

ACTIVACIÓN DE UNA ARCILLA BENTONÍTICA COLOMBIANA CON  
POTENCIAL APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA DEL PETRÓLEO.

LAYLA MARIA BECERRA MÉNDEZ  
CLAUDIA LILIANA MANTILLA GONZÁLEZ

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA  
BUCARAMANGA  
2011

ACTIVACIÓN DE UNA ARCILLA BENTONÍTICA COLOMBIANA CON  
POTENCIAL APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA DEL PETRÓLEO

LAYLA MARIA BECERRA MÉNDEZ  
CLAUDIA LILIANA MANTILLA GONZÁLEZ

TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR  
EL TÍTULO DE INGENIERA METALÚRGICA

Director,  
Ph. D. GUSTAVO NEIRA ARENAS  
PROFESOR ESCUELA DE INGENIERIA METALÚRGICA Y CIENCIA DE  
MATERIALES

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA  
BUCARAMANGA  
2011

*Agradecimientos a nuestro señor Jesucristo, pilar y cimiento de mi vida, y quien realmente hace posible lo imposible.*

*A mis padres y mi hermanito, cuyo esfuerzo han valido la pena, ahora son la motivación espiritual y mi razón de ser. Soy lo que soy gracias a ellos.*

*A mi mejor amiga, Darling, por ser como una hermana, el angel que me recuerda que cada vez que caigo no es difícil levantarme.*

*A mis compañeros y amigos de batallas intelectuales (Javi, Silvia, Marcelita, Franci, Jennifer, Diego Sintek, Luchito, Giovanni y otros más que en este momento no recuerdo), porque sin ellos este paso por la universidad no hubiera sido tan emocionante.*

*Al ingeniero Orlando Aguirre, por enseñarme la diferencia entre sin ética y cinética, a través de su método de aprendizaje "estudio con responsabilidad".*

*Al ingeniero Gustavo Neira, por darme la oportunidad de poder aprender cosas realmente apasionantes y nuevas de la carrera.*

*Al ingeniero Jhon Fredy Palacios, por ser, antes que un buen profesor, un gran amigo y una excelente persona*

*Layla.*

*A Dios por ser la luz en mi camino y guardar mi vida con bendiciones*

*A mi madre Marina y mi padre Carlos, que con su amor y paciencia me ayudan a ser mejor persona cada día y hacen de mí quien hoy soy.*

*A mis hermanos Oscar y Elkin por estar siempre conmigo*

*A Luis Alfonso, por su cariño, comprensión y apoyo.*

*A mis amigos y profesores por brindarme su compañía y apoyo en cada momento de mi paso por la universidad.*

*A todos ellos por creer en mí...*

*Claudia*

## CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>18</b>
<b>1. FUNDAMENTO TEORICO</b>	<b>20</b>
1.1 ARCILLAS	21
1.1.1 Características de los minerales arcillosos	22
1.1.2 Caracterización fisicoquímica de las arcillas	24
1.1.2.1 Superficie específica	24
1.1.2.2 Capacidad de intercambio catiónico	25
1.1.2.3 Humedad	26
1.1.2.4 Agregación	27
1.1.2.5 Floculación	27
1.1.2.6 Dispersión	28
1.1.2.7 Desfloculación	28
1.2 ACTIVACIÓN Y MODIFICACIÓN	28
1.3 LODOS DE PERFORACIÓN	29
1.3.1 Propiedades físicas de los lodos de perforación	31
1.3.1.1 Filtración	31
1.3.1.2 pH	32
1.3.1.3 Densidad	33
1.3.2 Propiedades reológicas de los lodos de perforación	33
1.3.2.1 Viscosidad	33

<b>2. DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	<b>36</b>
2.1 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL ARCILLOSO ORIGINAL	38
2.1.1 Caracterización granulométrica	38
2.1.2 Separación de la fracción arcillosa	38
2.1.3 Caracterización geoquímica	39
2.1.4 Caracterización fisicoquímica	39
2.1.4.1 Humedad	39
2.1.4.2 Índice de hinchamiento	39
2.1.4.3 pH	39
2.1.4.4 Capacidad de intercambio catiónico	39
2.1.4.5 Pérdidas por calcinación	40
2.1.4.6 Espectroscopia de infrarrojo	41
2.2 MÉTODOS DE ACTIVACIÓN Y MODIFICACIÓN	41
2.2.1 Procedimiento de activación de la arcilla bentonítica	41
2.2.2 Procedimiento de modificación de la arcilla bentonítica	41
2.3 CARACTERIZACIÓN DEL LODO DE PERFORACIÓN	43
2.3.1 Caracterización física del lodo de perforación	43
2.3.1.1 pH	43
2.3.1.2 Densidad	43
2.3.1.3 Filtración	43
2.3.2 Caracterización reológica	43
2.3.2.1 Viscosidad	44
<b>3. RESULTADOS Y ANÁLISIS</b>	<b>45</b>
3.1 CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA DE LA ARCILLA BENTONÍTICA MAGNÉSICA NATURAL	45
3.1.1 Caracterización granulométrica	45

3.1.2	Difracción de Rayos X de la arcilla natural	47
3.1.3	Espectroscopia de infrarrojo	49
3.1.4	Caracterización fisicoquímica	51
3.2	CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA MODIFICADA	51
3.2.1	Caracterización fisicoquímica de la arcilla modificada	51
3.2.2	Difracción de Rayos X	53
3.2.3	Espectroscopia de infrarrojo	54
3.3	CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y REOLÓGICA DEL LODO DE PERFORACIÓN	57
3.4	ESPECTROSCOPIA DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X DE LAS ARCILLAS NATURAL Y MODIFICADA CON HIDRÓXIDO DE SODIO	59
	<b>CONCLUSIONES</b>	<b>60</b>
	<b>RECOMENDACIONES</b>	<b>62</b>
	<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>63</b>
	<b>ANEXOS</b>	<b>67</b>

## LISTAS DE TABLAS

	<b>Pág</b>
<i>Tabla 1. Superficie específica de algunas arcillas.</i>	25
Tabla 2. Capacidad de intercambio catiónico de algunos minerales arcillosos.	26
Tabla 3. Parámetros establecidos para un lodo de perforación.	34
Tabla 4. Análisis químico de una arcilla bentonita API	35
Tabla 5. Identificación de las muestras	38
Tabla 6. Montaje realizado para la determinación del mejor método de modificación	42
Tabla 7. Distribución granulométrica de la muestra M1	45
Tabla 8. Distribución granulométrica de la muestra M2	46
Tabla 9. Distribución granulométrica de la muestra M3	46
Tabla 10. Especies mineralógicas en las tres muestras de arcillas bentoníticas magnésicas provenientes del departamento del Tolima.	48
Tabla 11. Resultados de la caracterización física de la muestra inicial	51
Tabla 12. Caracterización física de las arcillas modificadas.	52
Tabla 13. Parámetros establecidos por la norma API 13A Sección 9	52
Tabla 14. Caracterización física y reológica del lodo de perforación.	57

Tabla 15. Resultados Espectroscopia fluorescencia de rayos-x.

59

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág</b>
Figura 1. Estructura general de los filosilicatos.	22
Figura 2. Etapas y actividades adelantadas para el desarrollo del proyecto.	37
figura 3. Espectro de infrarrojo de la arcilla seleccionada M2.	50
Figura 4. Espectroscopia de infrarrojo de la arcilla activada .	54
Figura 5. Arcilla modificada con 50% de exceso de NaCl.	55
Figura 6. Arcilla modificada con 50% de exceso de NaOH.	56

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág</b>
ANEXO A. Difractogramas y espectroscopia de infrarrojo de las arcillas naturales, activadas y modificadas.	67
ANEXO B. Caracterización geoquímica y fisicoquímica del material arcilloso natural.	71
ANEXO C. Caracterización reológica y física del lodo de perforación.	82

## RESUMEN

### TITULO:

**ACTIVACIÓN DE UNA ARCILLA BENTONÍTICA COLOMBIANA CON POTENCIAL APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA DEL PETRÓLEO.\***

### AUTORES:

Layla María Becerra Méndez.

Claudia Liliana Mantilla González. \*\*

### PALABRAS CLAVES:

Lodo de perforación, activación, modificación, aditivos.

### DESCRIPCIÓN:

Se llevó a cabo una caracterización geoquímica mediante difracción de Rayos X, caracterización granulométrica mediante tamizado y separación de la fracción arcillosa y por ultimo una caracterización fisicoquímica determinando del índice de hinchamiento, humedad y pH, de tres muestras de arcilla bentonítica magnésica provenientes del departamento del Tolima con el fin de seleccionar la muestra con mayor pureza y mayor contenido de montmorillonita, caolinita e illita, especies importantes para poder realizar la activación y posterior modificación.

La bentonita seleccionada fue sometida a ensayos de capacidad de intercambio catiónico y perdidas por calcinación y posteriormente fue activada con ácido clorhídrico y modificada con hidróxido de sodio y cloruro de sodio.

Tanto la muestra modificada con hidróxido de sodio como la modificada con cloruro de sodio fueron evaluadas mediante difracción de rayos x, espectroscopia de infrarrojo y espectrometría de fluorescencia de rayos x para verificar el intercambio del ion magnesio por el ion sodio.

Para poder realizar una comparación de las propiedades físicas y reológicas entre la arcilla modificada con hidróxido de sodio y la arcilla modificada con cloruro de sodio, se prepararon dos muestras de lodo evaluando la densidad, filtración, viscosidad, pH e hinchamiento, con el fin comparar los valores obtenidos con los especificados por la norma API 13 A sección 9 y requerimientos estándares de la industria del petróleo y de esta manera definir cuál de las dos muestras modificadas es apta para la aplicación como aditivo a los lodos de perforación.

---

\*Trabajo de Investigación.

\*\*Facultad de Ingenierías Físico Químicas, Escuela de Ingeniería Metalúrgica, Director Gustavo Neira Arenas, Ph.D.

## ABSTRACT

### TITLE:

**ACTIVATION OF A BENTONITIC COLOMBIAN CLAY WITH POTENTIAL APPLICATION IN THE OIL INDUSTRY. \***

### AUTHORS:

Layla María Becerra Méndez.

Claudia Liliana Mantilla González. \*\*

### KEY WORDS:

Drilling fluid, activation, modification, additives

### DESCRIPTION:

Was carried out a geochemical characterization by X-ray diffraction, particle size characterization by sieving and separating the clay fraction, and finally a physicochemical characterization, determining the swelling index, humidity and pH of three magnesium bentonites clay samples from the department of Tolima to select the sample with higher purity and higher content of montmorillonite, kaolinite and illite, important species to activation and subsequent modification.

Bentonite selected was tested in cation exchange capacity (CIC) and loss on ignition(LOI) and subsequently activated with hydrochloric acid and modified with sodium hydroxide and sodium chloride.

Both the sample modified with sodium hydroxide as the modified sodium chloride were evaluated by X-Ray diffraction, Infrared Spectroscopy and fluorescence spectrometry X-Ray to check the magnesium ion exchange by the sodium ion.

To permit comparison of the physical and rheological properties between the modified clay with sodium hydroxide and clay modified with sodium chloride, two samples of mud were prepared evaluating the density, filtration, viscosity, pH and swelling index, to compare these values with the specified by the API 13 A Section 9 and standard requirements of the oil industry and thus, define which of the two modified samples is suitable for use as an additive to drilling muds

---

\*Research Work.

\*\*Physical-chemical Engineering Faculty, Metallurgical Engineering and Materials Science School. Director Gustavo Neira Arenas, Ph.D.

## INTRODUCCIÓN

Las arcillas y sus minerales representan uno de los materiales más abundantes y de mayor aplicación industrial, siendo usado entre otros en arenas de fundición, absorbentes en la decoloración y clarificación de aceites y vinos, ligante en la fabricación de alimentos peletizados para animales, y agente gelificante, tixotrópico o emulsionante en la fabricación de pinturas, grasas, y lubricantes y, entre las más importantes, como componente de lodos de perforación para la extracción de crudo.

Recientemente, el avance tecnológico y científico ha encaminado los esfuerzos en el aprovechamiento de los recursos minerales y hoy existe un creciente interés por parte de la industria hacia el mejor aprovechamiento de los minerales de arcilla, como consecuencia de sus extraordinarias propiedades físico-químicas y mineralógicas, las cuales han comprobado su utilidad en las diferentes aplicaciones, y en la capacidad de estos materiales de mantener esas propiedades a escalas nano y microscópica.

Actualmente en Colombia se encuentran una serie de yacimientos de arcillas en todas las regiones, pero estos no son aprovechados a nivel industrial debido al desconocimiento de sus propiedades, a las limitaciones generadas por el mismo mineral, motivo por el cual en la mayoría de ocasiones es utilizado solo en aplicaciones comunes como en alfarería y construcción, en procesos convencionales que no requieren altos desempeños ni tratamientos especiales. En el caso de las bentonitas, el desconocimiento de sus características y propiedades es aún mayor, lo cual ha limitado el desarrollo de procesos que aumenten su valor agregado.

Este proyecto de grado contribuye al conocimiento de las arcillas bentoníticas, y proporciona información importante sobre el gran potencial de la arcilla bentonítica

modificada como componente de los lodos de perforación aplicados en la industria petrolera.

El objetivo general de este trabajo de investigación fue evaluar la posibilidad de lograr la modificación de una arcilla bentonítica magnésica para la obtención de una arcilla bentonítica sódica con aplicación potencial en la industria del petróleo.

Para ello, se plantearon los siguientes objetivos específicos:

- Realizar la caracterización fisicoquímica y mineralógica de una arcilla bentonítica magnésica procedente del departamento del Tolima.
- Establecer el método de activación más apropiado para obtener una bentonita predominantemente sódica a partir de la arcilla magnésica.
- Determinar las principales propiedades fisicoquímicas de la arcilla modificada, y evaluar su aplicabilidad como componente de lodos de perforación de petróleo.

## 1. FUNDAMENTO TEÓRICO

En la actualidad las arcillas representan un recurso natural muy importante para el ingeniero de lodos, ya que el entendimiento del comportamiento químico de las arcillas permite el control de las interacciones del lodo de perforación con los diferentes aditivos involucrados en el proceso de extracción del petróleo.

El mineral arcilloso bentonítico generalmente se incorpora dentro del proceso de extracción de manera inevitable, siendo en muchas ocasiones beneficioso al funcionamiento del fluido de perforación. Este beneficio es proporcionado específicamente por la montmorillonita, componente principal de la esmectita, responsable de controlar la viscosidad, el filtrado y las propiedades reológicas a los lodos de perforación. **[1]**

Desde hace muchos años en la industria del petróleo se ha utilizado la montmorillonita sódica, especialmente la bentonita Wyoming la cual petrográficamente proviene de una capa de ceniza volcánica alterada y cuyos depósitos más importantes se encuentran en las regiones de Norteamérica, conocidas como Black Hills de Wyoming y Dakota del sur y Big Horn Mountains de Wyoming. Colombia no cuenta con este tipo de mineral, y por tal motivo la industria del petróleo nacional requiere la importación de este producto, generando un valor adicional en la preparación de los lodos de perforación necesarios para la extracción del crudo.

El uso de cualquier otro tipo de mineral arcilloso no adecuado como aditivo para el fluido de perforación se considera contaminante y puede llegar a causar problemas de estabilidad y mantenimiento del pozo y del fluido de perforación, ocasionados probablemente por la debilidad de los enlaces y las cargas permitiendo un hinchamiento no controlado y por tanto provocando la dispersión de la lutita. **[2]**

El aporte a través de los años de las diferentes investigaciones relacionadas con las modificaciones químicas en los minerales arcillosos [2 - 4], ha generado una alternativa para el estudio de los cambios en las propiedades fisicoquímicas a partir de modificaciones químicas y su posible aprovechamiento como aditivo en los lodos de perforación.

### 1.1 ARCILLAS

El término arcilla se usa habitualmente con diferentes significados: [5]

- Desde el punto de vista mineralógico, engloba a un grupo de minerales (minerales de arcilla), filosilicatos en su mayor parte, cuyas propiedades físico-químicas dependen de su estructura y de su tamaño de grano, muy fino.
- Desde el punto de vista petrológico la arcilla es una roca sedimentaria, de origen detrítico, con características bien definidas. Para un sedimentólogo, arcilla es un término granulométrico, que abarca los sedimentos con un tamaño de grano inferior a 2  $\mu\text{m}$ , y para un ceramista una arcilla es un material natural que cuando se mezcla con agua en la cantidad adecuada se convierte en un material plástico.
- Desde el punto de vista económico las arcillas son un grupo de minerales industriales con diferentes características mineralógicas y genéticas y con distintas propiedades tecnológicas y aplicaciones.

Según el uso dado a las arcillas, el cual está estrechamente ligado a sus características estructurales, estas se pueden dividir en dos grandes grupos: [6]

- El primer grupo comprende las arcillas cerámicas, arcillas para construcción o arcillas comunes, estas son utilizadas para la fabricación de materiales de

construcción y están compuestas generalmente por dos o más minerales arcillosos y además poseen importantes cantidades de otros minerales.

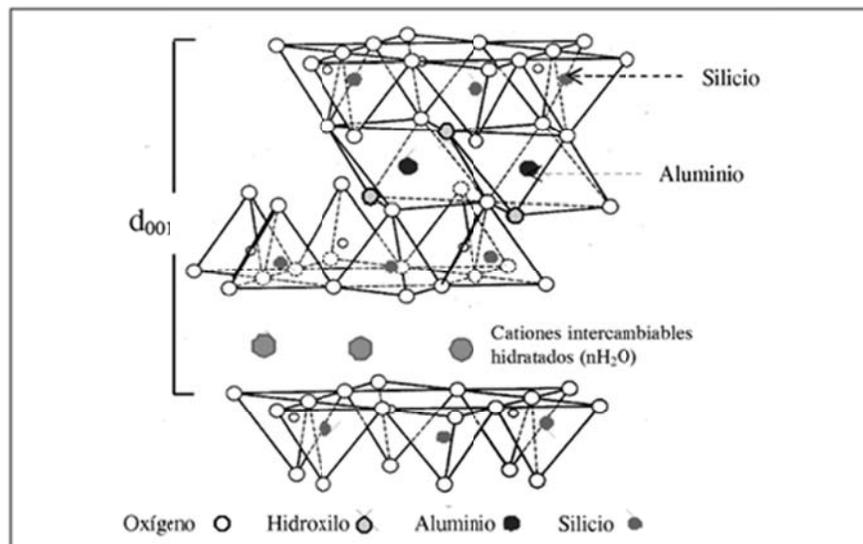
- Un segundo grupo lo constituyen las arcillas especiales, constituidas por un solo tipo de mineral arcilloso y entre las cuales se encuentran la bentonita, que se compone fundamentalmente de montmorillonita, un mineral perteneciente al grupo de las esmectitas, y cuyas excepcionales características de intercambio iónico y posibilidades de ser modificada mediante procesos físicos y químicos, la hacen muy útil para un amplio espectro de aplicaciones industriales.

### **1.1.1 Características de los minerales arcillosos**

Las esmectitas son de particular interés dada su facilidad para ser transformados en arcillas pilarizadas con propiedades fisicoquímicas específicas, dado que el agua y los cationes, no pertenecientes a la estructura cristalina pueden ser fácilmente sustituidos por otros cationes o moléculas, esta propiedad puede ser aprovechada para producir arcillas modificadas, útiles para una amplia variedad de aplicación.

Las esmectitas son filosilicatos de estructura 2:1, que se basan en el apilamiento de planos de iones oxígeno e hidroxilos. Presentan estructura trilaminar (T:O:T), es decir, dos capas tetraédricas de extensión infinita y fórmula  $(\text{Si}_2\text{O}_5)^{2-}$ , y una capa octaédrica de gibsita, unidas fuertemente por enlace covalente [6]. El plano de unión se completa con iones hidroxilo ( $\text{OH}^-$ ) que se sitúan en el eje central del arreglo (Figura 1).

Figura 1. Estructura general de los filosilicatos.



Fuente: Síntesis de materiales microcompuestos de polianilina/arcilla: caracterización y evaluación de su actividad como agentes anticorrosivos. Jennifer Rodríguez C., José Carriazo, Piedad Corredor, Rafael Molina, Sonia Moreno.

La montmorillonita tiene una formación dioctaédrica, en la cual los cationes que se encuentran en los sitios octaédricos son trivalentes, como el Fe<sup>3+</sup> o el Al<sup>3+</sup>, y éstos sólo ocupan dos tercios del total de los lugares octaédricos [6]

El ambiente geológico más propicio para encontrar arcillas esmectíticas en Colombia corresponde a las unidades de rocas volcánicas o sedimentarias con aporte volcánico del Paleógeno o Neógeno. En consecuencia, la Cordillera Central constituye la región más atractiva para prospectar este recurso, y de acuerdo con el conocimiento estratigráfico actual, la Formación Honda, en el Departamento del Tolima, conforma una de las unidades de mayor potencial para encontrar este recurso [7].

El uso que se le da a las arcillas esmectíticas del Valle es para metalurgia, adecuación de suelos, fabricación de jabones, obturación de fugas y para producción de alimentos concentrados para animales.

Las arcillas esmectíticas encontradas en el Tolima se utiliza para alimentos concentrados de animales principalmente. [7]

### **1.1.2 Características Fisicoquímicas de las Arcillas**

Gran parte de las aplicaciones de las arcillas se debe principalmente a sus propiedades fisicoquímicas, las cuales dependen de:

- Tamaño de grano fino.
- Morfología laminar.
- Sustituciones isomórficas las cuales influyen directamente en la aparición de carga en las láminas.
- Superficie específica
- Capacidad de intercambio catiónico.
- Hidratación o humedad.
- Agregación.
- Dispersión.
- Floculación.
- Desfloculación.

Las características más importantes para los lodos de perforación son la capacidad de intercambio catiónico, hidratación, agregación, dispersión y floculación.

#### **1.1.2.1 Superficie Específica**

La superficie específica está definida como el área de la superficie externa más el área de la superficie interna (en el caso que exista) de las partículas por unidad de masa, la cual se expresa generalmente en  $\text{m}^2/\text{g}$ . [8]

Las arcillas poseen una elevada área superficial, la cual es beneficiosa en los diferentes procesos y usos industriales en los que la interacción sólido-líquido depende directamente de esta propiedad.

Esta característica es importante en los lodos de perforación debido a que una elevada superficie específica proporciona una buena absorción de líquido impidiendo la inundación de la sarta de perforación, y por ende el derrumbe de la pared y pega de la tubería. [9]

En la Tabla 1, se muestran valores característicos de superficie específica para los principales minerales arcillosos.

*Tabla 1. Superficie específica de algunas arcillas*

ARCILLA	SUPERFICIE ESPECIFICA (m <sup>2</sup> /g)
<b>Caolinita de elevada cristalinidad</b>	Hasta 15
<b>Caolinita de baja cristalinidad</b>	Hasta 50
<b>Halloisita</b>	Hasta 60
<b>Illita</b>	Hasta 50
<b>Montmorillonita</b>	80-300
<b>Sepiolita</b>	100-240
<b>Paligorskita</b>	100-200

Fuente: GRIM, R. E. & GUVEN, N. "Bentonites: Geology, Mineralogy and Uses". New York. Elsevier. . (1978).

### **1.1.2.2 Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC)**

Los minerales arcillosos tienen la propiedad de adsorber ciertos cationes y retenerlos en un estado intercambiable, es decir, que los cationes pueden cambiar con otros iones que estén en solución acuosa. Los iones intercambiados son retenidos externamente a la unidad estructural del mineral arcilloso, sin afectar la estructura del mismo. [10]

En los lodos de perforación es muy común la realización de la prueba de azul de metileno (MBT), para medir la capacidad de intercambio de todos los minerales

arcillosos presentes en el lodo de perforación, o la reactividad de estos minerales y evitar la formación de compuestos como óxidos y carburos perjudiciales para las herramientas de perforación.

Para las arcillas utilizadas en los lodos de perforación la capacidad de intercambio catiónico esta entre 65-70 meq/100g. [11].

En las arcillas, los cationes intercambiables más frecuentes son el calcio, magnesio, hidrógeno, potasio, amonio y sodio. [6]

Los valores de la Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) para algunos minerales arcillosos se presentan en la Tabla 2.

*Tabla 2: Capacidad de intercambio catiónico de algunos minerales arcillosos.*

MINERAL ARCILLOSO	CIC (meq/100g)
<b>Caolinita</b>	3-5
<b>Halloisita</b>	10-40
<b>Illita</b>	10-50
<b>Clorita</b>	10-50
<b>Montmorillonita</b>	80-200
<b>Vermiculita</b>	100-200
<b>Sepiolita-Paligorskita</b>	20-35

Fuente: [5]. BRADANOVIC, Tomás. Arcillas y bentonitas. Director técnico Soc.Com. Hermes Ltda. [On line]. [www.scribd.com/doc/47944680/bentonita](http://www.scribd.com/doc/47944680/bentonita).

### 1.1.2.3 Humedad

La hidratación y deshidratación del espacio interlaminar son propiedades características de algunos tipos de arcillas como las esmectitas.

El espacio interlaminar para una montmorillonita sódica seca es de 9,8 aproximadamente, el cual depende del número de cationes presentes en el espacio entre las capas. Cuando la arcilla entra en contacto con el agua, el espacio entre las capas se expande absorbiendo cierta cantidad de agua. Este

proceso de expansión y absorción proporciona viscosidad a los lodos de perforación.

En las arcillas los cationes divalentes como  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$  aumentan la fuerza de atracción entre las laminillas, reduciendo así la cantidad de agua que se puede adsorber. Los cationes monovalentes como  $\text{Na}^+$  producen una fuerza de atracción más débil, permitiendo que más agua penetre entre las laminillas. [6]

La montmorillonita sódica es adecuada como aditivo en los lodos de perforación debido a que su hinchamiento es cuatro veces mayor que la de la mayoría de arcillas comunes, por tanto esta generará una mayor viscosidad.[13]

La humedad en los lodos de perforación debe estar alrededor del 10%.

#### **1.1.2.4 Agregación**

En los lodos, se produce cuando se acumulan las plaquetas de arcillas unas encima de otras, cara a cara. En consecuencia la viscosidad y la fuerza gel disminuyen. Antes de ser hidratada, la arcilla consta de un gran número de capas agrupadas. Al entrar en contacto con el agua, las capas se hidratan hasta que las fuerzas que las mantienen juntas se debilitan. Las partículas están agrupadas cara a cara y pueden ser separadas por agitación mecánica, por hidratación y por dispersión. La agregación puede ser causada por la introducción de cationes divalentes, tales como  $\text{Ca}^{2+}$ , en el fluido de perforación. [15]

#### **1.1.2.5 Floculación**

Se refiere a la asociación de borde a borde y/o borde a cara de las partículas, resultando en la formación de una estructura similar a un “castillo de naipes”. Esto causa un aumento de la viscosidad, gelificación y filtrado. La severidad de este aumento depende de las fuerzas que actúan sobre las partículas enlazadas y del número de partículas disponibles para ser enlazadas. Cualquier cosa que aumenta las fuerzas repulsivas entre las partículas o causa la contracción de la película de agua adsorbida, tal como la adición de cationes divalentes o las temperaturas elevadas, puede fomentar la floculación. [14]

### **1.1.2.6 Dispersión**

Reacción contraria a la agregación, resulta en un mayor número de partículas y viscosidades plásticas más altas. Las laminillas de arcilla son normalmente agregadas antes de ser hidratadas y cierta dispersión ocurre a medida que se hidratan. El grado de dispersión depende del contenido de electrolitos en el agua, el tiempo, la temperatura, los cationes intercambiables en la arcilla y la concentración de arcilla.

La bentonita de Wyoming no se dispersa totalmente en agua a la temperatura ambiente. [14]

### **1.1.2.7. Desfloculación**

Es la disociación de las partículas floculadas. La adición de ciertos productos químicos al lodo neutraliza las cargas electroquímicas en las arcillas. Esto elimina la atracción que resulta del enlace borde a borde y/o borde a cara entre las partículas de arcilla. Como la desfloculación causa una reducción de la viscosidad, los productos químicos desfloculantes son frecuentemente llamados diluyentes de lodo. La desfloculación también permite la disposición plana de las partículas de arcilla en el revoque para reducir el filtrado. [14]

## **1.2 ACTIVACIÓN Y MODIFICACIÓN DE ARCILLAS**

Desde el punto de vista industrial tienen gran importancia los procesos destinados a modificar las propiedades de superficie del mineral mediante tratamientos de distinta naturaleza (tratamiento ácido, térmico, o de pilarización) o bien a modificar el espacio interlamina. [25]

El tratamiento ácido con HCl produce la destrucción del mineral por disolución de la capa octaédrica, generando sílice amorfa procedente de la capa tetraédrica lo cual conlleva un considerable incremento de la superficie específica. Algunos iones metálicos que se encuentran en la arcilla se intercambian por el  $H^+$  que está presente en la solución ácida. El ión hidronio se deposita en el espaciado

interlaminar produciendo una pequeña expansión entre las láminas de arcilla, mientras los iones cloruro ( $\text{Cl}^-$ ) se depositan en la superficie de la arcilla o en efecto también reaccionan con algunos elementos presentes en la arcilla que son liberados a la solución en forma de impurezas. **[15]** Con este proceso se aumenta la capacidad de intercambio iónico y la actividad catalítica. Las variaciones en el tipo de arcilla (granulometría y mineralogía) y, el tipo y grado de acidulación (tipo de ácido, temperatura, tiempo de contacto, proporción de arcilla, etc.) darán lugar a diferentes productos con diversas propiedades. Norteamérica, Europa y Japón son los principales productores de bentonitas activadas.

Una vez las arcillas son activadas, mediante procesos químicos se puede modificar su quimismo poniendo en contacto la arcilla activada ácidamente con una solución que contenga los iones a intercambiar para lograr introducirlos en las láminas de arcilla, desplazando los iones hidronio que fueron depositados durante la activación, llevando a cabo el intercambio catiónico y por tanto alterando las propiedades fisicoquímicas. **[16]**

### **1.3 LODOS DE PERFORACIÓN**

Los fluidos utilizados durante las labores de perforación de un pozo son denominados fluidos de perforación. Este término está restringido a los fluidos que son circulados a través del hoyo y cumplen con los requisitos mínimos de eficiencia de limpieza y seguridad durante la perforación de un pozo.

El primer procedimiento donde se usaron lodos de perforación fue en 1845 mediante el método de perforación por rotación, patentado en Inglaterra **[1]**, Originalmente se utilizó agua como lodo de perforación que, con el avance de los trabajos de perforación, se mezclaba con una masa creciente de partículas del sondeo y formaba un fango, calificado como “barro de sondeo”. La experiencia reveló que el barro de sondeo, especialmente después de atravesar estratos con arcilla, presentaba mejores propiedades que la perforación con agua limpia. A

partir de ahí, se empezaron a utilizar con éxito suspensiones de arcilla en agua, en vez de agua limpia. [1]

Existe una gran variedad de lodos pero típicamente están compuestos por un líquido con una suspensión de sólidos y posiblemente, también de otros líquidos y/o gases. El líquido en el cual todos estos materiales se encuentran suspendidos es la fase continua del lodo y las partículas sólidas constituyen la fase dispersa.

La fase continua es importante ya que en ella se encuentran disueltos los cationes  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{++}$ , u  $\text{OH}^-$ , los cuales dependiendo de su concentración pueden provocar la expansión de su estructura y consecuentemente provocando un hinchamiento de las mismas. Cuando las arcillas se hinchan, el diámetro del hueco perforado disminuye y las paredes del hueco se desmoronan provocando graves complicaciones durante la perforación. Por esta razón, se ha tratado de implementar un lodo que pueda minimizar las reacciones de las arcillas cuando estas tienen contacto con el agua, inhibiéndolas. [17].

Los lodos como parte fundamental del desarrollo de los procesos de perforación para la extracción del petróleo tienen una gran importancia, debido a que cumplen una serie de funciones para sondeos más profundos y productivos; entre las funciones más importantes están:

- Buena extracción del detritus hacia el exterior.
- Estabilidad de la pared no entubada de la perforación, impidiendo de esta manera el colapso de la misma.
- Compensación de las presiones elevadas en acuíferos y yacimientos.
- Protección del acuífero para su posterior explotación.
- Refrigeración y lubricación de las herramientas de perforación.

Las funciones anteriormente enunciadas pueden ser evaluadas mediante propiedades físicas y reológicas que deben tener los lodos de perforación, es así

como la norma API 13B-1 [11] ha establecido ciertos parámetros que deben cumplir los lodos de perforación; Estos estándares aseguran la pureza, finura del grano y manejo adecuado del producto.

Las propiedades más importantes son:

- pH
- Filtración
- Viscosidad
- Densidad
- Contenido de sólidos y líquidos
- Contenido de arenas
- Capacidad de azul de metileno
- Alcalinidad y contenido de cal
- Contenido de cloruros

De las anteriores las propiedades que presentan una mayor influencia en los lodos de perforación debido al material bentonítico son:

- Filtración
- Viscosidad
- Densidad
- pH

El material arcilloso repercute en el lodo de perforación aumentando la viscosidad y reduciendo el filtrado. Por otro lado, la alcalinidad del lodo de perforación no afecta la viscosidad pero si optimiza las propiedades reológicas del fluido de perforación. [18, 19]

### **1.3.1 Propiedades físicas de los lodos de perforación**

#### **1.3.1.1 Filtración**

La filtración es el volumen de fluido de la fase líquida de los lodos perdidos hacia la formación. El producto de la filtración es una torta de barro que se deposita en

las zonas permeables (la cara del orificio perforado), debido a la diferencia de presión diferencial entre la presión hidrostática y la presión de formación.,

El objetivo principal de su control es reducir la cantidad de filtrado, formar una torta delgada, impermeable y resistente sobre la superficie o pared del hueco, en frente de las formaciones permeables e impedir así una pérdida excesiva de filtrado.

El líquido filtrado debe ser compatible con la formación de fluidos de la misma, lo cual ayuda a mantener el pozo en condiciones estables y minimizar los daños a la formación. **[8]**

El proceso de filtración se debe controlar a lo referente a:

- Velocidad de filtración
- Espesor y textura de la torta
- Propiedades químicas del filtrado

Si el filtrado no se controla puede producir:

- Zonas de diámetro reducido donde se causa un arrastre o erosión excesivo del hueco
- Aumento de fluctuaciones de presión cuando se trabaja la tubería, debido a una disminución en el diámetro del hueco.
- Pega de la tubería de perforación por presión diferencial (hueco-formación), causada por una mayor área de contacto debido a una torta gruesa.

### **1.3.1.2 pH**

El pH depende principalmente del agua utilizada y de las características de las arcillas. La norma API 13A-9 **[27]**, especifica el uso de arcillas generalmente alcalinas, esto para prevenir la corrosión de tuberías y brocas de perforación, preservar productos orgánicos en el lodo y mantener las propiedades reológicas del mismo.

### **1.3.1.3 Densidad**

La densidad del lodo es el peso de un volumen dado de dicho fluido, que puede ser expresado en libras por galón (Lpg), libras por pie cúbico (lbm/ft<sup>3</sup>), gramos por centímetro cúbico (g/cm<sup>3</sup>) o kilogramos por metro cúbico (kg/m<sup>3</sup>) o en forma de gradiente como libras por pulgada cuadrada por cada mil pies de profundidad (psi/1000ft). Esta propiedad está ligada con la cantidad y el peso específico de los sólidos que contiene el fluido, además es el criterio principal para el control de la presión hidrostática ejercida por la columna de líquido para controlar eficientemente las presiones de subsuelo y no exceder el gradiente de fractura.[3] La densidad puede variar de 8.6 a 9.2 lb/gal. Cuando se usa agua salada la densidad alcanza valores entre 9 y 9.4 lb/gal. [14]

### **1.3.2 Propiedades reológicas de los lodos de perforación**

#### **1.3.2.1 Viscosidad**

Por definición, viscosidad es la resistencia que ofrece un fluido a deformarse (a fluir). Los fluidos de perforación son tixotrópicos y una medida de viscosidad de un fluido de este tipo será válida únicamente para la tasa de corte a la cual la medida fue hecha. [8]

La viscosidad de los fluidos de perforación, es una función de muchos factores, algunos de los cuales son:

- Viscosidad de la fase líquida continua.
- Volumen de sólidos en el lodo.
- Volumen de fluido disperso.
- Número de partículas por unidad de volumen.
- Forma y tamaño de las partículas sólidas.
- Atracción o repulsión entre las partículas sólidas y entre sólidos y la fase líquida.

Esta propiedad es importante en los lodos de perforación ya que tiene un efecto sobre la limpieza del pozo. Los recortes o material rocoso se sedimentan en fluidos de baja viscosidad y son difíciles de circular fuera del pozo. Los fluidos de mayor viscosidad mejoran el transporte de los recortes. [9]

Según los datos tomados de ESPINOZA Y QUIROGA, [15] y de [12] [27], una arcilla bentonítica utilizada como aditivo de los lodos de perforación debe cumplir con los requisitos mostrados en la tabla 3.

Tabla 3. Parámetros establecidos para un lodo de perforación.

REQUERIMIENTOS	VALOR
Hinchamiento (cc)	23
Ph	10
Filtrado API (ml)	13,5 -15 ml
Viscosidad (cp)	28-24
Humedad (%)	10
Densidad (lb/galón)	8-9
Espesor de la torta de filtración (pulg)	1/32

Fuente: [27] American Petroleum Institute. Specification for drilling fluid materials. 18Th edition. . API Spec 2010. [12] REJYRA. Ficha técnica de bentonita sódica tipo Api. [on line]. <http://www.rejyra.com/bentonita.html>.

Los parámetros de la tabla 3, sirven para realizar una comparación con los valores a obtener y con base a esta comparación poder concluir o definir si la arcilla modificada sirve para aplicar como aditivo a los lodos de perforación.

La tabla 4 presenta el análisis químico de una arcilla bentonítica API [12].

*Tabla 4. Análisis químico de una arcilla bentonítica API*

PARAMETRO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	LOI
%	62,86	14,23	1,1	1,2	1,31	2,8	0,33	6 -10

Fuente: REJYRA. Ficha técnica de bentonita sódica tipo Api. [on line].

<http://www.rejyra.com/bentonita.html>.

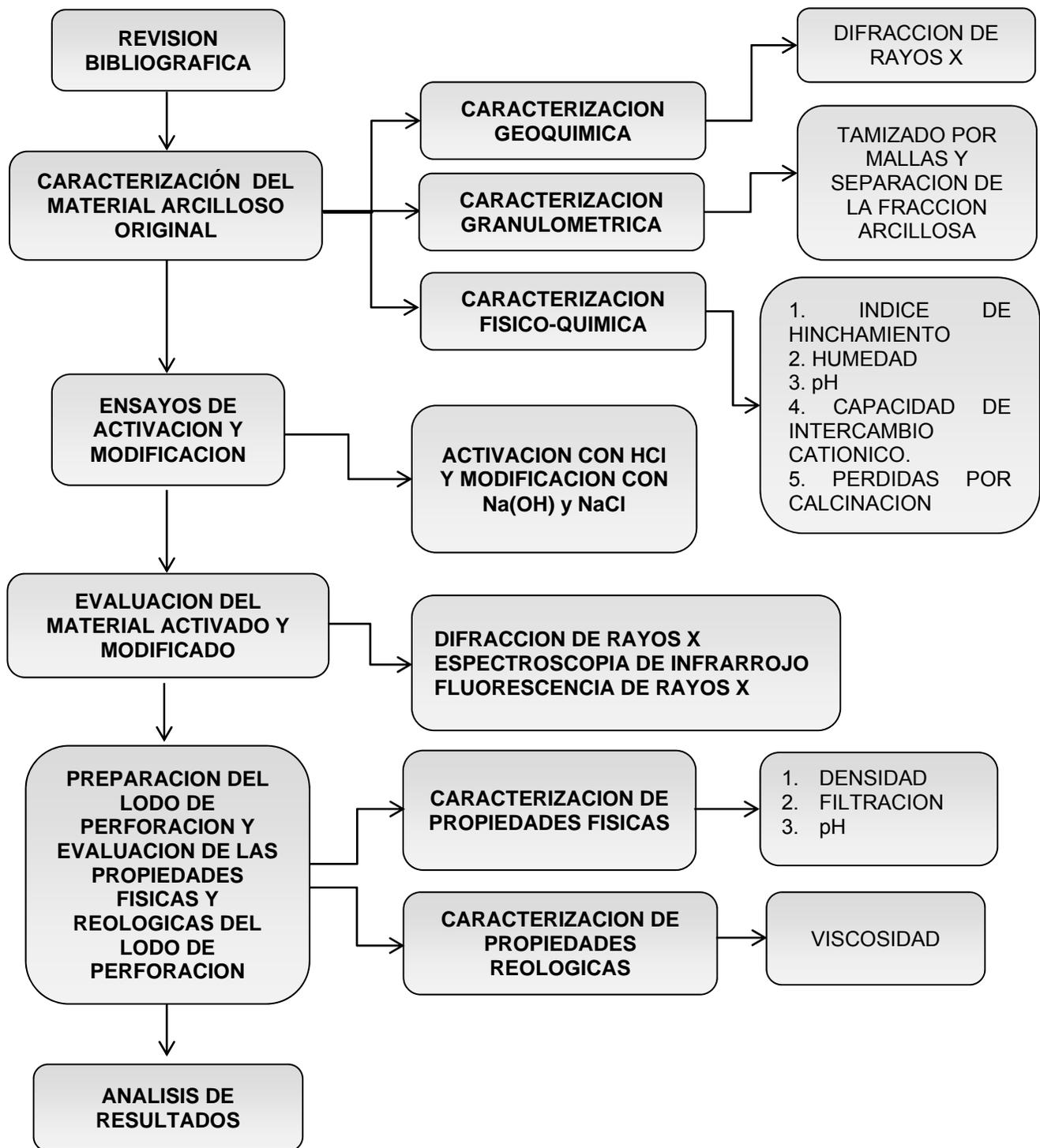
## 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

La propuesta metodológica para llevar a cabo este proyecto de grado, se desarrolló en una serie de etapas las cuales fueron planteadas en el plan de proyecto de grado y las cuales consisten en:

- Revisión bibliográfica
- Caracterización fisicoquímica del material arcilloso original
- Ensayos de activación
- Evaluación del material modificado
- Evaluación de las propiedades reológicas y físicas del lodo de perforación preparado con la arcilla modificada.
- Análisis de resultados
- La elaboración y presentación del informe.

La figura 2 representa de manera simplificada la metodología del trabajo experimental llevada a cabo.

Figura 2. Etapas y actividades adelantadas para el desarrollo del proyecto



Fuente: Autoras

## 2.1 Caracterización del material arcilloso original

Se llevó a cabo la caracterización de 3 muestras de arcilla provenientes del departamento del Tolima, con el fin de seleccionar la muestra de bentonita de mayor pureza para ser empleada en la activación y posterior modificación. La nomenclatura asignada a cada arcilla se encuentra en la tabla 5.

*Tabla 5. Identificación de las muestras*

MUESTRA	CARACTERISTICA
<b>M1</b>	BENTONITA CAFÉ NATURAL SECA
<b>M2</b>	BENTONITA AMARILLA NATURAL SECA
<b>M3</b>	BENTONITA GRIS NATURAL SECA

Fuente: Autoras

### 2.1.1 Caracterización Granulométrica

La técnica utilizada para la caracterización granulométrica fue la de tamizado y fue realizada para las muestras en estado de recepción, haciendo uso del conjunto de mallas #60, #100, #140, #200, #270 y #325 Tyler. Previamente al tamizado, las muestras fueron sometidas a cono y cuarteo, con el fin de escoger la muestra representativa más representativa.

### 2.1.2 Separación de la fracción arcillosa

La fracción arcillosa se encuentra en los tamaños más finos, menores a 325 malla Tyler, equivalentes a 45 micrones. Debido a la granulometría original, la muestra se molió en un molino de bolas por una hora, y posteriormente en un mortero de Ágata, antes de clasificarla mediante malla Tyler 325 con el fin de separar la fracción arcillosa. Aplicando cono y cuarteo se tomó una muestra representativa para realizar los ensayos geoquímicos y fisicoquímicos

### **2.1.3 Caracterización Geoquímica**

Se determinó la composición química para cada una de las muestras aplicando la norma ASTM C 323-56 (1990). La determinación de las especies mineralógicas presentes en la muestra se realizó mediante la técnica de análisis por Difracción de Rayos X, llevada a cabo en el laboratorio de Difracción de Rayos X de la escuela de química de la Universidad Industrial de Santander. Los métodos de análisis se encuentran en el anexo A.

### **2.1.4 Caracterización Fisicoquímica**

Se realizaron pruebas de humedad, índice de hinchamiento, pH, capacidad de intercambio catiónico, pérdidas por calcinación y espectroscopia de infrarrojo.

#### **2.1.4.1 Humedad**

La determinación de la humedad en el mineral arcilloso se llevó a cabo por diferencia de peso entre la muestra natural y la muestra seca en estufa a 110°C durante 24 horas según la norma ASTM C323-56 (1990). El procedimiento se describe en el anexo A.

#### **2.1.4.2 Índice de Hinchamiento**

El índice de hinchamiento se llevó a cabo en el mineral arcilloso (norma ASTM D 5890-02). El procedimiento se describe en el anexo A.

#### **2.1.4.3 pH**

La determinación del pH de la muestra se llevó a cabo mediante un pH-metro en una muestra de mineral arcilloso, al 10% en peso de sólidos, en agua destilada. El procedimiento se describe en el anexo A.

#### **2.1.4.4 Capacidad de Intercambio Catiónico**

Fue llevado a cabo mediante el método gravimétrico, para ello se tomó 5g de arcilla para cada muestra y se dispersó en acetato de amonio, dejando en reposo

durante 12 horas, esto se realizó con el fin de suministrar cationes en solución que desplacen a los iones intercambiables que posee la arcilla hasta que alcancen el equilibrio. Posteriormente realizada la filtración, el precipitado obtenido se lavó repetidas veces en alcohol etílico para eliminar el exceso de sal amoniacal y posteriormente con cloruro de sodio.

Por último se tituló con hidróxido de sodio.

Para la determinación de la capacidad de intercambio catiónico se utilizó la siguiente ecuación:

$$CIC(\text{meq}/100g) = \frac{(V \times N)_{\text{soda}} * 100}{w}$$

$$CIC(\text{meq}/100g) = \frac{V * 0.1 * 100}{5} = 2V_{\text{soda}}$$

$W$  = Peso de la muestra (g)

$V$  = Volumen de soda (ml)

$N$  = Normalidad de la soda

#### **2.1.4.5 Pérdidas por Calcinación**

Se pesó 1 gramo de muestra libre de humedad y fue llevada a 900 °C por una hora en una mufla; la pérdida en peso representa el porcentaje por pérdidas de calcinación. (Norma ASTM C323-56 (1990)).

#### **2.1.4.6. Espectroscopia de Infrarrojo (IR).**

Los espectros de IR se determinaron en un Espectrofotómetro de Infrarrojo FT-IR 8400s. Se pesaron aproximadamente 2 mg de muestra y 300 mg de KBr en un mortero, se maceró hasta obtener una pasta homogénea, la cual fue llevada a un pastillero y se sometió a presión hasta conseguir una pastilla adecuada para posteriormente tomar el espectro IR.

## **2.2 Métodos de activación y modificación**

Se tomó la muestra de mayor pureza, según los resultados de la etapa de caracterización de las tres muestras de mineral, para realizar las pruebas de activación y modificación.

### **2.2.1 Procedimiento de activación de la arcilla bentonítica**

Según el procedimiento seguido por Amado y Rueda [2], se toma una muestra de bentonita y se pone en contacto con una solución de ácido clorhídrico en una relación de 100 gramos de arcilla por 1 litro de solución, posteriormente se lleva a agitación por dos horas, manteniendo una temperatura de 70°C. Se deja reposar por 45 minutos, se centrifuga a 8000 rpm durante 15 minutos, y se lava con abundante agua destilada. El proceso de centrifugado y lavado se repite varias veces con el fin de eliminar el exceso de ácido en la arcilla. El producto se deposita en una caja Petri y se lleva a secado en la estufa a aproximadamente 100°C por 24 horas. Finalmente la arcilla seca se macera en un mortero manual para desagregar las partículas. Para la determinación adecuada de la concentración de ácido nos basamos en los ensayos realizados anteriormente por Amado y Rueda [2], los cuales demostraron que se obtenía una activación apropiada de la arcilla con una concentración de 1N.

### **2.2.2 Procedimiento de modificación de la arcilla bentonítica**

Con el fin de conocer la cantidad de cloruro de sodio e hidróxido de sodio a adicionar a las diferentes muestras, se determinó la cantidad de iones intercambiables en la muestra de arcilla original M2 y se realizó un balance de masa, se diseñaron 8 montajes.

Los montajes se muestran en la tabla tabla 6:

*Tabla 6. Montajes realizados para la determinación del mejor método de modificación.*

MUESTRA	AGENTE MODIFICANTE	CONCENTRACIÓN	TEMPERATURA
M2-1	Na(OH)	0,15N	60°C
M2-2	Na(OH)	0,22N	60°C
M2-3	Na(OH)	0,15N	Temperatura ambiente
M2-4	Na(OH)	0,22N	Temperatura ambiente
M2-5	NaCl	0,5N	60°C
M2-6	NaCl	0,6N	60°C
M2-7	NaCl	0,5N	Temperatura ambiente
M2-8	NaCl	0,6N	Temperatura ambiente

Fuente: autoras

Las muestras M2-1, M2-3, M2-5 y M2-7, tienen una concentración de modificante igual a la de los iones intercambiables que posee la muestra de arcilla original (M2).

Las muestras M2-2 y M2-4, fueron modificadas con un 50% de exceso de los iones intercambiables con hidróxido de sodio, igualmente las muestras M2-6 y M2-8 fueron modificadas con un 50% de exceso de cloruro de sodio.

La temperatura apropiada para el proceso de modificación con hidróxido de sodio y cloruro de sodio fue tomada de acuerdo a los resultados obtenidos en la investigación realizada por Amado y Rueda [2]; donde se determinó que la temperatura ambiente es adecuada para la modificación con hidróxido de sodio y una temperatura de 60°C es adecuada para la modificación con cloruro de sodio.

Para aumentar la velocidad de reacción, y acelerar el proceso de disolución de posibles impurezas y de esta manera poder verificar y obtener los mejores resultados, se optó por la variación de la temperatura para el hidróxido de sodio a 60°C y el cloruro de sodio a temperatura ambiente.

## **2.3 Caracterización del lodo de perforación**

En esta caracterización se tuvo en cuenta la caracterización fisicoquímica del lodo y su reología.

### **2.3.1 Características físicas del lodo de perforación**

Según el análisis y la determinación de la mejor arcilla modificada se preparó una muestra para la realización de pruebas de pH, densidad, y filtración, según la norma API 13B-1/ISO 10414-1.

#### **2.3.1.1 pH**

La determinación del pH de La muestra se llevó a cabo mediante un medidor electrónico según la norma API 13B-1/ISO 10414-1 parte G. El procedimiento se describe en el anexo C

#### **2.3.1.2 Densidad**

La medición de la densidad de los fluidos de perforación se realizó utilizando una balanza de fluido modelo FANN, según la norma API 13B-1 parte A. El procedimiento se describe en el anexo C

#### **2.3.1.3 Filtración**

Esta prueba se llevó a cabo para determinar los volúmenes de filtrado de los sistemas de fluidos de perforación bajo condiciones estáticas; para ello se utilizó un filtro prensa API, según la norma API 13B-1. El procedimiento se describe en el anexo C.

### **2.3.2 Caracterización reológica**

La determinación de los parámetros reológicos se llevó a cabo según la norma (API 13B-1), para estudiar las características de flujo de los sistemas de fluido de perforación.

### **2.3.2.1 Viscosidad**

La determinación de la viscosidad se llevó a cabo mediante un viscosímetro rotatorio marca FANN (o mediante un viscosímetro de MARSH), según la norma API 13B-1 parte B. El procedimiento se describe en el anexo C

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### 3.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DE LA ARCILLA MAGNÉSICA NATURAL

##### 3.1.1 Caracterización granulométrica

La caracterización granulométrica fue realizada para las muestras M1, M2 y M3 en el estado de recepción.

Aplicando cono y cuarteo se tomó una muestra representativa para el análisis granulométrico, cuyos resultados se encuentran consignados en las tablas 7, 8 y 9.

*Tabla 7. Distribución granulométrica de la muestra M1.*

FRACCION GRANULOMETRICA (# TYLER)	DIAMETRO PARTICULA (D <sub>p</sub> ) (μm)	ACUMULADO RETENIDO %(P/P)	ACUMULADO PASANTE %(P/P)
70	212	87,271	12,73
100	150	90,984	9,016
140	106	93,102	6,9
200	75	95,758	4,24
270	53	97,765	2,24
325	45	99,141	0,86
Bandeja	0	100	0

Fuente: Autoras

*Tabla 8. Distribución granulométrica de la muestra M2.*

FRACCION GRANULOMETRICA (# TYLER)	DIAMETRO PARTICULA (D <sub>p</sub> ) (μm)	ACUMULADO RETENIDO %(P/P)	ACUMULADO PASANTE %(P/P)
70	212	89,90	10,09
100	150	93,305	6,695
140	106	95,561	4,439
200	75	97,167	2,833
270	53	98,200	1,8
325	45	99,446	0,554
Bandeja	0	100	0

Fuente: Autoras

*Tabla 9. Distribución granulométrica de la muestra M3.*

FRACCION GRANULOMETRICA (# TYLER)	DIAMETRO PARTICULA (D <sub>p</sub> ) (μm)	ACUMULADO RETENIDO %(P/P)	ACUMULADO PASANTE %(P/P)
70	212	0,025	99,975
100	150	0,94	99,06
140	106	1,918	98,082
200	75	3,38	96,62
270	53	6,719	93,281
325	45	12,344	87,657
Bandeja	0	100	0

Fuente: Autoras

Según lo encontrado en los datos de la tablas 7, 8, y 9 se observa que el diámetro de las partículas oscila entre 0 y 212μm. Las muestras M1, M2 tienen un porcentaje aproximado del 99% de partículas que se encuentran por encima de

un tamaño de 45  $\mu\text{m}$ . Esto quiere decir que la montmorillonita, la illita y la caolinita se encuentran dispersas dentro de otras partículas de mayor tamaño pertenecientes a otras especies mineralógicas, luego se ve la necesidad de concentrar las especies mineralógicas de interés. La muestra M3 tiene un 87.66% de partículas que tienen un tamaño inferior a 45  $\mu\text{m}$ , esto puede indicar que el material valioso de esta arcilla si se encuentra más concentrado que el presente en las muestras M1 y M2.

El proceso de molienda y tamizado al que fue sometida las diferentes muestras, generó una disminución significativa en el diámetro de la partícula con respecto al material en forma de recepción, e incrementar la superficie específica aumentando de esta manera la reactividad química del material arcilloso bentonítico magnésico en el momento de estar en contacto con el agente modificante. Este material concentrado fue implementado para hacer los respectivos análisis fisicoquímicos y geoquímicos. [21-22].

### **3.1.2 Difracción de Rayos X para la arcilla original**

Las mediciones de difracción de Rayos X para las muestras de arcilla dieron como resultado la presencia de especies mineralógicas que se registran en la tabla 10. Los difractogramas correspondientes de cada muestra se presentan en el Anexo B.

*Tabla 10. Especies mineralógicas en las 3 muestras de arcillas bentoníticas magnésicas provenientes del departamento del Tolima.*

Muestra Mineral	M1	M2	M3
Cuarzo	15,4 %	3,3 %	23,4 %
Caolinita	20,2 %	11,6 %	34,4 %
moscovita férrica	25,7 %	-	-
Moscovita	-	-	22,4 %
Anatasa	3,7 %	1,6 %	2,7 %
Magnesiohorblenda	7,0 %	-	-
Albita	4,5 %	18 %	-
Illita	-	19,8 %	-
Brushita	-	3,0 %	-
Clinocloro	-	4,4 %	-
Microclina	-	-	3,0 %
Montmorillonita	17,8 %	26,7 %	-

Fuente: Autoras

Las especies mineralógicas importantes que deben estar presentes en el mineral arcilloso son la caolinita, la illita y la montmorillonita, siendo las dos últimas especies mencionadas las más influyentes para el intercambio catiónico en el proceso de activación y modificación.

Los análisis de las diferentes especies mineralógicas mostradas en la tabla 10, permiten descartar el uso de la muestra M3 debido a que esta no posee illita ni montmorillonita.

La muestra M1 posee sólo montmorillonita con un 17,8% como especie intercambiable, mientras que la arcilla M2, posee montmorillonita e illita con 26,7 y 19,8% respectivamente y en proporciones considerables. Por esta razón se escogió a la muestra M2 como arcilla para activar y modificar, debido a que se considera que esta arcilla posee una buena capacidad de intercambio catiónico, considerable necesario para la eficiencia del tratamiento al que va a ser sometida.

- **Difracción de Rayos X de la muestra M2**

En los espectros (anexo B), se puede observar la presencia de mayor cantidad de montmorillonita en la muestra M2 (picos de color verde) que en la muestra M1 (picos de color azul), además de esto en M2 hay una menor presencia de cuarzo (picos color negro) que en M1 (picos de color rojo), componente que puede sugerir la calidad de la arcilla.

Realizando el respectivo análisis de M2, se observa en la tabla 10, a la montmorillonita como la principal especie arcillosa intercambiable con un 26,7%. Según la fase presente en las diferentes especies, existe una cantidad considerable de SiO<sub>2</sub>, luego se podría decir que existe cuarzo presente en las diferentes especies.

La albita está presente en la muestra con un 18%, este feldespato no es considerado como especie de interés al igual que la caolinita con un 11,6% debido a que poseen baja capacidad de intercambio catiónico.

La anatasa está presente con un 1,6%, es considerada como una impureza, pero no representa una cantidad significativa.

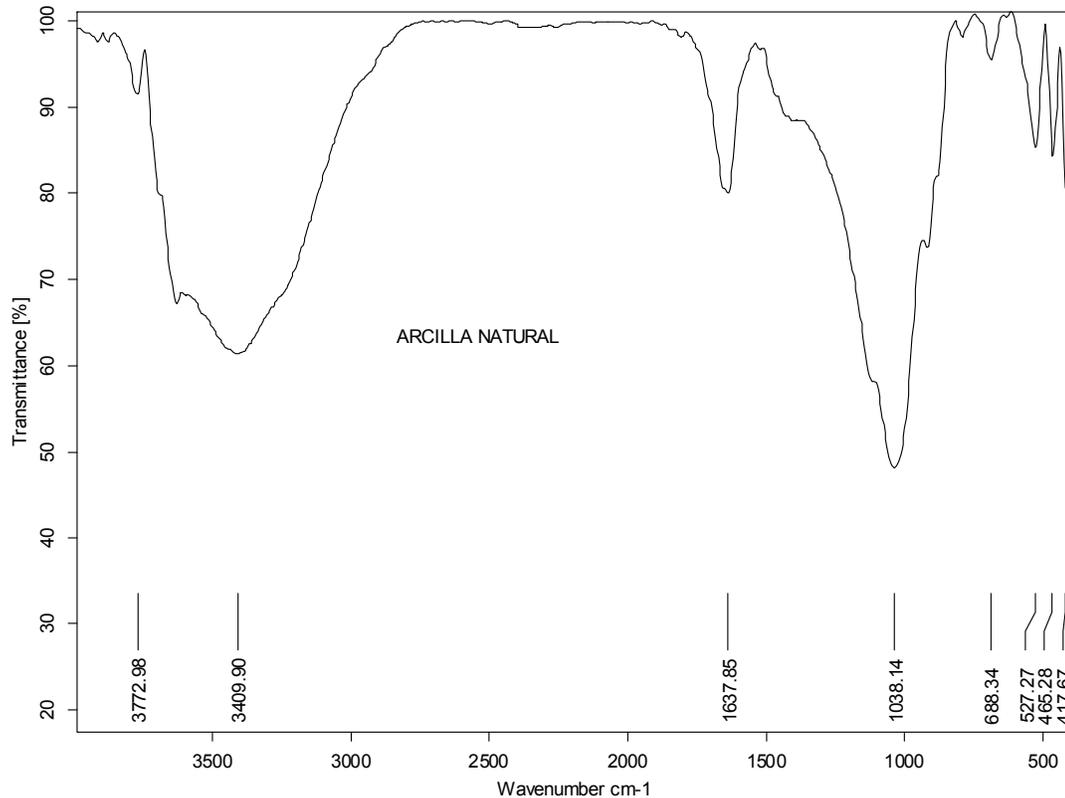
Los amorfos con un 11,6% pueden estar asociados a ocurrencias de materia orgánica y otras especies en la muestra los cuales no son reconocidos en el análisis de DRX porque no presentan ningún sistema de cristalización.

El ensayo de DRX no muestra hematita o magnetita, pero pueden existir especies con carácter metálico ligados a especies amorfas, o como parte de la estructura cristalina de los minerales arcillosos. Debido a lo anterior se considera que la arcilla M2 es la más apropiada para realizarle el proceso de activación y modificación.

### **3.1.3 Espectroscopia de Infrarrojo**

Se realizó la prueba espectroscopia de infrarrojo (IR) a la arcilla M2 que fue la escogida como arcilla a activar y modificar.

Figura 3. Espectro de infrarrojo de la arcilla seleccionada M2



El perfil obtenido de la prueba de espectroscopia de infrarrojo de la Arcilla M2 (Figura 3) es muy parecido al perfil característico de las esmectitas-montmorillonitas [24-26]. El pico localizado en  $3772.98\text{ cm}^{-1}$ , corresponde a la vibración de estiramiento de grupos -OH individuales; el pico en  $3650\text{ cm}^{-1}$  determina la presencia de montmorillonita relativa a la vibración de deformación de OH de la montmorillonita, mientras que los grupos -OH hidratados se encuentran en las vibraciones que corresponden a los picos  $3409.90\text{ cm}^{-1}$ , y  $1637.85\text{ cm}^{-1}$ .

Las vibraciones cercanas a los  $1038.14\text{ cm}^{-1}$  pueden ser debidas a las vibraciones del grupo Si-O. Así mismo, en la región por debajo de los  $500\text{ cm}^{-1}$  se debe a las vibraciones de deformación del Si-O, las cuales son sensibles a la naturaleza y al número de cationes octaédricos intercambiables; como lo son  $\text{Al}^{+3}$ ,  $\text{Fe}^{+2}$ ,  $\text{Mg}^{+2}$ . En

el pico  $527,27\text{cm}^{-1}$  se podría encontrar el grupo Al-O y en el pico  $465,28\text{cm}^{-1}$  el Mg-O.

### 3.1.4 Caracterización Físicoquímica

Los resultados de la caracterización físicoquímica de la muestra de arcilla M2, proveniente del departamento del Tolima en estado de recepción esta reportada en la tabla 11.

*Tabla 11. Resultados Caracterización físicoquímica muestra inicial*

Humedad %	Hinchamiento	Ph	perdidas por calcinación %	Capacidad de intercambio catiónico (meq/100g )
10,01	10	7,4	8	58,9

Fuente: Autoras

La capacidad de intercambio catiónico que presentó la arcilla M2 es considerada muy buena teniendo en cuenta que es una arcilla predominantemente magnésica, condición adecuada para el tratamiento de activación y modificación al que será sometida.

## 3.2 CARACTERIZACIÓN DE LA ARCILLA MODIFICADA

A continuación se presentan los resultados de los ensayos de la caracterización de las arcillas modificadas con hidróxido de sodio y cloruro de sodio.

### 3.2.1 Caracterización físicoquímica de la arcilla modificada.

Tabla 12. Caracterización física de las arcillas modificadas.

MUESTRA	pH	HINCHAMIENTO	HUMEDAD
		cc	%
M2-1	8,0	13,5	7,2
M2-2	8,3	13	7,8
M2-3	9,0	15	8
M2-4	11,42	20	8,7
M2-5	6,7	12	6,3
M2-6	8,6	16	8,0
M2-7	6,3	11	5,0
M2-8	4,0	8	4,5

Fuente: Autoras

Teniendo en cuenta las propiedades físicas como la humedad, el hinchamiento y el pH, parámetros que influyen directamente en el funcionamiento adecuado del lodo de perforación y en las propiedades físicas y reológicas como la filtración y la viscosidad, se descarta algunas arcillas modificadas, debido a que no cumplen con algunos parámetros establecidos por la norma API 13 A sección 9. [13][18][20] y [27]. Ver tabla 13.

Tabla 13. Parámetros físicos establecidos por la norma API 13 A sección 9.

HINCHAMIENTO (cc)	23- 24 cc mínimo
pH	8,5 – 12
HUMEDAD (%)	10
PÉRDIDAS POR CALCINACIÓN (%)	6
CIC (meq/100g)	60 - 70

Fuente: [27][27] American Petroleum Institute. Specification for drilling fluid materials. 18Th edition. . API Spec 2010.

El pH afecta el lodo de perforación alterando la dispersabilidad de las arcillas, la solubilidad de varios productos (otros aditivos de los lodos de perforación) y

sustancias químicas, la corrosión de los diferentes elementos de perforación y las propiedades reológicas del lodo. [19]

La humedad afecta directamente la plasticidad de las arcillas, llegando a producir derrumbes en la pared de la sarta de perforación o la pega de la tubería, y la capacidad de hinchamiento afecta la filtración, a medida que disminuye el hinchamiento, se pueden presentar mayores pérdidas por filtración.[14]

De la caracterización fisicoquímica presente en la tabla 12, y teniendo en cuenta la revisión bibliográfica [18-20] y [27], se deduce que la arcilla M2-3 y M2-4, modificada con hidróxido de sodio, presentan valores aceptables, pero debido a los resultados tan cercanos de las propiedades físicas evaluadas y teniendo en cuenta que el contacto del ion  $\text{Na}^+$  en la solución, con los iones intercambiables de la arcilla fue mayor en la muestra M2-4, se tomó ésta para la evaluación de las propiedades físicas y reológicas del lodo de perforación.

De la misma manera, al realizar el análisis de la arcilla M2-6 modificado con cloruro de sodio a  $60^\circ\text{C}$  presenta valores de pH, humedad e hinchamiento aceptable.

### **3.2.2 Difracción de Rayos X**

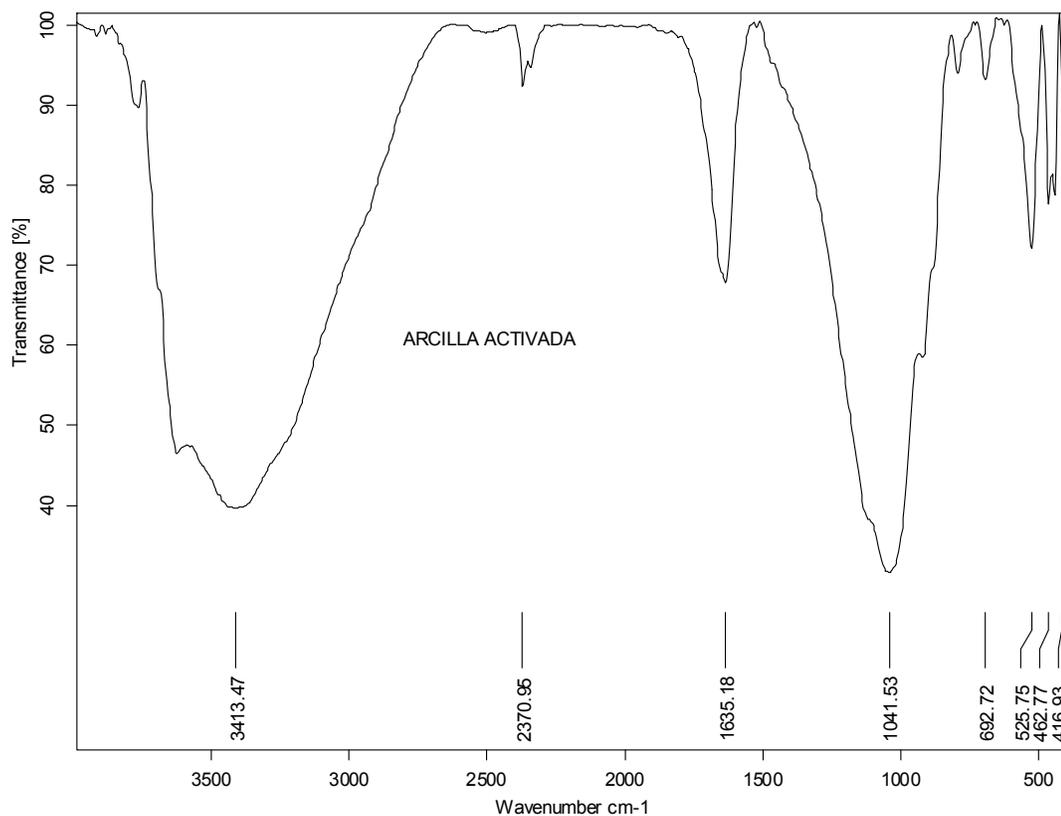
Se obtuvo los difractogramas de las arcillas modificadas con previo tratamiento de activación ácida 1N de ácido clorhídrico y modificada con hidróxido de sodio y cloruro de sodio. Los difractogramas se presentan en el Anexo B.

En el difractograma se observa que la distancia interlamina de la arcilla natural M2 fue de  $15,1157\text{Å}$  y que esta distancia disminuyó en comparación con la distancia interplanar obtenida de la arcilla modificada con hidróxido de sodio que fue de  $12,6409\text{Å}$  y la modificada con cloruro de sodio que tuvo una distancia interplanar de  $10,9549\text{Å}$ . Esta disminución en el espaciado interlamina es debido al tratamiento de activación ácida por la que fue procesada la arcilla antes de la modificación.

### 3.2.3 Espectroscopia de Infrarrojo

Además de haber tomado el IR de la arcilla natural M2, se tomó el espectro de infrarrojo de la arcilla activada con 1N de ácido clorhídrico (Figura 4), para asegurar que durante la activación no se hubiera destruido totalmente la estructura de la arcilla natural por efecto de la concentración de ácido o de tiempo de contacto.

Figura 4. Espectroscopia de infrarrojo de la arcilla activada



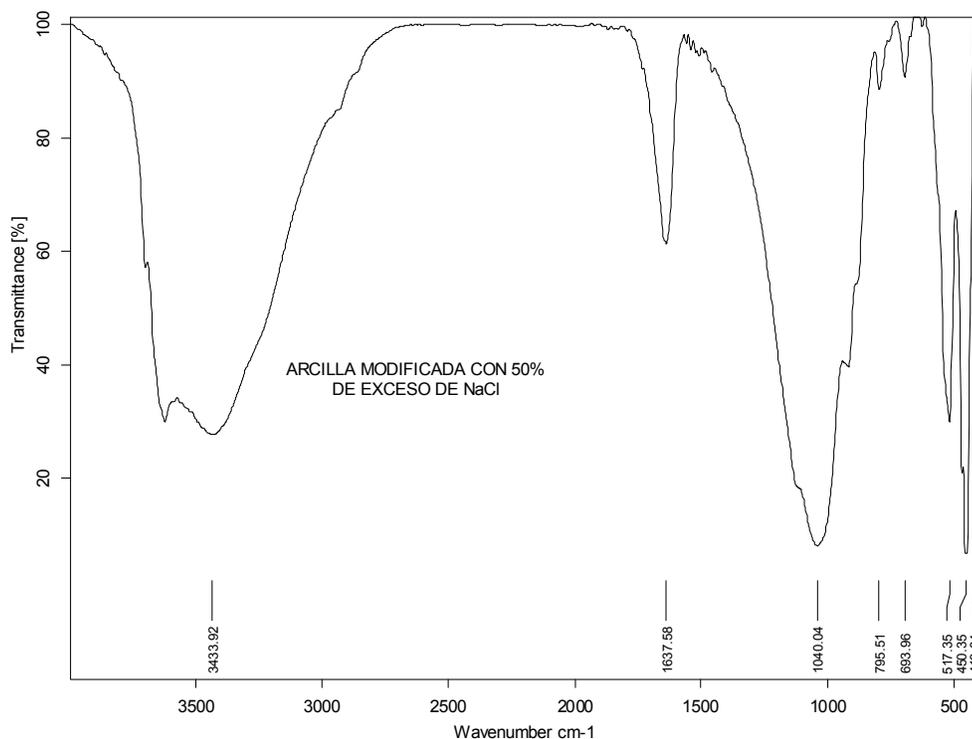
Comparando la forma del espectro de la arcilla natural M2 con el espectro de la arcilla activada, se puede observar que la arcilla activada sigue dando un espectro

típico de una esmectita-montmorillonita con pequeñas variaciones de composición en su estructura. Se puede apreciar un estiramiento de los enlaces Si-O-Si en el pico a  $1041,53 \text{ cm}^{-1}$  y un apreciable cambio en la absorbancia característicos del aumento de la distancia interlaminar.

Los espectros obtenidos de las arcillas modificadas con hidróxido de sodio y cloruro de sodio también conservan la forma de arcillas esmectitas-montmorillonitas pero tienen diferentes compuestos que las hacen diferentes por efecto de su agente modificante.

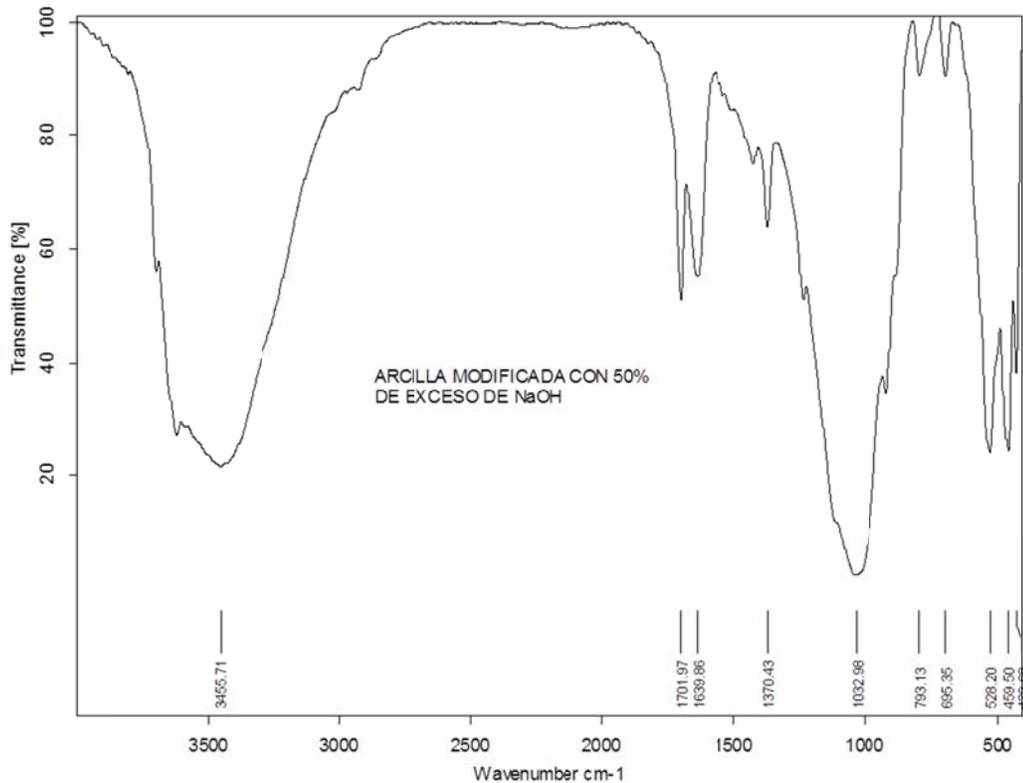
El espectro de la arcilla modificada con 50% de cloruro de sodio (Figura 5.) se nota los grupos -OH en los picos  $3433$  y  $1637 \text{ cm}^{-1}$ , en  $1040.04$  se encuentra el grupo Si-O. El pico que se observa en  $795.51 \text{ cm}^{-1}$  corresponde a vibraciones de flexión de grupos -OH enlazados a  $\text{Al}^{+3}$  y  $\text{Mg}^{+2}$ . El pico  $693.96 \text{ cm}^{-1}$  indica la presencia de cuarzo. Las vibraciones ubicadas en frecuencias menores a  $500 \text{ cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones de los átomos ubicados en la capa octaédrica de la arcilla. El pico  $517.35 \text{ cm}^{-1}$  podría indicar la presencia de Al-O.

*Figura 5. Arcilla modificada con 50% de exceso de NaCl.*



El espectro de la arcilla modificada con 50% de hidróxido de sodio (**Figura 6**) muestra un comportamiento idéntico al espectro anterior donde nos muestra enlaces hidratados de H-O-H en la banda  $3455,7\text{ cm}^{-1}$ , vibraciones de deformación de los grupos hidroxilos-OH en las bandas  $1701,9\text{ cm}^{-1}$  y  $1639,96\text{ cm}^{-1}$ , también nos muestra vibraciones de tensión de los grupos Si-O-Si en la banda  $1032,98$ , en la banda  $793,13\text{ cm}^{-1}$  están presentes vibraciones de flexión de grupos -OH enlazados a  $\text{Al}^{+3}$  y  $\text{Mg}^{+2}$ . Existe también el grupo Si-OH en la banda  $695,35\text{ cm}^{-1}$  y por bibliografía se dice que los grupos presentes por bandas inferiores a  $500\text{ cm}^{-1}$  se encuentran vibraciones de deformación del Si-O sensibles a la naturaleza y al número de cationes octaédricos presentes; como  $\text{Al}^{+3}$ ,  $\text{Mg}^{+2}$ ,  $\text{Fe}^{+2}$  y  $\text{Na}^{+}$ .

*Figura 6. Arcilla modificada con 50% de exceso de NaOH.*



De acuerdo a las comparaciones realizadas entre los espectros de la arcilla modificada con cloruro de sodio e hidróxido de sodio, se puede observar un aumento de la absorbancia de las dos arcillas modificadas, pero es mayor la absorbancia de la muestra modificada con hidróxido de sodio, esto quiere decir que tiene una mayor capacidad de estiramiento y por lo tanto puede incrementar la distancia entre las capas o láminas de arcilla, características que dependen del tamaño del catión intercambiado y su estado de hidratación.

Haciendo comparación de los espectros de la arcilla modificada con hidróxido de sodio y la modificada con cloruro de sodio junto con el espectro de infrarrojo de la bentonita Wyoming (Anexo B) se podría decir que hay un ligero parecido entre ellas pero se nota más afinidad entre la arcilla modificada con 50 % de exceso de hidróxido de sodio y la Wyoming.

### 3.3 Caracterización física y reológica del lodo de perforación.

Se prepararon 2 lodos base agua, que contenían 30g de arcilla modificada con hidróxido de sodio en un barril de agua y otro con arcilla modificada cloruro de sodio, en un barril de agua (~350cm<sup>3</sup>), del cual se obtuvieron los resultados de la tabla 14.

*Tabla 14. Caracterización física y reológica del lodo de perforación.*

PROPIEDADES FÍSICAS Y REÓLOGICAS	Lodo de arcilla modificada con NaOH	Lodo de arcilla modificada con NaCl
Densidad (Lb/gal)	8,8	7,3
Filtración (ml)	36	43l
Viscosidad (Cp)	7,0	5
Ph	11,42	8,6
Hinchamiento (cc)	20	16
Torta (pulg)	5/32	4/3

Fuente: Autoras

En la preparación del lodo de perforación con la arcilla modificada con hidróxido de sodio y con cloruro de sodio, se pudo observar en el ensayo de filtración demasiada pérdida por filtración, ya que lo máximo permitido es de 13,5ml, esto quiere decir que puede llegar a producir atasque en la tubería y mayor arrastre de material. Se obtuvo también una torta consistente, quebradiza y con poca plasticidad con un espesor de 5/32" para el lodo preparado con la arcilla modificada con hidróxido de sodio y de 4/32" para el lodo preparado con arcilla modificada con NaCl, lo cual indica que la arcilla modificada genera una pésima torta para ser usada como aditivo de los lodos de perforación, ya que produciría un taponamiento en la sarta por el depósito de material en las paredes del mismo y un eventual derrumbamiento de las paredes por su carácter quebradizo. El espesor ideal para una torta en una arcilla usada para lodo de perforación es de 1/32 de pulgada.

También se observa una baja viscosidad que conlleva a un aumento en el costo de mantenimiento y de la potencia para la perforación de la sarta por donde se extrae el petróleo.

La densidad y el pH que presenta el material modificado con hidróxido de sodio coincide con lo requerido por la norma API 13A -9 [27]. Esta densidad facilita la limpieza de la sarta de perforación para la extracción del petróleo.

Haciendo el análisis comparativo entre la arcilla con hidróxido de sodio y con respecto a la arcilla original (M2), el aumento en el índice de hinchamiento se debió en gran parte al intercambio dado entre los iones  $Mg^{+2}$  presentes en la arcilla con los iones  $Na^{+}$  presentes en el agente modificante Na(OH).

### 3.4 Espectroscopia de fluorescencia de Rayos X

El análisis elemental por fluorescencia de Rayos X realizado a la arcilla natural M2 y a la arcilla modificada con 50% de hidróxido de sodio, que fue la seleccionada por mostrar mejores propiedades físicas y reológicas, se muestra en la tabla 15.

Tabla 15. Resultados Espectroscopia fluorescencia de rayos-x.

NOMBRE	Composición Química	Arcilla Natural (%)	Arcilla modificada 50% exceso NaOH (%)
SILICIO	SiO <sub>2</sub>	51,88	47.4
ALUMINIO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19,47	17.2
HIERRO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11,07	10.93
SODIO	Na <sub>2</sub> O	0,87	2.8
MAGNESIO	MgO	3,09	2.18
CALCIO	CaO	2,23	0.387
AZUFRE	SO <sub>3</sub>	1,31	0.254
POTASIO	K <sub>2</sub> O	0,38	0.077
MANGANESO	MnO	0,21	0.077

Fuente: Autoras

De la tabla 15 se puede observar una leve disminución del magnesio presente en la arcilla natural (3,09%) en comparación con el magnesio presente en la arcilla modificada con hidróxido de sodio, que fue de 2,18%. Lo mismo ocurrió con el calcio donde se observa una disminución significativa desde el 2,23% en la arcilla natural hasta un 0.387% en la arcilla modificada, en cambio hubo leve incremento en la cantidad de sodio presente en la arcilla modificada que fue de un 0,87% a un 2,8% que estuvo presente en la arcilla natural seleccionada M2. Estos valores indican que la modificación de la arcilla fue realizada con éxito ya que se pudo desplazar algunos iones magnesio y calcio para dar lugar al ión sodio dentro de la estructura cristalina de la arcilla.

## CONCLUSIONES

Mediante el proceso de beneficio aplicado a las tres muestras de arcilla original como lo fueron molienda y tamizado, permitió la obtención de un producto concentrado rico en la especie arcillosa predominante (montmorillonita, caolinita e illita), generando un aumento del área superficial y una reducción significativa del cuarzo, condiciones importantes en la selección de la muestra M2 como material para el desarrollo de la investigación presente.

Como resultado de la activación con ácido clorhídrico y modificación con hidróxido de sodio se produjo un incremento de la capacidad de adsorción de la arcilla natural, generado en parte por el intercambio dado entre el ion magnesio ( $Mg^{+2}$ ) y el ion Sodio ( $Na^{+}$ ).

De acuerdo con los resultados del proyecto de investigación, se observó cierta afinidad del hidróxido de sodio como modificante propiciando un posible intercambio de iones magnesio por iones sodio. Por el contrario, el uso del cloruro de sodio alteró en algunas muestras de manera apreciable la acidez del producto obtenido, pasando de un pH básico a un pH ácido, consecuencia de la afinidad de los iones cloruro con la superficie aniónica de la arcilla y variando de esta manera los parámetros establecidos por la norma API para lodos de perforación.

La arcilla tratada con hidróxido de sodio y con cloruro de sodio fue comparada mediante la técnica de espectroscopia de infrarrojo con una arcilla tipo Wyoming, encontrando una mayor similitud en el espectro de infrarrojo con la arcilla tratada con hidróxido de sodio, excepto en algunas longitudes de onda donde se aprecia un aumento en la absorción de agua de la arcilla modificada en la frecuencia comprendida entre los  $3550$  y  $3400\text{ cm}^{-1}$  y un cambio de la capa octaédrica, sitio donde ocurre el intercambio catiónico de  $Mg^{+2}$  por  $Na^{+1}$ .

Durante el proceso de activación se propició el consumo de cierta cantidad de ácido clorhídrico, el cual reaccionó con las impurezas presentes en la muestra, las cuales fueron diluidas y con el exceso no reaccionante de ácido, se pudo generar centros ácidos efectivos para el intercambio de los iones magnesio por los iones sodio.

Al realizar la caracterización del lodo de perforación, con la arcilla modificada con hidróxido de sodio, se pudo observar que la arcilla a pesar de haber sufrido una transformación estructural y presentar un aumento en la concentración de iones  $\text{Na}^+$ , no fue apta para ser aplicada directamente como aditivo a los lodos de perforación, debido a que no cumplió con los parámetros establecidos por la norma API 13A-9.

Se analizó el producto obtenido y sus posibles aplicaciones dentro de la industria del petróleo, encontrando que debido a su alta capacidad de intercambio catiónico y el aumento de la absorción con respecto a la arcilla original, la arcilla modificada puede cumplir un papel importante en el mantenimiento de la zona exterior de la sarta de perforación, ya que en este sitio se genera derrame de crudo ocasionando contaminación ambiental y también podría ser usado en procesos de moldeo si se le hacen los respectivos análisis, como el de azul de metileno.

## RECOMENDACIONES

Se recomienda por parte de las autoras realizar una investigación orientada a la obtención de las propiedades químicas del material modificado con hidróxido de sodio, tomando como base los resultados de las propiedades físicas de la presente investigación, con el objetivo de identificar y comprobar los posibles usos en la industria, ya que el material arcilloso tiene características modificables muy buenas, lo cual lo hace adaptable para cualquier aplicación que se requiera.

Realizar una mezcla de bentonita sódica tipo Wyoming y la arcilla modificada con hidróxido de sodio, para posteriormente evaluar las propiedades fisicoquímicas y reológicas del lodo de perforación y de esta manera determinar si es aplicable a los lodos de perforación.

## BIBLIOGRAFÍA

[1]ARREDONDO Diego. “Resumen de lodos. Universidad Autónoma Gabriel Rene Moreno”. P 6. 2009. [on line] [www.monografias.com/trabajos.../resumen-lodos.../resumen-lodos-parcial](http://www.monografias.com/trabajos.../resumen-lodos.../resumen-lodos-parcial).

[2]DUARTE Amado, Elmy Sofía, RUEDA Gómez, Sonia Lucia. “Aplicación de arcillas bentonitas modificadas a la absorción de iones cobre y zinc disueltos en efluentes cianurados”. Trabajo de Grado. 2007. Universidad Industrial de Santander, Facultad de Ingenierías Físico- Químicas. Escuela de Ingeniería Química.

[3]CRUZ, Alvaro de Jesús.” Estudio sobre la aplicación de una arcilla súper acida para disminuir la contaminación ambiental causada por ácidos inorgánicos y minerales en síntesis y procesos”. Trabajo de Maestría 2008. Instituto Politécnico Nacional. Escuela Superior de Ingeniería y arquitectura.

[4]ESPINOSA, Mónica. PICO, Sandra. “Modificación de arcilla caolinítica de la región de Oiba (Santander) con bases y sales para aumentar la capacidad de adsorción de cobre de efluentes industriales”. Trabajo de Grado 2008. Universidad Industrial de Santander, Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas, Escuela de Ingeniería Química.

[5]BRADANOVIC, Tomás. “Aricllas y bentonitas”.Director técnico Soc.Com. Hermes Ltda. [On line]. [www.scribd.com/doc/47944680/bentonita](http://www.scribd.com/doc/47944680/bentonita).

[6] GARCIA, Emilia. SUAREZ, Mercedes. “Las arcillas: propiedades y usos”. Universidad Complutense (Madrid) y Universidad de Salamanca. P.3. Facultad de ciencias químicas, departamento de ingeniería química. 2001

**[7]** INGEOMINAS. “Definición de zonas potenciales para esmectitas en los departamentos del valle del Cauca, Tolima y Caldas”. República de Colombia ministerio de minas y energía. Instituto Colombiano de Geología y Minería. Bogotá, 2004.

**[8]** ENERGY API. “Procedimiento Estándar para las Pruebas de Fluidos de Perforación, Instituto Americano del Petróleo”, Dallas, Texas 1962, 1ra Ed.

**[9]** HAWKER, David. VOGT, Karen. “Manual de perforación-procedimientos y operaciones en el pozo”. Traducido al Español V.1.0 Julio 2002

**[10]** BARRERA Castro, Marcy Yadira, MEJÍA Rojas, Adriana Ivone. “Preparación de nanocompuestos de polímero silicato usando bentonitas colombianas modificadas”. Trabajo de grado. 2006. Universidad industrial de Santander, Facultad de físico-químicas. Escuela de Ingeniería Química.

**[11]** AMERICAM PETROLEUM INSTITUTE. “Recommended practice for field testing water-based drilling fluids”. API recommended practice 13b-1. third edition, December 2003. ANSI/API 13B-1/ISO14414-1

**[12]** REJYRA. “Ficha técnica de bentonita sódica tipo Api”. [on line]. <http://www.rejyra.com/bentonita.html>

**[13]** GALLARDO, Alejandra. “Selección de un fluido de perforación para minimizar la inestabilidad de las arcillas del área del golfo de Guayaquil”. Trabajo de Grado 1985. Escuela superior politécnica del litoral, Facultad de ingeniería de geología, minería y petróleo.

**[14]** Fluidos de perforación. [on line]. <http://www.cedip.edu.mx/tomos/tomo03.pdf>.

**[15]** ESPINOZA G.E. QUIROGA E.A. “Estudio de la factibilidad del empleo de arcillas nacionales en un fluido de perforación como sustituto de la bentonita”. Trabajo de Grado 1992. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Físico-Químicas, departamento de Ingeniería de Petróleos.

**[16]**BEENATYAGI, Chintan D. CHUDASAMA, Raksh V. jasra. “Determination or Structural modification in acid activated montmorillonite clay by FT – IR Spectroscopy”. Spectrochimica Acta part A 64 (2006) 273-278.

**[17]**BUSTOS Domínguez, Jorge. OSPINO Rojas, Rafael Enoc. “Reestructuración teórico-práctica del laboratorio de lodos y cementos”. Trabajo de Grado 1998. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Físico-Químicas, departamento de Ingeniería de Petróleos.

**[18]**INTEQBaker Huges. “Fluids fact engineering handbook”.Houston, USA. 1998. p. 75 – 110.

**[19]**SCHLUMBERGUER. “Drilling Fluids Technical Manual”I. USA. 1994. P.12-30. [On line]. [www.dspace.espol.edu.ec/bitstream/123456789/110/1/101.pdf](http://www.dspace.espol.edu.ec/bitstream/123456789/110/1/101.pdf)

**[20]** PESA ENGINEERING. “Aditivos para la perforación de sondeos con circulación para sistemas en circulación inversa, directa rotoperCUSión”. [www.gwe-gruppe.de/export/sites/www.gwe-gruppe.de/.../bro\\_spanisch.pdf](http://www.gwe-gruppe.de/export/sites/www.gwe-gruppe.de/.../bro_spanisch.pdf)

**[21]**CARREÑO Contreras, Agni. MACIAS Chacón, Jose. “Propuesta de un sistema de beneficio para una arcilla montmorillonítica nacional”. Tesis de Grado 2007. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Físico-Químicas, departamento de Ingeniería Metalúrgica.

**[22]** GRIM, R. E. & GUVEN, N. "Bentonites: Geology, Mineralogy and Uses". New York. Elsevier. . (1978).

**[23]** PINHEIRO Porto, JOÃO , BULHÕES Aranha, ISABELE. "caracterização cristaloquímica preliminar de bentonitas brasileiras". UFRJ. Facultad de ingeniería química.

**[24]** P. Komadel, J. Bujda'k, J. Madejova', V. Š ů ucha, F. Elsass, "Clay Mineral". (1996) p.333.

**[25]** ADRIAN Swinburn, STOCKWELL John Oliver. BLACK James Ian. "Activation Of Welling Clays". Patente. 2000. United States Patent. [On line]. [www.google.com.co/patents](http://www.google.com.co/patents).

**[26]** F. Bergaya, B.K.G. Theng, G. Lagaly. "Handbook Of Clay Science". Volumen 1. Primera edición. Capítulo 7.1, 12.10. 2006.

**[27]** American Petroleum Institute. "Specification for drilling fluid materials". API 13A-9. 18th edition, 2010.

## ANEXOS A. CARACTERIZACIÓN GEOQUÍMICA Y FISICOQUÍMICA DEL MATERIAL ARCILLOSO NATURAL

- **MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA LA DETERMINACIÓN DE HUMEDAD LIBRE EN ARCILLAS (ASTM C 324-01e1)**

### ***Materiales y Equipos***

Balanza analítica, Estufa, Desecado, Vidrio Reloj.

### ***Procedimiento***

Pesar 1.00g de la muestra

Calentar a una temperatura entre 105 y 110°C hasta peso constante (dejar enfriar la muestra en un desecador)

Registrar la pérdida de peso como contenido de humedad

Donde

*W<sub>m</sub>* : Peso de la muestra (gr)

*W<sub>ms</sub>* : Peso de la muestra seca (gr)

- **DETERMINACION DEL NIVEL DE ACIDEZ (ASTM 11 D 4972 – 89).**

### ***Materiales y reactivos***

- Balanza analítica.
- pH metro.
- Vaso de precipitado
- Agua destilada.

### ***Procedimiento***

- Tomar 10 g de mineral con granulometría menor a 2 mm.
- Llevarlo a un recipiente de vidrio adicionándole 100 ml de agua destilada.
- Mezclar y dejar reposar por una hora
- Leer el pH con el pH metro.

- **MÉTODO DE ENSAYO ESTÁNDAR PARA EL ÍNDICE DE HINCHAMIENTO DE UN COMPONENTE MINERAL ARCILLOSO (ASTM 5890-02).**

### **Materiales y Equipos**

- ✓ Estufa
- ✓ Mortero
- ✓ Desecador
- ✓ Balanza analítica
- ✓ Vidrio reloj
- ✓ Probeta graduada (100ml)
- ✓ Termómetro
- ✓ Espátula

### **Procedimiento**

- ✓ Moler la muestra de arcilla hasta que el 100% pase a través de la malla 100 y, hasta un mínimo del 65% pase a través de la malla 200.
- ✓ Secar una porción de la muestra hasta peso constante a  $105^{\circ} \pm 5^{\circ} \text{ C}$ .
- ✓ Pesar  $2.00 \pm 0.01\text{g}$  de arcilla seca.
- ✓ Agregar 90 ml de agua a una probeta graduada de 100ml.
- ✓ Remover cada vez, fracciones no superiores a 0.1g de muestra.
- ✓ Permitir al material arcilloso humectarse, hidratarse, y sedimentar hacia el fondo de la probeta por un periodo mínimo de 10 min,
- ✓ Agregar incrementos adicionales de mineral arcilloso, tal como se escribió en el numeral anterior, hasta que el total de la muestra (2.00g) haya sido degradada.
- ✓ Después de que el incremento final haya sedimentado, lavar cuidadosamente cualquier partícula adherida a las paredes de la probeta, completando el volumen de agua hasta la marca 100ml.

- ✓ Tapar la probeta y dejarla en reposo por un periodo de 16h. cuando hayan corrido 2h, inspeccionar la hidratación del mineral arcilloso en la probeta en búsqueda de aire atrapado o separación de agua en la columna. Si hay presencia de los mismos, inclinar suavemente la probeta a un ángulo de 45° y deslizarla lentamente hasta homogenizar la masa de mineral arcilloso sedimentado, y permitir a la probeta con el mineral arcilloso hidratado, permanecer sin perturbaciones por un periodo mínimo de 16 horas antes de registrar el volumen.
- ✓ Registrar el nivel de volumen en ml ( $\pm 0.5$  ml).

- **PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS DRX**

***Preparación y Montaje de las Muestras***

Las muestras fueron pulverizadas en un mortero de ágata y llevada a un tamaño de 38  $\mu\text{m}$  (400 mesh). El espécimen seleccionado de cada muestra fue montado en un portamuestra mediante la técnica de llenado frontal

***Toma de Datos de Difracción***

Se realizó en un difractómetro de polvo marca SIEMENS modelo D500 bajo las siguientes condiciones:

Voltaje	40(kV)
Corriente	30(mA)
Rendija de Divergencia	0.15mm
Rendijas Soller Primario	2°
Muestreo	0.02° 2theta
Rango de Medición	2-70° 2theta
Radiación	CuK $\alpha$ 1
Monocromador	Grafito
Detector	Centelleo
Tipo de barrido	Continuo
Tiempo de muestreo	1 segundo

## ***Análisis por Difracción de Rayos-X***

### ***Identificación de Fases***

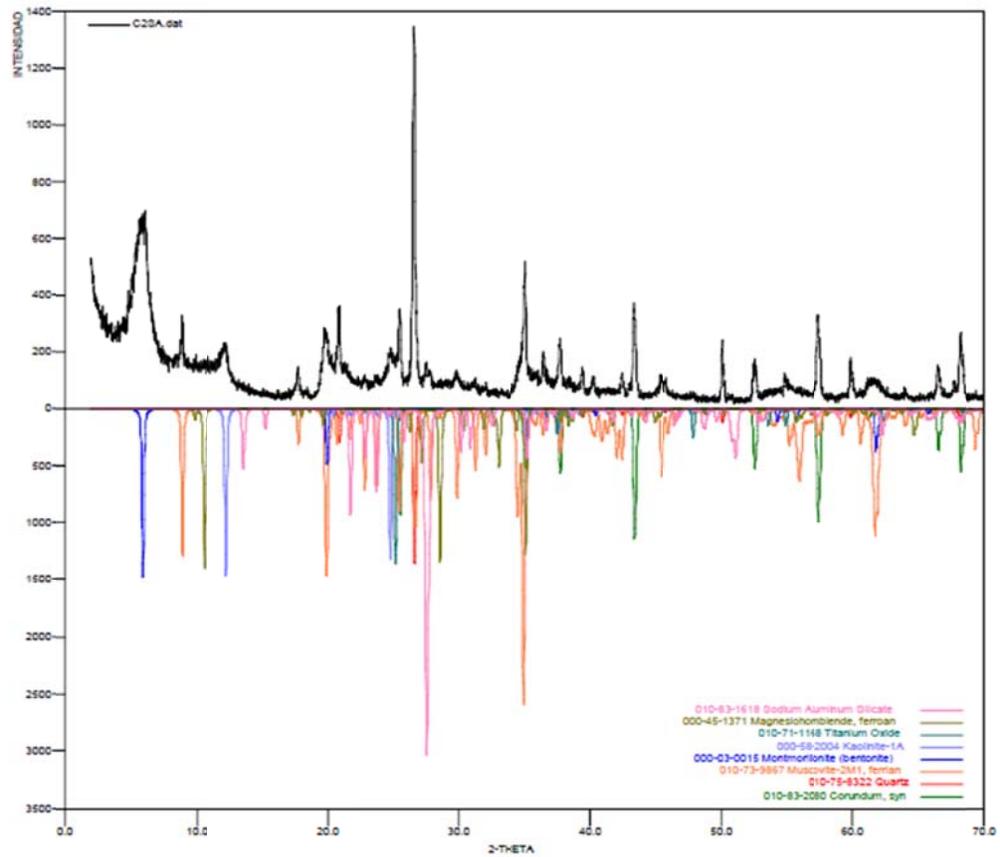
El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del *International Centre for Diffraction Data* (ICDD).

### ***ii. Cuantificación de Fases***

El análisis cuantitativo de las fases encontradas se realizó mediante el refinamiento por el Método de Rietveld del perfil observado habiéndole agregado a la muestra una cantidad conocida de un estándar interno (*Aluminum oxide*, -100 mesh, 99%. *Corundum*,  $\alpha$ -phase. Aldrich No. 23,474-5) correspondiente al 20%.

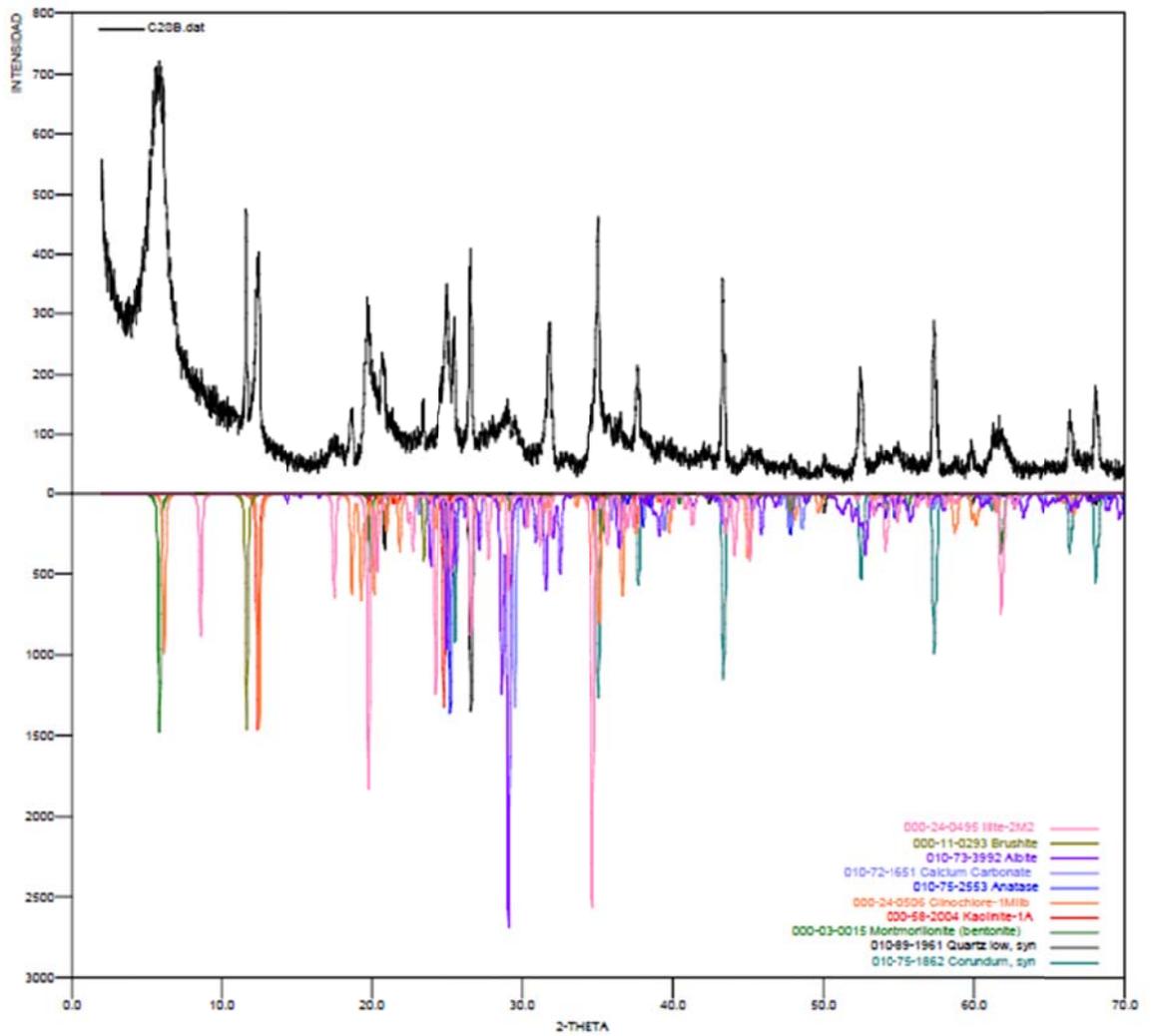
## ANEXOS B. DIFRACTOGRAMAS Y ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO DE LAS ARCILLAS NATURALES, ACTIVADAS Y MODIFICADAS

### DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA M1.



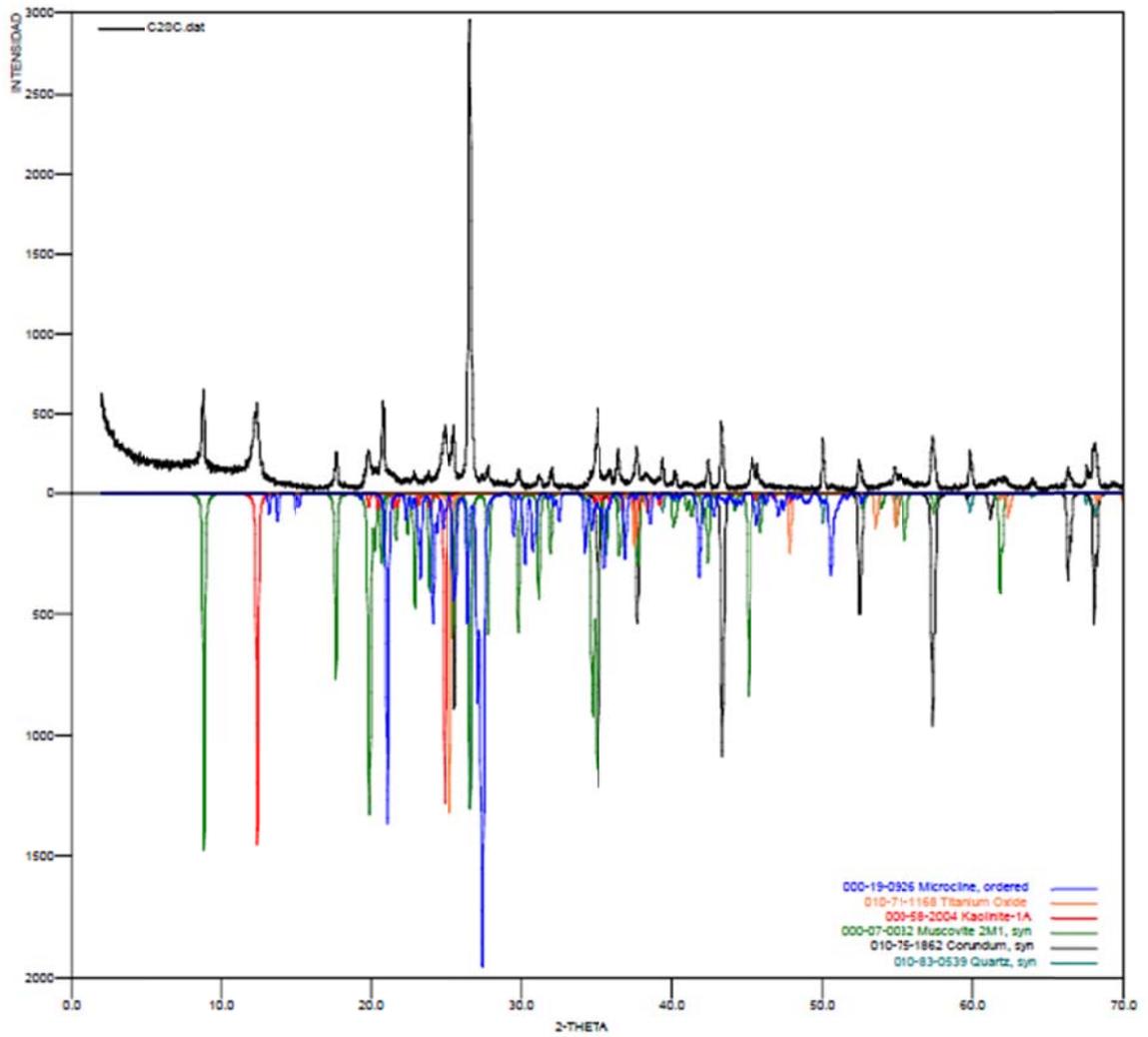
Fuente: Autoras

## DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA M2.



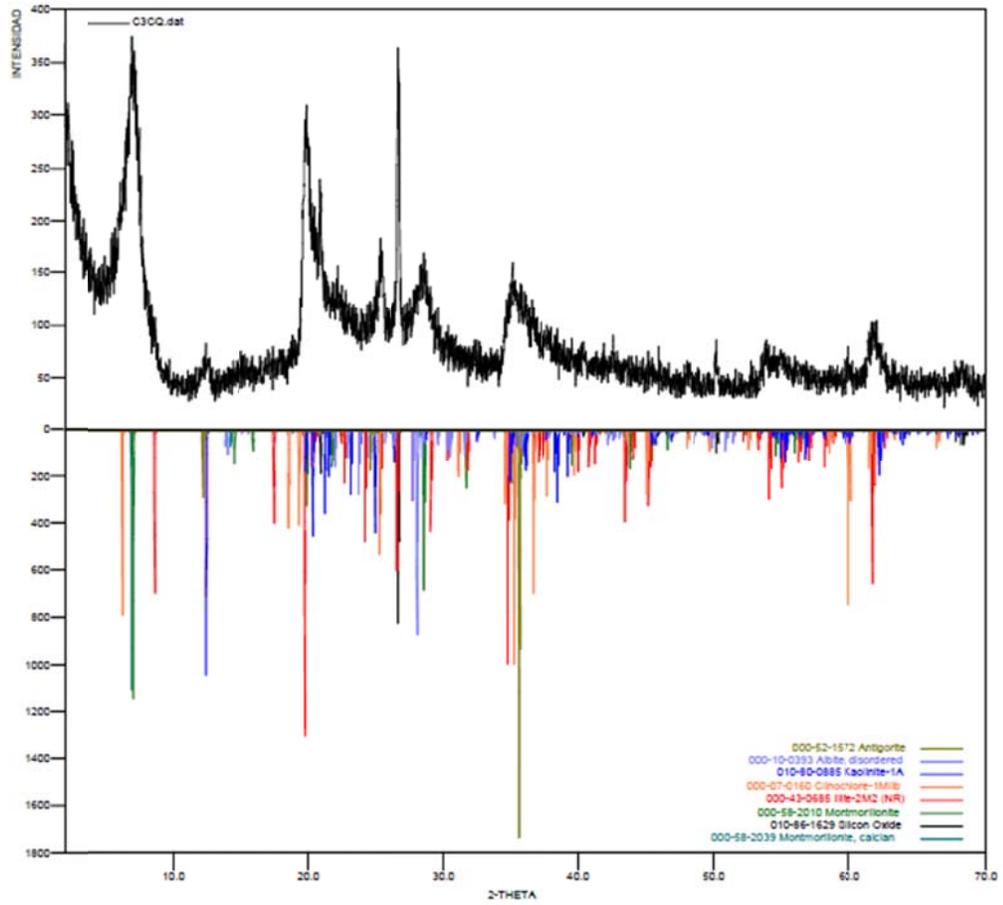
Fuente: Autoras

### DIFRACTOGRAMA DE LA MUESTRA M3.



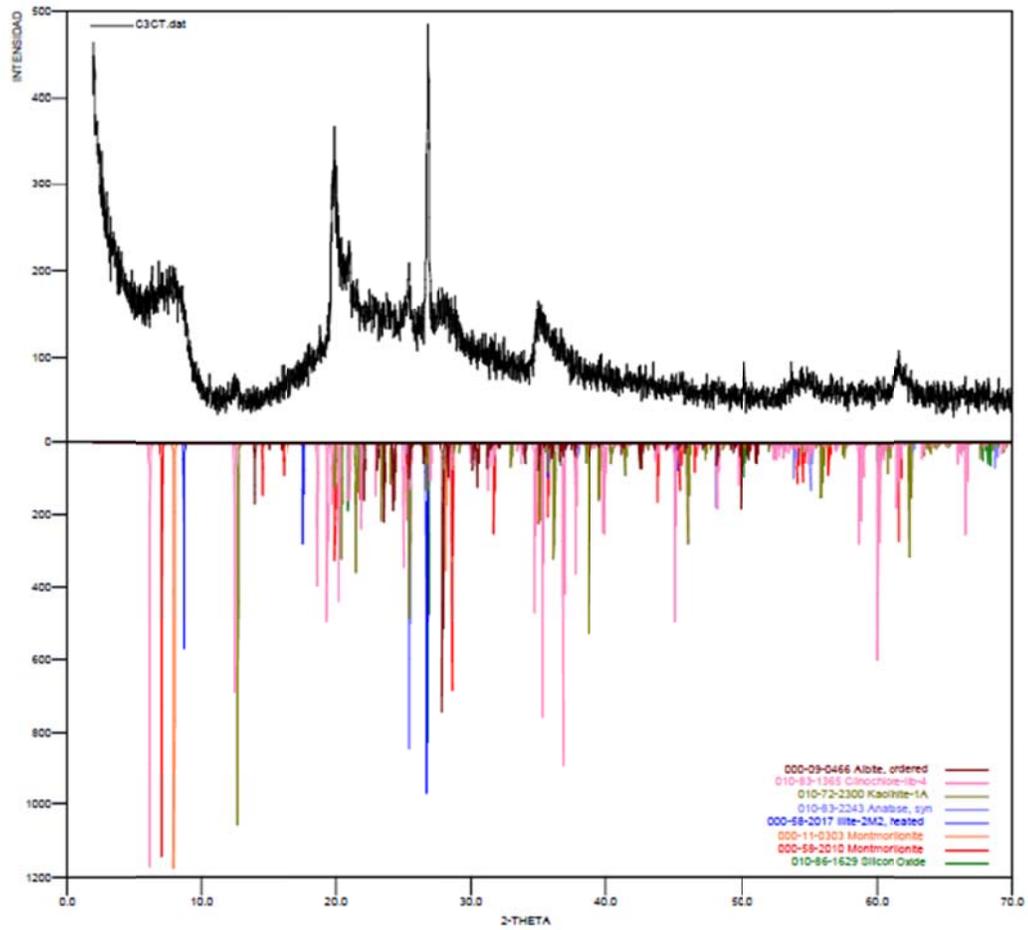
Fuente: Autoras

## DIFRACTOGRAMA DE LA ARCILLA MODIFICADA CON NaOH



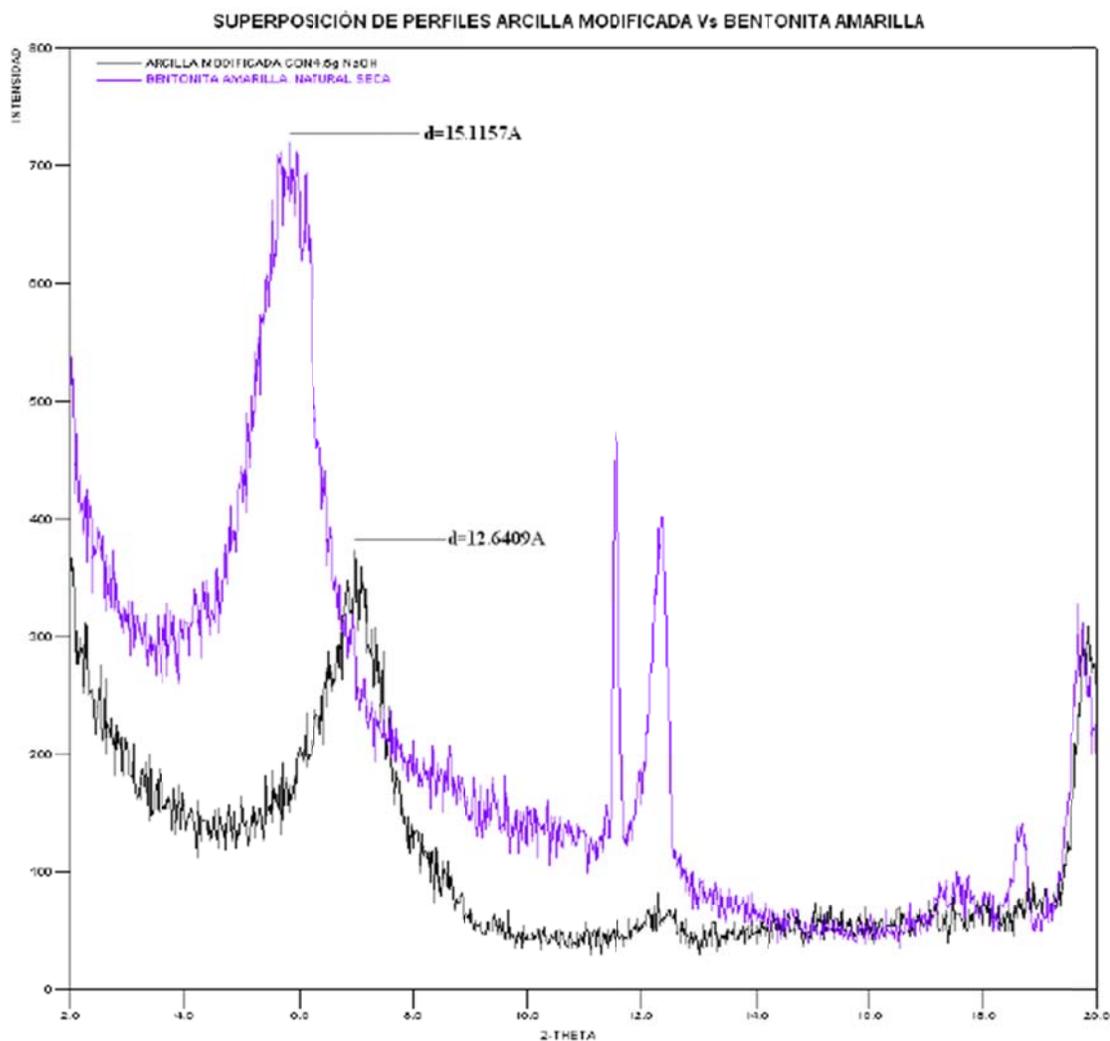
Fuente: Autoras

## DIFRACTOGRAMA DE LA ARCILLA MODIFICADA CON NaCl



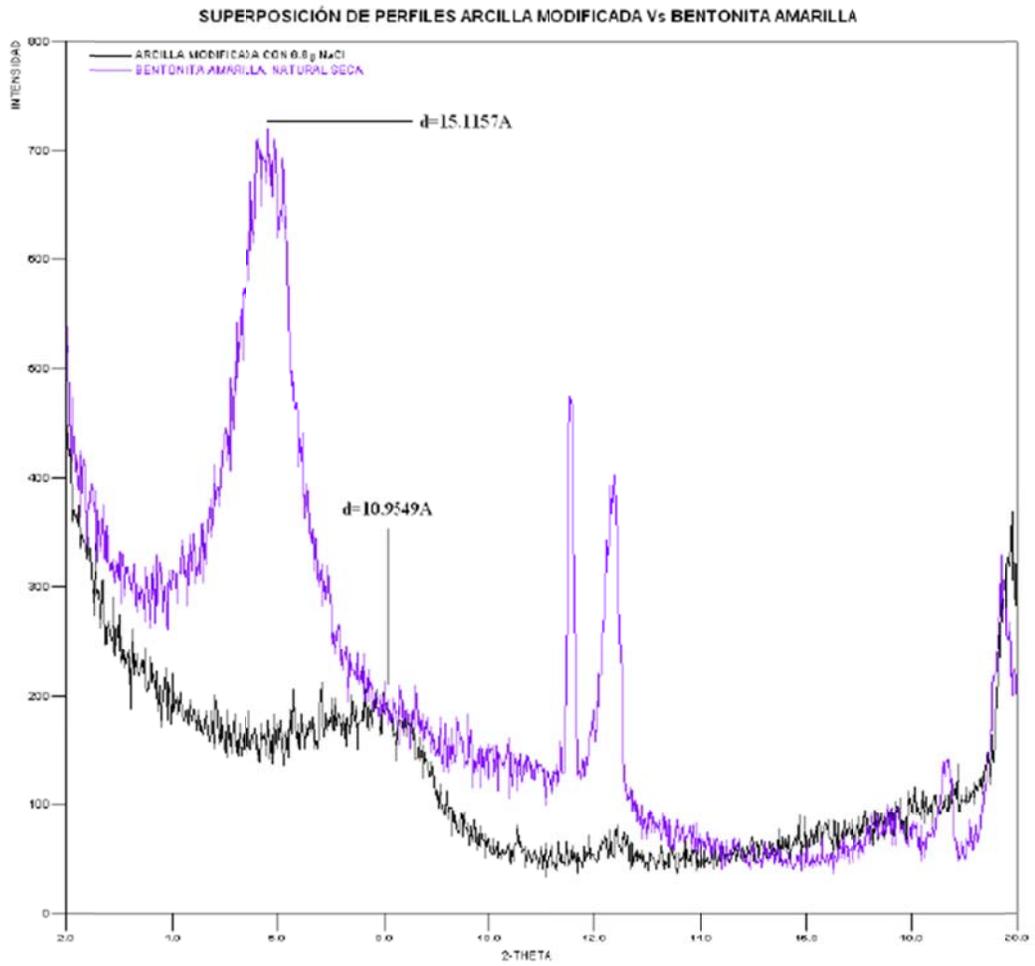
Fuente: Autoras

## SUPERPOSICIÓN DE LOS DIFRACTOGRAMAS DE LA ARCILLA NATURAL Y LA MODIFICADA CON Na(OH)



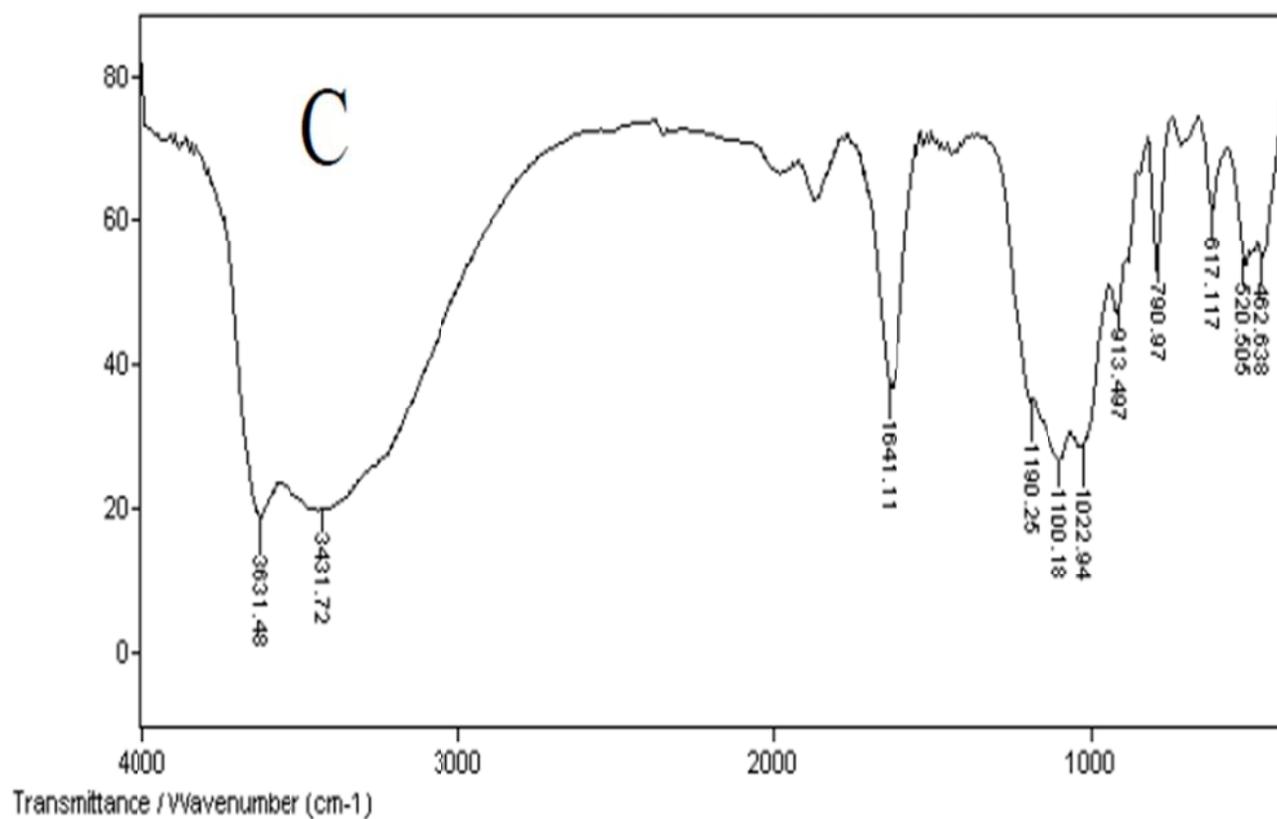
Fuente: Autoras

## SUPERPOSICIÓN DE LOS DIFRACTOGRAMAS DE LA ARCILLA NATURAL Y LA MODIFICADA CON NaCl



Fuente: Autoras

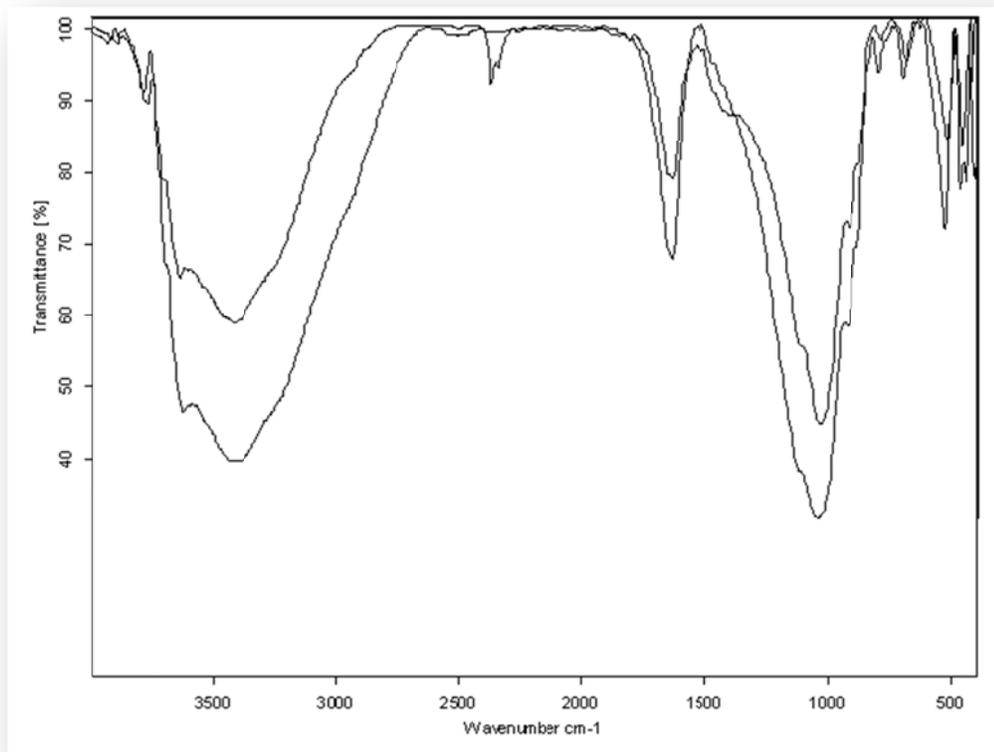
## ESPECTRO DE INFRARROJO DE LA ARCILLA WYOMING



Fuente: PINHEIRO Porto, JOÃO , BULHÕES Aranha, ISABELE. caracterização cristaloquímica preliminar de bentonitas brasileiras. UFRJ. Facultad de ingeniería química.

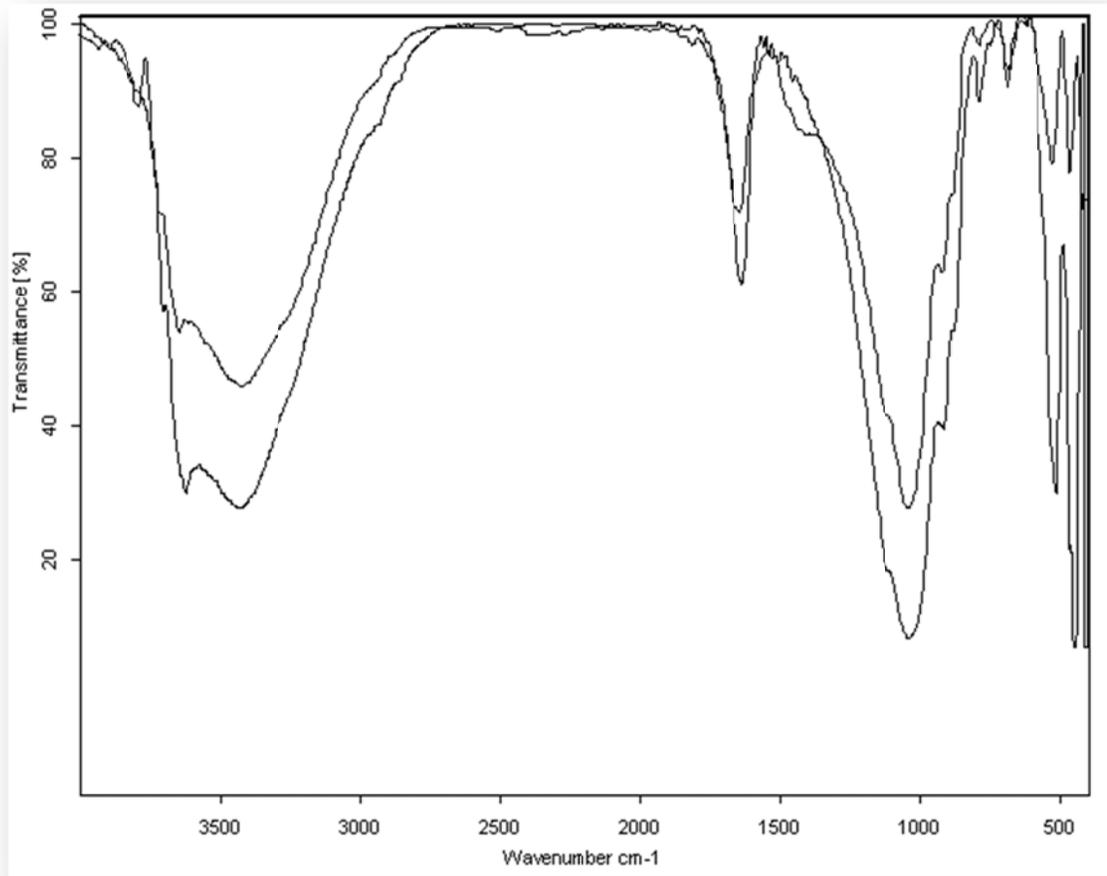
## SUPERPOSICION DE LOS ESPECTROS DE INFRARROJO

### ESPECTRO DE LA MUESTRA M2 Y ACTIVADA



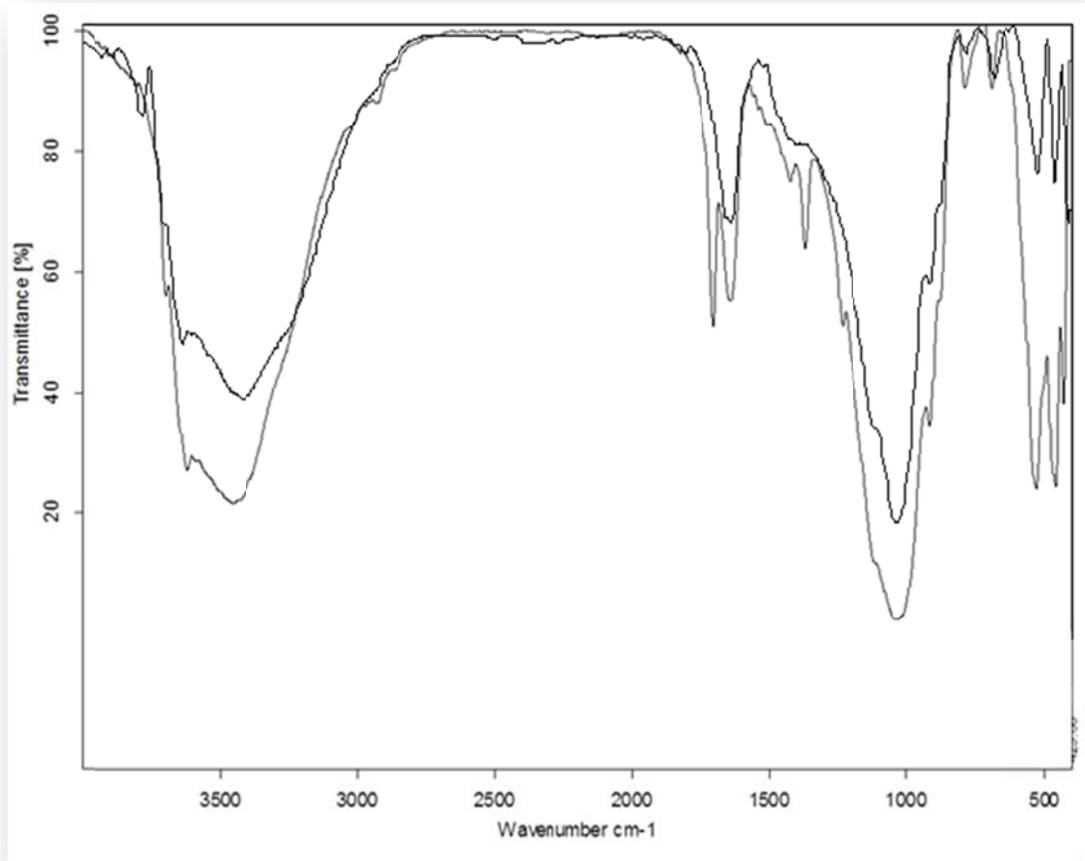
Fuente: Autoras

## DIFRACTOGRAMA MUESTRA M2 Y M2-6



Fuente: Autoras

## DIFRACTOGRAMA MUESTRA M2 Y M2-4



Fuente: Autoras

## ANEXOS C. CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA Y FÍSICA DEL LODO DE PERFORACIÓN.

### 1. VISCOSIDAD

- **Viscosidad de embudo (viscosidad Marsh)**

*Viscosímetro de embudo marsh*



Fuente. Internet. [www.ofite.com](http://www.ofite.com)

1. Calibrar el equipo.
2. Recoger una muestra de fluido.
3. Tapar con un dedo el orificio del embudo y echar la muestra de fluido através del tamiz hasta que el nivel de la muestra llegue a la cara inferior del tamiz
4. Sostener el embudo sobre la jarra de lodo graduada.
5. Retirar el dedo que tapa el orificio del embudo y simultáneamente poner a contar el cronómetro.
6. Registrar como viscosidad de embudo Marsh el tiempo que tarda para que  $\frac{1}{4}$  de galón de la muestra salga por el embudo.

7. Medir y registrar la temperatura de la muestra del fluido.

- **Viscosidades, Yield Point y Resistencia de Gel**

*Viscosímetro rotatorio*



*Fuente. Laboratorio de lodos*

1. Recoger una muestra de fluido.
2. Colocar la muestra en el recipiente del viscosímetro.
3. Sumergir el rotor del viscosímetro exactamente hasta la línea marcada.
4. Calentar la muestra a la temperatura seleccionada.
5. Hacer girar la manga rotor del viscosímetro a 600 rpm hasta obtener una lectura estable en el dial. Registrar la lectura del dial ( $\theta 600$ )
6. Hacer girar el rotor del viscosímetro a 300 rpm hasta obtener una lectura estable del dial. Registrar la lectura del dial ( $\theta 300$ ).
7. Agitar la muestra durante 10 a 15 segundos a 600 rpm, y después dejar reposar el lodo durante 10 segundos.
8. Hacer girar el rotor del viscosímetro a 3 rpm hasta obtener una máxima lectura en el dial.

9. Registrar la máxima lectura del dial obtenida como la resistencia de gel de 10 segundos lbf/100 pies<sup>2</sup>.
10. Agitar nuevamente la muestra durante 10 a 15 segundos a 600 rpm, y después reposar la muestra sin tocar durante 10 minutos.
11. Hacer girar el rotor del viscosímetro a 3 rpm hasta obtener la máxima lectura del dial.
12. Registrar la máxima lectura del dial obtenida como resistencia de gel de 10 minutos, lbf/100 pies<sup>2</sup>.

## 2. PÉRDIDA DE FILTRADO DE LODO

*Filtro prensa API*



*Fuente. Laboratorio de lodos*

### **Procedimiento**

1. Recoger una muestra de fluido.
2. Armar la celda con el papel de filtro en su lugar.
3. Verter la muestra en la celda hasta  $\frac{1}{2}$  de pulgada (13 mm) de la parte superior.
4. Introducir la celda dentro del marco; colocar y ajustar la tapa sobre la celda.
5. Colocar un cilindro graduado seco debajo del tubo de drenaje.

6. Cerrar la válvula de alivio y ajustar el regulador para que sea aplicada una presión de 100 psi (690 kPa) en 30 segundos o menos.
7. Mantener la presión en la celda a 100 psi (690 kPa) durante 30 minutos.
8. Cerrar el flujo con el regulador de presión y abrir con cuidado la válvula de alivio.
9. Registrar el volumen de filtrado en el cilindro graduado con precisión de más próximo ml.
10. Nota: Si se usa un filtro prensa de media área, multiplicar por 2 el volumen de filtrado.
11. Aliviar la presión, verificar que ha sido descargada toda la presión, y retirarla celda del marco.
12. Desarmar la celda y desechar el lodo.
13. Dejar la torta de lodo (mud cake) sobre el papel y lavar ligeramente con el fluido base para quitar todo el exceso de lodo.
14. Medir y registrar el espesor de la torta de lodo (mud cake) con aproximación de 1/32 de pulgada (1.0 mm).
15. Reportar las pérdidas de filtrado API (30 min)
16. Describir las características de la torta (elasticidad, consistencia y espesor)

### 3. PH (MÉTODO DEL MEDIDOR)

pH-metro



***Fuente. UIS laboratorio de lodos y cementos.***

1. Recoger una muestra de fluido (agua para efectos de esta práctica).
2. Dejar que las muestras de fluido y que las soluciones amortiguadoras alcancen la temperatura ambiente.
3. Sumergir un termómetro limpio en la solución.
4. Ajustar el control de temperatura del medidor de pH a la temperatura de la solución.
5. Calibrar el pH-metro.
6. Enjuagar con agua destilada y repasar a seco la punta de prueba.
7. Sumergir la punta de prueba en la muestra que se va a probar, y revolver.
8. Parar de revolver (después de 10-20 segundos) y esperar a que la lectura se estabilice.
9. Registrar la lectura del pH-metro.

#### 4. DENSIDAD DEL LODO

Balanza de lodos.



*Fuente. Laboratorio de lodos*

#### **Procedimiento**

1. Calibrar el equipo
2. Colocar la caja portadora sobre una superficie plana y a nivel.
3. Tomar una muestra de fluido.
4. Medir y registrar la temperatura de la muestra; transferir la muestra a la copa de la balanza de lodo.
5. Golpear suavemente el costado de la copa de la balanza con la tapa de la copa para hacer salir el aire (el aire o el gas atrapado en el lodo pueden ocasionar mediciones erróneas).
6. Colocar la tapa en la copa de la balanza de lodos con un movimiento de torsión y asegurándose que algo de la muestra de prueba sea expulsado por el agujero de ventilación de la tapa.
7. Tapar con un dedo el agujero de ventilación y limpiar la balanza con agua, aceite base, o solvente. Limpiar cualquier exceso de agua, aceite base, o solvente.

8. Montar la barra de la balanza en el punto de apoyo y equilibrar la balanza haciendo correr el cursor a lo largo del brazo.
9. Registrar la densidad del lodo leída al costado del cursor más próximo a la copa de la balanza (la flecha del cursor apunta a este lado). Registrar la medición con precisión de 0.1 lb/gal, 1 lb/pie<sup>3</sup>, 0.01g/cm<sup>3</sup>, o 10.0lb/pulg<sup>2</sup>/1000 pies.