+05
35N2_Copy	35N	2104,935	2,220E+09	3,219E+05	1,971E+09	2,858E+05
35N3_Copy	35N	2158,329	2,542E+09	3,686E+05	2,261E+09	3,278E+05
35N4_Copy	35N	2250,453	2,563E+09	3,717E+05	2,280E+09	3,306E+05
35N5_Copy	35N	2165,850	2,617E+09	3,795E+05	2,328E+09	3,376E+05
40N1_Copy	40N	2686,362	3,421E+09	4,960E+05	3,054E+09	4,428E+05
40N2_Copy	40N	2341,502	2,835E+09	4,111E+05	2,525E+09	3,661E+05
40N3_Copy	40N	2488,149	2,860E+09	4,147E+05	2,547E+09	3,693E+05
40N4_Copy	40N	2481,703	3,000E+09	4,351E+05	2,674E+09	3,877E+05
40N5_Copy	40N	2402,739	2,758E+09	3,999E+05	2,455E+09	3,559E+05
45N1_Copy	45N	2507,487	3,153E+09	4,572E+05	2,811E+09	4,077E+05
45N2_Copy	45N	2642,852	2,969E+09	4,305E+05	2,646E+09	3,836E+05
45N3_Copy	45N	2523,601	3,103E+09	4,499E+05	2,766E+09	4,011E+05
45N4_Copy	45N	2539,716	3,078E+09	4,464E+05	2,744E+09	3,979E+05
45N5_Copy	45N	2551,265	2,952E+09	4,280E+05	2,630E+09	3,813E+05
MEDIA ARITMÉTICA		2350,217	2,768E+09	4,013E+05	2,464E+09	3,573E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		254,505	3,468E+08	5,029E+04	3,126E+08	4,532E+04
VARIANZA		64772,664	1,203E+17	2,529E+09	9,771E+16	2,054E+09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		10,829	12,530	12,530	12,685	12,685

Tabla B-11. Resultados análisis curvas de indentación sample 200845578

Test ID	Fmax [N]	IM [N/mm]	Er [Pa]	Er [PSI]	EIT[Pa]	EIT[PSI]
20N1_Copy	20N	3237,494	3,794E+09	5,502E+05	3,232E+09	4,687E+05
20N2_Copy	20N	2633,989	3,161E+09	4,583E+05	2,685E+09	3,893E+05
20N3_Copy	20N	2752,434	3,330E+09	4,828E+05	2,831E+09	4,105E+05
20N4_Copy	20N	2961,122	3,411E+09	4,946E+05	2,901E+09	4,206E+05
20N5_Copy	20N	2425,300	3,119E+09	4,522E+05	2,649E+09	3,841E+05
25N1_Copy	25N	3034,445	2,885E+09	4,183E+05	2,448E+09	3,549E+05
25N2_Copy	25N	2580,407	2,740E+09	3,973E+05	2,323E+09	3,369E+05
25N3_Copy	25N	3220,573	4,162E+09	6,035E+05	3,552E+09	5,150E+05
25N4_Copy	25N	2994,964	2,866E+09	4,155E+05	2,431E+09	3,525E+05
25N5_Copy	25N	3257,235	3,524E+09	5,110E+05	2,999E+09	4,348E+05
30N1_Copy	30N	3705,633	4,008E+09	5,812E+05	3,418E+09	4,956E+05
30N2_Copy	30N	3903,041	4,158E+09	6,029E+05	3,548E+09	5,145E+05
30N3_Copy	30N	3587,188	3,462E+09	5,019E+05	2,945E+09	4,270E+05
30N4_Copy	30N	3045,726	2,740E+09	3,973E+05	2,324E+09	3,369E+05
30N5_Copy	30N	3389,780	3,648E+09	5,290E+05	3,106E+09	4,504E+05
35N1_Copy	35N	3240,314	3,288E+09	4,768E+05	2,795E+09	4,053E+05
35N2_Copy	35N	3282,616	3,644E+09	5,284E+05	3,103E+09	4,499E+05
35N3_Copy	35N	3505,405	3,955E+09	5,735E+05	3,372E+09	4,890E+05
35N4_Copy	35N	3931,242	4,026E+09	5,838E+05	3,433E+09	4,978E+05
35N5_Copy	35N	3877,660	4,540E+09	6,583E+05	3,881E+09	5,627E+05
40N1_Copy	40N	3228,469	3,446E+09	4,997E+05	2,931E+09	4,250E+05
40N2_Copy	40N	4125,831	4,017E+09	5,825E+05	3,425E+09	4,967E+05
40N3_Copy	40N	3950,983	4,621E+09	6,701E+05	3,951E+09	5,729E+05
40N4_Copy	40N	3499,201	4,000E+09	5,800E+05	3,411E+09	4,945E+05
40N5_Copy	40N	3762,036	3,619E+09	5,248E+05	3,081E+09	4,467E+05
45N1_Copy	45N	2973,209	3,662E+09	5,309E+05	3,118E+09	4,521E+05
45N2_Copy	45N	3942,523	4,647E+09	6,738E+05	3,974E+09	5,762E+05
45N3_Copy	45N	3896,273	4,439E+09	6,437E+05	3,793E+09	5,499E+05
45N4_Copy	45N	3527,026	4,146E+09	6,012E+05	3,538E+09	5,130E+05
45N5_Copy	45N	3508,225	4,308E+09	6,247E+05	3,679E+09	5,334E+05
MEDIA ARITMÉTICA		3366,011	3,712E+09	5,383E+05	3,163E+09	4,586E+05
DESVIACIÓN ESTÁNDAR		454,167	5,521E+08	8,006E+04	4,778E+08	6,928E+04
VARIANZA		206267,537	3,049E+17	6,410E+09	2,283E+17	4,800E+09
COEFICIENTE DE VARIACIÓN %		13,493	14,874	14,874	15,108	15,108