

Reactividad de arcillas en rocas de la formación Esmeraldas en presencia de diferentes fluidos
de inyección alcalinos

Diana Carolina López Serrano

Trabajo de Grado para Optar el título de Geóloga

Director

Carlos Alberto Ríos Reyes

Geólogo MSc PhD

Codirector

Edgar Enrique Pérez

Ingeniero de Petróleos MSc

Universidad Industrial de Santander
Facultad de Ingenieras Fisicoquímicas
Escuela de Geología
Bucaramanga

2019

Dedicatoria

Por siempre creer en mí y mostrarme lo incondicional que puede llegar a ser una relación a distancia, le dedico este trabajo a mi padre. Ojala nuestros lazos se mantengan tan fuertes en la sangre y no en las acciones que pudiesen distanciarnos.

A mi hermano, que apaciguó con su manera mesurada de ver el mundo todas las veces que llegué dudosa a la casa, con ganas de dejar mis objetivos a un lado. Su mirada austera y palabras certeras se me impregnaron cuando vi el camino angosto.

A mis amigos Daniel, Andrés, Lessly, Edwin, Camilo, Laura y Valentina por crear la suficiente presión con sus constantes preguntas; presión que acogí como mía y la voltee para generar resultados. No saben lo poderosa que fue para mí la pregunta: ¿Cómo va la tesis?

A mi madre, que cimentó mi piedra angular bien hondo en el subsuelo. La tengo como escudo y bandera en mí. Y no hace falta su presencia si vive conmigo por siempre de esa forma.

Agradecimientos

A las instalaciones del Parque Tecnológico de Guatiguará, sobre todo al laboratorio de Petrofísica y daño a la formación, al laboratorio de Rayos X y al laboratorio de Microscopia que permitieron el desarrollo satisfactorio de este trabajo.

Al Instituto Colombiano del Petróleo que me brindó su amable ayuda durante todo el transcurso de la tesis.

A mi director y codirector, el doctor Carlos Ríos y el ingeniero Edgar Pérez que no solo guiaron este trabajo, sino que me enseñaron en el camino.

A la profesora Yolanda del laboratorio de Consultas Industriales en el campus central de la UIS quien llevó a cabo los análisis de capacidad de intercambio catiónico en tiempo récord.

Al laboratorio de Química Estructural, por prestar (Sin ninguna vacilación) el espacio para la experimentación a una tesista novata.

A este párrafo de Stephen King, que llegó a mí cuando sentí la carga que trae consigo la creación de una tesis y me inundo el alma de ambición.

“Cuando me preguntan '¿Cómo escribes?' Invariablemente respondo 'Una palabra a la vez' y la respuesta es invariablemente rechazada. Pero eso es todo lo que es. Suena muy simple para ser cierto, pero considera a la Gran Muralla China si quieres: Una piedra a la vez, hombre. Eso es todo. Una piedra a la vez. Pero he leído que puedes verla desde el espacio sin un telescopio.”

The Stand, 1978.

Tabla de contenido

Introducción	18
Objetivos	20
1.1 Objetivo General	20
1.2 Objetivos Específicos.....	20
2. Cuerpo del Trabajo.....	21
2.1. Estado del arte	21
2.2. Marco Referencial	25
2.2.1. Formación Esmeraldas	25
2.2.2. Arcillas, conceptos y características	27
2.2.3. Soluciones alcalinas y su interacción con las rocas	40
3. Método.	41
3.1 Participantes	42
3.2. Herramientas	43
3.3. Procedimiento	51
4. Resultados	59
4.1 Caracterización de las rocas sedimentarias	59
4.1.1 Análisis de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM).....	60
4.1.2. Difracción de Rayos X (DRX)	65

REACTIVIDAD DE ARCILLAS EN PRESENCIA DE FLUIDOS DE INYECCIÓN	6
4.1.3 Analisis de Capacidad de Intercambio Cationico (CIC)	71
4.2. Caracterización de las rocas después de la interacción con el fluido alcalino.	71
4.2.1 Análisis de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)	71
4.2.2 Análisis de Difracción de rayos X	79
4.2.3. Resultados de prueba Azul de Metileno (CIC)	92
4.3. Comparación de resultados entre los tratamientos hidrotérmicos y los tratamientos de desplazamiento.....	94
4.3.1 Comparación de ambos tratamientos en la roca 13	94
4.3.2 Comparación de ambos tratamientos en la roca 56	96
5. Discusión.....	99
6. Conclusiones	102
7. Recomendaciones.....	103
Referencias Bibliográficas	105

Lista de Tablas

TABLA 1. <i>CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIÓNICO PARA MINERALES ARCILLOSOS. TOMADO DE GRIM (1953).</i>	37
TABLA 2. <i>RADIOS IÓNICOS Y RADIOS DE HIDRATACIÓN DE LOS CATIONES COMUNES. TOMADO DE API, 2001.</i>	40
TABLA 3. <i>CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS DE ROCA USADAS EN LA EXPERIMENTACIÓN.</i>	43
TABLA 4. <i>CONCENTRACIÓN ORIGINAL DE IONES REPRESENTATIVOS EN EL AGUA DE FORMACIÓN PRESENTE EN EL CAMPO BONANZA.</i>	45
TABLA 5. <i>COMPUESTOS USADOS PARA LA RECREACIÓN DEL AGUA DE FORMACIÓN.</i>	46
TABLA 6. <i>CONDICIONES BAJO LAS CUALES SE REALIZARON LAS CORRIDAS DE LAS MUESTRAS EN LOS EQUIPOS DRX EN EL LABORATORIO DE RAYOS X EN GUATIGUARÁ Y EL ICP.</i>	50
TABLA 7. <i>TRATAMIENTOS APLICADOS EN LAS ROCAS 13, 37 Y 56.</i>	56
TABLA 8. <i>RESULTADOS CUANTITATIVOS DEL ANÁLISIS DRX. REPRESENTANDO EL BULK DE LA MUESTRA.</i>	70
TABLA 9. <i>RESULTADOS CUANTITATIVOS DEL ANÁLISIS DRX. REPRESENTANDO LA FRACCIÓN MENOR A 2 MICRAS.</i>	70
TABLA 10. <i>CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIÓNICO DE LAS ROCAS A USAR PARA LA EXPERIMENTACIÓN.</i>	71
TABLA 11. <i>RESULTADOS DE LA PRUEBA AZUL DE METILENO. EN ROJO SE RESALTAN LAS PRUEBAS DE DESPLAZAMIENTO QUE ESTUVIERON BAJO CONDICIONES DE POZO.</i>	92
TABLA 12. <i>TABLA COMPARATIVA DE LOS LOTES EXPERIMENTALES</i>	99

Lista de Figuras

FIGURA 1. DIFERENTES MUESTRAS DE SHALE DESPUÉS DE SU INTERACCIÓN CON AGUA FRESCA.

TOMADO DE REDDEN, (2009). 23

FIGURA 2. AFLORAMIENTO PERTENECIENTE A LA FORMACIÓN ESMERALDAS. VÍA BUCARAMANGA-

BARRANCABERMEJA. 27

FIGURA 3. DIBUJO ESQUEMÁTICO QUE MUESTRA (A) UNA SOLA UNIDAD OCTAÉDRICA Y (B) LA

ESTRUCTURA EN LÁMINAS DE LAS UNIDADES OCTAÉDRICAS. TOMADO DE GRIM, 1953. 28

FIGURA 4. ESQUEMA QUE MUESTRA (A) UN ÚNICO TETRAEDRO DE SÍLICE Y (B) UNA ESTRUCTURA DE

LÁMINA DE TETRAEDROS DE SÍLICE DISPUESTOS EN UNA RED HEXAGONAL. TOMADO DE GRIM,

1953..... 29

FIGURA 5. HINCHAMIENTO POR HIDRATACIÓN DE LAS CAPAS DE ARCILLA. TOMADO DE ISMAIL ET

AL., 2015..... 30

FIGURA 6. ESQUEMA DE LA ESTRUCTURA DE LA CAOLINITA. TOMADO DE MURRAY (2006). 31

FIGURA 7. IMÁGENES SEM DE LOS MINERALES HALOISITA (IZQUIERDA) Y CAOLINITA (DERECHA).

TOMADO DE MURRAY (2006). 31

FIGURA 8. ESQUEMA DE LA ESTRUCTURA DE LAS ESMÉCTICAS. TOMADO DE MURRAY (2006). 32

FIGURA 9. IMAGEN SEM DE UNA MONTMORILLONITA SÓDICA. TOMADO DE MURRAY 2006..... 33

FIGURA 10. ESQUEMA DE LA ESTRUCTURA DE LA ILITA. TOMADO DE MURRAY (2006). 34

FIGURA 11. IMAGEN SEM DEL MINERAL ILITA. TOMADO DE MURRAY (2006). 34

FIGURA 12. ESQUEMA DE LA ESTRUCTURA DE LA CLORITA. TOMADO DE MURRAY, 2006. 35

FIGURA 13. IMAGEN SEM DEL MINERAL CLORITA. TOMADO DE MURRAY, 2006. 36

FIGURA 14. MUESTRAS DE ROCA USADAS PARA LA EXPERIMENTACIÓN. 44

<i>FIGURA 15.</i> DESECADOR, ERLLENMEYER Y AGITADOR MAGNÉTICO QUE SE USARON PARA LA SATURACIÓN DE LAS MUESTRAS CON EL AGUA DE FORMACIÓN.....	47
<i>FIGURA 16.</i> EQUIPO USADO PARA LOS TRATAMIENTOS ALCALINOS HIDROTÉRMICOS. A) REACTOR DE TEFLÓN. B) MONTAJE PARA LA FILTRACIÓN DEL FLUIDO ALCALINO. C) RESULTADO DEL FILTRADO EN EL INTERIOR DEL HORNO QUE COMPLETARÍA LA DESECACIÓN DE LAS MUESTRAS.	47
<i>FIGURA 17.</i> EQUIPOS EMPLEADOS PARA LA REALIZACIÓN DEL TRABAJO. A) RECUBRIDOR QUORUM 150R B) MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO FEG (FIELD EMISSION GUN) QUANTA FEG 650. C) DIFRACTÓMETRO DE POLVO MARCA BRUKER MODELO D8 ADVANCE CON GEOMETRÍA DA VINCI. D) EQUIPO RESTAURADOR DE MOJABILIDAD.	48
<i>FIGURA 18.</i> HERRAMIENTAS USADAS JUNTO AL RESTAURADOR DE MOJABILIDAD.	51
<i>FIGURA 19.</i> METODOLOGÍA APLICADA PARA LA EXPERIMENTACIÓN DE LAS PRUEBAS HIDROTÉRMICAS.	52
<i>FIGURA 20.</i> METODOLOGÍA APLICADA PARA LA EXPERIMENTACIÓN DE LAS PRUEBAS DE DESPLAZAMIENTO.	54
<i>FIGURA 21.</i> IMÁGENES SEM DE LA ROCA 13. LA CRUZ ROJA INDICA EL MATERIAL ANALIZADO CON EL EDS (DERECHA) QUE SE IDENTIFICÓ COMO: A) MATERIA ORGÁNICA. B) CUARZO. C) CAOLINITA.....	61
<i>FIGURA 22.</i> IMÁGENES SEM DE LA ROCA 37. LA CRUZ ROJA INDICA EL MATERIAL ANALIZADO CON EL EDS (DERECHA) QUE SE IDENTIFICÓ COMO: A) PIRITA. B) CAOLINITA. C) ESMECTITA.....	63
<i>FIGURA 23.</i> IMÁGENES SEM DE LA ROCA 56. LA CRUZ ROJA INDICA EL MATERIAL ANALIZADO CON EL EDS (DERECHA) QUE SE IDENTIFICÓ COMO: A) ESMECTITA. B) ÍLITA. C) HIPERSTENA.	64

FIGURA 24. DIFRACTOGRAMA DE LA ROCA 13. MUESTRA SIN INTERACCIÓN CON EL FLUIDO

ALCALINO. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA,
CCH=CLINOCOLORO, MCL= MICROCLINA 65

FIGURA 25. DIFRACTOGRAMAS PERTENECIENTES AL TRATAMIENTO DE ARCILLAS DE LA ROCA 13

SIN INTERACCIÓN CON EL FLUIDO ALCALINO. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, ILL= ILITA,
KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA, MCC= MICROCLINA..... 66

FIGURA 26. DIFRACTOGRAMA DE LA ROCA NÚMERO 37. MUESTRA SIN INTERACCIÓN CON EL FLUIDO

ALCALINO. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA, MCL=
MICROCLINA..... 67

FIGURA 27. DIFRACTOGRAMAS PERTENECIENTES AL TRATAMIENTO DE ARCILLAS DE LA ROCA 37

SIN INTERACCIÓN CON EL FLUIDO ALCALINO. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, ILL= ILITA,
KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA, MCL= MICROCLINA..... 68

FIGURA 28. DIFRACTOGRAMA DE LA ROCA NÚMERO 56. MUESTRA SIN TRATAMIENTO. QTZ=

CUARZO, MSC= MOSCOVITA, CCH=CLINOCOLORO, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA,
MCL= MICROCLINA 69

FIGURA 29. DIFRACTOGRAMAS PERTENECIENTES AL TRATAMIENTO DE ARCILLAS DE LA ROCA 56

SIN INTERACCIÓN CON EL FLUIDO ALCALINO. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, ILL= ILITA,
KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA, CCH= CLINOCOLORO, MCL= MICROCLINA..... 69

FIGURA 30. IMÁGENES SEM DE LA ROCA NUMERO 13 DESPUÉS DE LAS DIFERENTES INTERACCIONES

CON EL FLUIDO ALCALINO. QTZ= CUARZO, SMC= ESMECTITA, SOD= SODALITA, CAN=
CANCRINITA. 72

FIGURA 31. IMAGEN SEM DE LA ROCA NUMERO 13 DESPUÉS DE LA INTERACCIÓN CON EL FLUIDO

ALCALINO. MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN DE NaOH 6 M DURANTE 72 HORAS. LA

CRUZ ROJA INDICA EL MATERIAL ANALIZADO CON EL EDS (DERECHA) QUE SE IDENTIFICÓ
COMO SODALITA. 73

FIGURA 32. IMÁGENES SEM DE LA ROCA 13 DESPUÉS DE LA INTERACCIÓN CON EL FLUIDO

ALCALINO EN CONDICIONES DE POZO. LA CRUZ ROJA INDICA EL MATERIAL ANALIZADO CON EL
EDS (DERECHA) QUE SE IDENTIFICÓ COMO: A) CLORITAS. B) ESMÉCTICAS. C) CAOLINITAS. 74

FIGURA 33. IMÁGENES SEM DE LA ROCA NUMERO 37 DESPUÉS DE LAS DIFERENTES INTERACCIONES

CON EL FLUIDO ALCALINO EN PRUEBAS ESTATICAS. QTZ= CUARZO, SMC= ESMECTITA, SOD=
SODALITA, CAN= CANCRINITA, LTA= ZEOLITAS TIPO A. 75

FIGURA 34. IMAGEN SEM DE LA ROCA NUMERO 37 DESPUÉS DE LA INTERACCIÓN CON EL FLUIDO

ALCALINO. MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN NaOH 3 M EN CONDICIONES ESTÁTICAS.
LA CRUZ ROJA INDICA EL MATERIAL ANALIZADO CON EL EDS (DERECHA) QUE SE IDENTIFICÓ
COMO ZEOLITA TIPO A. 76

FIGURA 35. IMÁGENES SEM DE LA ROCA NUMERO 56 DESPUÉS DE LAS DIFERENTES INTERACCIONES

CON EL FLUIDO ALCALINO EN PRUEBAS ESTÁTICAS. SOD= SODALITA, CAN= CANCRINITA,
LTA= ZEOLITAS TIPO A..... 77

FIGURA 36. IMÁGENES SEM DE LA ROCA 56 DESPUÉS DE LA INTERACCIÓN CON EL FLUIDO

ALCALINO EN CONDICIONES DE POZO. LA CRUZ ROJA INDICA EL MATERIAL ANALIZADO CON EL
EDS (DERECHA) QUE SE IDENTIFICÓ COMO: A) PIRITA B) CLORITA. 78

FIGURA 37. IMAGEN SEM DE LA ROCA NUMERO 56 DESPUÉS DE LA INTERACCIÓN CON EL FLUIDO

ALCALINO. MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN NaOH 6 M DURANTE 6 HORAS A
CONDICIONES DE POZO. LOS MINERALES SE IDENTIFICARON POR SU MORFOLOGÍA, LAS
IMÁGENES REPRESENTAN A) CAOLINITA, B) CLORITA..... 79

FIGURA 38. DIFRACTOGRAMAS CORRESPONDIENTES A LA ROCA NÚMERO 13. A) MUESTRA

ORIGINAL SIN TRATAMIENTO, B) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, C) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 72 HORAS, D) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, E) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 72 HORAS. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, SOD: SODALITA, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA. 80

FIGURA 39. DIFRACTOGRAMAS CORRESPONDIENTES AL TRATAMIENTO DE ARCILLAS DE LA ROCA

NÚMERO 13. A) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, B) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 72 HORAS, C) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, D) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 72 HORAS. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, SOD: SODALITA, CAN= CANCRINITA, KAO= CAOLINITA. 82

FIGURA 40. DIFRACTOGRAMAS CORRESPONDIENTES A LA ROCA NÚMERO 13. A) MUESTRA

ORIGINAL SIN TRATAMIENTO, B) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS A CONDICIONES DE POZO. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, CCH=CLINOCOLORO, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA. 83

FIGURA 41. DIFRACTOGRAMAS CORRESPONDIENTES AL TRATAMIENTO DE ARCILLAS DE LA ROCA

NÚMERO 13 EN A) ROCA ORIGINAL SIN INTERACCIÓN CON EL FLUIDO ALCALINO Y B) ROCA BAJO UN TRATAMIENTO 6 M POR 6 HORAS BAJO CONDICIONES DE POZO. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, CCH=CLINOCOLORO, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA. 84

FIGURA 42. DIFRACTOGRAMAS CORRESPONDIENTES A LA ROCA NÚMERO 37. A) MUESTRA

ORIGINAL SIN TRATAMIENTO, B) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, C) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 72

HORAS, D) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, E)

MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 72 HORAS. QTZ= CUARZO,

MSC= MOSCOVITA, CCH=CLINOCOLORO, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA, SOD:

SODALITA, LTA: ZEOLITA TIPO A. 85

FIGURA 43. DIFRACTOGRAMAS CORRESPONDIENTES AL TRATAMIENTO DE ARCILLAS DE LA ROCA

NÚMERO 37. A) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, B)

MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 72 HORAS, C) MUESTRA

TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, D) MUESTRA TRATADA CON

UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 72 HORAS. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, SOD:

SODALITA, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA. 87

FIGURA 44. DIFRACTOGRAMAS CORRESPONDIENTES A LA ROCA NÚMERO 56. A) MUESTRA

ORIGINAL SIN TRATAMIENTO, B) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH

DURANTE 6 HORAS, C) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 72

HORAS, D) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, E)

MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 72 HORAS. QTZ= CUARZO,

MSC= MOSCOVITA, CCH=CLINOCOLORO, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA, SOD:

SODALITA, LTA: ZEOLITA TIPO A. 88

FIGURA 45. DIFRACTOGRAMAS CORRESPONDIENTES AL TRATAMIENTO DE ARCILLAS DE LA ROCA

NÚMERO 56. A) MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, B)

MUESTRA TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 3 M DE NaOH DURANTE 72 HORAS, C) MUESTRA

TRATADA CON UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 6 HORAS, D) MUESTRA TRATADA CON

UNA SOLUCIÓN 6 M DE NaOH DURANTE 72 HORAS. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, SOD:

SODALITA, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA. 89

FIGURA 46. DIFRACTOGRAMAS CORRESPONDIENTES A LA ROCA NÚMERO 56 BAJO UN TRATAMIENTO

6 M POR 6 HORAS BAJO CONDICIONES DE POZO. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, CCH= CLINOCLORO, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA, ILL= ILITA..... 90

FIGURA 47. DIFRACTOGRAMAS CORRESPONDIENTES AL TRATAMIENTO DE ARCILLAS DE LA ROCA

NÚMERO 56 EN A) ROCA ORIGINAL SIN INTERACCIÓN CON EL FLUIDO ALCALINO. B) ROCA BAJO UN TRATAMIENTO 6 M POR 6 HORAS BAJO CONDICIONES DE POZO. QTZ= CUARZO, MSC= MOSCOVITA, CCH= CLINOCLORO, KAO= CAOLINITA, SMC= ESMECTITA, ILL= ILITA. 91

FIGURA 48. GRAFICA DE RESULTADOS DE LA CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIÓNICO VS TIEMPO

DE INTERACCIÓN DEL FLUIDO ALCALINO CON LAS CONCENTRACIONES USADAS EN LOS DIFERENTES TRATAMIENTOS PARA CADA ROCA..... 93

FIGURA 49. ANÁLISIS DRX DEL BULK PERTENECIENTE A LA ROCA 13. A) TRATAMIENTO CON 6 M

DE UNA SOLUCIÓN DE NaOH DURANTE 6 HORAS BAJO CONDICIONES DE POZO. B) TRATAMIENTO HIDROTÉRMICO CON 6 M DE UNA SOLUCIÓN DE NaOH DURANTE 6 HORAS BAJO CONDICIONES ESTÁTICAS. C) ROCA ORIGINAL, SIN TRATAMIENTO. 94

FIGURA 50. COMPARACIÓN DE IMÁGENES SEM DE LA ROCA 13 EN A) TRATAMIENTO

HIDROTÉRMICO, Y B) TRATAMIENTO A CONDICIONES DE POZO. 95

FIGURA 51. ANÁLISIS DRX DEL BULK PERTENECIENTE A LA ROCA 56. A) ROCA ORIGINAL, SIN

TRATAMIENTO. B) TRATAMIENTO CON 6 M DE UNA SOLUCIÓN DE NaOH DURANTE 6 HORAS BAJO CONDICIONES DE POZO. C) TRATAMIENTO HIDROTÉRMICO CON 6 M DE UNA SOLUCIÓN DE NaOH DURANTE 6 HORAS BAJO CONDICIONES ESTÁTICAS. 96

FIGURA 52. ANÁLISIS DRX DE TRATAMIENTO DE ARCILLAS PERTENECIENTE A LA ROCA 56. A)

TRATAMIENTO HIDROTÉRMICO CON 6 M DE UNA SOLUCIÓN DE NaOH DURANTE 6 HORAS

BAJO CONDICIONES ESTÁTICAS. B) TRATAMIENTO CON 6 M DE UNA SOLUCIÓN DE NaOH DURANTE 6 HORAS BAJO CONDICIONES DE POZO.	97
--	----

FIGURA 53. COMPARACIÓN DE IMÁGENES SEM DE LA ROCA 56 EN A) TRATAMIENTO HIDROTÉRMICO, Y B) TRATAMIENTO A CONDICIONES DE POZO.	98
--	----

FIGURA 54. IMÁGENES SEM MOSTRANDO EL PROCESO DE TRANSFORMACIÓN DE FASES MINERALES QUE VAN DESDE: A) ZEOLITA TIPO A. B) TRANSICIÓN ENTRE LTA A SOD. C) TRANSICIÓN ENTRE LTA A SOD.	100
--	-----

Resumen

Título: Reactividad de arcillas en rocas de la formación Esmeraldas en presencia de diferentes fluidos de inyección alcalinos*

Autor: Diana Carolina López Serrano**

Palabras claves: Arcillas, Fluidos de inyección, Fluidos de perforación, Síntesis de zeolitas.

El presente trabajo se enfocó en entender la interacción entre los minerales arcillosos con fluidos alcalinos usados en la industria del petróleo. Para esto, se realizó un estudio comparativo donde se observó la reacción de 3 rocas pertenecientes a la formación Esmeraldas bajo dos experimentaciones. Una de estas pruebas consistía en un tratamiento hidrotérmico a condiciones estáticas usando diferentes concentraciones de una solución NaOH con diferentes tiempos de interacción a temperatura constante. Y paralelamente, se realizaron pruebas de desplazamiento, donde se tuvo en cuenta las condiciones originales a las que se someten estas rocas en el pozo. Tanto las muestras originales como tratadas fueron examinadas bajo los siguientes métodos analíticos: Difracción de rayos X (DRX), Microscopia de Barrido Electrónico (SEM) y Prueba de Azul de Metileno (MBT) para así determinar los cambios que sufrieron estos minerales al contacto con fluidos alcalinos de pH elevados.

Como resultado se encuentran nuevas fases minerales zeolíticas en las rocas que estuvieron bajo la experimentación hidrotérmica en condiciones estáticas, que coincidía con la disolución de caolinitas y esmécticas. En contraste, las pruebas de desplazamiento no evidenciaron la aparición de zeolitas; pero se observó disolución de esmécticas y caolinitas, además de la aparición de una fase cristalina en una de las rocas que no pudo ser identificada.

Tanto el aumento en la concentración de la solución alcalina como el tiempo de interacción influyen en la disolución de arcillas. El CIC, en cambio, aumentó con bajas concentraciones y tiempos cortos de interacción en los tratamientos hidrotérmicos, que se explica por la aparición de zeolitas tipo A. La experimentación a condiciones de pozo no arrojó los mismos resultados que los tratamientos alcalino-térmicos, esto es debido al flujo continuo de la solución alcalina en los desplazamientos que no da lugar a la polimerización de los materiales aluminosilicatos disueltos.

* Trabajo de Grado

**Facultad de Ingenieras Físicoquímicas. Escuela de Geología. Director: Carlos Alberto Ríos Reyes. Codirector: Edgar Enrique Pérez.

Abstract

Title: Reactivity of Clays in rocks of the Esmeraldas formation in the presence of different alkaline injection fluids *

Author: Diana Carolina López Serrano **

Keywords: Clays, Injection fluids, Drilling fluids, Zeolite synthesis.

The present work focused on understanding the interaction between clay minerals with alkaline fluids used in the oil industry. For this, a comparative study was conducted where the reaction of 3 rocks belonging to the Esmeraldas formation was observed under two experiments. One of these tests consisted of a hydrothermal treatment at static conditions using different concentrations of a NaOH solution with different interaction times at constant temperature. And in parallel, core fluiding tests were carried out, where the original conditions to which these rocks are subjected in the well were considered. Both the original and treated samples were examined under the following analytical methods: X-ray diffraction (DRX), Electronic Scanning Microscopy (SEM) and Methylene Blue Test (MBT) to determine the changes that these minerals underwent upon contact with high pH alkaline fluids.

As a result, new zeolitic mineral phases are found in the rocks that were under hydrothermal experimentation under static conditions, which coincided with the dissolution of kaolinites and smectics. In contrast, displacement tests did not show the appearance of zeolites; but dissolution of smectics and kaolinites was observed, in addition to the appearance of a crystalline phase in one of the rocks that could not be identified.

Both the increase in the concentration of the alkaline solution and the interaction time influence the dissolution of clays. The CIC, on the other hand, increased with low concentrations and short interaction times in hydrothermal treatments, which is explained by the appearance of type A zeolites. Experimentation at well conditions did not yield the same results as alkaline-thermal treatments. It is due to the continuous flow of the alkaline solution through the plugs that doesn't allow the polymerization of dissolved aluminosilicate material.

* Degree Thesis

**Faculty of Physicochemical Engineering. School of Geology. Director: Carlos Alberto Ríos Reyes. Co-director: Edgar Enrique Pérez.

Introducción

El término “fluido de inyección” es tomado en este trabajo con una definición amplia que aborda fluidos usados en la industria del petróleo que entran en contacto con las rocas de la formación. Mas específicamente busca entender la interacción entre los minerales arcillosos con fluidos alcalinos, ya sean estos fluidos usados en la etapa de perforación, inyección, intento de estimulación, terminación o producción del pozo. El hidróxido de sodio (NaOH), o soda caustica, es usada en la industria del petróleo en diferentes escenarios, siendo su uso más común en la etapa de perforación, haciendo parte del lodo que se encarga de enfriar, lubricar y apoyar la barrena y el conjunto de perforación, de suspender y retirar los detritos que se crean en esta etapa, entre otras funciones claves para una extracción del petróleo exitosa. Esta solución alcalina entra en contacto directo con las rocas y se sabe que las sustancias alcalinas pueden reaccionar directamente con minerales de roca específicos (Sheng, 2011). Cuando existen divalentes, Ca^{2+} y Mg^{2+} , los alcalinos reaccionaran con ellos y puede producirse precipitación. Según Wei et al., (2011), cuando las rocas entran en contacto con las sustancias alcalinas, se consume una porción de estos fluidos. Y ocurre de dos formas diferentes, consumo químico liderado por los minerales y absorción por la superficie de las rocas.

Las arcillas son los minerales que consumen la mayor cantidad de la sustancia alcalina. En general, según Sheng (2011), el orden de consumo en el que el agente activante reacciona con las

arcillas es el siguiente: Más alto para caolinita y yeso; moderado para montmorillonita, Illita, dolomita y zeolita; moderadamente bajo para feldespato, clorita y cuarzo fino; más bajo para arena de cuarzo e insignificante para la calcita. Por esto, en el presente trabajo se realiza un estudio comparativo donde se observa la reacción de 3 rocas pertenecientes a la formación Esmeraldas bajo diferentes concentraciones de una solución NaOH (3 M y 6 M), con diferentes tiempos de interacción (6 y 72 horas) en un tratamiento alcalino hidrotérmico en condiciones estáticas con temperatura constante (80 °C). Y paralelamente, se realizan unas pruebas de desplazamiento, donde se tiene en cuenta las condiciones originales a las que se someten estas rocas en el pozo (1200 psi de presión de confinamiento a 80°C con saturación de las rocas por agua sintética de formación). Tanto las muestras originales como tratadas son examinadas bajo los siguientes métodos analíticos: Difracción de rayos X (DRX), Microscopia de barrido electrónico (SEM) y Prueba de Azul de Metileno (MBT) para así determinar los cambios que sufren los minerales arcillosos después del contacto con fluidos alcalinos de pH elevados.

1.Objetivos

1.1 Objetivo General

Determinar la reactividad de arcillas presentes en rocas de la formación Esmeraldas en presencia de fluidos de inyección alcalinos, estableciendo su efecto en los minerales.

1.2 Objetivos Específicos

Realizar pruebas de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM), Capacidad de Intercambio Cationico (CIC), Difracción de Rayos X (DRX) que aporten información acerca del comportamiento de las arcillas previo a la interacción con los fluidos de inyección.

Preparar los fluidos de inyección de composición alcalina en el laboratorio según los parámetros seleccionados.

Interactuar los fluidos alcalinos con las rocas en los tiempos seleccionados bajo condiciones de pozo y presión atmosférica a temperatura constante.

Realizar pruebas de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM), Capacidad de Intercambio Cationico (CIC), Difracción de Rayos X (DRX) que aporten información acerca del comportamiento de las arcillas posterior a la interacción con los fluidos de inyección.

Generar una tabla comparativa que resuma los análisis realizados como herramienta para la visualización de conclusiones.

2. Cuerpo del Trabajo

2.1. Estado del arte

El estudio de la interacción entre roca-fluido ha sido ampliamente estudiado por la industria del petróleo por sus ya conocidas repercusiones a la hora de perforar un pozo. Sharifipour, Pourafshary, & Nakhaee, (2017) exponen que la mayoría de los reservorios contienen tanto minerales de arcilla expansiva como aguas intersticiales, las arcillas expansivas pueden constituir solo un pequeño porcentaje de las rocas del yacimiento, pero son predominantes en términos de superficie. Estos tipos de arcillas se hidratan inicialmente hasta cierto punto y están en equilibrio con el agua connata. Pero durante las operaciones de perforación, el agua del lodo se infiltra en la arena, y es probable que el agua introducida no esté en equilibrio químico con el agua intersticial original. Por lo tanto, el equilibrio existente del sistema de arcilla-agua se altera, lo que conduce al hinchamiento de las partículas de arcilla, el bloqueo de los espacios de poro y una reducción de la permeabilidad efectiva

Moyer (1946) discutió analíticamente el efecto de la disminución en la permeabilidad de areniscas alrededor del pozo en la recuperación económica final. Demostró que la afluencia de agua fresca reducía la permeabilidad de la arenisca mediante el hinchamiento de la arcilla y, en

consecuencia, aumentaba la saturación de agua intersticial o inmovilizaba y disminuía la recuperación final del petróleo.

Goldenberg, Mandel, & Magaritz, (1986) mostraron que una reducción en la permeabilidad estática debido a la presencia de minerales del grupo de la esmectita, condujeron a una reducción logarítmica de la conectividad total en función del contenido de arcilla.

Varios investigadores como Norrish (1954) y Foster (1953) han llegado a la conclusión de que el hinchamiento de la arcilla ocurre por tres mecanismos:

Hinchamiento cristalino, hinchamiento osmótico e hinchamiento superficial. El hinchamiento cristalino ocurre en todos los tipos de minerales de arcilla, especialmente en el grupo de la esmectita, como resultado de la hidratación de los cationes localizados entre las capas de arcilla. La hidratación de los cationes por el agua aumenta la distancia entre las capas de arcilla. Mooney, Keenan, & Wood (1952) observaron este tipo de hinchamiento en un estudio de laboratorio. El hinchamiento osmótico se debe al intercambio de cationes entre las capas. Si la concentración de catión en las áreas de la capa intermedia es más alta que la del agua cercana, las moléculas de agua ingresan al área para diluir la concentración de cationes y restablecer el equilibrio catiónico. Por lo tanto, la distancia entre las capas de arcilla comienza a aumentar y las arcillas se hinchan. Este tipo de hinchamiento aumenta el volumen más de lo que lo hace la inflamación cristalina.

Ardila, Serrano, Loza, & Calderon, (2011) indican que la hidratación de las lutitas (adsorción superficial y absorción osmótica) conducirá a dos problemas diferentes claramente definidos:

1. Hinchamiento: expansión de las arcillas debido a la absorción de agua.
2. Dispersión: desintegración del cuerpo de las lutitas por el contacto con agua. Debido a que la lutita posee minerales no arcillosos como el Cuarzo y el Feldespato, además de una

mezcla de arcillas, se producirá una combinación de mecanismos de hidratación en el mismo pedazo de roca. Los minerales no arcillosos no reaccionarán, mientras que la Clorita, Caolinita e Ilita se hidratarán dando problemas de sólidos, y la Esmectita se hidratará, hinchará y reaccionará con soluciones iónicas. El grado de hinchamiento de la arcilla es controlado por la actividad de la solución a temperatura ambiente. Cuando se sumerge la Esmectita en agua, la hidratación de los cationes en la arcilla hace que los mismos se disocien de su superficie, creando un desequilibrio eléctrico en la arcilla, lo cual a su vez hace que ésta “explote” absorbiendo grandes volúmenes de agua. En la práctica se ha comprobado que las sales con solubilidad relativamente elevada, como KCl y CaCl₂, son sumamente efectivas para reducir el hinchamiento, pues este mecanismo reduce la disociación de los cationes.

El efecto de la adsorción (hidratación) sobre el aspecto físico de las muestras de unos shales se observa en la Fig. 1. A medida que la adsorción progresa, el shale se expande, lo que aumenta su volumen y el peso total.

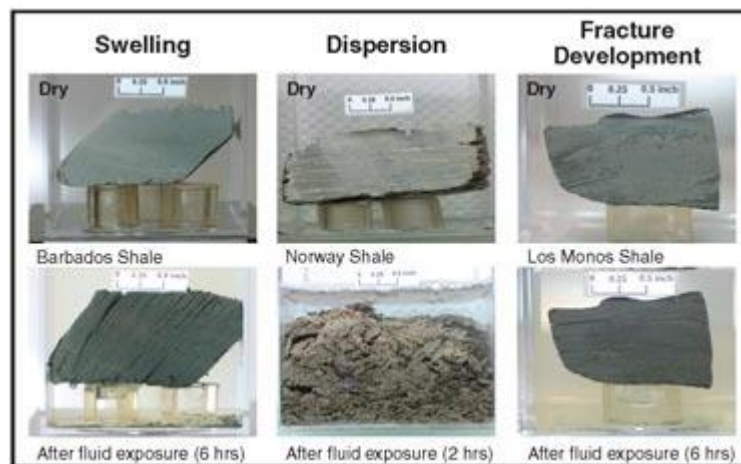


Figura 1. Diferentes muestras de shale después de su interacción con agua fresca. Tomado de Redden, (2009).

Davy, Skoczylas, Barnichon, & Lebon, (2007) mostraron que la baja conectividad en rocas sedimentarias de argilita que contienen grandes grietas durante el movimiento del agua se deben al hinchamiento de la arcilla.

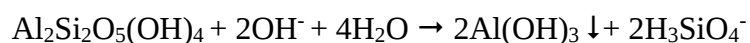
Wilson, Wilson, Green, & Patey, (2014) revisaron el efecto de la mineralogía de arcilla sobre la formación en areniscas del yacimiento del Mar del Norte, mostraron que la migración de arcilla durante la inyección de fluido es una causa probable de daño en la formación en las areniscas del yacimiento del Mar del Norte.

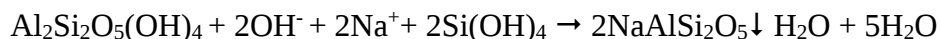
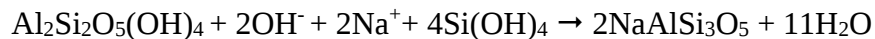
Chai, Kang, & Feng, (2014) estudiaron el efecto de la química de la solución acuosa sobre el hinchamiento de la roca arcillosa y concluyeron que el hinchamiento de la roca arcillosa dependía claramente de la concentración de la solución acuosa. Cuanto más concentrada es la solución, más débil es el hinchamiento.

Poco se ha hablado sobre el cambio mineralógico que puedan experimentar las arcillas en presencia de fluidos de inyección, aunque en 1992, Bennion & Thomas hablaron sobre el cambio de permeabilidad influenciado por la alteración de la mineralogía en caolinitas e ilitas en presencia de fluidos y vapor de inyección calientes (Con diferentes temperaturas que oscilaban de 32°C a 265°C), encontrando que las caolinitas efectivamente alteraron a esmécticas en estas condiciones.

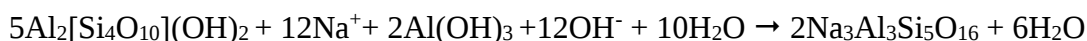
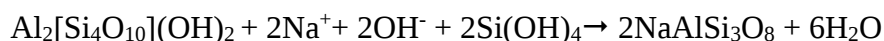
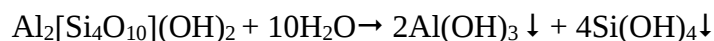
En el 2011 Wei et al., encontró que el consumo de fluidos alcalinos usado en sistemas ASP era propiciado en mayor medida por arcillas. Y las ecuaciones químicas que explican el fenómeno son las siguientes:

$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ es la fórmula química de la caolinita, y la ecuación química de la reacción con alcalinos es:





La fórmula química de la Illita, clorita y montmorillonita son similarmente presentadas como $\text{Al}_2[\text{Si}_4\text{O}_{10}](\text{OH})_2$. La estructura cristalina puede diferir. Cuando reacciona con alcalinos, la ecuación química se muestra así:



En cuanto a trabajos de tesis relacionados con el presente trabajo en la universidad industrial de Santander se encuentran el de Parra, (2004) donde analiza la interacción química entre los fluidos de formación, fluidos de perforación y composición mineral de rocas arcillosas pertenecientes al piedemonte llanero. Además, Sicery & Pardo, (2005) analizan el fenómeno de osmosis entre fluidos de perforación y la formación arcillosa de Carbonera en el piedemonte llanero también.

2.2. Marco Referencial

2.2.1. Formación Esmeraldas. El nombre de la formación fue probablemente otorgado por varios geólogos de la compañía Gulf y viene del caserío en el Rio Sogamoso de nombre homónimo, su nombre aparece por vez primera en una publicación de Wheeler (Arias & Vargas, 1978).

Esta formación está compuesta por areniscas de grano fino y limolitas duras, gris claras a verdosas, delgadamente estratificadas hasta laminadas, micáceas, interestratificadas con lutitas

gris oscuras localmente moteadas de carmelita, rojo y purpura, con franjas de carbón (Arias & Vargas, 1978).

Se encuentra discordante debajo de la formación Mugrosa, formando bajos topográficos. En su sección tipo, la formación presenta 1200 m de espesor y 27 Km al noreste en el Rio Lebrija, 575 m (Ward, Cruz, Goldsmith, & Restrepo, 1973).

Esta Formación aflora en las planchas 150-III-A, 150-III-C en la vereda La India (cuadrículas H1, hasta E3) y en la 150-III-B, en la vereda San Isidro (cuadrícula E4).

La Formación Esmeraldas suprayace a la Formación La Paz mostrando un contacto neto marcado por el tope del último paquete de intercalaciones de arcillolitas de diferentes colores y arenitas de grano fino y el inicio de una secuencia de capas muy gruesas de arenitas de grano fino y medio cuarzosas, clasto soportadas, cementadas, de color gris oscuro, con algunos calcos de carga (Gómez et al., 2008)

Gómez et al. (2008) también afirman que el contacto Superior con la Formación Mugrosa es fallado, se marca cuando las intercalaciones de arcillolitas moteadas con arenitas (donde las arcillolitas son más espesas) se invierten siendo las arenitas más potentes y más continuas.

Ward et. al (1973) indica que los estudios de polen reportan una edad del Eoceno Superior sobre la base de correlación con Polen de Eoceno Superior de la Cuenca de Maracaibo.

Las formaciones Esmeraldas, Mugrosa y Colorado constituyen las principales unidades reservorios de hidrocarburos en el Campo Colorado. La Formación Esmeraldas presenta buena selección en el tamaño de los granos, buena porosidad y permeabilidad, lo cual le permite ser buena roca reservorio (Mier Umaña, Palmera Henao, Luna Osorio, & Delgado Blanco, 2016).



Figura 2. Afloramiento perteneciente a la formación Esmeraldas. Vía Bucaramanga-Barrancabermeja.

2.2.2. Arcillas, conceptos y características. El termino arcilla es usado como una clase de roca, un mineral y como tamaño de partícula en el análisis de rocas sedimentarias. Como termino de roca, generalmente, las arcillas implican un material natural, terrígeno y de grano fino que desarrolla plasticidad cuando se mezcla con una cantidad limitada de agua (Grim, 1953). Por plasticidad se entiende como la propiedad que los materiales presentan al ser humedecidos y bajo la aplicación de presión son deformados, reteniéndose esta forma post-presión cuando se elimina dicha fuerza. Los análisis químicos de las arcillas muestran que son esencialmente de sílice, alúmina y agua, frecuentemente con cantidades apreciables de hierro, álcalis y alcalinotérreos (Grim, 1953).

Las arcillas generalmente son agregados de partículas cristalinas extremadamente diminutas de una o más especies de un pequeño grupo de minerales conocidos como minerales de arcilla. Hay tres grupos importantes de minerales de arcilla: Caolinita, Ilita y Esmécticas (Grim, 1939), casi todas las arcillas están compuestas por uno o más miembros de estos tres grupos. A continuación, se describe la estructura cristalina de los grupos de arcillas más representativos para este trabajo, pues son los que predominan en las rocas tratadas.

2.2.2.1. Estructura de las arcillas. Dos unidades estructurales están involucradas en las redes atómicas de la mayoría de los minerales de arcilla. Una unidad (Figura 3) consta de dos láminas de oxígenos o hidroxilos estrechamente empaquetados en las que los átomos de aluminio, hierro o magnesio están incrustados en la coordinación octaédrica, por lo que son equidistantes de seis oxígenos o hidroxilos (Grim, 1953).

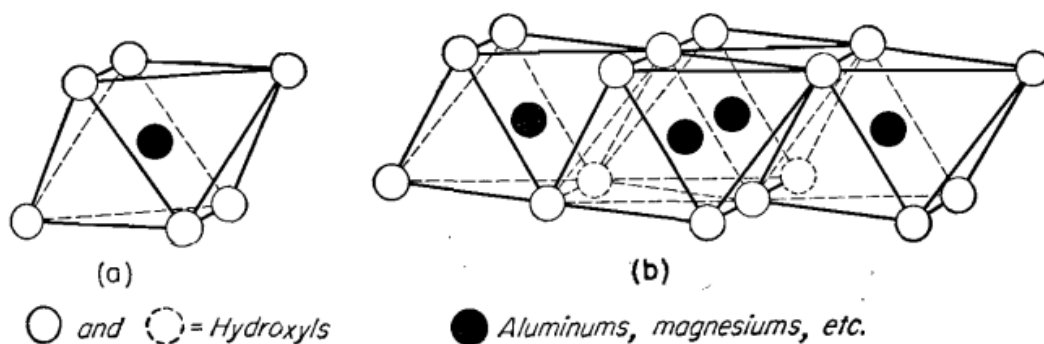


Figura 3. Dibujo esquemático que muestra (a) una sola unidad octaédrica y (b) la estructura en láminas de las unidades octaédricas. Tomado de Grim, 1953.

La segunda unidad (Figura 4) está construida con tetraedros de sílice. En cada tetraedro, un átomo de silicio es equidistante de cuatro oxígenos, o hidroxilos si es necesario para equilibrar la estructura, dispuestos en forma de un tetraedro con un átomo de silicio en el centro. Los grupos tetraédricos de sílice están dispuestos para formar una red hexagonal, que se repite

indefinidamente para formar una lámina de composición $\text{Si}_4\text{O}_6(\text{OH})_4$. Los tetraedros están dispuestos de manera que las puntas de todos apuntan en la misma dirección, y las bases de todos los tetraedros están en la misma posición (Grim, 1953).

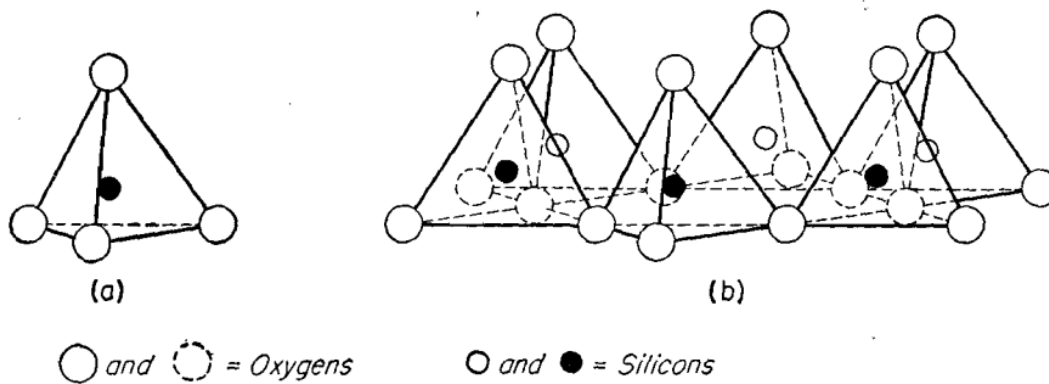


Figura 4. Esquema que muestra (a) un único tetraedro de sílice y (b) una estructura de lámina de tetraedros de sílice dispuestos en una red hexagonal. Tomado de Grim, 1953.

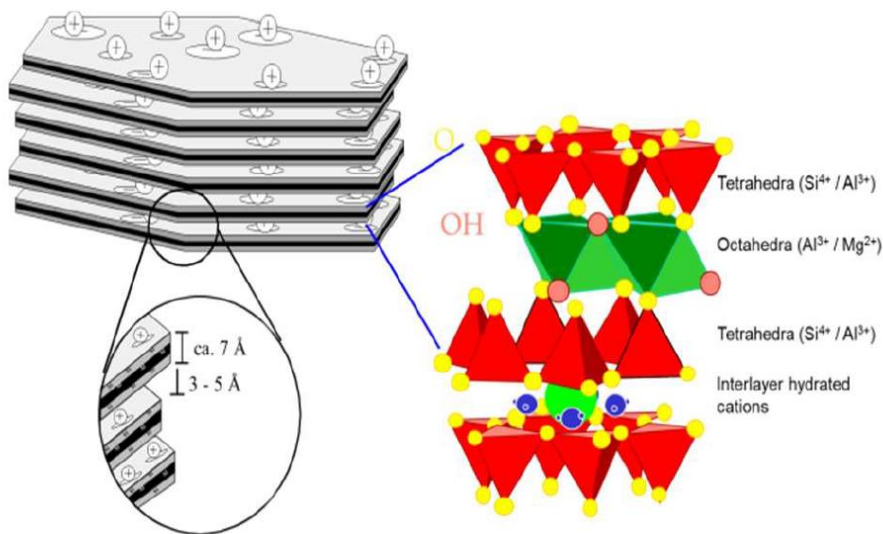


Figura 5. Hinchamiento por hidratación de las capas de arcilla. Tomado de Ismail et al., 2015.

El plano exterior de la superficie de las arcillas está cargado negativamente; como tal, los cationes se adsorben fácilmente en la superficie. El intercambio de estos cationes con otros iones puede ocurrir. Cuando está en el agua, la presencia de cationes intercambiables afecta la tendencia de la arcilla a hincharse (O'Brien & Chenevert, 1973).

2.2.2.1.1. Grupo mineral de la Caolinita. La estructura mineral básica de caolín que comprende los minerales caolinita, dickita, nacrita y halloysita es una capa de una sola lámina tetraédrica y una única lámina octaédrica. Estas dos hojas se combinan para formar una unidad en la que las puntas de los tetraedros de sílice se unen con la lámina octaédrica. Todos los oxígenos apicales de los tetraedros de sílice se unen con la lámina octaédrica. Todos los oxígenos apicales de los tetraedros de sílice apuntan en la misma dirección, de modo que estos oxígenos y/o hidroxilos, que pueden estar presentes para equilibrar las cargas, son compartidos por los silicios en la lámina tetraédrica y el aluminio en la lámina octaédrica (Fig. 6).

La fórmula estructural para caolinita es $\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ y la composición química teórica es SiO_2 , 46.54%; Al_2O_3 , 39.50%; y H_2O , 13.96%. Solo dos tercios de las posiciones octaédricas están ocupadas por un átomo de aluminio. Los átomos de aluminio están rodeados por cuatro oxígenos y ocho hidroxilos (Murray, 2006).

La variación entre los miembros de este grupo consiste en la forma en que las capas unitarias están apiladas una encima de la otra y posiblemente en la posición de los átomos de aluminio en las posibles posiciones abiertas a ellos en la capa octaédrica (Grim, 1953).

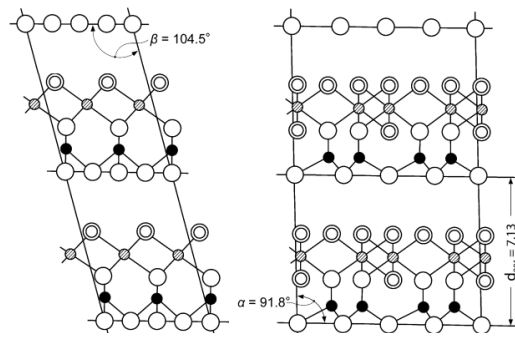


Figura 6. Esquema de la estructura de la Caolinita. Tomado de Murray

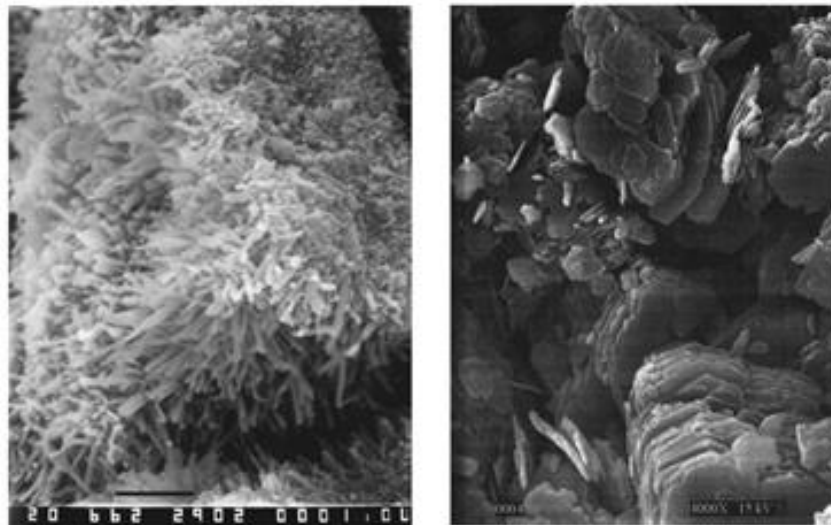


Figura 7. Imágenes SEM de los minerales Haloisita (izquierda) y Caolinita (derecha). Tomado de Murray (2006).

2.2.2.1.2. *Grupo mineral de la esmectita*. También llamado grupo de la Montmorillonita (Carroll, 1959; Ross & Hendricks, 1943). Tiene como principales minerales a la montmorillonita de sodio, montmorillonita de calcio, saponita (montmorillonita de magnesio), nontronita (montmorillonita de hierro), hectorita (montmorillonita de litio) y beidellita (montmorillonita de

aluminio). Los minerales de esmectita se componen de dos láminas tetraédricas de sílice con una lámina octaédrica central y se designan como un mineral de capa 2: 1 (Fig. 8). Las moléculas de agua y los cationes ocupan el espacio entre las capas 2: 1 (Murray, 2006).

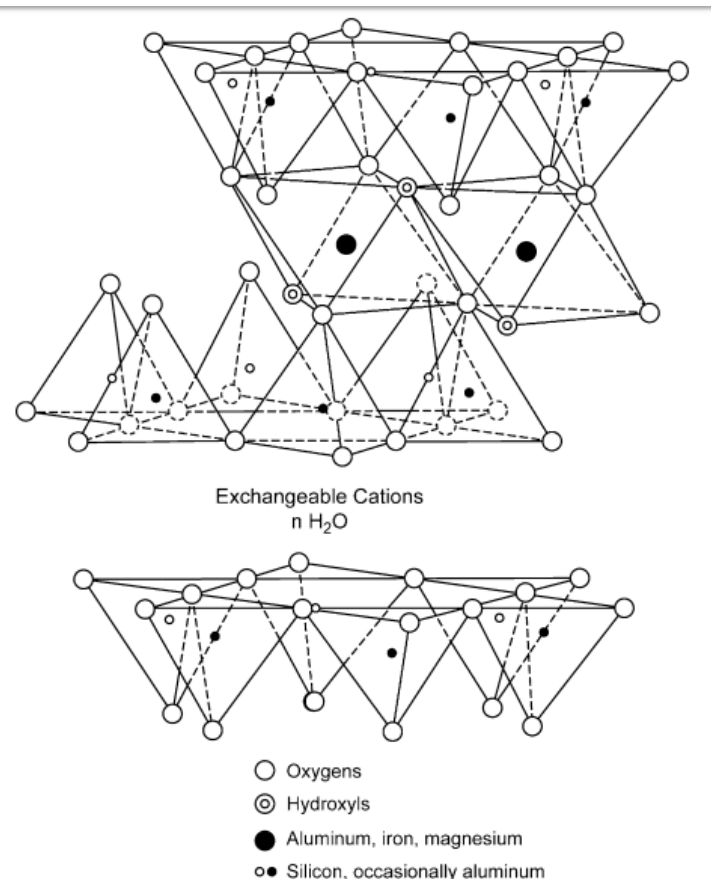


Figura 8. Esquema de la estructura de las esmécticas. Tomado de Murray (2006).

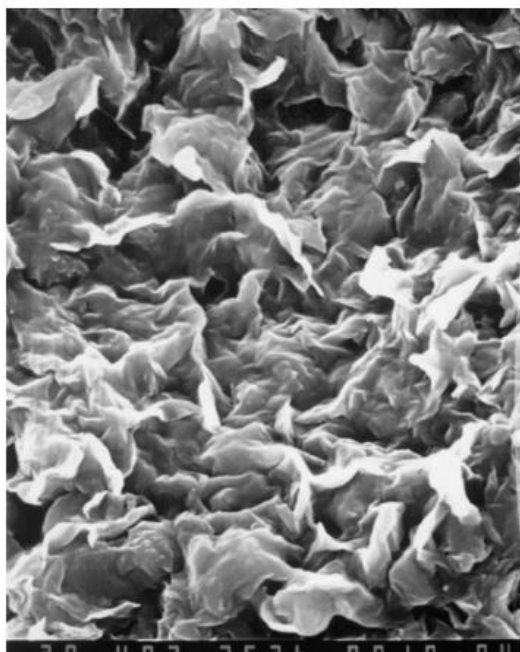


Figura 9. Imagen SEM de una Montmorillonita sódica. Tomado de Murray

2.2.2.1.3 *Mineral Ilita*. La Ilita es una mica mineral de arcilla, cuyo nombre fue dado por Grim et al. (1937). La estructura es una capa 2: 1 en la cual el catión intercapa es el potasio (Fig. 10). El tamaño, la carga y el número de coordinación de potasio es tal que se ajusta cómodamente en el anillo hexagonal de oxígenos de las láminas tetraédricas de sílice adyacentes. Esto le da a la estructura un fuerte vínculo iónico entrelazado que mantiene las capas individuales juntas y evita que las moléculas de agua ocupen la posición de la capa intermedia como lo hace en las esmécticas. Se podría decir que la Ilita es una esméctica de potasio (Murray, 2006).

La Ilita difiere de moscovita bien cristalizada en que hay menos sustitución de Al^{3+} por Si^{4+} en la lámina tetraédrica. En la moscovita, un cuarto del Si^{4+} se reemplaza por Al^{3+} , mientras que en la Ilita solo se reemplaza aproximadamente un sexto. Además, en la lámina octaédrica, puede haber algunos reemplazos de Al^{3+} por Mg^{2+} y Fe^{2+} (Murray, 2006).

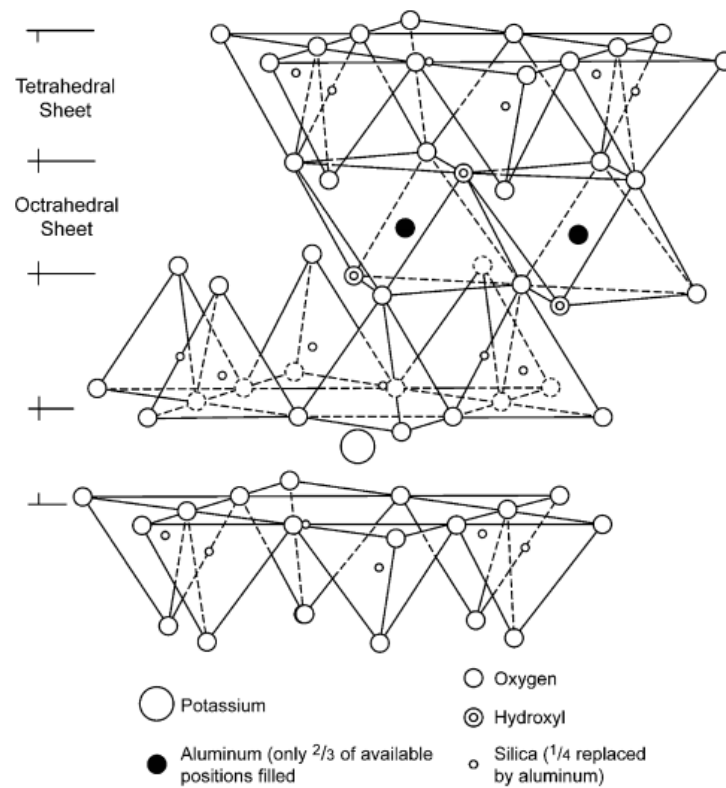


Figura 10. Esquema de la estructura de la Illita. Tomado de Murray (2006).

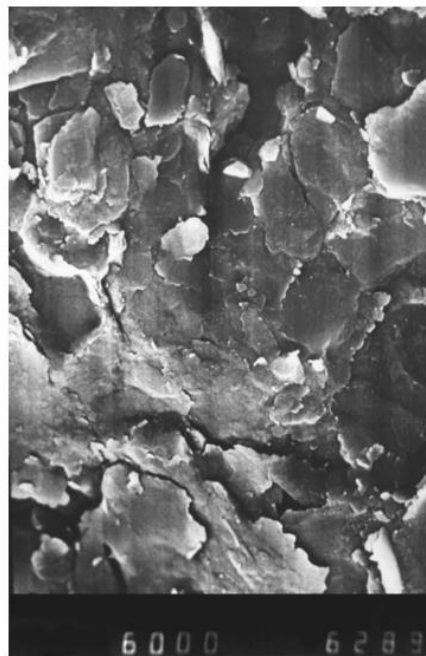


Figura 11. Imagen SEM del mineral Illita. Tomado de Murray (2006).

2.2.2.1.4 *Mineral Clorita*. La clorita está comúnmente presente en las lutitas y también en las capas inferiores asociadas con las vetas de carbón. Las cloritas minerales de arcilla difieren de las cloritas bien cristalizadas en que hay apilamiento aleatorio de las capas y también algo de hidratación (Murray, 2006).

La clorita es un mineral de capa 2: 1 con una lámina intercalada de brucita ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) (Figura 12). Existe un amplio rango de sustituciones de cationes en cloritas, más comúnmente Mg^{2+} , Fe^{2+} , Al^{3+} y Fe^{3+} (Murray, 2006).

La composición de clorita se muestra generalmente como $(\text{OH})_4(\text{SiAl})_8(\text{MgFe})_6\text{O}_{20}$. La lámina similar a la brucita en la posición de la capa intermedia tiene la composición general $(\text{MgAl})_6(\text{OH})_{12}$ (Murray, 2006).

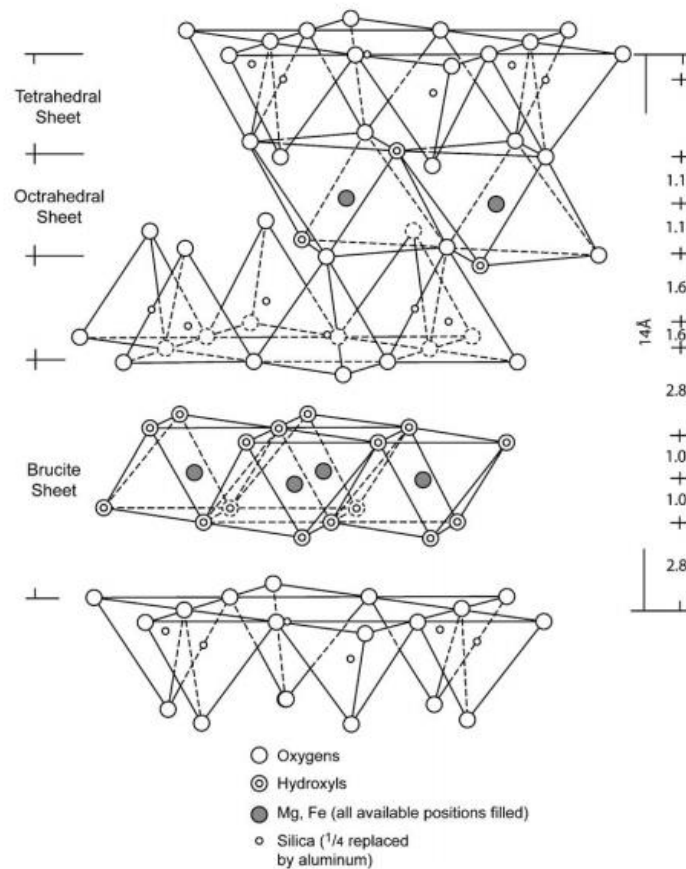


Figura 12. Esquema de la estructura de la Clorita. Tomado de Murray, 2006.

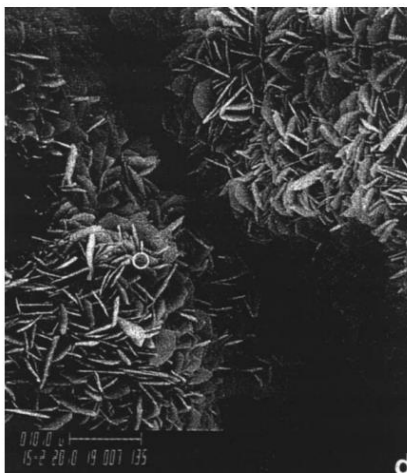


Figura 13. Imagen SEM del mineral Clorita. Tomado de Murray, 2006.

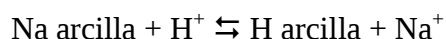
2.2.2.2. Propiedades químicas. De las diferentes propiedades químicas que comprenden las arcillas, las de mayor importancia en la industria del petróleo son la capacidad de intercambio catiónico de las mismas. Por esto, se anexa información sobre el Intercambio Iónico y el comportamiento de la arcilla al contacto con el agua, ambas propiedades están íntimamente relacionadas.

El intercambio iónico es inherente en las arcillas y es esta propiedad una de las razones por las cuales las arcillas son tan importantes en muchos gremios, no solo en la industria del petróleo, pues el comportamiento físico de ella depende en gran medida del intercambio iónico. Por ejemplo, las propiedades plásticas de una arcilla o suelo serán diferentes si sus cationes intercambiables son Ca^+ o Na^+ (Grim, 1953), por esto a veces a la mezcla de los ladrillos se les añade Carbonato de Sodio para mejorar sus propiedades plásticas.

El intercambio iónico, como lo implica el término, es el intercambio de un ion sostenido por una carga negativa cerca de una superficie mineral con otro que está presente en una solución en contacto con el mineral (Carroll, 1959). Los minerales de arcilla y las zeolitas tienen reacciones

de intercambio notables. Los enlaces rotos en los bordes de los minerales cristalinos también permiten el intercambio iónico; las cargas negativas son accidentales porque se deben en gran parte al tamaño de partícula de las placas minerales. La adsorción debida a estas cargas insatisfechas se considera como parte del intercambio iónico.

El intercambio de cationes en minerales de arcilla se puede establecer de forma simple así:



Sin embargo, los fenómenos de intercambio iónico no son simples; varían con el tipo de mineral de arcilla, la naturaleza del ion reemplazante, el pH de la solución, la concentración en la solución del ion reemplazante, los iones asociados en la solución y los cationes que ya están en las posiciones de intercambio de los minerales de arcilla (Carroll, 1959).

2.2.2.2.1 Capacidad de intercambio catiónico. De la consideración de los factores que influyen en la capacidad de intercambio de cationes se desprende que no existe un único valor de capacidad que sea característico de un grupo determinado de minerales arcillosos. Se debe mostrar un rango de capacidades para cada grupo. Dado que la capacidad de intercambio catiónico de un tipo de mineral dado puede variar con tantos factores, los valores de capacidad son rigurosamente comparables solo si se han obtenido mediante el mismo procedimiento estándar en materiales de atributos texturales y estructurales comparables (Grim, 1953).

Tabla 1.

Capacidad de intercambio catiónico para minerales arcillosos.

Minerales Arcillosos	C.I.C en Miliequivalentes por 100 g
Caolinita	3-15

Haloisita $2H_2O$	5-10
Haloisita $4H_2O$	40-50
Montmorillonita	80-150
Ilita	10-40
Vermiculita	100-150
Clorita	10-40
Sepiolita- Atapulgitita- Paligorskita	20-30

Nota: Adaptado de Grim, R. E. Clay Mineralogy. *McGRAW-HILL*, 76(4), 412.; 1953.

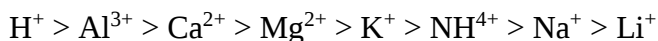
Grim aclara que los valores de la tabla 1 fueron tomados con un Ph de 7. Varios factores como el grado de cristalinidad, la concentración de la arcilla, el tamaño de partícula, la distorsión de la red, la naturaleza del catión, la obstrucción de posiciones de intercambio, etc., pueden afectar la capacidad de intercambio de cationes (Grim, 1953).

2.2.2.2.2 Comportamiento de las arcillas al contacto con el agua. Los enlaces de hidrógeno se forman normalmente entre los grupos O-H y los átomos de oxígeno, existe una tendencia a que las moléculas de agua se unan en una disposición tetraédrica. Se sabe que la superficie de los minerales de arcilla se compone de átomos de oxígeno o grupos hidroxilo dispuestos en un patrón hexagonal que pueden coincidir en puntos con un patrón similar en una estructura de agua con enlaces de hidrógeno (Low, 1961).

La esmectita es claramente mucho más reactiva que otros materiales minerales arcillosos. Las lutitas que contienen esmectita son las más sensibles al agua y las más hidratables. Las lutitas que contienen otros minerales arcillosos tienen una menor capacidad de hidratación,

aunque puedan ser sensibles al agua. La mayoría de las lutitas contienen varios tipos de arcillas en cantidades variables. La reactividad de una lutita depende de los tipos y de las cantidades de minerales arcillosos presentes en la lutita. Muchas veces, la CIC constituye una mejor medida de la reactividad de la arcilla que el análisis mineralógico deducido del análisis de difracción de rayos X (American Petroleum Institute, 1962).

El poder relativo de sustitución de un catión por otro está indicado por la siguiente secuencia:



Según el manual de fluidos de perforación, un catión puede servir de enlace para mantener unidas a las partículas del mineral arcilloso, lo cual reduce la hidratación. Los cationes multivalentes producen un enlace más fuerte entre las capas que los cationes monovalentes, lo cual resulta generalmente en la agregación de las partículas de arcilla. El potasio, un catión monovalente, constituye la excepción de la regla. Los cationes adsorbidos pueden hidratarse y atraer una envoltura de agua que tiene una forma definida. El tamaño y la forma del catión hidratado afectan su capacidad de encajar entre las superficies entre capas de la arcilla y afectan tanto el hinchamiento de la arcilla como la hidratación de la arcilla. Los espacios dentro de las capas de montmorillonita cristalina son de 2,8 Å. Los pequeños iones, como el potasio, que encajan entre las capas de arcilla, son intercambiados con mayor facilidad y de manera permanente. Además, los cationes que aumentan de tamaño al hidratarse extienden las distancias entre capas para estimular la hidratación de la arcilla. El calcio es un buen ejemplo, teniendo un diámetro hidratado de 19,2 Å. El litio es otro ejemplo, teniendo tres moléculas de agua y un diámetro hidratado de 14,6 Å. Los cationes monovalentes que tienen grandes diámetros hidratados causan el mayor hinchamiento y la mayor dispersión. Los cationes multivalentes que tienen pequeños diámetros hidratados son los más inhibidores. La Tabla 2 enumera el diámetro

iónico (cristalino) y el diámetro hidratado de los cationes que son comunes a los fluidos de perforación.

Después de adsorberse en la región entre capas, los cationes hidratados pueden deshidratarse con el tiempo y ser expuestos a altas temperaturas para que las distancias entre capas se reduzcan y que los cationes se vuelvan menos reactivos (American Petroleum Institute, 1962).

Tabla 2.

Radio iónicos y radios de hidratación de los cationes comunes. Tomado de API, 2001.

Catión	Diámetro Iónico	Diámetro Hidratado
Li ⁺	1,56	14,6
Na ⁺	1.90	11,2
K ⁺	2,66	7,6
NH ⁴⁺	2,86	5,0
Mg ²⁺	1,30	21,6
Ca ²⁺	1,98	19,2
Al ³⁺	1,00	18,0

Nota: Adaptado del American Petroleum Institute. Manual de fluidos de perforación. Primera Edición. Dallas; 2001.

2.2.3. Soluciones alcalinas y su interacción con las rocas. Según el nobel de química Svante Arrhenius, los álcalis son cualquier sustancia que en disolución acuosa aporta iones OH al medio. La alcalinidad a veces se usa incorrectamente de manera intercambiable con la basicidad. Por ejemplo, el pH de una solución puede reducirse mediante la adición de CO₂. Esto reducirá la basicidad; sin embargo, la alcalinidad se mantendrá sin cambios. Esto se debe a que la reacción neta produce el mismo número de equivalentes de especies que contribuyen positivamente (H⁺) que las especies que contribuyen negativamente (HCO₃³⁻ y/o CO₃²⁻).

Según Sheng, (2011) las sustancias alcalinas pueden reaccionar directamente con minerales de roca específicos. Cuando existen divalentes, Ca^{2+} y Mg^{2+} , los alcalinos reaccionaran con ellos y puede producirse precipitación. Un ejemplo es la disolución incongruente de anhidrita o yeso en la roca para producir el hidróxido de calcio menos soluble ($\text{CaSO}_4 (\text{s}) + \text{NaOH} \leftrightarrow \text{Ca} (\text{OH})_2 (\text{s}) + \text{Na}_2\text{SO}_4$). Las sustancias alcalinas también pueden disolver otros minerales de una roca, por ejemplo, sílice.

Al contrario del intercambio iónico, que es un proceso reversible rápido, la disolución de minerales de roca por compuestos alcalinos es un proceso cinético irreversible a largo plazo.

Como expone Wei et al., (2011), cuando las rocas entran en contacto con las sustancias alcalinas, se consume una porción de estos fluidos. Y ocurre de dos formas diferentes, consumo químico liderado por los minerales y absorción por la superficie de las rocas. Son las arcillas las que consumen mayor cantidad de álcali. En general, según Sheng (2011), el orden de consumo en el que el alcalino reacciona con las arcillas es el siguiente: Más alto para caolinita y yeso; moderado para montmorillonita, illita, dolomita y zeolita; moderadamente bajo para feldespato, clorita y cuarzo fino; más bajo para arena de cuarzo e insignificante para la calcita.

3. Método

En el presente trabajo se efectuaron dos procedimientos experimentales. Se quería observar cómo variaba la reactividad de arcillas después de interactuar con unas soluciones de NaOH, estos fluidos entran en contacto con la roca en la práctica a una presión y temperatura específica

(80°C y 1200 psi, datos otorgados por el ICP), todo esto bajo la presencia de las aguas de formación que circundan por las rocas. A pesar de esto, se quería ver, también, como cambiaban los resultados de la reactividad de estas arcillas si la experimentación se hacía a una temperatura constante, pero despreciando la presión de confinamiento y la química del agua de formación. Por esto, la experimentación adopta la siguiente dicotomía:

Unas rocas se vieron expuestas a unas condiciones de presión atmosférica a temperatura constante de 80°C donde la posibilidad de replicación del experimento era más factible, pues no requería que las rocas estuviesen en forma de plug sino pulverizadas (Pruebas Estáticas)

Otras rocas (Las que permanecían en forma de plug), se saturarían con un agua de formación replicada en el laboratorio con las características químicas del agua original encontrada en el pozo Bonanza 39, con una presión de confinamiento de 1200 psi a una temperatura de 80-100°C (Pruebas de Desplazamiento), de las cuales solo la roca 13 y 56 fueron aptas para el desplazamiento, pues la muestra 37 por su contenido de arcillas, presentaba una gran friabilidad y se corría el riesgo de dañar tanto la muestra como el equipo Restaurador de Mojabilidad durante el experimento.

3.1 Participantes

Este trabajo se desarrolló en diferentes escenarios científicos que aportaron en gran medida a la solución del problema expuesto, estos fueron:

El Instituto Colombiano del Petróleo (ICP) proporciono las muestras de roca que se usaron en la experimentación, además contribuyo con la mayoría de los análisis de Rayos X y algunas pruebas de azul de metileno.

La Universidad Industrial de Santander contribuyo con el préstamo de los espacios donde se realizó toda la experimentación. Las pruebas hidrotermicas se realizaron en el laboratorio de Química Estructural y las pruebas de azul de metileno en el laboratorio de Consultas Industriales, ambos espacios ubicados en la sede principal de la universidad. Y los experimentos que involucraron el desplazamiento del fluido bajo condiciones de presión y temperatura estuvieron bajo la supervisión del laboratorio de Petrofísica y Daño a la formación. El laboratorio de microscopia estuvo involucrado en la realización de los análisis SEM y el laboratorio de rayos X contribuyo al análisis de las rocas por difracción de rayos X, estos tres laboratorios se ubican en el Parque Tecnológico de Guatiguará en Piedecuesta.

3.2. Herramientas

Las 3 muestras otorgadas por el ICP pertenecen al campo bonanza 25 y se disponen en forma de plugs, estas son sus características:

Tabla 3.

Características de las muestras de roca usadas en la experimentación.

<i>Numero de</i>	<i>Profundidad</i>	<i>Porosidad y</i>	
<i>la muestra</i>	<i>(Pies)</i>	<i>permeabilidad</i>	<i>Características Microtexturales</i>
		<i>klinkenber a 800</i>	

			Roca tipo arenisca de grano fino
			con presencia de arcillas como
13	3144.50	Por: 13.3%	matriz y como agregados de tamaño
		Perm: 1.99 mD	limo ubicados en el espacio
			intergranular
		Por: 5.6%	Roca tipo lodolita limosa,
37	3169.29	Perm: 0.121mD	constituida por agregados de
			tamaño muy fino compactados.
			Roca tipo lodolita arcillosa formada
		Por: 7%	por agregados de tamaño fino con
56	3394.50	Perm: 2.17 mD	acomodación indistinta,
			compactados



Figura 14. Muestras de roca usadas para la experimentación.

- Compuestos químicos usados:

- Hidróxido de Sodio (NaOH) en forma de hojuelas del proveedor EMD Millipore Corporation con una pureza del 99% para la realización de las soluciones alcalinas con concentraciones de 3 M y 6 M. Se usaron 119 ,993 g de NaOH que se diluyeron en un litro de agua destilada para la creación de la solución NaOH 3 Molar. Y se usaron 239,980 g de NaOH que se diluyeron en un litro de agua destilada para la creación de la solución NaOH 6 Molar.
- Azul de metileno para las pruebas de Azul de metileno que mostrarían los resultados de la capacidad de intercambio catiónico de las muestras.

Para la realización del agua sintética de formación con la que habrían de saturarse los plugs de roca para los posteriores desplazamientos, se tomó como base la composición original del agua subterránea del campo Bonanza 39. Esta información fue otorgada por el ICP.

Tabla 4.

Concentración original de iones representativos en el agua de formación presente en el campo Bonanza.

Iones presentes en el agua de formación	Concentración en mg/L
Na⁺	1250
K⁺	74,2
Ca²⁺	59,7
Mg²⁺	15,7

Las concentraciones usadas para la preparación de 10 litros de agua de formación sintética fueron:

Tabla 5.

Compuestos usados para la recreación del agua de formación.

<i>Compuesto</i>	<i>Peso usado en mg</i>	<i>Proveedor</i>	<i>Pureza</i>
Cloruro de Sodio		EMD Millipore	
(NaCl) en polvo	3177,468	Corporation	99%
Cloruro de Potasio		EMD Millipore	
(KCl) en polvo	141,473	Corporation	99.5%
Cloruro de Calcio		EMD Millipore	
(CaCl₂·2H₂O) en polvo	218,989	Corporation	99%
Cloruro de		J. T. Baker	
Magnesio (MgCl₂) en polvo	131,296		99,99 %

- Equipo de laboratorio usado

Para la saturación de las rocas que se montarían en el equipo restaurador de mojabilidad se usó un desecador donde las muestras de roca se inundaron del fluido sintético. Un agitador magnético, un Erlenmeyer, un vaso de precipitado, maras y una bomba de vacío (Figura 15).

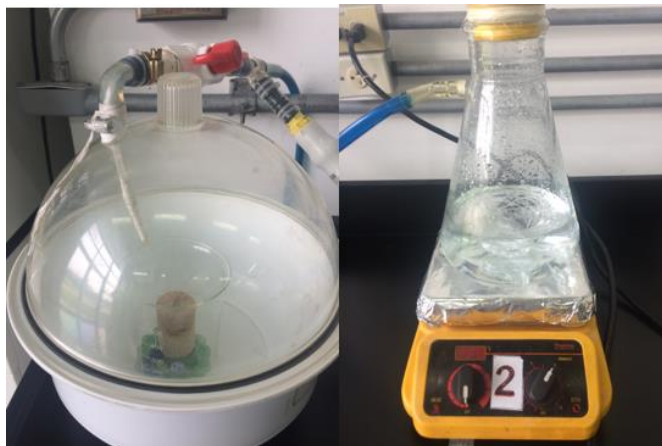


Figura 15. Desecador, Erlenmeyer y agitador magnético que se usaron para la saturación de las muestras con el agua de formación.

Para las pruebas estáticas se usaron reactores de teflón que contendrían las muestras de roca con el fluido alcalino. (Figura 16a).



Figura 16. Equipo usado para los tratamientos alcalinos hidrotérmicos. a) Reactor de teflón. b) Montaje para la filtración del fluido alcalino. c) Resultado del filtrado en el interior del horno que completaría la desecación de las muestras.

La filtración del fluido para aislar la roca después del tiempo de espera seleccionando para cada muestra en las pruebas estáticas se realizó con un Erlenmeyer, un embudo, papel de filtro, cajas petri y una bomba de vacío (Figura 16a y 16b).

Los equipos usados en este trabajo se retratan en la figura 17.

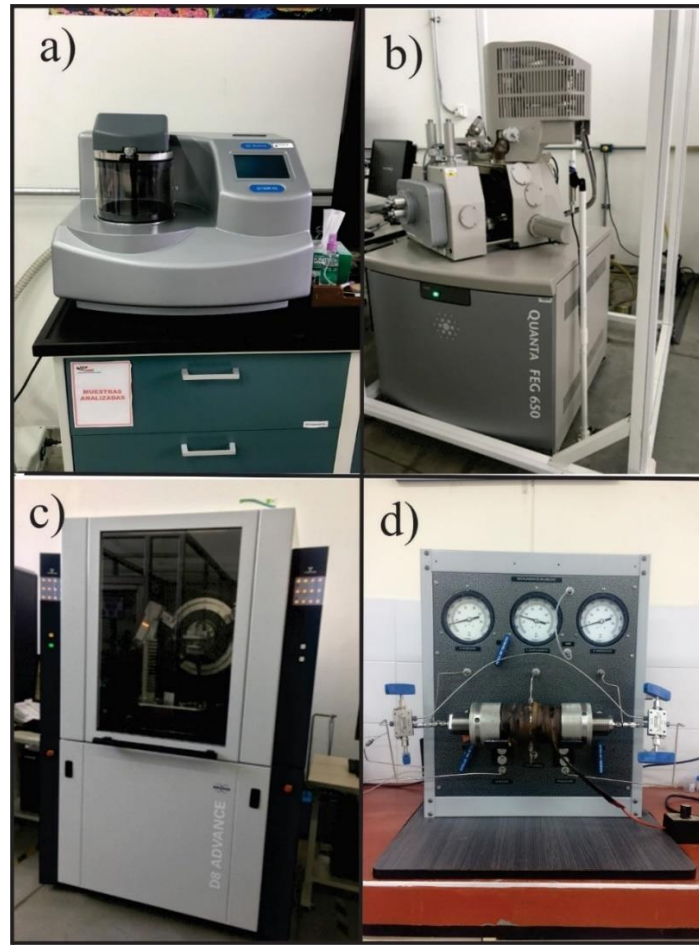


Figura 17. Equipos empleados para la realización del trabajo. a) Recubridor Quorum 150R b) Microscopio Electrónico de Barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650. c) Difractómetro de polvo marca Bruker modelo D8 ADVANCE con geometría DaVinci. d) Equipo Restaurador de mojabilidad.

- Equipo de recubrimiento usado para la preparación de las muestras a observar en el equipo SEM. (Figura 17a).
- Microscopio Electrónico de Barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650 (Figura 17b).

Características del equipo:

Las imágenes fueron tomadas con las siguientes características: Alto vacío, voltaje de aceleración 25kV.

Detector para imágenes:

Electrones secundarios (SE): Everhart Thornley detector ETD (para observar morfología)

Electrones retrodispersados (BSE): Back scattered electrón detector (BSED) tipo SSD (para observar variaciones de composición).

Para Análisis Químico: voltaje de aceleración 25Kv

Detector EDAX APOLO X resolución de 126.1 eV (en. Mn $K\alpha$) para realizar análisis EDS (Energy-Dispersive Spectroscopy). Software EDX Genesis, información semi-cuantitativa de los elementos químicos.

- Difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci (Figura 17c) ubicado en el parque tecnológico Guatiguara.
- Difractómetro de Rayos X Smartlab SE de Rigaku, ubicado en las instalaciones del ICP.

Tabla 6.

Condiciones bajo las cuales se realizaron las corridas de las muestras en los equipos DRX en el laboratorio de rayos X en Guatiguará y el ICP.

Condiciones del equipo	Difractómetro de polvo	Difractómetro de Rayos X
	marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci (UIS)	Smartlab SE de Rigaku (ICP)
Voltaje (kV)	40	40
Corriente (mA)	40	40
Rendija de divergencia (mm)	0,6	10
Rendijas Soller Primario (°)	2,5	2,5
Rendijas Soller Secundario (°)	2,5	2,5
Tamaño de paso (°2Theta)	0,02035	0,02034
Tiempo por paso (s)	0,6	0,7
Rango de registro (° 2Theta)	2 a 70	2 a 70
Radiación	CuKa1	CuKa1
Filtro	Niquel	Niquel
Uso de Anti-dispersor de aire	Si	Si
Detector	Lineal LynxEye	D/teX Ultra 250
Tipo de barrido	A pasos	1D

- Equipo Restaurador de Mojabilidad cuyo proveedor es Electroinstrumentación s.a.s.
(Figura 17d).

Este equipo funciona junto a una malla de calentamiento que rodea al portanucleos, una bomba dosificadora marca Eldex 5979 OPTOS y una bomba hidráulica manual marca Enerpac (Figura 18).



Figura 18. Herramientas usadas junto al Restaurador de Mojabilidad.

3.3. Procedimiento

Como se enunció al principio de este capítulo, se realizaron dos experimentaciones para este trabajo. Un tratamiento alcalino hidrotermal y unas pruebas de desplazamientos.

El procedimiento para el tratamiento alcalino hidrotermal en condiciones estáticas se resume en la figura 19.

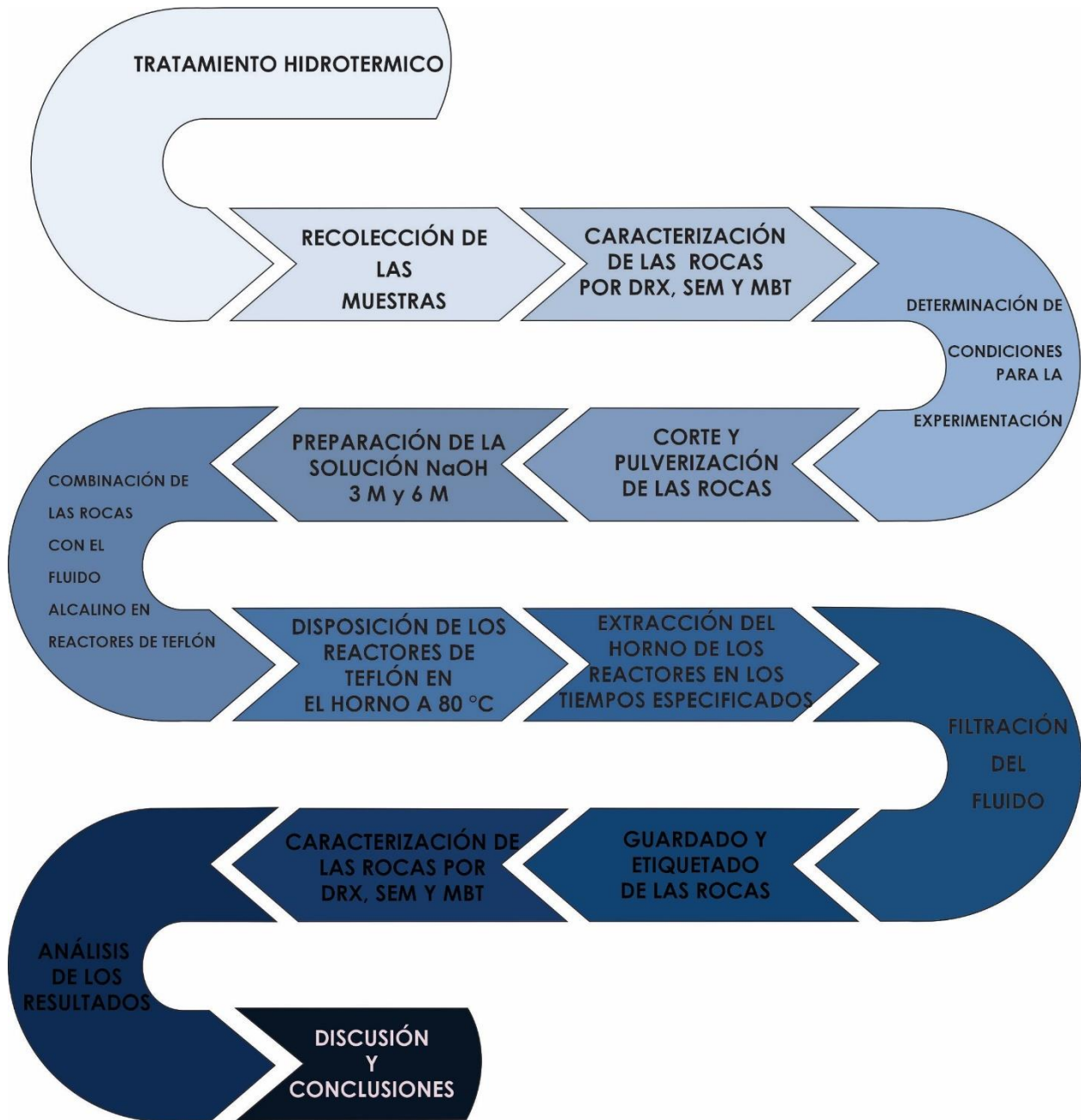


Figura 19. Metodología aplicada para la experimentación de las pruebas hidrotérmicas.

- Corte y pulverización de las rocas

El corte y pulverización de las rocas se realizó en las instalaciones de Guatiguará. Las partículas trituradas no se pasaron por una malla específica, solo se cerciuro de que los granos

resultaran con un tamaño de grano homogéneo. Al combinarse con el fluido alcalino, y al tapar cada reactor, se procede a agitar vigorosamente durante 3 minutos. Los diferentes tratamientos seleccionados se observan en la tabla 7.

- Filtración del fluido

La filtración del fluido se hace con el objetivo de aislar la roca después del tiempo de espera seleccionando para que cada muestra esté en las condiciones necesarias para ser analizada por los métodos analíticos descritos al final de este capítulo. El contenido de los reactores de teflón se vierte en el embudo donde previamente se ubica un papel filtro. La bomba de vacío ayuda a succionar el fluido que se quiere disociar de la roca, hasta que las partículas de la muestra en el papel filtro se ven levemente mojadas. Después de esto, se ubica el papel filtro en una caja Petri que irá a parar en el horno dispuesto a 70 °C por dos horas, para así completar el secado de las rocas (Figura 16).

El procedimiento para la experimentación en los desplazamientos se resume en la figura 20.

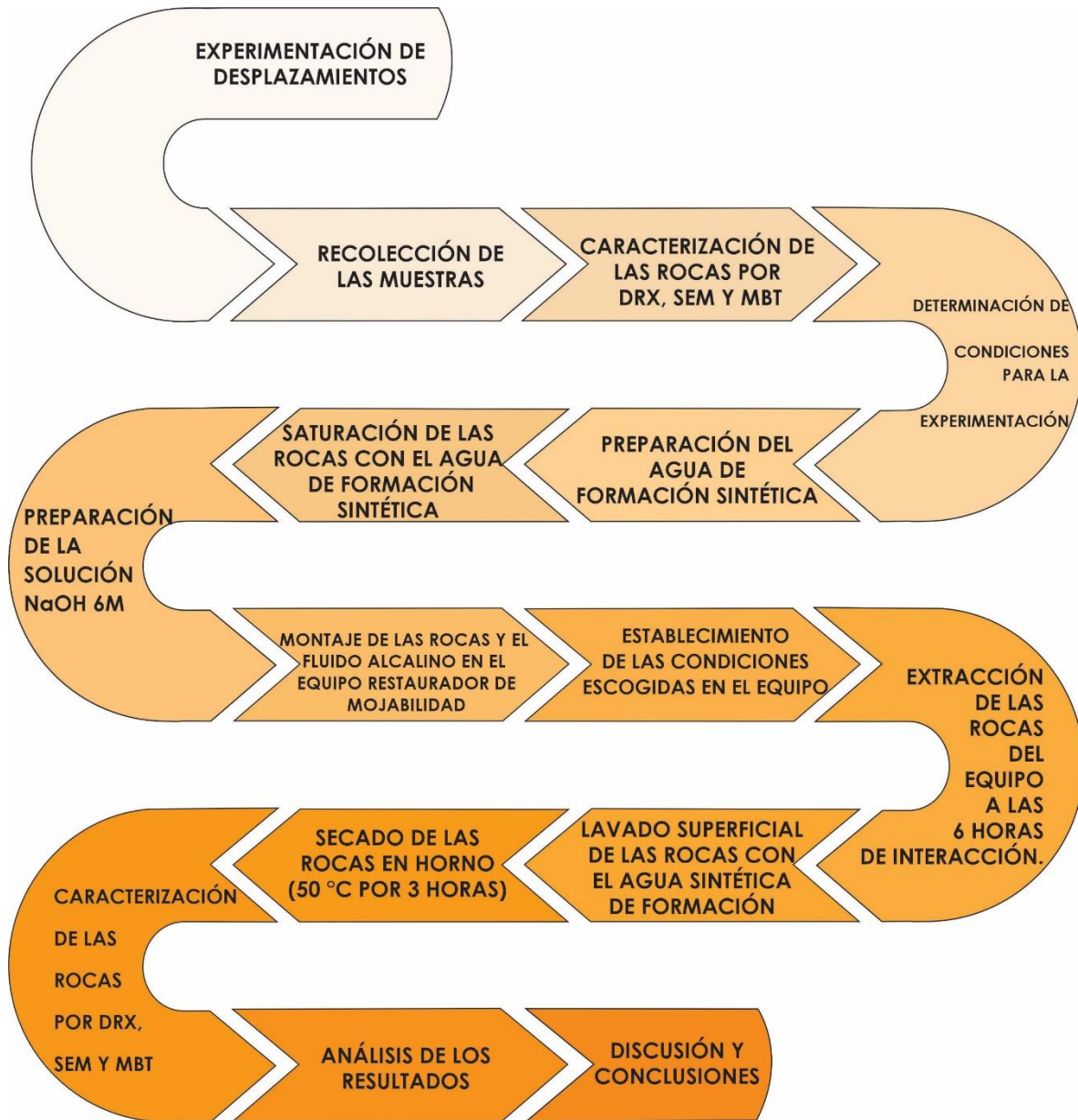


Figura 20. Metodología aplicada para la experimentación de las pruebas de desplazamiento.

- Saturación de las rocas con el agua de formación sintética

Se prepara el agua de formación sintética teniendo en cuenta la química del agua connata del campo donde pertenecen las muestras, los compuestos usados se muestran en la tabla 5. Se hace el montaje para la saturación al vacío que comprende un Erlenmeyer con un tapón, un

vaso precipitado, maras, un desecador, una bomba de vacío, un agitador y barra magnética (Figura 15). Se vierte el agua sintética en el Erlenmeyer junto con una barra magnética, este se dispone encima del agitador magnético y se calibra para que mantenga un ritmo de agitación. El Erlenmeyer se conecta mediante un tubo al desecador donde se dispone la muestra embebida en el agua sintética en un vaso de precipitado con las maras en el fondo para que la muestra no esté en contacto con la superficie del vaso. El desecador se conecta por medio de un tubo a la bomba de vacío, que se mantendrá encendida hasta que todos los poros de la muestra estén saturados con el agua, esto se comprueba si no se evidencian burbujas emanando de la roca.

- Montaje de la roca y establecimiento de las condiciones para el desplazamiento en el equipo Restaurador de Mojabilidad:

Se dispone el plug dentro del Core Holder asegurándose que quede en el centro. Se ajustan los cabezotes de producción e inyección en el Core Holder hasta que toquen la muestra. Se conecta la línea de confinamiento al porta núcleos y con la bomba de confinamiento se inyecta aceite mineral hasta purgar la línea. Se conecta la línea al manómetro de confinamiento y se presiona la bomba hasta alcanzar una lectura de 1200 psi. Se envuelve el Core Holder con la chaqueta de calentamiento y se conecta a una toma de corriente. Se verifica la presión del Core Holder en el manómetro de confinamiento y se purga abriendo lentamente la válvula de la bomba. Se repite este último paso hasta que la presión de confinamiento se estabiliza en 1200 psi.

Se carga el cilindro dispuesto en la parte trasera del equipo con la solución de NaOH de concentración 6 M. Se le hacen las conexiones al cilindro y se desplaza con la bomba de

desplazamiento Eldex, hasta purgar por la parte inferior del cilindro. Una vez purgado, se abre la válvula inferior del cilindro de desplazamiento. Luego se abre la válvula superior del cilindro y se purga la válvula de tres vías (Cabezote de inyección). Se abren las válvulas de inyección y producción de tres vías y se inicia el desplazamiento con la bomba Eldex a una velocidad de flujo de 2,2 mL/min. Los afluentes se recogen en un vaso de precipitado y se desechan en contenedores especiales para residuos básicos.

Tabla 7.

Tratamientos aplicados en las rocas 13, 37 y 56.

<i>Numero de tratamiento</i>	<i>Roca</i>	<i>Concentración de NaOH</i>	<i>Tiempo de interacción</i>	<i>Tipo de experimentación</i>
1	13	3 M	6 horas	Estática
2	13	3 M	72 horas	Estática
3	13	6 M	6 horas	Estática
4	13	6 M	72 horas	Estática
5	13	6 M	6 horas	Desplazamiento
6	37	3 M	6 horas	Estática
7	37	3 M	72 horas	Estática
8	37	6 M	6 horas	Estática
9	37	6 M	72 horas	Estática
10	56	3 M	6 horas	Estática

11	56	3 M	72 horas	Estática
12	56	6 M	6 horas	Estática
13	56	6 M	72 horas	Estática
14	56	6 M	6 horas	Desplazamiento

Los diferentes tratamientos a las rocas se evidencian en la tabla 7.

Procedimiento para la realización de los métodos analíticos:

Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

Las rocas pulverizadas se dispusieron en el porta muestras para proceder a ser recubiertas con carbono por el equipo de recubrimiento, con el fin de convertir la superficie de la roca conductora para que posteriormente en el equipo SEM se puedan apreciar las imágenes deseadas.

Difracción de rayos X (DRX)

La realización de este análisis requirió la preparación de las muestras que se explica a continuación:

Para el análisis del Bulk se procedió a pulverizar las muestras en mortero de ágata y a tamizarlas por una malla 400 (38 μm). El espécimen elegido de la muestra fue posicionado en un porta muestras de polimetilmetacrilato mediante la técnica de llenado frontal para el posterior análisis del equipo.

Para la disgregación y separación de las arcillas, se descarta la presencia de carbonatos aplicando HCl a las muestras. La roca pulverizada se vierte en un vaso de precipitado y se le

añade agua destilada hasta completar 200 mL. A esto se le añade 0,015 g de pirofosfato de sodio que se dispone en agitación por medio de una barra magnética en un agitador magnético por 30 minutos. En una probeta de 250 mL se agrega la solución agitada y se completa con agua destilada hasta llegar a los 250 mL. Se esperan 3 horas para después extraer una alícuota de 50 mL desde el tope de la probeta con una jeringa. Estas partículas suspendidas son vertidas en un recipiente limpio. Luego se disponen 3 portaobjetos donde se agregara cuidadosamente con una pipeta las partículas suspendidas. Estas muestras se ubican en una placa caliente hasta que se evapore el líquido. Uno de los portaobjetos pasara a ser analizado de esta forma al equipo, este es el tratamiento normal o secado al aire. Otro de los portaobjetos se llevara a una mufla que irá incrementando su temperatura gradualmente por tres horas hasta alcanzar 550°C y se mantendrá allí una hora más, este será el tratamiento calcinado y al tercer portaobjetos se le añadirá un tratamiento con glicol, este será el tratamiento glicolado.

Prueba de Azul de Metileno

Este procedimiento describe los pasos para determinar la capacidad de Intercambio catiónico o de azul de metileno, este ensayo se basa en la práctica recomienda API RP 13I del 2009.

Se llena una bureta completamente con la solución de azul de metileno. Con esta solución se va titulando la muestra de finos con el agua destilada en alícuotas de 1 ml a la vez.

Después de cada adición de solución se agita la suspensión por minuto. Después de ese lapso se toma con la punta de la barra de vidrio una gota de la suspensión y se vierte sobre el papel filtro para observar la apariencia de la gota sobre el papel.

El punto final del ensayo es cuando se observa alrededor de la gota la formación de un pequeño halo color azul cian. Si aún no se alcanza esta condición se debe seguir adicionando más solución de azul de metileno, de acuerdo con el inciso pasado.

Una vez que aparece el halo, se debe de continuar con la agitación cuatro minutos más y se debe volver a evaluar. Si el halo desaparece después de ese tiempo adicional, aún no se ha alcanzado el punto final del ensayo y se debe de continuar.

El valor de metileno par un material evaluado, se reporta como la cantidad de miligramos de azul de metileno adicionados a la suspensión hasta la aparición del halo.

$$AM = C_{sol}/P_{filler}$$

A_m = Valor del metileno meq/g

C_{sol} = Es la cantidad en mililitros necesaria para alcanzar el punto final del ensayo.

P_{filler} = Es la cantidad de material contenido en la suspensión.

4. Resultados

4.1 Caracterización de las rocas sedimentarias

A continuación, se muestran los resultados de la caracterización de las rocas sedimentarias antes de la interacción con los fluidos alcalinos.

4.1.1 Análisis de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

4.1.1.1 Imágenes SEM de la roca número 13. Esta arenisca, contenía una cantidad apreciable de cuarzo, que se identifica por su hábito característico y un EDS basado en sílice. Además, la muestra contenía pequeñas venas de 300 μm de espesor de un material negro que se identificó como materia orgánica, teniendo en cuenta su EDS donde predomina el carbono. Su contenido de arcillas, a pesar de no ser tan representativo como el cuarzo, alcanza a distribuirse de manera uniforme por la muestra, acompañando granos de mayor tamaño. Las caolinitas se organizan casi paralelamente unas con otras, mostrando una geometría semi hexagonal (Figura 21c), cogiendo espesores de 1 μm aproximadamente. Las illitas se posan sobre los cuarzos en forma de trazas alargadas y las esmectitas se encuentran en forma de hojuelas, acompañando a granos de mayor tamaño. También se hallan moscovitas distribuidas por la muestra con tamaños aproximados a 10 μm de grosor.

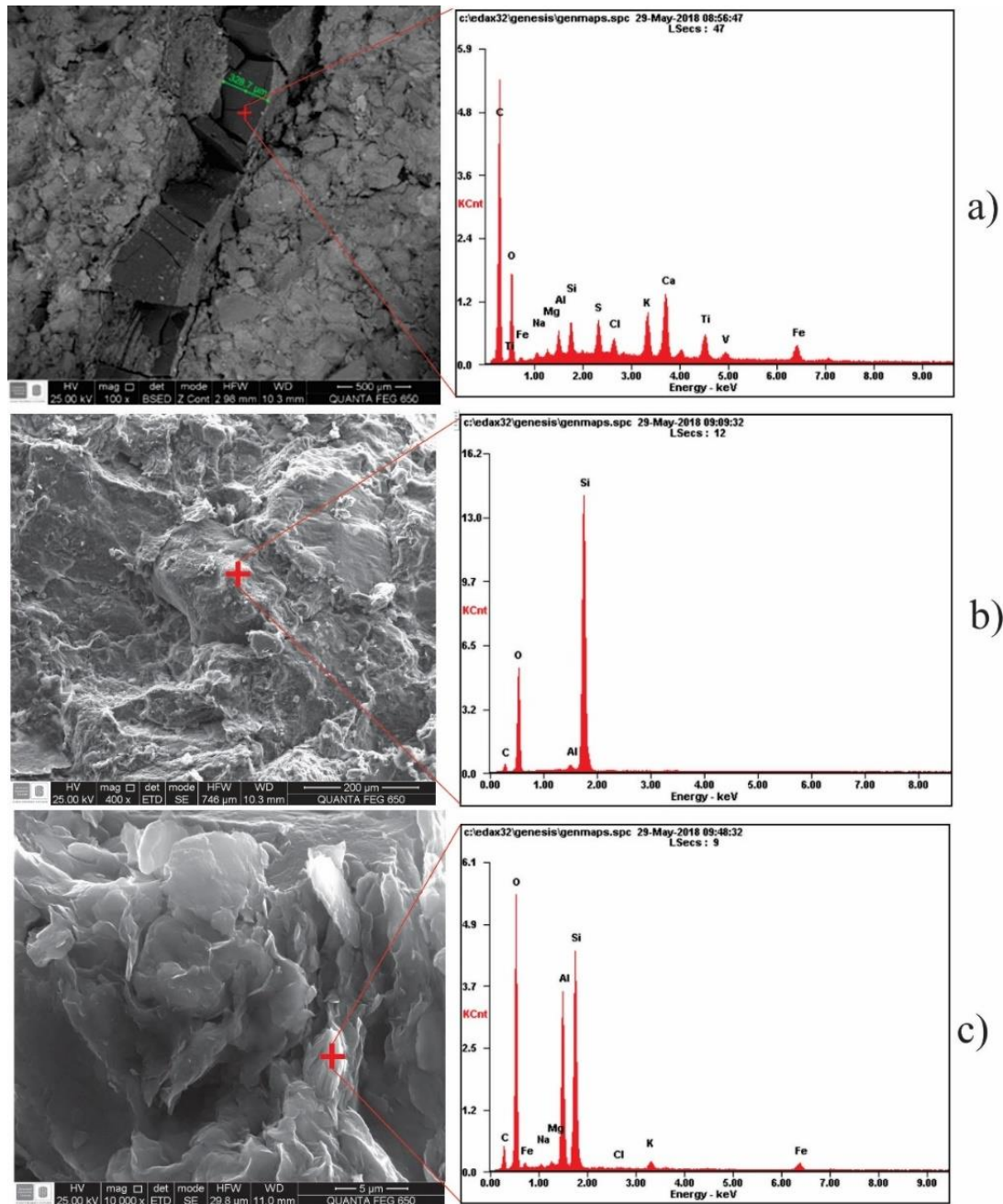


Figura 21. Imágenes SEM de la roca 13. La cruz roja indica el material analizado con el EDS (Derecha) que se identificó como: a) Materia orgánica. b) Cuarzo. c) Caolinita.

4.1.1.2 Imágenes SEM de la roca número 37. Esta lodolita cuenta con la mayor cantidad de arcillas en comparación a las otras muestras, estas se aprecian con gran facilidad en las imágenes SEM, donde las caolinitas se disponen con su forma planar característica, agrupándose las unas con las otras como expone Welton, (2003) rellenando poros (Figura 22). Las esmécticas se evidencian en forma de hojuelas y se identifican además por su EDS que muestra sus elementos característicos (Si, Al, Mg, Ca, Fe, K). Además, la muestra contiene piritas ocasionales que resaltan de una matriz fina circundante, su firma EDS confirma la aparición de este mineral por su característico contenido de azufre y hierro. El cuarzo también es representativo en la roca y muestra en la superficie minerales de illita en forma de delgados filamentos, asociación mineral descrita también por Welton (2003).

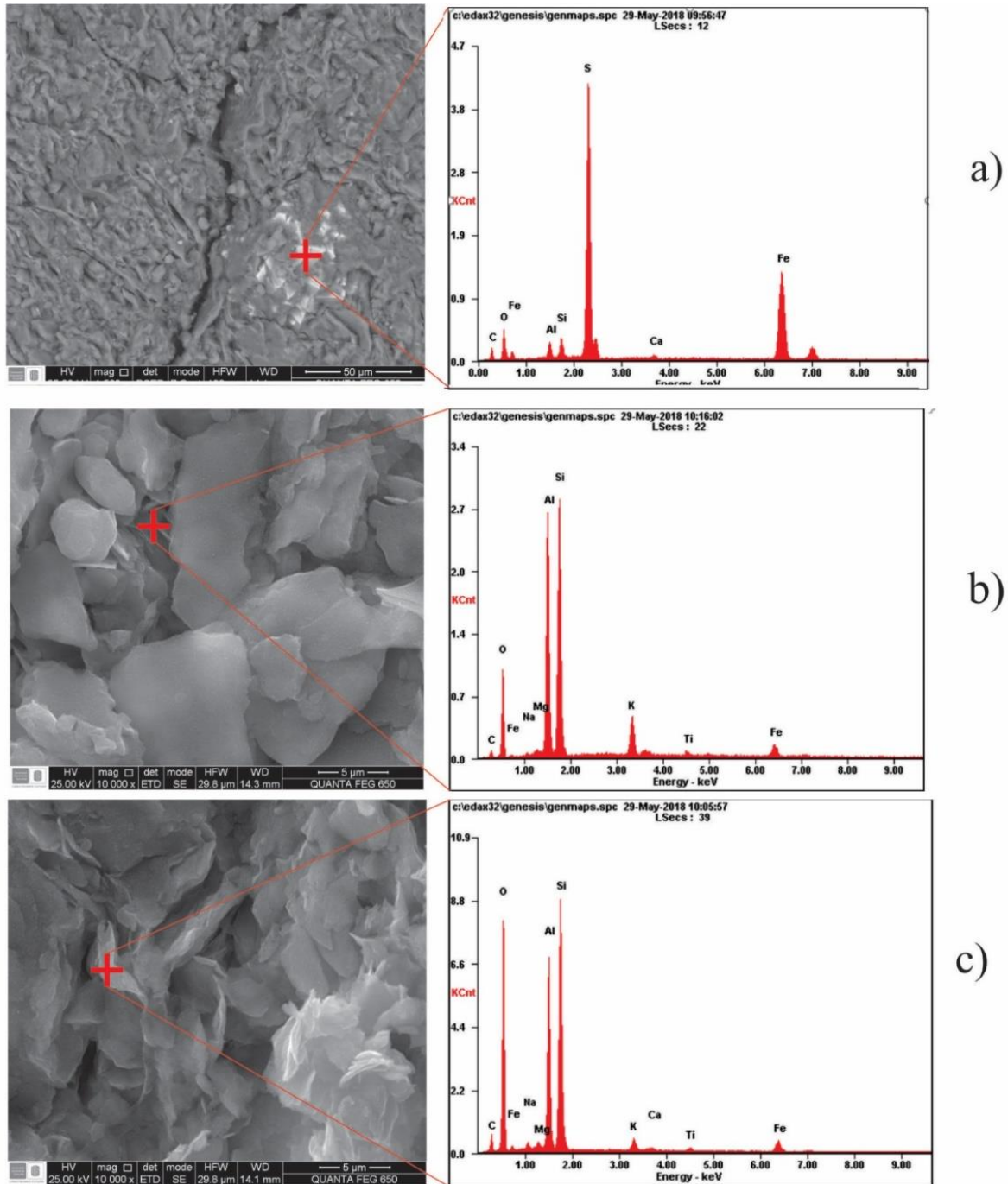


Figura 22. Imágenes SEM de la roca 37. La cruz roja indica el material analizado con el EDS (Derecha) que se identificó como: a) Pirita. b) Caolinita. c) Esmeclita.

4.1.1.3 Imágenes SEM de la roca número 56. Esta lodolita contiene una cantidad apreciable de cuarzo de tamaño fino, los cuales se ven rodeados de arcillas como caolinitas que se disponen típicamente con formas hexagonales y planas, agrupadas paralelamente unas con otras. Ilitas adornando las superficies de dichos cuarzos y esméticas en forma de hojuelas cuyo análisis EDS soporta los elementos característicos de este mineral (Si, Al, Fe). Se evidencia la presencia de hiperstena, este piroxeno se identifica por su habito tabular y su composición basada en Si, Fe y Mg cuyo EDS confirma (Figura 23).

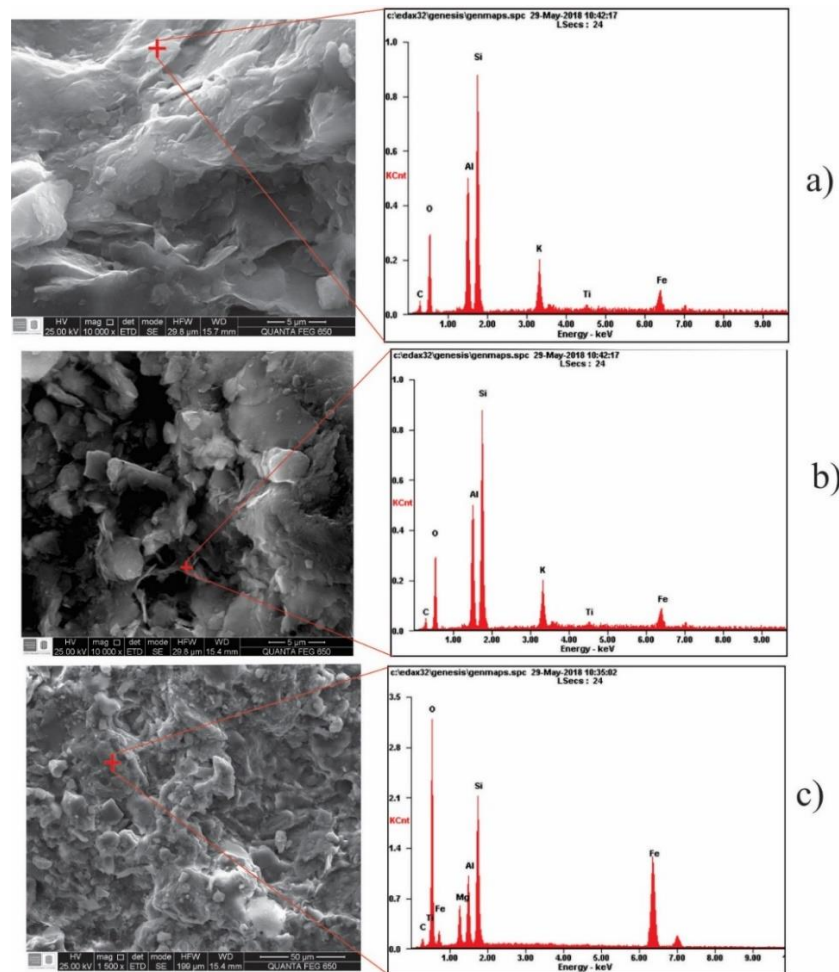


Figura 23. Imágenes SEM de la roca 56. La cruz roja indica el material analizado con el EDS (Derecha) que se identificó como: a) Esmectita. b) Ilita. c) Hiperstena.

4.1.2. Difracción de Rayos X (DRX)

4.1.2.1 Análisis Cualitativos (DRX)

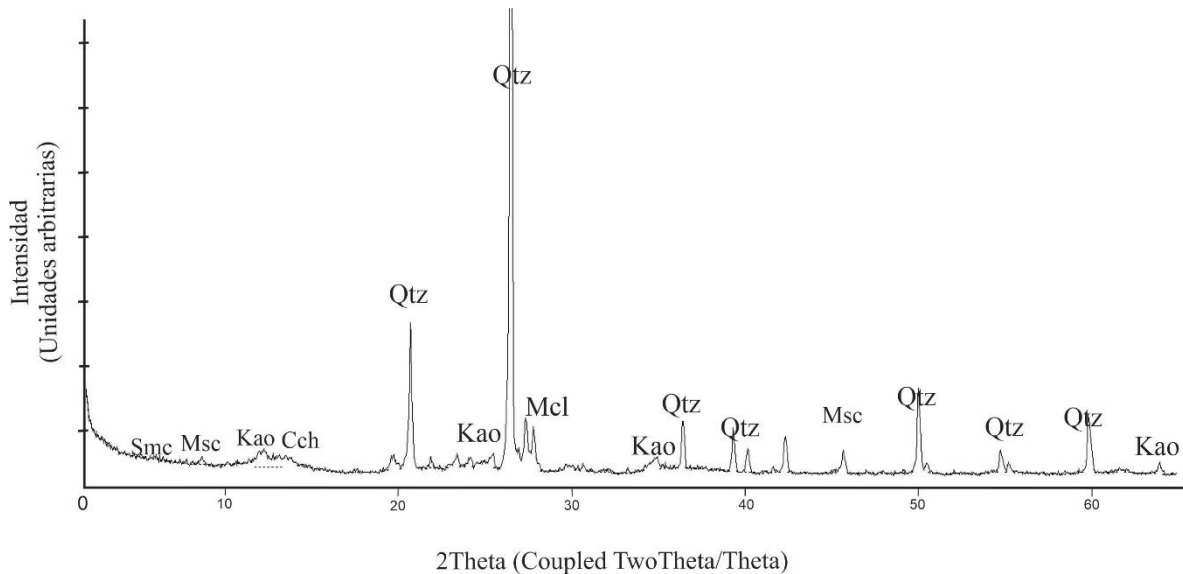


Figura 24. Difractograma de la roca 13. Muestra sin interacción con el fluido alcalino. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita, Cch=Clinocloro, Mcl= Microclina

4.1.2.1.1 DRX de la roca número 13. La interpretación de los resultado de DRX se realizó con la ayuda del equipo encargado del laboratorio de rayos X en el parque tecnológico Guatiguará y documentos como los de Moore & Reynolds, (1997). Se identificaron entonces los principales picos que se asocian con las diferentes fases minerales: El Cuarzo que típicamente coge valores 2 Theta en: 21, 27, 37, 39, 50, 55, 60°. La Moscovita que aparece en los valores 2Theta aproximados de: 8 y 46°. La Caolinita que coge los valores 2Theta en: 12, 25 y 35°.

Las Esmécticas que aparecen como pequeños picos a la izquierda del difractograma pero cuya presencia se evidencia mejor en el tratamiento de arcillas (Figura 25). El Clinocloro que se ubica al lado derecho del pico característico de la Caolinita en la posición aproximada de 13° del eje de las abscisas. La Microclina que tiene su pico característico al lado derecho del pico típico del Cuarzo en la posición 28° de los valores 2θ .

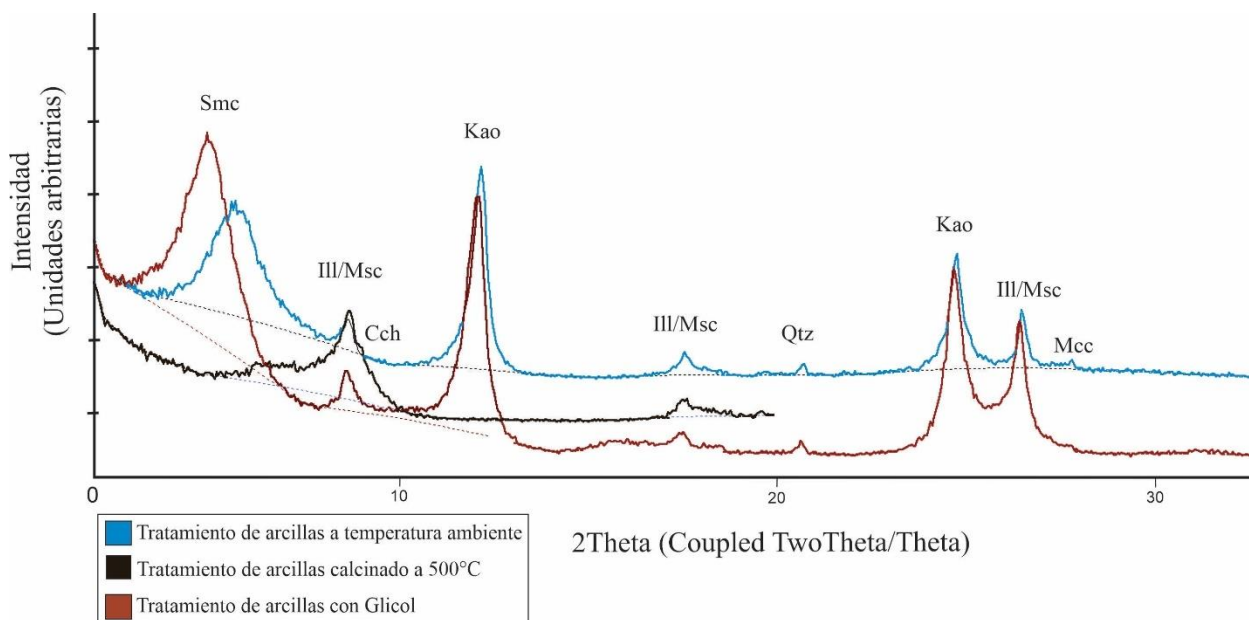


Figura 25. Difractogramas pertenecientes al tratamiento de arcillas de la roca 13 sin interacción con el fluido alcalino. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Ill= Ilita, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita, Mcc= Microclina.

La roca 13 tiene presencia de esmécticas que se observan en la variación de los picos en las tres graficas en los rangos de 0 a 8° 2θ aproximadamente, que según Moore & Reynolds, (1997) representan a este grupo. Se confirma la presencia de Caolinita con la desaparición de su pico característico en la gráfica que representa al tratamiento de arcillas calcinado. Las fases

minerales de la Moscovita y la Ilita coinciden en el mismo lugar en el eje de las abscisas. Se sabe de la presencia de ambos minerales por el SEM y el análisis cuantitativo efectuado por el ICP.

4.1.2.1.2 DRX de la roca número 37. La roca 37 contiene casi los mismos minerales que la roca 13. Se identificaron los principales picos que se asocian con las siguientes fases minerales: Cuarzo, Caolinita, Moscovita y Esmectita (Figura 26). Esta roca, en comparación a la 13, no presenta clinocloro pues debería observarse en el tratamiento de arcillas al lado del pico característico de la Ilita y Moscovita en la posición de 8° en la recta 2θ , lo cual no ocurre (Figura 27). La intensidad de las curvas identificadas para la caolinita indica una gran cantidad de este mineral en la roca 37 en comparación a la 13 y 56, además de unos picos más intensos en los valores 2θ pertenecientes a la esmectita (Figura 27). En cambio, la microclina no es tan abundante en esta muestra en comparación a la roca 13, según la intensidad de sus picos característicos.

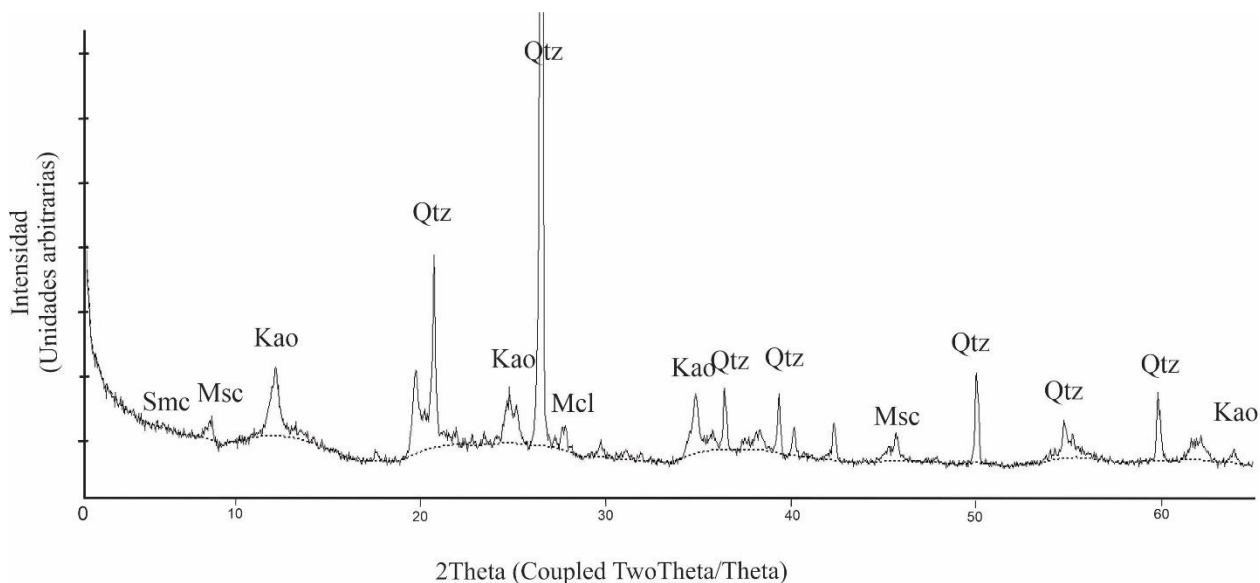


Figura 26. Difractograma de la roca número 37. Muestra sin interacción con el fluido alcalino. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita, Mcl= Microclina

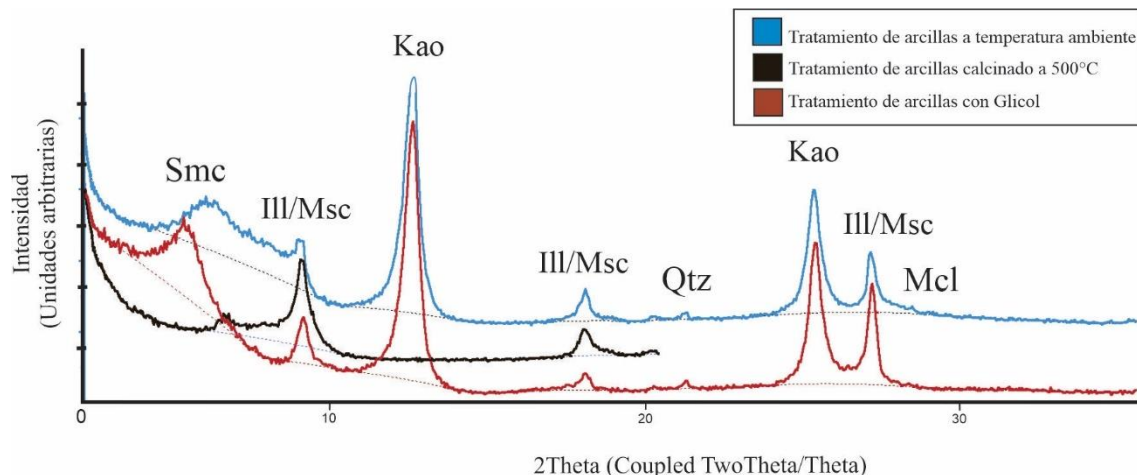


Figura 27. Difractogramas pertenecientes al tratamiento de arcillas de la roca 37 sin interacción con el fluido alcalino. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Ill= Ilita, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita, Mcl= Microclina.

4.1.2.1.3 DRX de la roca número 56. Al igual que las dos muestras anteriores, esta muestra también aloja fases minerales similares donde se identificaron los principales picos correspondientes a: Cuarzo, Caolinita, Moscovita, Esmectita y Clinocloro (Figura 28). En comparación a las otras dos muestras, esta roca presenta un bajo contenido de microclina. Y contiene caolinita en cantidades apreciables según la intensidad de los picos determinados para este mineral, aunque no supera el porcentaje de la roca 37. Las intensidades observadas para los picos característicos de las esmécticas son mucho más bajas, en comparación a las otras dos rocas.

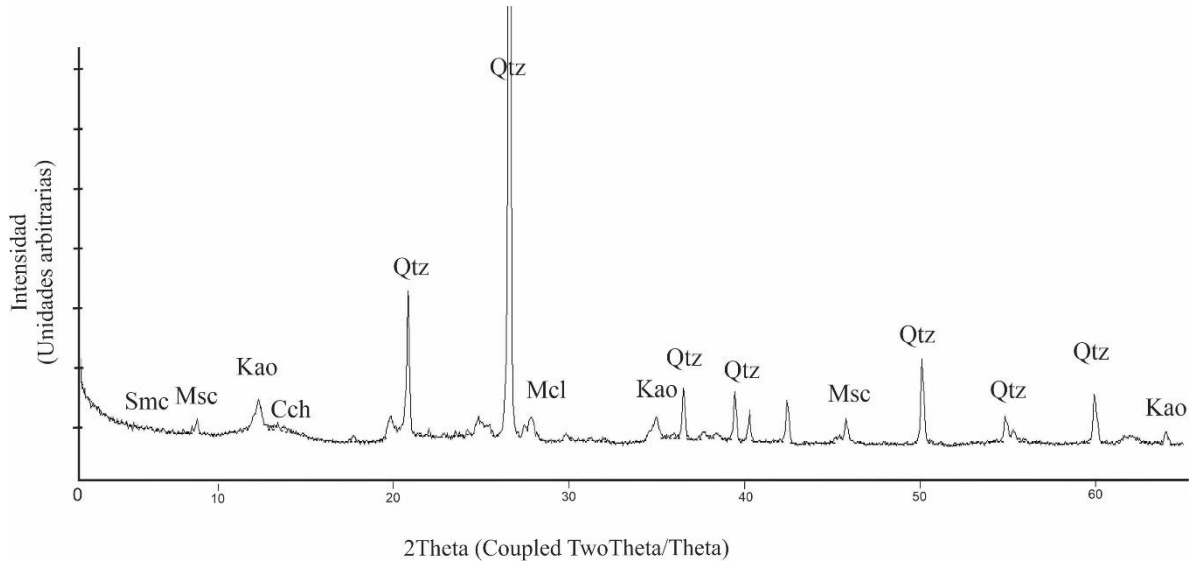


Figura 28. Difractograma de la roca número 56. Muestra sin tratamiento. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Cch=Clinocloro, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita, Mcl= Microclina

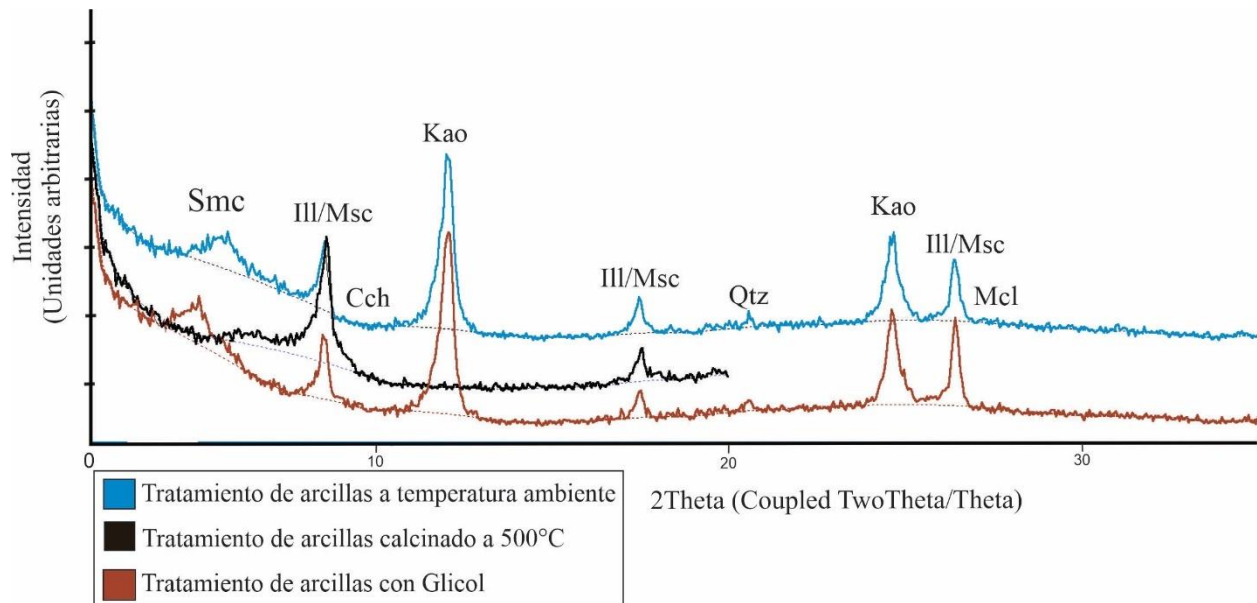


Figura 29. Difractogramas pertenecientes al tratamiento de arcillas de la roca 56 sin interacción con el fluido alcalino. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Ill= Ilita, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita, Cch= Clinocloro, Mcl= Microclina.

4.1.2.2 Análisis cuantitativos (DRX). Los resultados cuantitativos fueron realizados por el ICP. Y concuerdan con el análisis cualitativo presentado anteriormente, que demuestra la diversidad en el contenido de arcillas que presentan las tres rocas. Siendo la roca 37 la de mayor contenido, siguiendo la roca 56 y por último la roca 13.

Tabla 8.

Resultados cuantitativos del análisis DRX. Representando el bulk de la muestra.

<i>Numero de</i>	<i>Arcillas</i>	<i>Cuarzo</i>	<i>Microclina</i>	<i>Albita</i>	<i>Otros</i>
<i>Roca</i>	<i>(% en peso)</i>	<i>(% en peso)</i>	<i>(% en peso)</i>	<i>(% en peso)</i>	<i>(% en peso)</i>
13	17	68	<5	<5	<5
37	45	40	<5	<5	<5
56	32	53	<5	<5	<5

Tabla 9.

Resultados cuantitativos del análisis DRX. Representando la fracción menor a 2 micras.

<i>Numero de</i>	<i>Esmécticas</i>	<i>Cloritas</i>	<i>Ilita</i>	<i>Caolinita</i>	<i>Cuarzo</i>
<i>Roca</i>	<i>(% en peso)</i>	<i>(% en peso)</i>	<i>(% en peso)</i>	<i>(% en peso)</i>	<i>(% en peso)</i>
13	36	9	12	38	<5
37	11	7	19	58	<5
56	9	12	28	46	5

4.1.3 Analisis de Capacidad de Intercambio Cationico (CIC). Los resultados presentados de la CIC concuerdan con la cantidad de arcillas que alojan las muestras. Siendo la roca numero 37 la de mayor capacidad de intercambio catiónico.

Tabla 10.

Capacidad de intercambio catiónico de las rocas a usar para la experimentación.

<i>Numero de roca</i>	<i>CIC (Meq/100g)</i>
<i>13</i>	10
<i>37</i>	18,5
<i>56</i>	14

4.2. Caracterización de las rocas después de la interacción con el fluido alcalino.

4.2.1 Análisis de Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

4.2.1.1 Imágenes SEM de las pruebas estáticas pertenecientes a la roca número 13. En la mayoría de las muestras que se vieron involucradas en las pruebas estáticas surgieron unos minerales con forma de rosetas de tamaño menor a una micra adheridos a las superficies de diferentes minerales. Estas lepisferas (Figura 30 y 31) contienen un porcentaje considerable de sodio y se identificaron como sodalitas, teniendo en cuenta el EDS y la morfología descrita por Ríos, et al, (2012). A medida que la concentración y el tiempo de exposición aumentan, las sodalitas se manifiestan con mayor recurrencia.

También se reconoce una nueva fase mineral identificada como Cancrinita, que se evidencia solo en el tratamiento 4 (Tabla 7) donde la concentración y el tiempo de exposición son mayores. La morfología de lepisferas es característica en mezclas de cancrinita y Sodalita (Chorover et al., 2003; Ríos et al., 2012). La transformación de pequeños cristales de Sodalita a una fase más estable de cancrinita se observa en la figura 31.

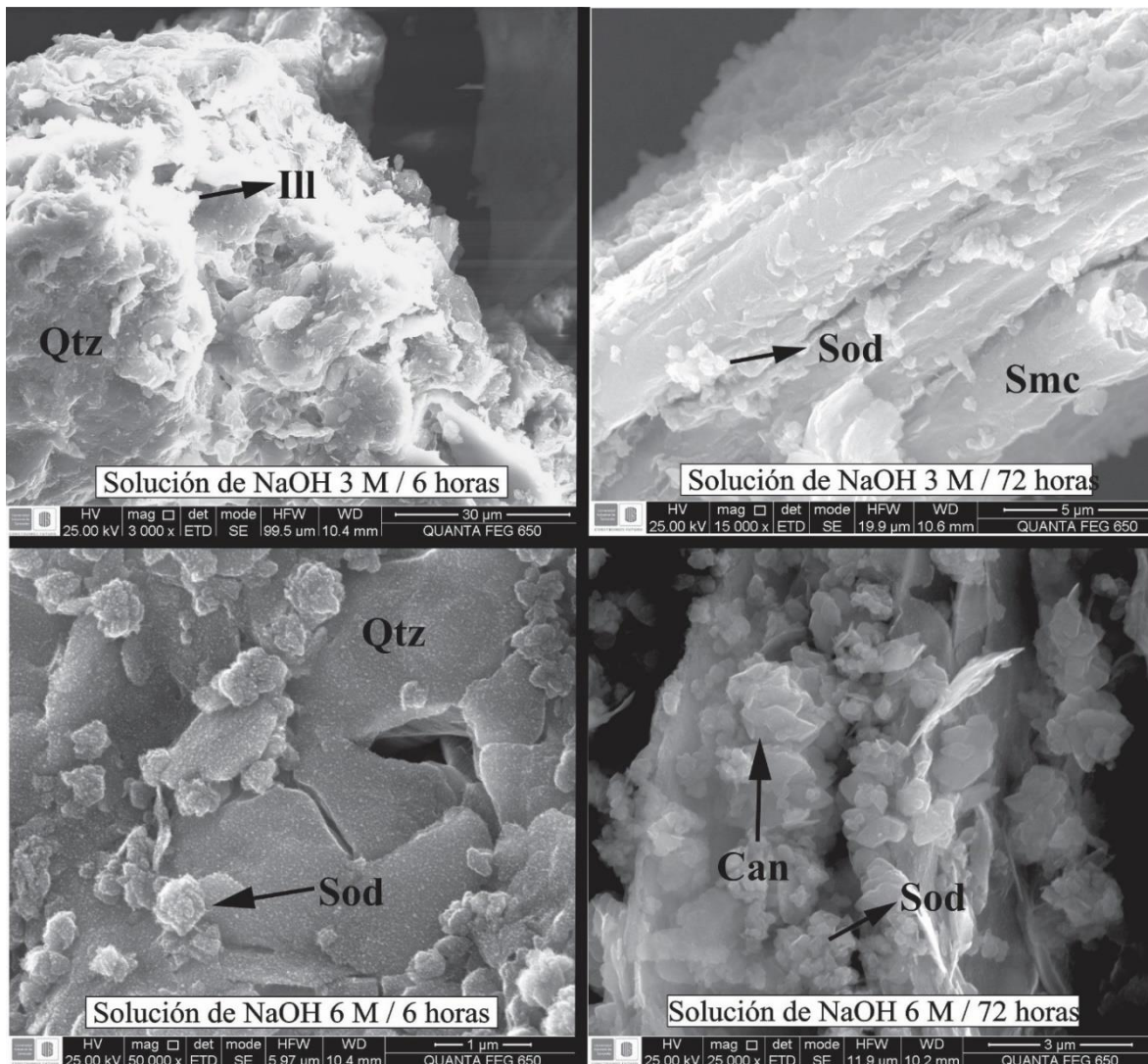


Figura 30. Imágenes SEM de la roca numero 13 después de las diferentes interacciones con el fluido alcalino. Qtz= Cuarzo, Smc= Esmectita, Sod= Sodalita, Can= Cancrinita.

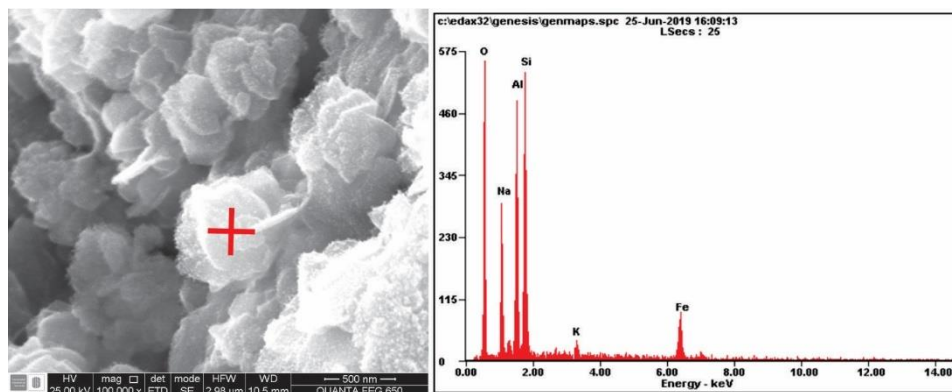


Figura 31. Imagen SEM de la roca numero 13 después de la interacción con el fluido alcalino.

Muestra tratada con una solución de NaOH 6 M durante 72 horas. La cruz roja indica el material analizado con el EDS (Derecha) que se identificó como Sodalita.

4.2.1.2 Imágenes SEM de la prueba de desplazamiento pertenecientes a la roca número 13.

Se distinguieron paquetes de cloritas inalteradas, alineadas paralelamente. Además de esmécticas en forma de hojuelas y caolinitas pseudo hexagonales incrustadas en una matriz de más arcillas de menor tamaño. Se identificaron teniendo en cuenta la morfología descrita por Welton, (2003) y el análisis EDS donde se observan los elementos representativos de cada mineral.

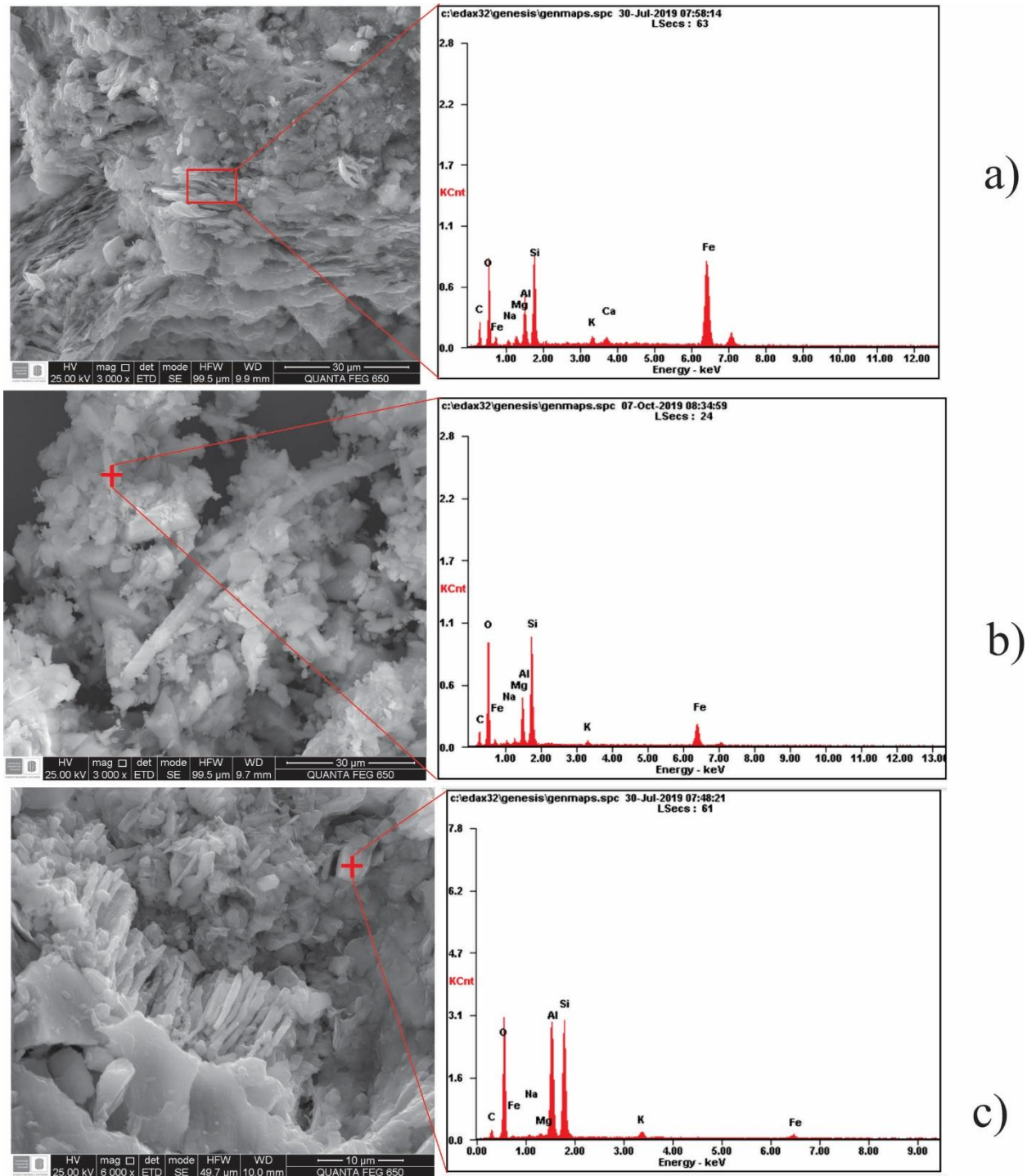


Figura 32. Imágenes SEM de la roca 13 después de la interacción con el fluido alcalino en condiciones de pozo. La cruz roja indica el material analizado con el EDS (Derecha) que se identificó como: a) Cloritas. b) Esmécticas. c) Caolinitas.

4.2.1.3 Imágenes SEM de las pruebas estáticas pertenecientes a la roca número 37. La roca 37 presenta una matriz arcillosa considerable, con una friabilidad alta. Por esta razón se decidió no usar en las pruebas de desplazamiento puesto que comprometía el funcionamiento del equipo restaurador de la mojabilidad. A continuación, se muestran los resultados SEM de las pruebas estáticas realizadas.

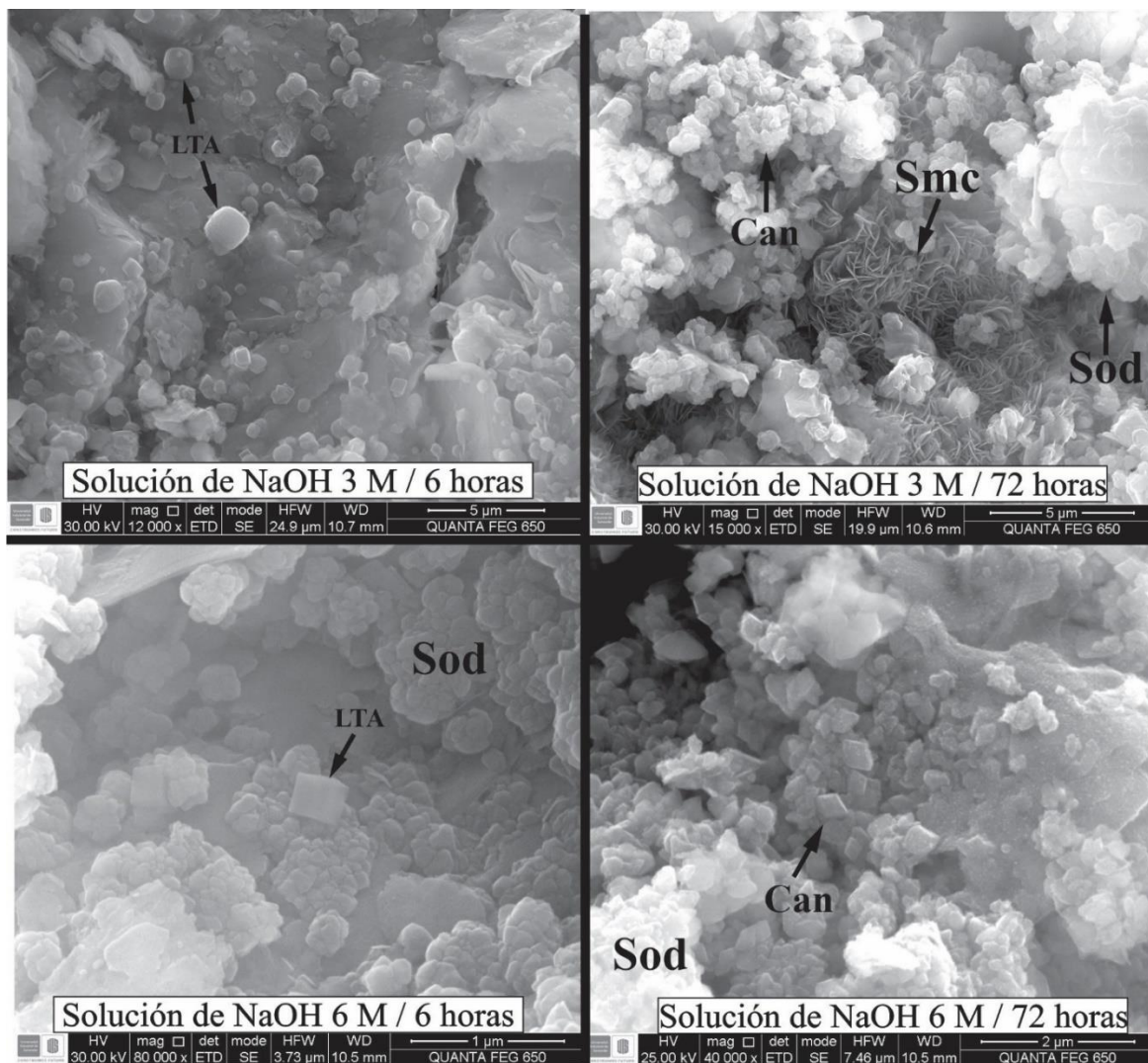


Figura 33. Imágenes SEM de la roca numero 37 después de las diferentes interacciones con el fluido alcalino en pruebas estaticas. Qtz= Cuarzo, Smc= Esmectita, Sod= Sodalita, Can= Cancrinita, LTA= Zeolitas tipo A.

Se observa la aparición de nuevas fases minerales que coinciden con lo visto en la roca 13. Las morfologías características de la Sodalita y la cancrinita se evidencian en las 4 muestras tratadas de la roca 37, además de la clara aparición de zeolitas tipo A (LTA) con su distintivo arreglo cubico con tamaños menores a una μm , también observado por Ríos et al., (2012). El análisis EDS confirma su presencia determinando los elementos característicos de la zeolita tipo A (Si, Al, Na). Las zeolitas A decaen en cantidad a medida que la concentración del fluido y el tiempo de exposición aumenta. Siendo el tratamiento numero 6 (Tabla 7) el que propició la mayor producción de zeolitas tipo A. Caso contrario a las sodalitas y cancrinitas, que proliferan en cuanto el tratamiento aumenta en concentración y tiempo de interacción.

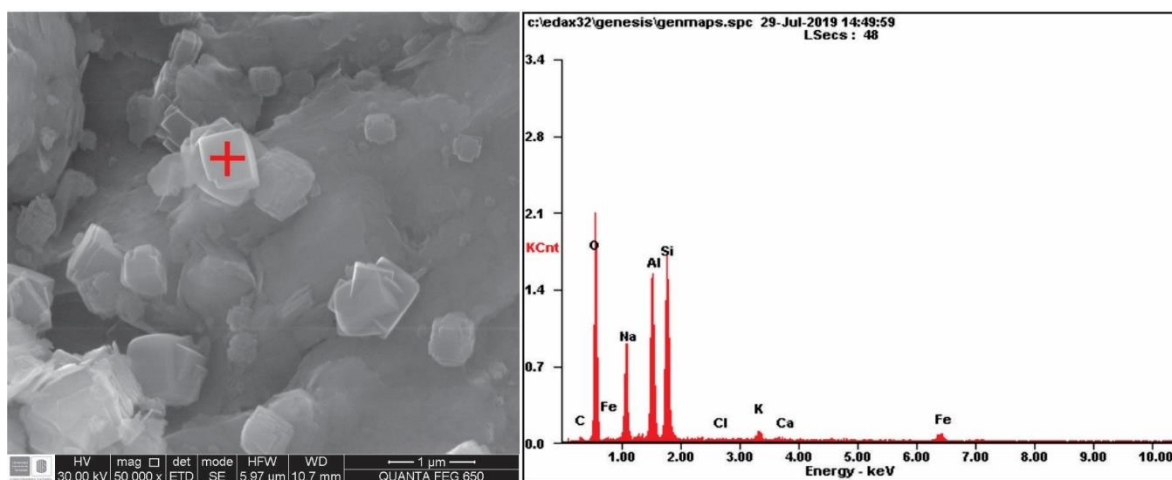


Figura 34. Imagen SEM de la roca numero 37 después de la interacción con el fluido alcalino. Muestra tratada con una solución NaOH 3 M en condiciones estáticas. La cruz roja indica el material analizado con el EDS (Derecha) que se identificó como Zeolita tipo A.

4.2.1.4 Imágenes SEM de las pruebas estáticas pertenecientes a la roca número 56. Los tratamientos aplicados en esta roca también ayudaron a la creación de sodalitas y cancrinitas, que

abundan en las paredes de diversos minerales (Figura 35). Solo el tratamiento 11 (Tabla 7) propició la aparición de las Zeolitas tipo A. Se nota también que, a mayor concentración del compuesto alcalino y tiempo de contacto con el mismo, tanto sodalitas como cancrinitas tienden a multiplicarse.

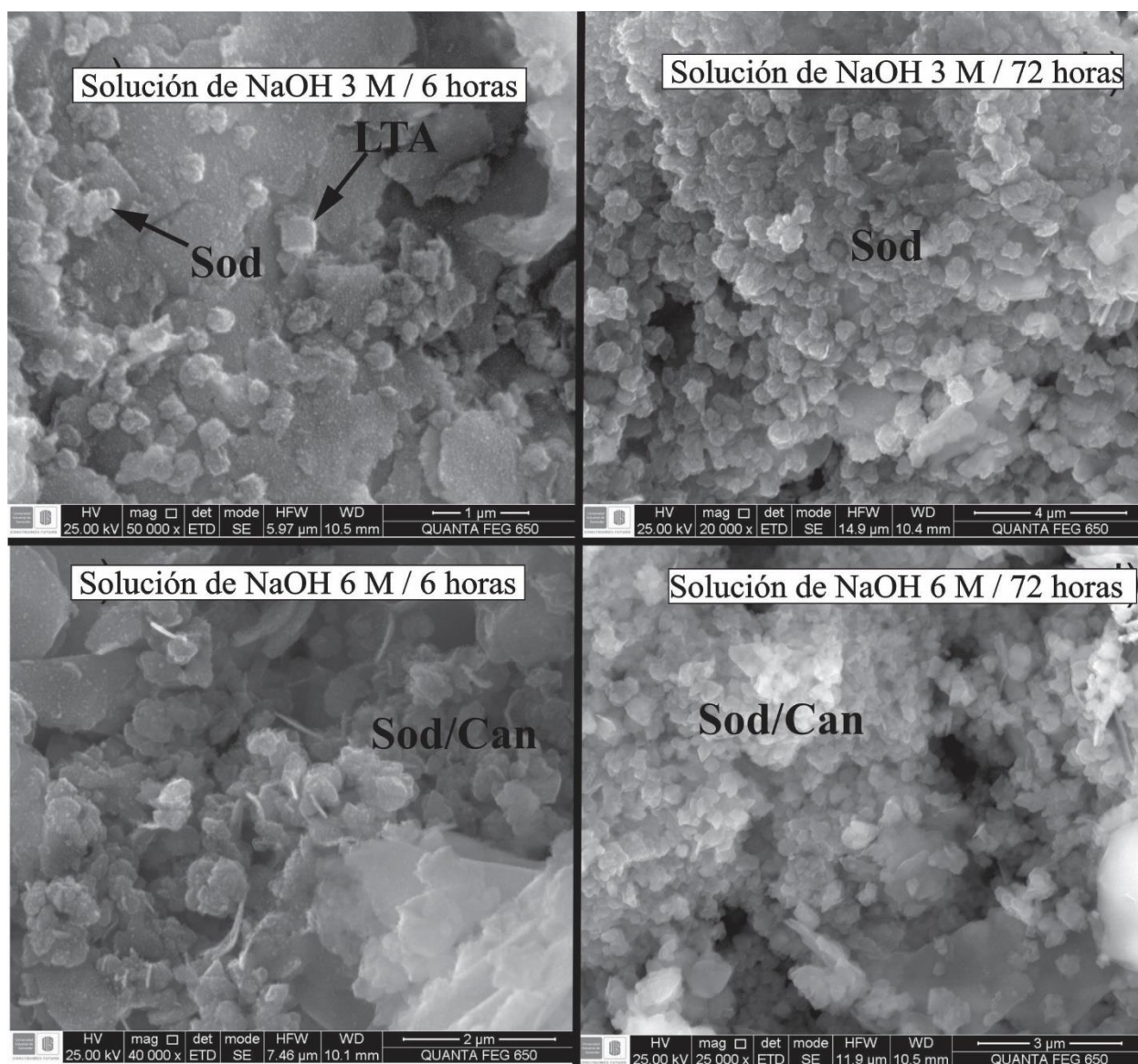


Figura 35. Imágenes SEM de la roca numero 56 después de las diferentes interacciones con el fluido alcalino en pruebas estáticas. Sod= Sodalita, Can= Cancrinita, LTA= Zeolitas tipo A.

4.2.1.5 Imágenes SEM de la prueba de desplazamiento pertenecientes a la roca número 56.

Este tratamiento, desde el punto de vista morfológico, no afectó en gran medida a la roca. No hay rastros visibles de precipitación de nuevas fases minerales. Las piritas se conservaron, y arcillas como la caolinita que son las más susceptibles al cambio bajo condiciones alcalinas se observaron relleno de poros, pero sin ningún nuevo mineral en su superficie. Las esmécticas y cloritas mantuvieron la morfología antes observada.

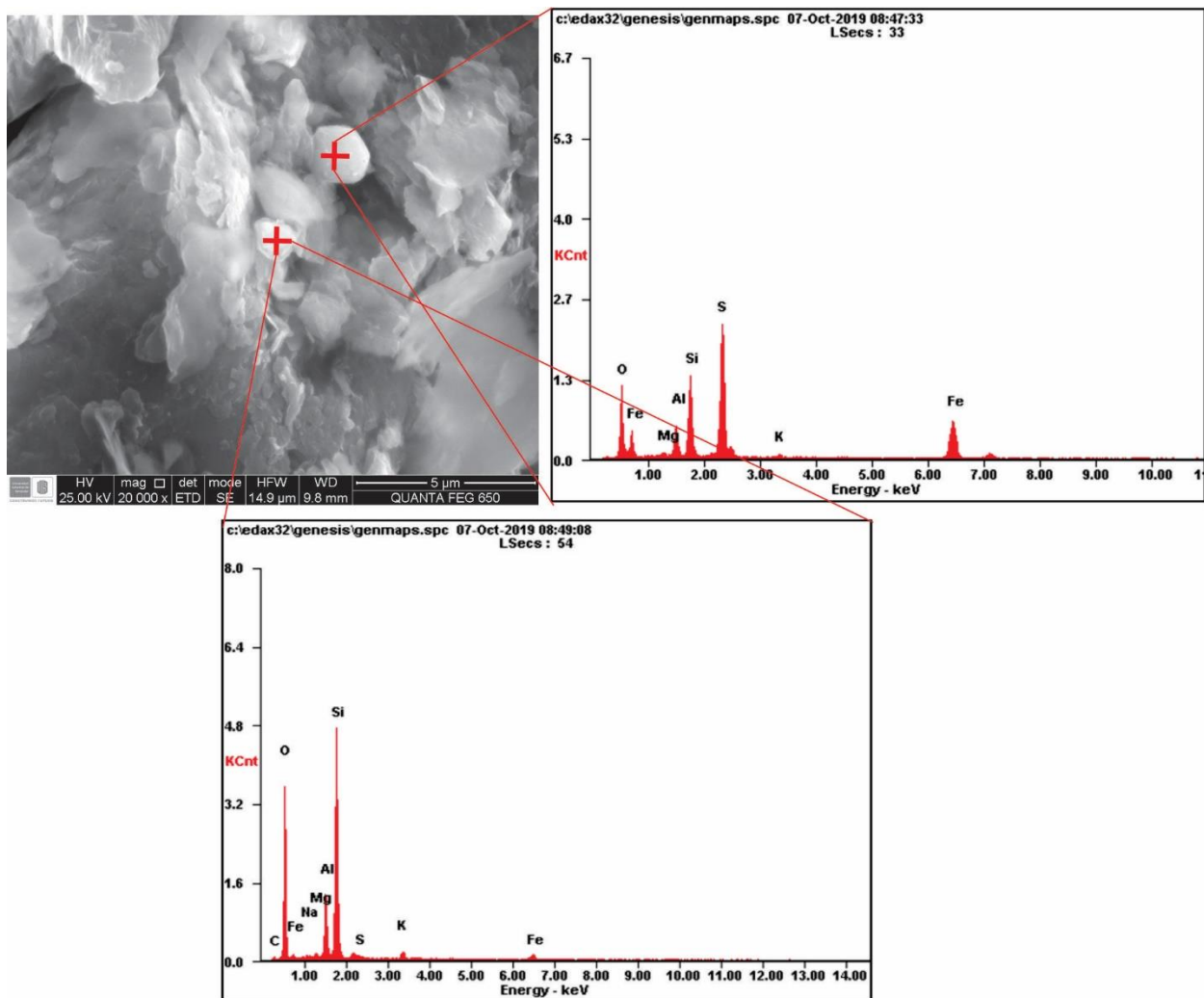


Figura 36. Imágenes SEM de la roca 56 después de la interacción con el fluido alcalino en condiciones de pozo. La cruz roja indica el material analizado con el EDS (Derecha) que se identificó como: a) Piritita b) Clorita.

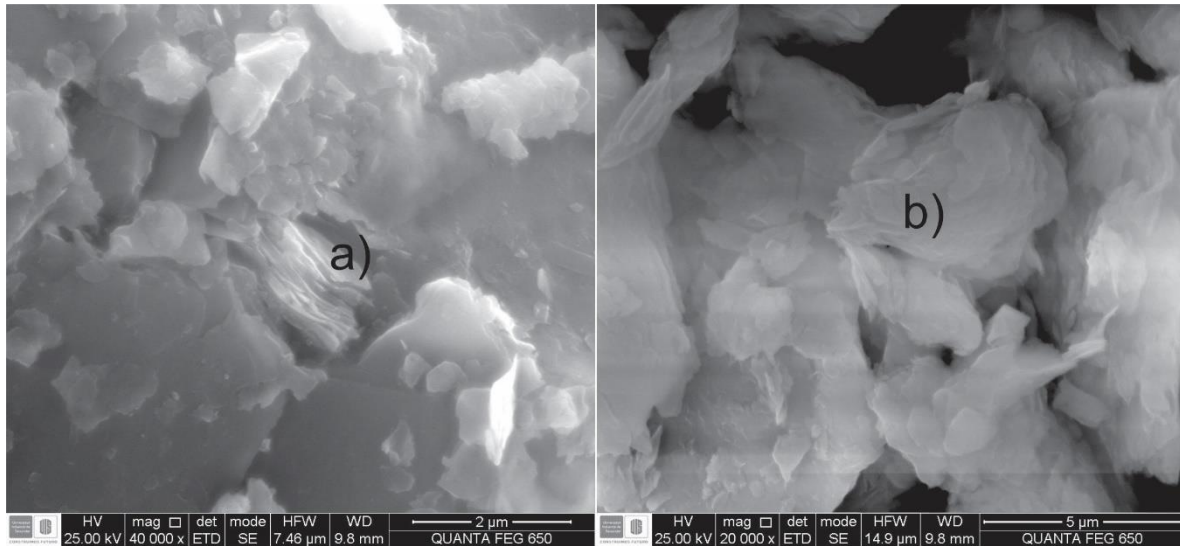


Figura 37. Imagen SEM de la roca numero 56 después de la interacción con el fluido alcalino. Muestra tratada con una solución NaOH 6 M durante 6 horas a condiciones de pozo. Los minerales se identificaron por su morfología, las imágenes representan a) Caolinita, b) Clorita.

4.2.2 Análisis de Difracción de rayos X

4.2.2.1 Resultados DRX de las pruebas estáticas pertenecientes a la roca 13. Los patrones de DRX del polvo de la roca sin reaccionar y las rocas reaccionadas con el fluido alcalino se muestran en la figura 38. Los cambios más distintivos se observan en la reducción de la intensidad en los picos pertenecientes a la caolinita y en la aparición de nuevas fases cristalinas. La interacción de los fluidos alcalinos con la roca, propicio la aparición de sodalitas y cancrinitas para los tratamientos 2, 3 y 4 (Tabla 7). Indicando así, que tanto el tiempo de exposición como la concentración ayudan a la aparición de esta fase mineral.

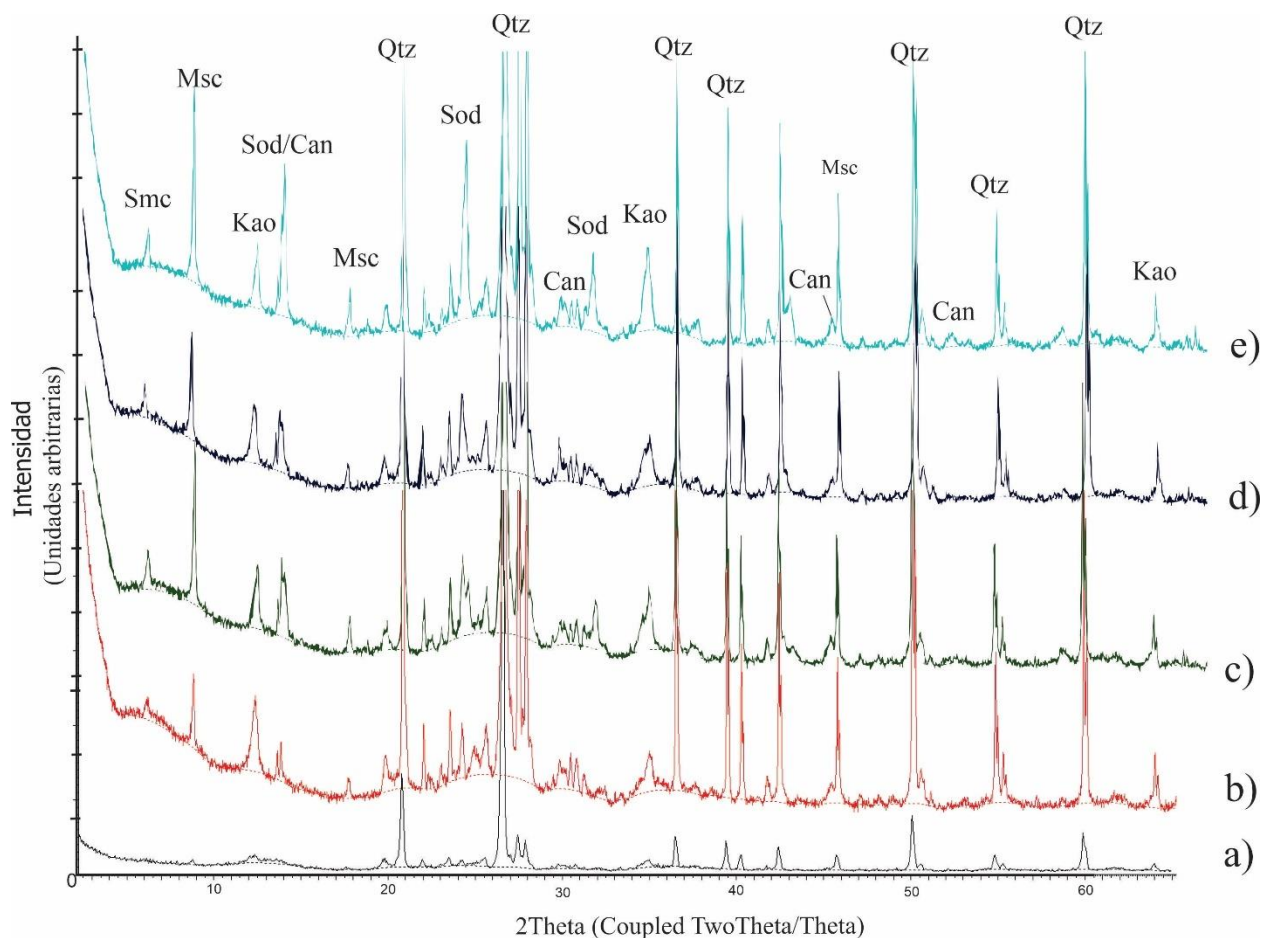


Figura 38. Difractogramas correspondientes a la roca número 13. a) Muestra original sin tratamiento, b) Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 6 horas, c) Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 72 horas, d) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 6 horas, e) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 72 horas. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Sod: Sodalita, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita.

El tratamiento 1 (Figura 38b) parece no haber afectado a la roca 13 pues mantiene las mismas fases minerales con respecto a la roca original, aunque se aprecian variaciones en la intensidad de los picos pertenecientes a la caolinita, siendo estos más pronunciados. Esto se explica por la precipitación incipiente de Sodalita cuya firma 2Theta reside en las mismas posiciones de

minerales como la caolinita, esmectita y moscovitas. Al observar el tratamiento 2 (Figura 38c) se puede reconocer el aumento en la intensidad en las posiciones 2Theta de 12°, 14°, 19°, 24°, 32° y 45°, pertenecientes a las sodalitas según la base de datos estructural otorgada por la Asociación Internacional de Zeolitas (IZA). Cuando se observa detenidamente las firmas DRX resultantes de los tratamientos 2 y 3 (Figura 38d), se encuentran patrones similares, pero se arguye que es el tratamiento 2 el que presenta picos más afilados en las posiciones 2Theta identificadas para las sodalitas, lo cual indica que el tiempo de reacción propicia en una medida levemente mayor a la aparición de fases cristalinas pertenecientes a las sodalitas en comparación a la concentración del agente activante. El patrón DRX del tratamiento 4 (Figura 38e) denota una mayor intensidad en los picos ya identificados para las sodalitas y se observa la aparición de una nueva fase mineral identificada como cancrinita en las posiciones 2Theta de 53° y unas intensidades mayores en 12° y 45°.

En la figura 39 se observa los patrones de DRX pertenecientes al tratamiento de arcillas realizado a la roca 13. Donde se puede observar con mayor claridad la pérdida de la intensidad de la caolinita a medida que los tratamientos aumentan en concentración de NaOH y tiempo de interacción con la solución. Se confirma también la ausencia de precipitación de sodalita en el tratamiento 1 (Figura 39a) y la aparición de la misma en los demás tratamientos efectuados a esta roca. Se nota una leve génesis de cancrinita en el tratamiento 2 (Figura 39b) que se denota en la posición aproximada a 36° en la recta 2Theta cuya aparición es mucho más clara en el tratamiento 4 (Figura 39d). También se observa la disolución de esmécticas que va aumentando a medida que la concentración del fluido alcalino y el tiempo de interacción aumentan.

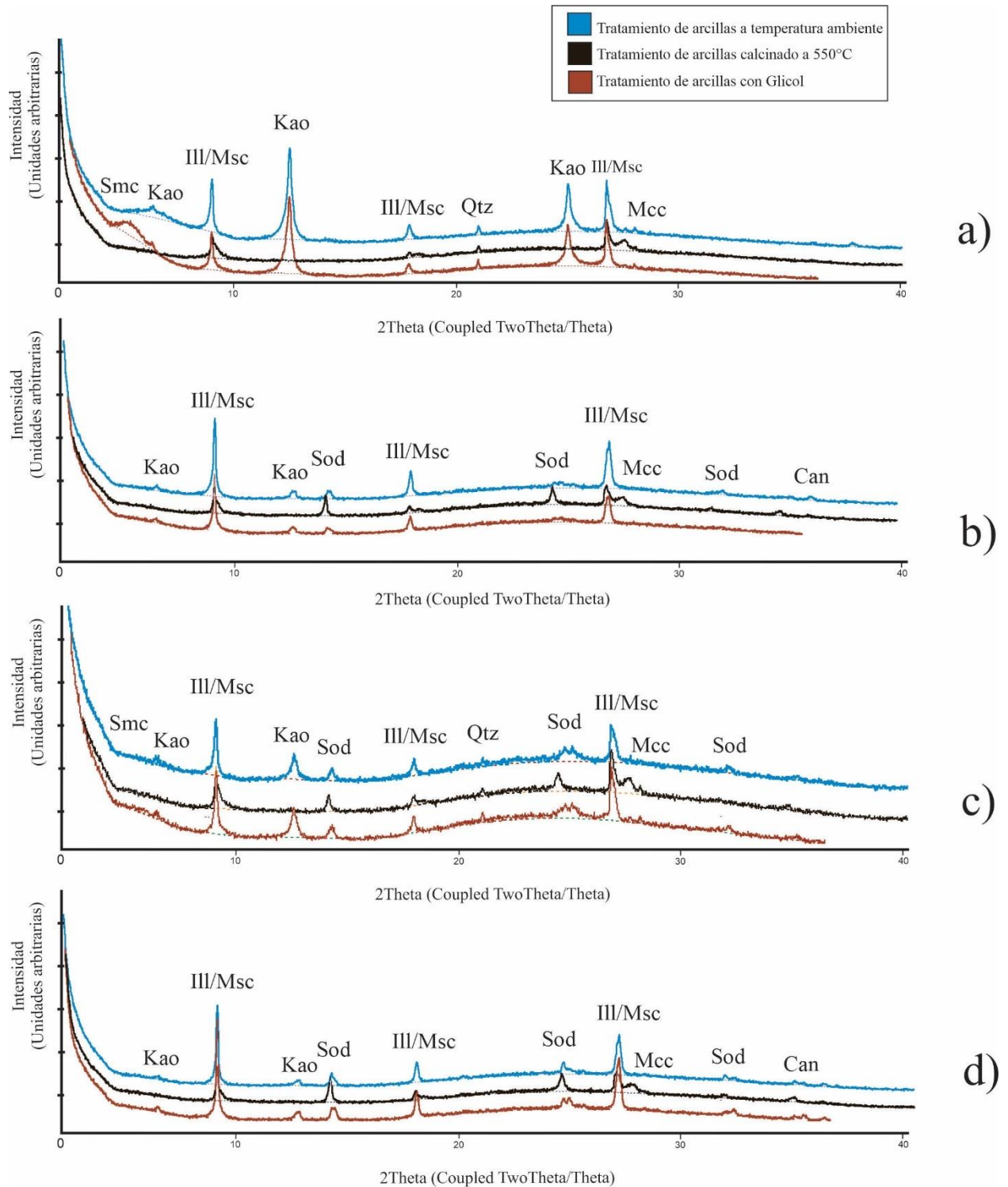


Figura 39. Difractogramas correspondientes al tratamiento de arcillas de la roca número 13. a) Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 6 horas, b) Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 72 horas, c) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 6 horas,

d) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 72 horas. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Sod: Sodalita, Can= Cancrinita, Kao= Caolinita.

4.2.2.2 Resultados de DRX de la prueba de desplazamiento pertenecientes a la roca número 13.

Las fases minerales permanecen casi intactas con diferencias en las intensidades de minerales como el cuarzo evidenciadas en las posiciones 27-28° en la recta 2Theta donde picos afilados bajan de intensidad en una proporción diferente a la roca original. La figura 41 muestra la firma DRX para el tratamiento de arcillas que, en comparación con la roca original, se puede observar una variación en las intensidades de las esmécticas, que disminuyeron considerablemente.

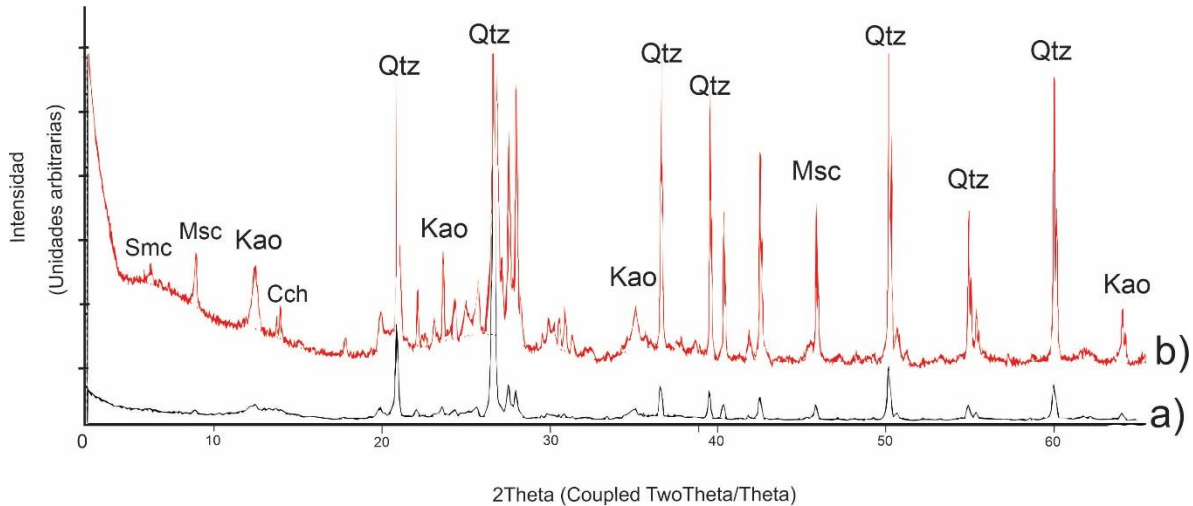


Figura 40. Difractogramas correspondientes a la roca número 13. a) Muestra original sin tratamiento, b) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 6 horas a condiciones de pozo. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Cch=Clinoclora, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita.

Sheng, (2011) habla sobre la moderada disolución que pueden presentar las esmécticas al contacto con fluidos alcalinos y se representa en los resultados obtenidos en los desplazamientos realizados en este trabajo.

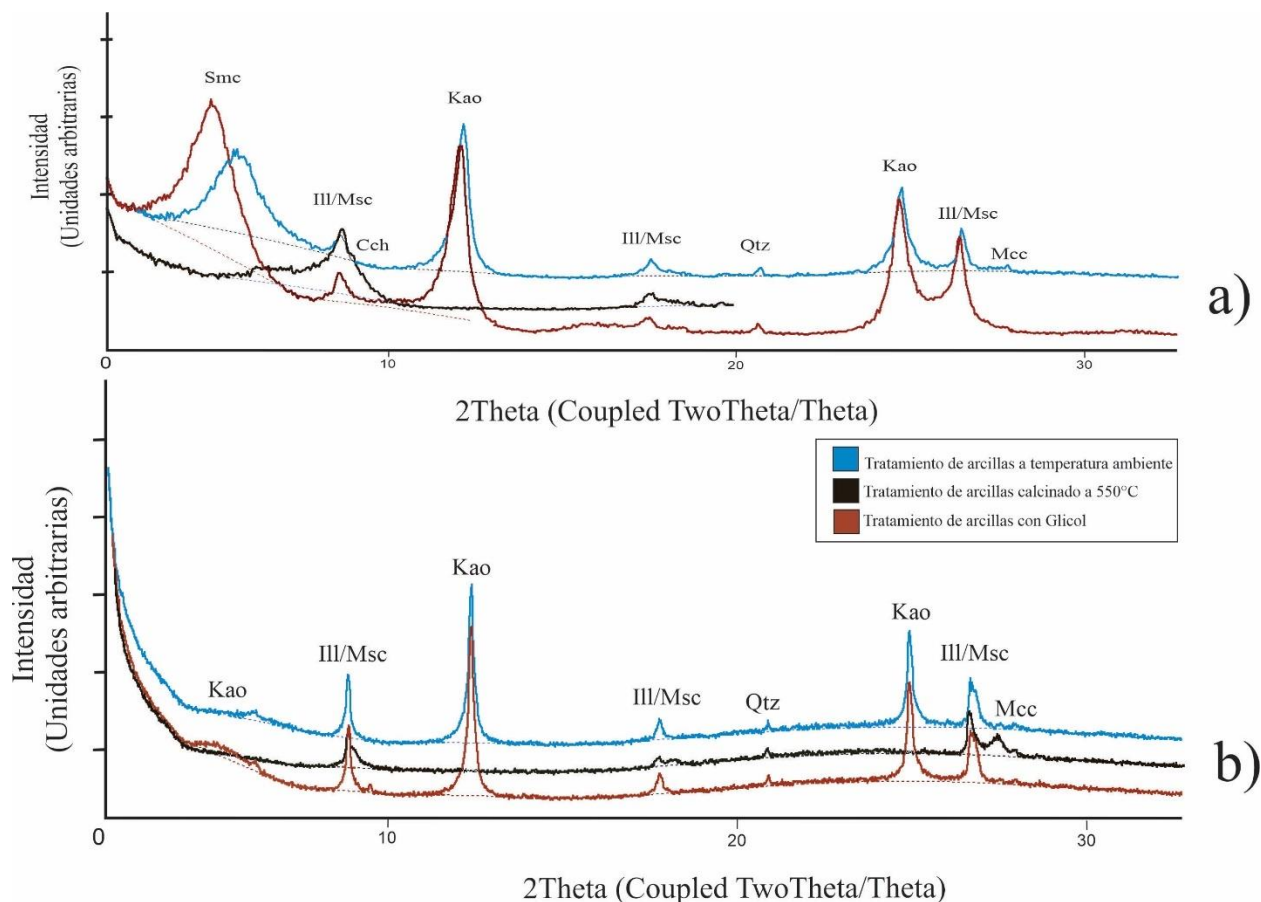


Figura 41. Difractogramas correspondientes al tratamiento de arcillas de la roca número 13 en a) Roca original sin interacción con el fluido alcalino y b) Roca bajo un tratamiento 6 M por 6 horas bajo condiciones de pozo. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Cch=Clinocloro, Kao= Caolinita, Smc= Esmeclita.

4.2.2.3 Resultados DRX de las pruebas estáticas pertenecientes a la roca 37. El cuarzo mantiene su firma cristalográfica en todos los lotes procedimentales usados, con variaciones leves en su intensidad en los tratamientos de NaOH con mayor concentración y de mayor duración. Las moscovitas también se ven afectadas por estas interacciones más agresivas con el fluido alcalino, y se evidencia en la variación de los picos afilados hallados en la roca original que se suavizaron a medida que el tratamiento aumentó en concentración y tiempo. Se confirma, además, la presencia

de Sodalitas y Zeolitas tipo A. Se observa como mantiene una relación inversamente proporcional, en la cual las Zeolitas y las Caolinitas se conservan, cuando las Sodalitas escasean en la roca y viceversa.

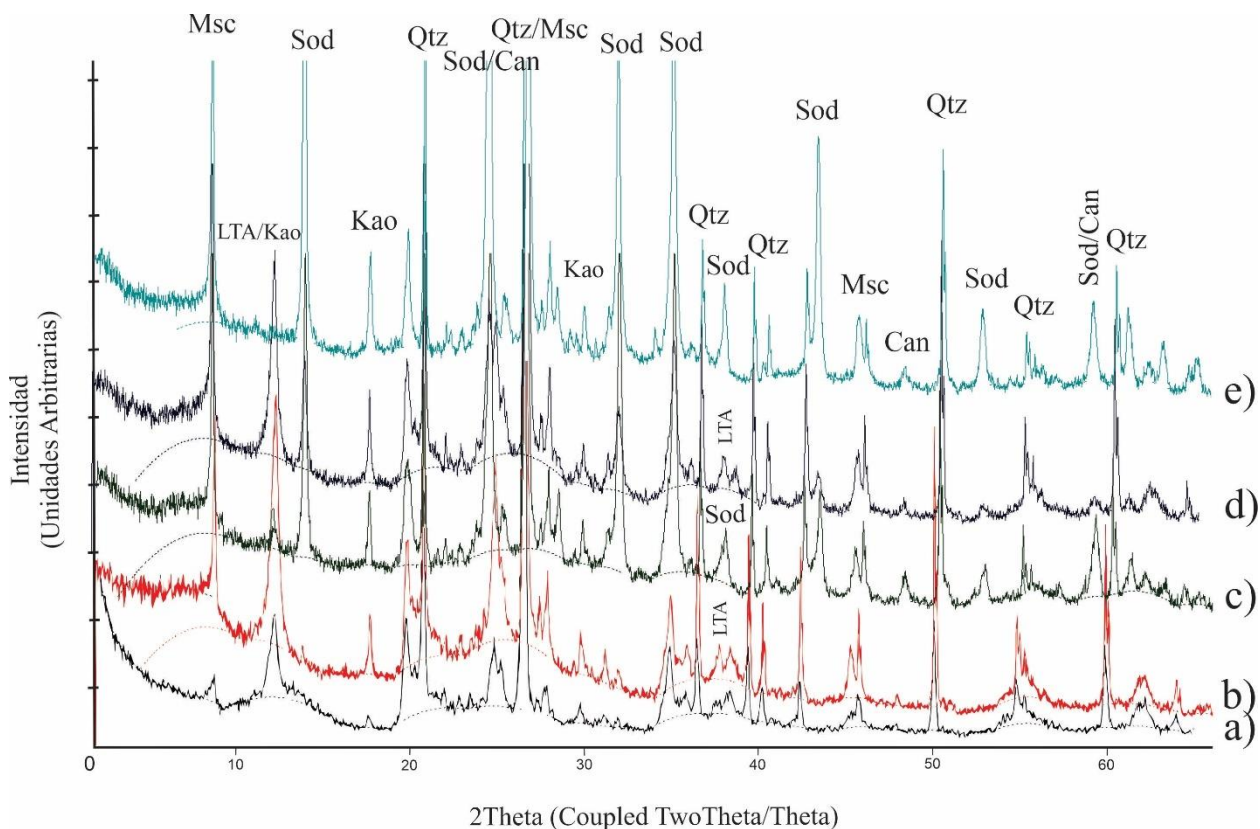


Figura 42. Difractogramas correspondientes a la roca número 37. a) Muestra original sin tratamiento, b) Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 6 horas, c) Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 72 horas, d) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 6 horas, e) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 72 horas. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Cch=Clinocloro, Kao= Caolinita, Smc= Esmeclita, Sod: Sodalita, LTA: Zeolita tipo A.

El tratamiento 6 (Figura 42b) propicio la creación de unas nuevas fases cristalinas identificadas como zeolitas tipo A en la roca 37, corroborando así, lo visto en el análisis SEM. Se reconoce el aumento en la intensidad en las posiciones 2Theta de 12° y 38°, pertenecientes a las

zeolitas tipo A según la base de datos estructural otorgada por la Asociación Internacional de Zeolitas (IZA). Las caolinitas coexisten con la aparición de las zeolitas en este tratamiento, pero a medida que las condiciones cambian en la experimentación estas desaparecen, definiéndolas así como una fase metaestable. En el tratamiento 7 (Figura 42c) se observa una considerable pérdida en la intensidad de las caolinitas y las zeolitas tipo A que coincide con la aparición de dos nuevas fases cristalinas pertenecientes a las sodalitas y cancrinitas que se ubican en las posiciones 12° , 14° , 19° , 24° , 32° , 45° , 52° y 59° de la recta 2θ . El tratamiento 8 (Figura 42d) acoge la misma tendencia del tratamiento 6, donde las caolinitas y las zeolitas tipo A coexisten, pero con la diferencia de la aparición de las fases cristalinas de la Sodalita y la cancrinita en menor proporción a los tratamientos 7 y 9 (Figura 42e), indicando nuevamente que el tiempo de interacción con el agente activante propicia la aparición de las fases mineralógicas de la sodalita y cancrinita en comparación con la concentración de la misma. En el tratamiento 9 (Figura 42e) se presentan las fases más estables de cancrinita y sodalita evidenciado en la magnitud de los picos característicos de estas fases minerales en comparación con los demás tratamientos. Se observa la ausencia de caolinita y zeolitas tipo A en este lote experimental.

En la figura 43 se observa los patrones de DRX pertenecientes al tratamiento de arcillas realizado a la roca 37. Donde se puede observar con mayor claridad la pérdida de la intensidad de la caolinita a medida que los tratamientos aumentan en concentración de NaOH y tiempo de interacción con la solución. Se confirma también la ausencia de precipitación de sodalita en el tratamiento 6 (Figura 43a) y la aparición de la misma en los demás tratamientos efectuados a esta roca. Se evidencia la cristalización de la zeolita tipo A en los valores de 2θ a 6° en los tratamientos 6 y 8 (Figura 43b y 43e) teniendo en cuenta que en la firma correspondiente al

tratamiento calcinado no se mostrara ningún pico pues las zeolitas desaparecen a una temperatura de 550 °C.

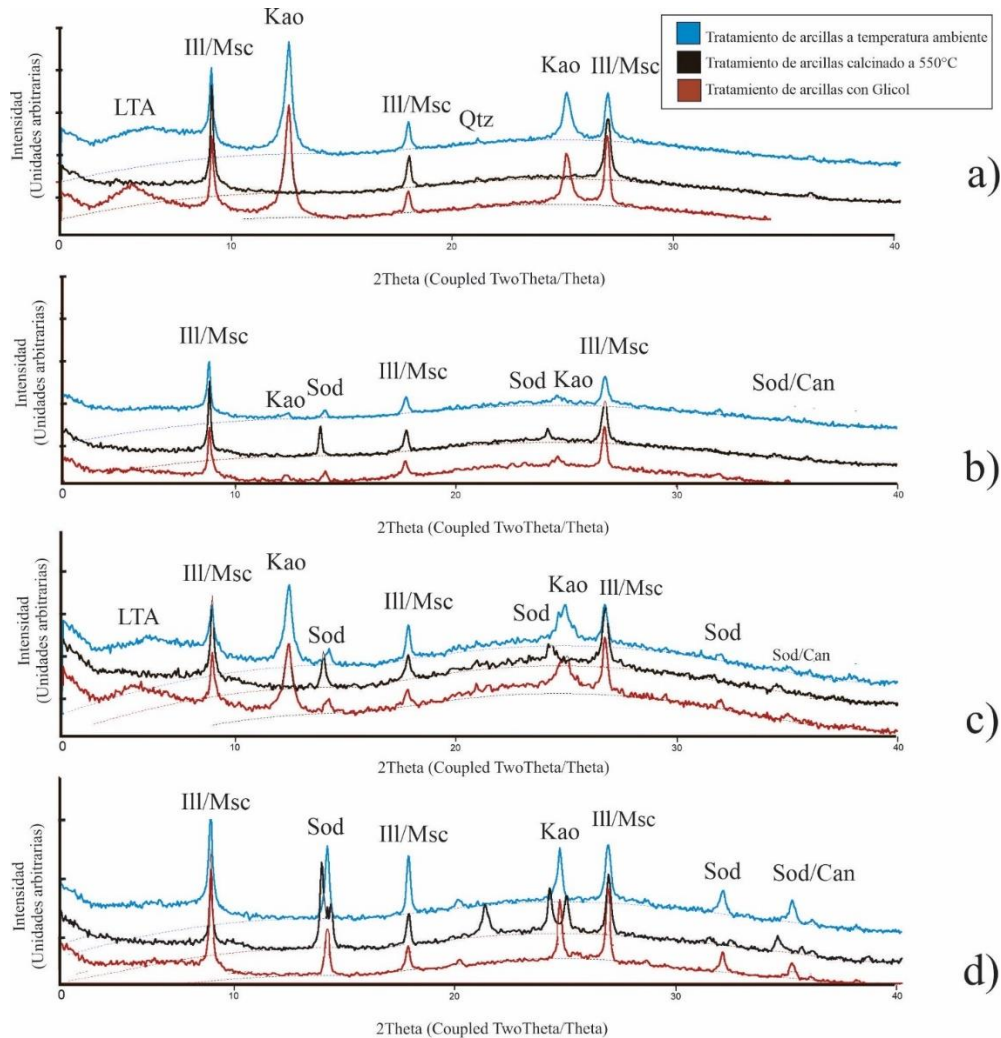


Figura 43. Difractogramas correspondientes al tratamiento de arcillas de la roca número 37. a) Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 6 horas, b) Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 72 horas, c) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 6 horas, d) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 72 horas. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Sod: Sodalita, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita.

4.2.2.4 Resultados DRX de las pruebas estáticas pertenecientes a la roca 56. En la figura 44 se observan los resultados DRX de los lotes experimentales realizados a la roca 56. Se confirma la aparición de Zeolitas tipo A y Sodalitas. Que al igual que en la roca 37 se ven influenciadas por el contenido de Caolinitas. Cabe resaltar que a diferencia de la roca 37, esta muestra mantiene a las caolinitas, incluso en el tratamiento más agresivo (Figura 44e). También se observa la disminución progresiva en la intensidad de las esmectitas que se aprecia mejor en la figura 45.

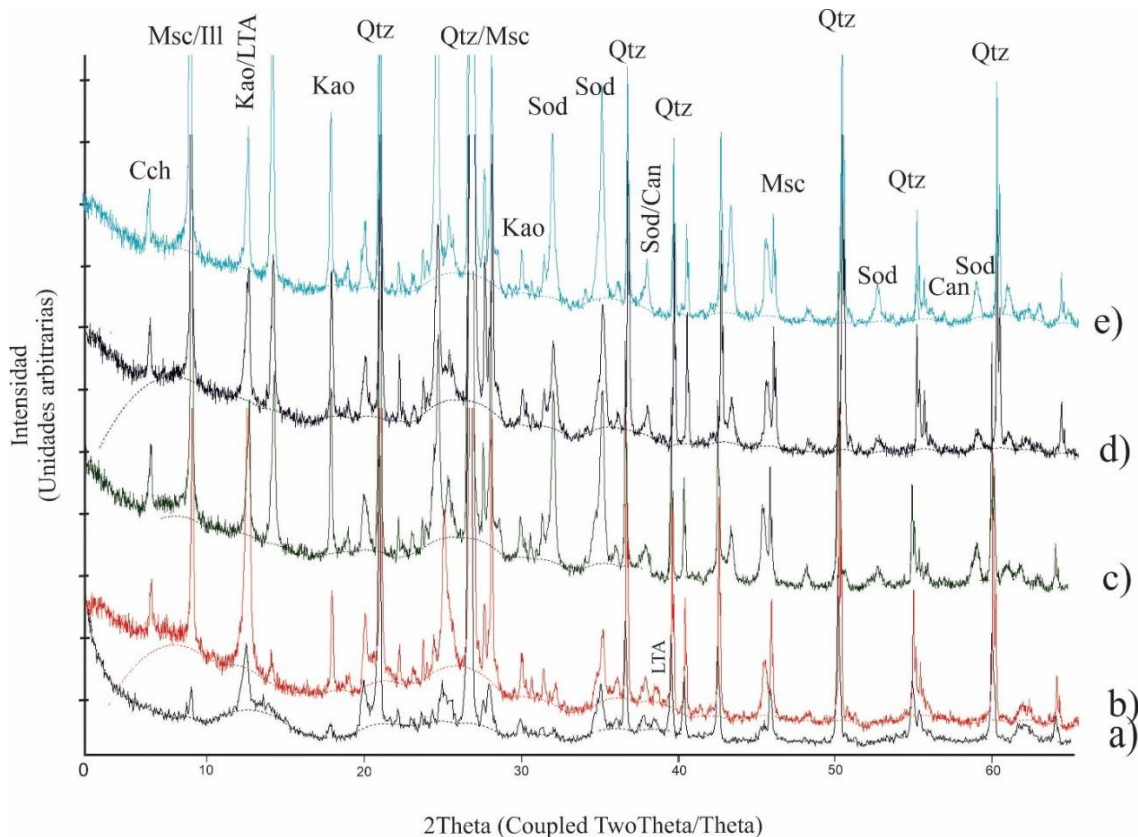


Figura 44. Difractogramas correspondientes a la roca número 56. a) Muestra original sin tratamiento, b) Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 6 horas, c) Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 72 horas, d) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 6 horas, e) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 72 horas. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Cch=Clinocloro, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita, Sod: Sodalita, LTA: Zeolita tipo A.

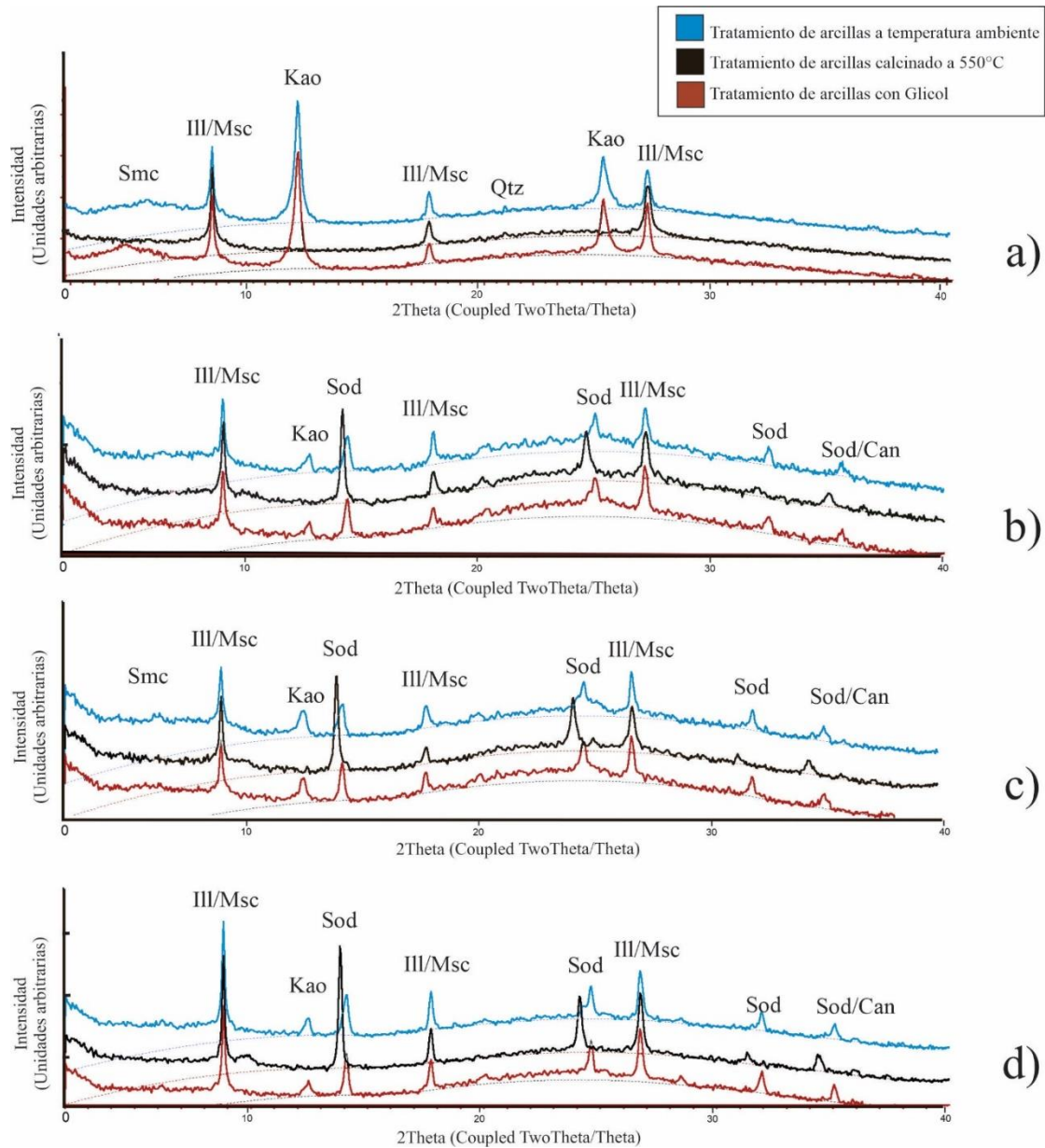


Figura 45. Difractogramas correspondientes al tratamiento de arcillas de la roca número 56. a)

Muestra tratada con una solución 3 M de NaOH durante 6 horas, b) Muestra tratada con una

solución 3 M de NaOH durante 72 horas, c) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH

durante 6 horas, d) Muestra tratada con una solución 6 M de NaOH durante 72 horas. Qtz=

Cuarzo, Msc= Moscovita, Sod: Sodalita, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita.

4.2.2.2 Resultados de DRX de la prueba de desplazamiento pertenecientes a la roca número

56. Las fases minerales intentan mantenerse estables cuando se compara con el difractograma de la roca original. Pero se evidencian ciertos cambios que vale la pena resaltar. Como el aumento en la intensidad del pico ubicado en la posición 12° y 38° de la recta 2θ perteneciente a la caolinita y también a las zeolitas tipo A.

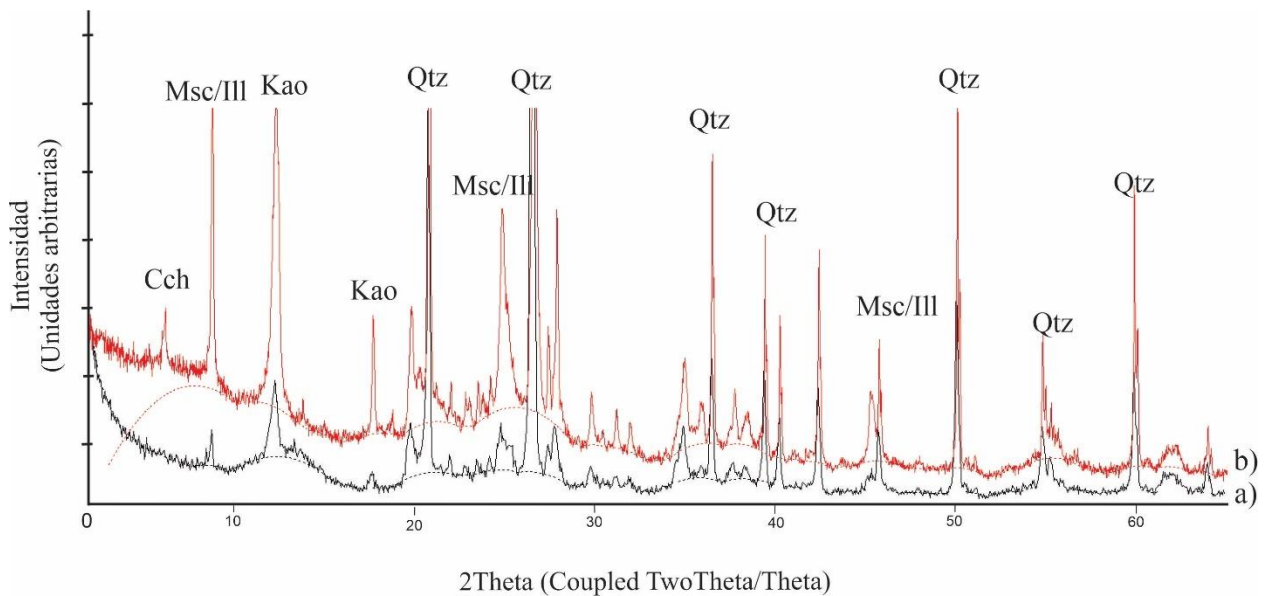


Figura 46. Difractogramas correspondientes a la roca número 56 bajo un tratamiento 6 M por 6 horas bajo condiciones de pozo. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Cch= Clinocloro, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita, Il= Ilita.

Se evidencian ciertos picos que en proporción al difractograma de la roca original, parecen estar más afiliados. Denotando la presencia de una nueva fase mineral que, siguiendo la tendencia antes vista, se podría decir que se tratan de Sodalitas. Pero la firma cristalina no concuerda con

las posiciones características de las sodalitas. Además, los análisis SEM efectuados en esta roca no mostraron presencia de estas.

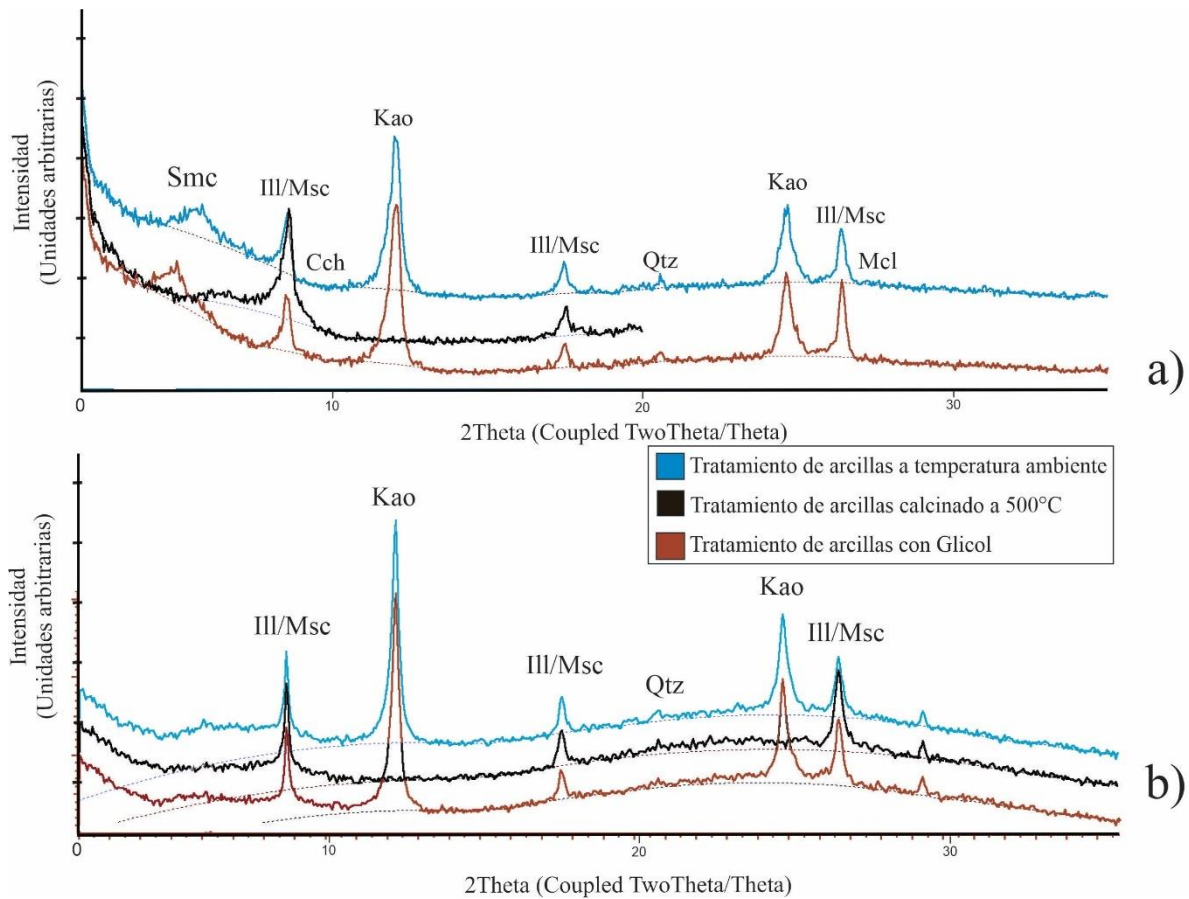


Figura 47. Difractogramas correspondientes al tratamiento de arcillas de la roca número 56 en a) Roca original sin interacción con el fluido alcalino. B) Roca bajo un tratamiento 6 M por 6 horas bajo condiciones de pozo. Qtz= Cuarzo, Msc= Moscovita, Cch= Clinocloro, Kao= Caolinita, Smc= Esmectita, Ill= Illita.

Se evidencia la disolución de esmécticas en la roca que estuvo bajo el tratamiento a condiciones de pozo. Los picos característicos de esta fase mineral deberían encontrarse en los valores 10 Å para la firma de tratamiento calcinado de arcillas, en 18 Å para la firma del tratamiento glicolado de arcillas y en 14 Å para la firma de tratamiento normal de arcillas.

También se observa que los picos característicos de la caolinita pierden intensidad después del tratamiento con el fluido (Figura 47).

4.2.3. Resultados de prueba Azul de Metileno (CIC). En la tabla 11 se observan la variación de resultados en los diferentes tratamientos aplicados en las rocas sedimentarias. Los resultados también se representan en la figura 48.

Tabla 11.

Resultados de la prueba azul de metileno. En rojo se resaltan las pruebas de desplazamiento que estuvieron bajo condiciones de pozo.

Roca	Concentración de la solución (Molar)	Tiempo de interacción (Horas)	CIC (meq/g)
13	0	0	10
	3	6	16
	3	72	7,2
	6	6	12,3
	6	72	4,3
	6	6	8,3
37	0	0	18,5
	3	6	25,6
	3	72	20,3
	6	6	23,6
	6	72	16,5
	0	0	14
56	3	6	19,2
	3	72	12,6
	6	6	11,4
	6	72	10,1
	6	6	10,3
	6	6	10,3

Se nota una disminución en la capacidad de intercambio catiónico cuando los tiempos de interacción con el fluido aumentan. Que se explica en la disolución de esmectita, caolinitas e ilitas mostrado en las pruebas de rayos X. Por otra parte, se evidencia un aumento en la

capacidad de intercambio cuando el tiempo de interacción es de 6 horas y la concentración del fluido alcalino es de 3 Molar, que coincide con la creación de zeolitas evidenciado en los resultados mostrados por los demás métodos analíticos.

En los tratamientos donde se usaron las mismas condiciones de concentración y tiempo, pero donde se varió la forma en como entran en contacto el fluido con la muestra (Pruebas hidrotérmicas y pruebas de desplazamiento) se evidencio una leve disminución en la capacidad de intercambio catiónico en las rocas que estuvieron bajo condiciones de pozo, esto es debido quizá al flujo constante que lleva la solución alcalina, que además de promover la disolución de arcillas, atrapa estas partículas y las transporta, disminuyendo así, el material captador de iones.

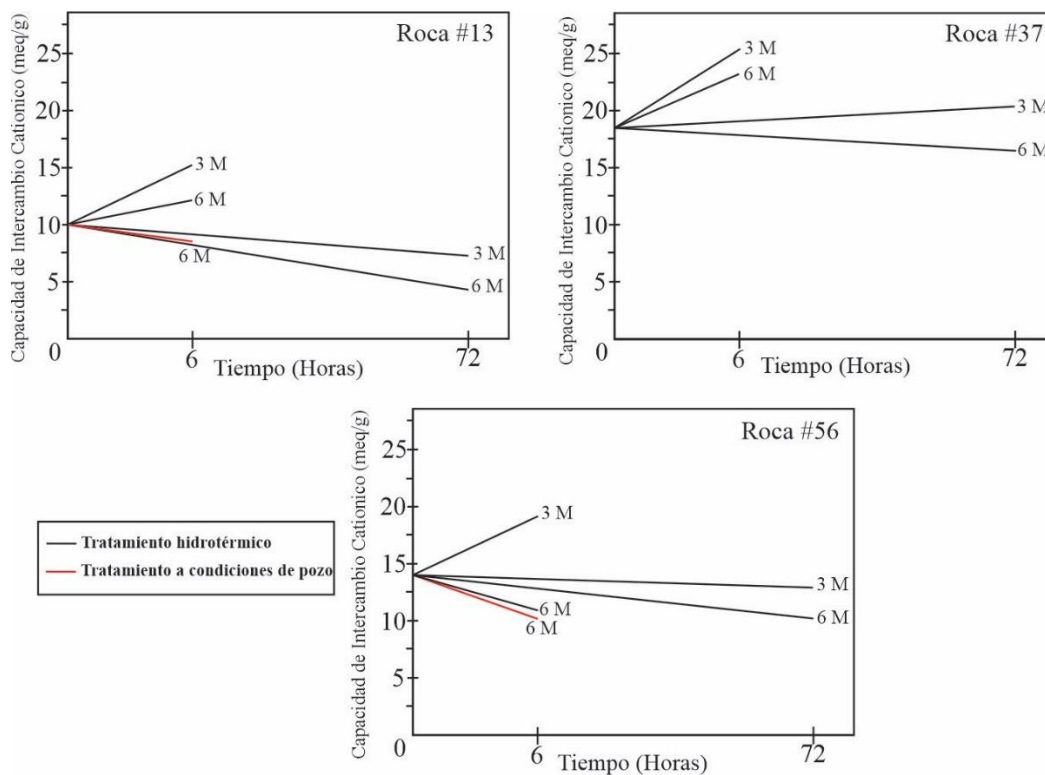


Figura 48. Grafica de resultados de la capacidad de intercambio catiónico Vs tiempo de interacción del fluido alcalino con las concentraciones usadas en los diferentes tratamientos para cada roca.

4.3. Comparación de resultados entre los tratamientos hidrotérmicos y los tratamientos de desplazamiento

4.3.1 Comparación de ambos tratamientos en la roca número 13. Se observa en la gráfica 49 la comparación de tratamientos donde se emplearon las mismas condiciones de tiempo de interacción con el fluido alcalino y las mismas concentraciones de NaOH pero donde a una de estas rocas se le aplicaban condiciones de pozo (Presión de confinamiento, desplazamiento de la solución alcalina por la muestra a una tasa de 2,2 ml y la saturación de la roca con una réplica del agua de formación).

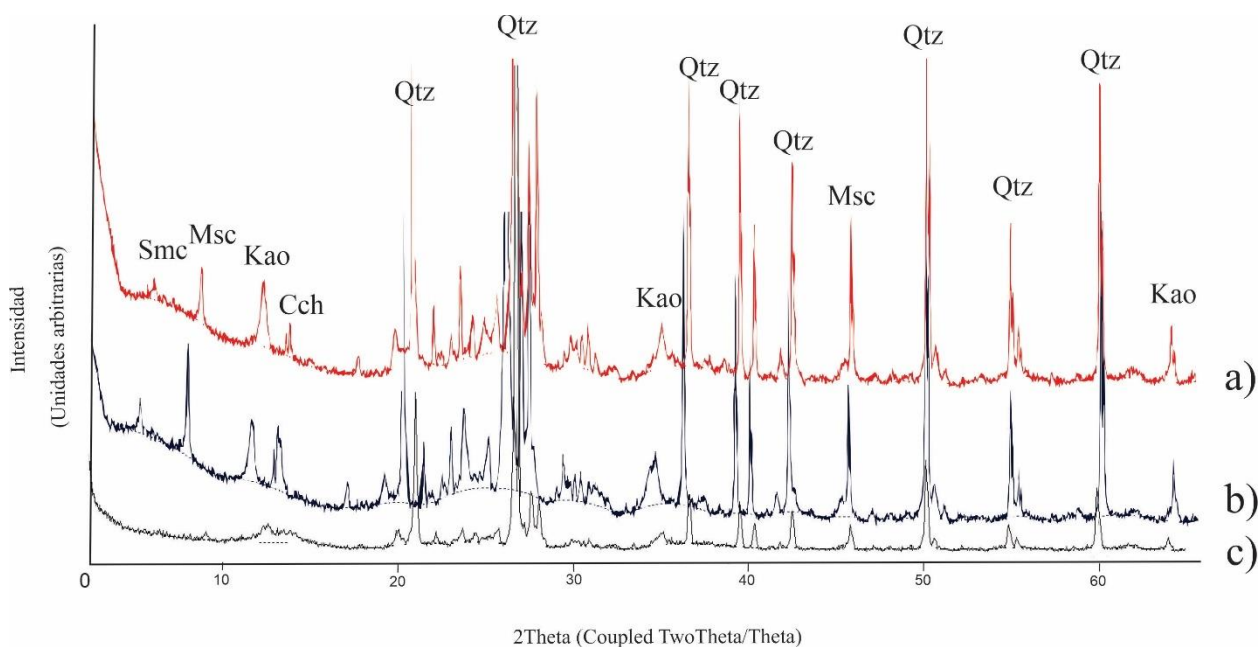


Figura 49. Análisis DRX del bulk perteneciente a la roca 13. a) Tratamiento con 6 M de una solución de NaOH durante 6 horas bajo condiciones de pozo. b) Tratamiento hidrotérmico con 6 M de una solución de NaOH durante 6 horas bajo condiciones estáticas. c) Roca original, sin tratamiento.

Se encuentran entonces resultados diferentes, donde el tratamiento hidrotérmico en condiciones estáticas presentó la aparición de fases cristalinas zeolíticas, con disolución de caolinitas. En

cambio, la roca bajo pruebas de desplazamiento evidencio la disolución de esmécticas y en menor medida, de caolinitas, sin aparición de nuevas fases minerales.

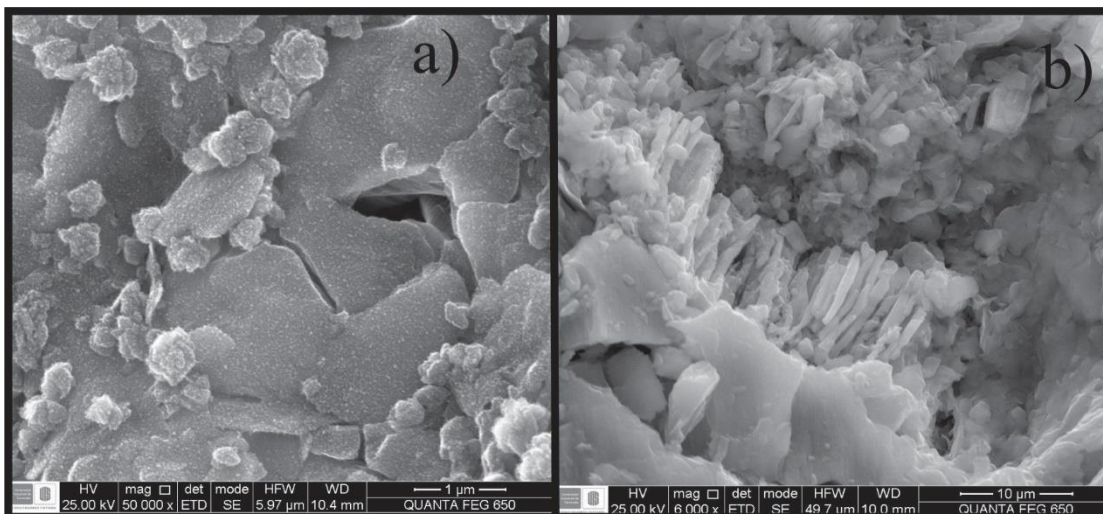


Figura 50. Comparación de imágenes SEM de la roca 13 en a) Tratamiento hidrotérmico, y b) Tratamiento a condiciones de pozo.

Al comparar las imágenes SEM de ambos tratamientos se observa que la muestra que estuvo bajo la experimentación en condiciones de pozo no presenta las lepisferas características de las sodalitas que se adhieren a las superficies de minerales como el cuarzo, tal cual muestra la figura 50a.

En ambos tratamientos la capacidad de intercambio de cationes varió. La muestra bajo el tratamiento hidrotérmico aumentó la capacidad y en contraste, la muestra bajo las condiciones de desplazamiento bajó su capacidad de intercambio catiónico. Esto se explica por la cristalización de Sodalita, que propicia al aumento de la capacidad de intercambio. En cambio, la muestra a la cual se le aplicó el desplazamiento, además de no crear fases zeolíticas que ayudarían al aumento de la capacidad de intercambio catiónico, está bajo un flujo constante de la solución alcalina que transporta consigo el material arcilloso que sufre disolución gracias a la alteración alcalina, disminuyendo así la respuesta de la roca a intercambiar iones.

4.3.2 Comparación de ambos tratamientos en la roca 56. Se observa en la gráfica 51 la comparación de tratamientos donde se emplearon las mismas condiciones de tiempo de interacción con el fluido alcalino y las mismas concentraciones de NaOH pero donde a una de estas rocas se le aplicaban condiciones de pozo (Presión de confinamiento, desplazamiento de la solución alcalina por la muestra a una tasa de 2,2 ml y la saturación de la roca con una réplica del agua de formación).

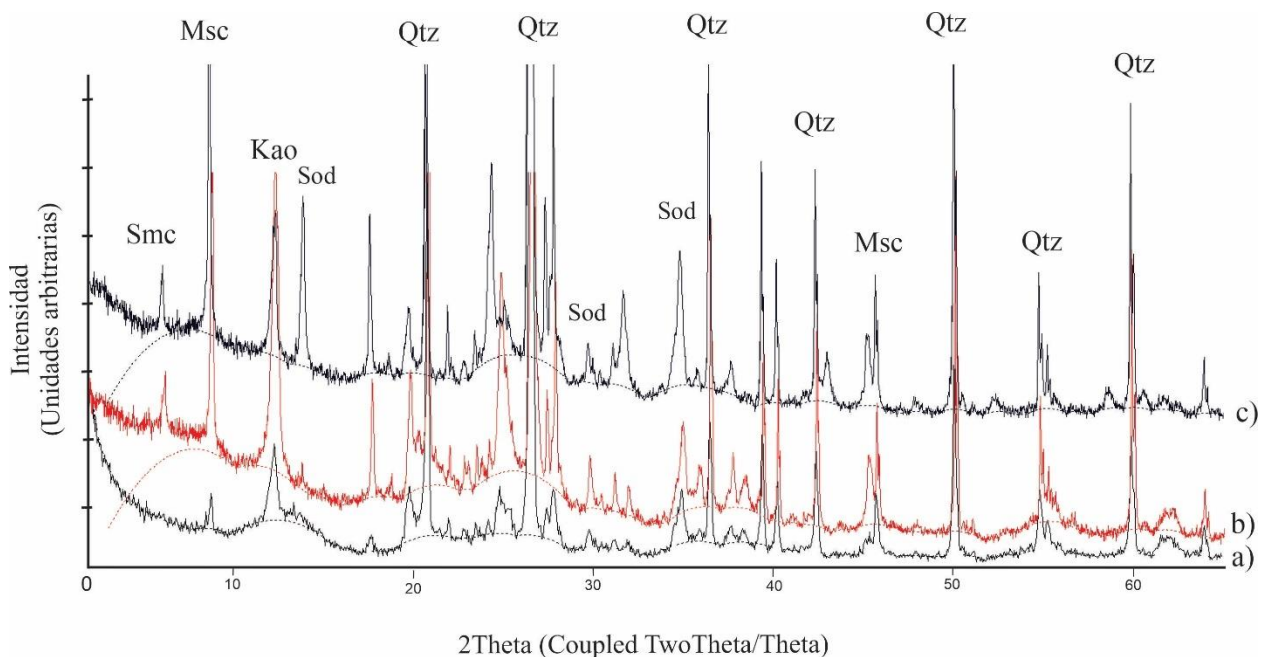


Figura 51. Análisis DRX del bulk perteneciente a la roca 56. a) Roca original, sin tratamiento. b) Tratamiento con 6 M de una solución de NaOH durante 6 horas bajo condiciones de pozo. c) Tratamiento hidrotérmico con 6 M de una solución de NaOH durante 6 horas bajo condiciones estáticas.

Se encuentran entonces resultados diferentes, donde el tratamiento hidrotérmico en condiciones estáticas presentó la aparición de fases cristalinas zeolíticas (Sodalita y cancrinita), con disolución de caolinitas. En cambio, la roca bajo pruebas de desplazamiento evidencio la

disolución de esmécticas y en menor medida de caolinitas, con la aparición de una nueva fase mineral que las herramientas de análisis utilizadas en el proceso no logro identificar

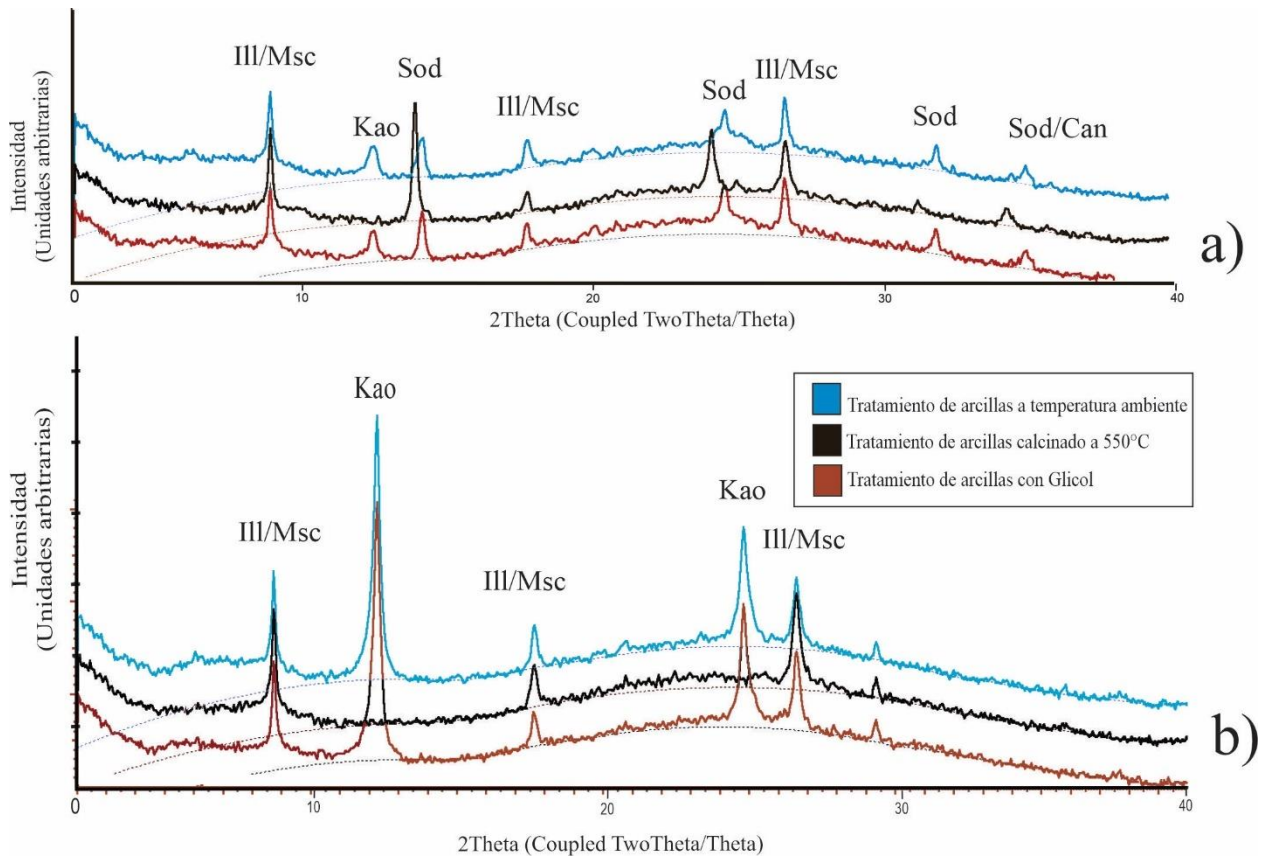


Figura 52. Análisis DRX de tratamiento de arcillas perteneciente a la roca 56. a) Tratamiento hidrotérmico con 6 M de una solución de NaOH durante 6 horas bajo condiciones estáticas. b) Tratamiento con 6 M de una solución de NaOH durante 6 horas bajo condiciones de pozo.

Al comparar las imágenes SEM de ambos tratamientos se observa que la muestra que estuvo bajo la experimentación en condiciones de pozo no presento las lepisferas características de las sodalitas que se adhieren a las superficies de minerales como el cuarzo, tal cual muestra la figura 53.

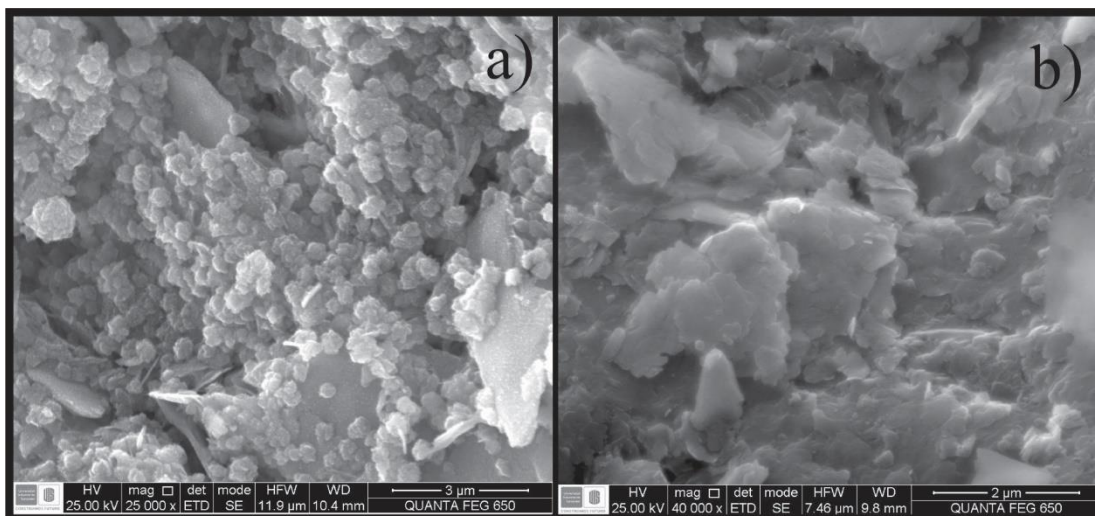


Figura 53. Comparación de imágenes SEM de la roca 56 en a) Tratamiento hidrotérmico, y b) Tratamiento a condiciones de pozo.

En ambos tratamientos la capacidad de intercambio de cationes disminuyó en comparación a la roca sin interacción con el fluido alcalino (14 meq/g). La muestra bajo el tratamiento hidrotérmico disminuyó su capacidad de a 11,4 meq/g; y en contraste, la muestra bajo las condiciones de desplazamiento disminuyó su capacidad de intercambio catiónico a 10,3 meq/g. Esta tendencia no se evidenció en la roca 13 y se explica por la cantidad de arcillas que contiene la roca 56, que es mayor en porcentaje y por lo tanto más propensa a la disolución de estos minerales. Además, la muestra a la cual se le aplicó el desplazamiento, además de no crear fases zeolíticas que ayudarían al aumento de la capacidad de intercambio catiónico, está bajo un flujo constante de la solución alcalina que transporta consigo el material arcilloso que sufre disolución gracias a la alteración alcalina, disminuyendo así la respuesta de la roca a intercambiar iones.

En la tabla 12 se agrupan los resultados más significativos de los diferentes lotes experimentales usados en las 3 rocas sedimentarias.

Tabla 12.

Tabla comparativa de los lotes experimentales

<i>Numero de roca</i>	<i>Numero de Prueba</i>	<i>Concentración de NaOH</i>	<i>Tiempo de interacción</i>	<i>T (°C)</i>	<i>Tipo de prueba</i>	<i>Minerales sintetizados</i>	<i>CIC (meq/g)</i>
13	1	3 M	6 horas	80	Estática	Sod	16
	2	3M	72 horas	80	Estática	Sod	7,2
	3	6 M	6 horas	80	Estática	Sod	12,3
	4	6 M	72 horas	80	Estática	Sod/ Can	4,3
	5	6 M	6 horas	80-100	Dinámica	-	8,3
37	6	3 M	6 horas	80	Estática	LTA	25,6
	7	3 M	72 horas	80	Estática	Sod/Can	20,3
	8	6 M	6 horas	80	Estática	LTA/Sod	23,6
	9	6 M	72 horas	80	Estática	Sod/Can	16,5
	10	3 M	6 horas	80	Estática	LTA/Sod	19,2
56	11	3 M	72 horas	80	Estática	Sod	12,6
	12	6 M	6 horas	80	Estática	Sod/Can	11,4
	13	6 M	72 horas	80	Estática	Sod/Can	10,1
	14	6 M	6 horas	80-100	Dinámica	Fase cristalina no identificada	10,3

5. Discusión

En los tratamientos alcalino-hidrotérmicos predominó la tendencia de cristalización de zeolitas en el orden específico antes mostrado por Ríos et al., (2012) que empieza con Zeolita tipo A, luego Sodalita y por último cancrinita. En medio de la aparición de cada una de estas fases

minerales se encuentra una fase transicional que se ve mejor evidenciada con los análisis SEM (Figura 54). Donde la fase metaestable de la zeolita A (LTA) genera unas fracturas ortogonales mostradas en la figura 54b, para posteriormente crear unos planos en forma de rosetas, cuya morfología es llamada lepisfera. La figura 54c evidencia una LTA que está en el proceso a cristalizarse a Sodalita. La morfología de lepisferas es característica en mezclas de cancrinita y Sodalita (Chorover et al., 2003; Ríos et al., 2012) que es lo que se encuentra en la mayoría de las muestras que fueron tratadas en la experimentación alcalino-hidrotérmica.

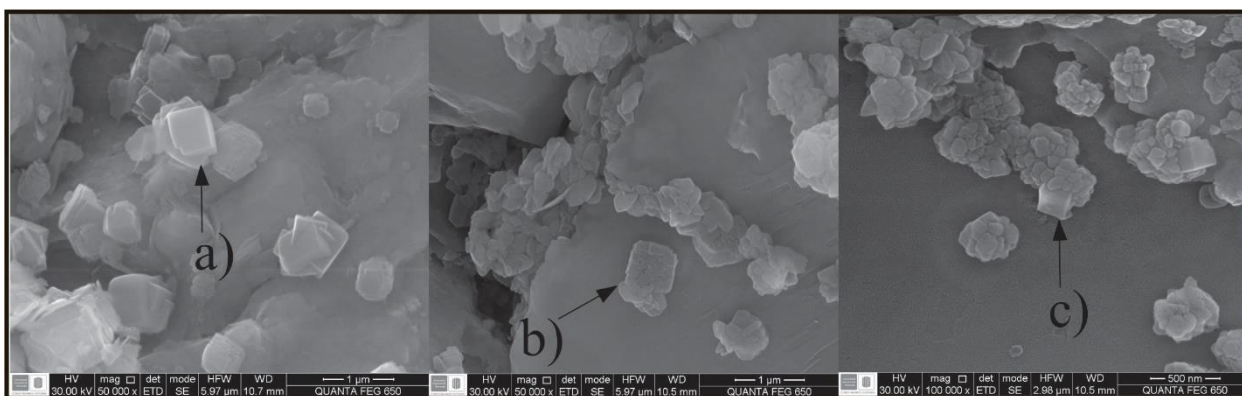


Figura 54. Imágenes SEM mostrando el proceso de transformación de fases minerales que van desde: a) Zeolita tipo A. b) Transición entre LTA a SOD. c) Transición entre LTA a SOD.

En contraste, las rocas que se vieron involucradas en las pruebas de desplazamiento no demostraron ninguna de estas morfologías, concluyendo así que el flujo constante de la solución alcalina podría ser la causa que no permitió la cristalización de zeolitas. Esto puede ser explicado por la forma en como ocurre la síntesis de zeolitas que según Ríos et al, (2009) ocurre mediante dos etapas principales: 1) La disolución de las fases de aluminosilicatos de la materia prima o su producto alcalino fusionado que libera Si y Al y 2) La cristalización de la zeolita. Se sabe que los desplazamientos contribuyeron en la disolución de esmécticas, cumpliendo así la primera etapa necesaria para la creación de zeolitas, pero la polimerización no se generó, que es el proceso que

forma los precursores de zeolita, y son tetraedros de Si y Al distribuidos aleatoriamente a lo largo de las cadenas poliméricas que están reticuladas para proporcionar cavidades lo suficientemente grandes como para acomodar los iones alcalinos de equilibrio de carga. Esta acomodación no se permite debido al flujo continuo de la solución alcalina, que se lleva consigo el material aluminosilicio proporcionado por las arcillas y de este modo no da oportunidad para la nucleación necesaria que llevaría a la cristalización de zeolitas. La presión de confinamiento que afectó a la muestra durante el desplazamiento no explica la razón de la ausencia en la cristalización de zeolitas pues se ha reportado génesis de zeolitas bajo altas presiones litostáticas (Gottardi, 1989) y según Gatta & Lee, (2014) las zeolitas pueden soportar presiones de hasta 70 Gpa.

La importancia de entender cómo reaccionan los fluidos alcalinos con las rocas yace en el hecho de la ya descrita susceptibilidad que tienen las arcillas para disolverse cuando entran en contacto con soluciones básicas, estos residuos terminan tapando los poros de las rocas y esto se traduce en una pérdida de permeabilidad que no es de buen uso en la industria del petróleo. También, las arcillas presentan un consumo de los compuestos alcalinos, que según Wei et al., (2011) ocurre en mayor medida para las caolinitas y el yeso, moderadamente para las esmécticas y las ilitas. Esto se debe tener en cuenta a la hora de planear la concentración a usar ya sea en los lodos de perforación o en los tratamientos de desplazamiento de petróleo. Las caolinitas son de gran abundancia en la formación Esmeraldas, por lo tanto, se pueden evidenciar problemas de disolución de estas arcillas y agotamiento en la concentración de los fluidos alcalinos que se usen en las diferentes etapas de perforación.

Se observa según los resultados obtenidos en este trabajo que las pruebas de desplazamiento no fueron congruentes con las pruebas hidrotérmicas en condiciones estáticas, aun así se debe

tener en cuenta que es posible que se pueda propiciar la creación de zeolitas en el pozo, si fluidos alcalinos se mantienen en contacto con las rocas durante un tiempo no más largo de 6 horas y en reposo, lo cual es factible que ocurra con los lodos de perforación que se quedan adheridos en las paredes de la formación perforada.

6. Conclusiones

Los tratamientos alcalino-térmicos en condiciones estáticas alteraron a las arcillas propiciando su disolución y creando nuevas fases minerales metaestables como las zeolitas tipo A, y unas fases térmicamente más estables como las sodalitas y cancrinitas. Las arcillas que se vieron más afectadas fueron las caolinitas, siguiéndole las esmécticas e ilitas.

Los tratamientos que involucraron desplazamiento del fluido alcalino bajo condiciones de pozo no alteraron en mayor medida a las arcillas de la roca 13, solo las esmécticas presentaron intensidades más bajas en los patrones de rayos X. La roca 56 también evidencio disolución de esmécticas, además de la creación de una nueva fase cristalina que las herramientas de análisis utilizadas en el proceso no logro identificar.

La capacidad de intercambio catiónico aumentó en los tratamientos donde se aplicaron tiempos de interacción de 6 horas con una concentración de 3 Molar de la solución de NaOH en las pruebas hidrotérmicas en condiciones estáticas y temperatura constante a 80 °C, esto se explica por la cristalización de zeolitas tipo A. En contraste, las pruebas de desplazamiento disminuyeron la capacidad de intercambio de las rocas, pues además de no crear fases zeolíticas que ayudarían al aumento de la capacidad de intercambio catiónico, el flujo constante de la

solución alcalina transporta consigo el material arcilloso que sufre disolución gracias a la alteración alcalina, disminuyendo así la respuesta de la roca a intercambiar iones.

La experimentación a condiciones de pozo no arroja los mismos resultados que los tratamientos alcalino-térmicos, donde los últimos presentan sinterización de zeolitas. Esto es debido al flujo continuo de la solución alcalina en los desplazamientos que no da lugar a la polimerización de los materiales aluminosilicatos disueltos.

Se encuentran también resultados que podrían competir en mayor medida a las investigaciones realizadas para la síntesis de zeolitas. Se encontró que soluciones de NaOH a concentraciones de 3 M con tiempos de reacción de 6 horas en rocas con alto contenido de caolinita propiciaron la cristalización de zeolitas tipo A. Y que mayores concentraciones y mayores tiempos de exposición con esta solución alcalina generaron fases minerales más estables como la sodalita y cancrinita.

7. Recomendaciones

Se observó que los tratamientos hidrotérmicos no arrojaron los mismos resultados que las pruebas de desplazamiento. Por esto, se recomienda hacer experimentos de interacción de rocas con fluidos alcalinos teniendo en cuenta las condiciones de pozo.

Se recomienda hacer uso de plugs de roca que provengan de un mismo lugar, con las mismas condiciones, para así replicar diferentes tratamientos y observar como el cambio en condiciones como la concentración de la solución y tiempo de reacción afectan a una misma roca.

El equipo restaurador de mojabilidad cumple con la tarea de recrear condiciones de pozo, pero la chaqueta de calentamiento no permite establecer una condición de temperatura constante. Se recomienda hacer uso de equipos de desplazamiento donde las condiciones de temperatura se puedan definir y sean más exactas.

Hacer un análisis de los afluentes que dejan las pruebas de desplazamiento podría brindar información extra que puede ser contrastada con los análisis efectuados en las rocas.

Hacer uso de técnicas de análisis para la caracterización de las muestras como la Espectroscopia de transformadas de Fourier (FTIR) que complementaria a las pruebas SEM y DRX. Y realizar análisis de Tomografía Computarizada de rayos X donde se puede tener una comprensión mayor de lo que ocurre a la hora de desplazar el fluido por la muestra.

Referencias Bibliográficas

- American Petroleum Institute. (1962). *Manual de Fluidos de Perforación* (1a ed.). Dallas, Texas: American Petroleum Institute.
- Ardila, D. C. F., Serrano, M. V., Loza, J. A., & Calderon, Z. (2011). HINCHAMIENTO LINEAL EN CORTES DE PERFORACIÓN UTILIZANDO STRAIN GAGES. *Fuentes: El reventon energetico*, 9(Jul/Dic), 43–52.
- Arias, A., & Vargas, R. (1978). Geología de las Planchas 86 Abrego y 97 Cáchira Escala 1:100000. *Boletin Geológico*, Vol. 23(2), 3–38.
- Bennion, D. B., & Thomas, F. B. (1992). Formation Damage Due to Mineral Alteration and Wettability Changes During Hot Water and Steam Injection in Clay-Bearing Sandstone Reservoirs. *Society of Petroleum Engineers*, 13.
- Carroll, D. (1959). Ion Exchange in Clays and Other Minerals. *Bulletin of the Geological Society of America*, 70(6), 749–780. [https://doi.org/10.1130/0016-7606\(1959\)70](https://doi.org/10.1130/0016-7606(1959)70)
- Chai, Z. Y., Kang, T. H., & Feng, G. R. (2014). Effect of aqueous solution chemistry on the swelling of clayey rock. *Applied Clay Science*, 93–94, 12–16. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2014.02.027>
- Davy, C. A., Skoczylas, F., Barnichon, J. D., & Lebon, P. (2007). Permeability of macro-cracked argillite under confinement: Gas and water testing. *Physics and Chemistry of the Earth*, 32(8–14), 667–680. <https://doi.org/10.1016/j.pce.2006.02.055>

- Foster, M. (1953). Geochemical studies of clay minerals: II. Relation between ionic substitution and swelling in montmorillonites. *American Mineralogist*, 38(11–12), 994–1006. Recuperado de http://scholar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:GEOCHEMICAL+STUDIES+OF+CLAY+MINERALS:+II-RELATION+BETWEEN+IONIC+SUBSTITUTION+AND+SWELLING+IN+mONTMORILLONITES*#0
- Gatta, G. D., & Lee, Y. (2014). Zeolites at high pressure : A review. *Mineralogical Magazine*, 78(2), 267–291. <https://doi.org/10.1180/minmag.2014.078.2.04>
- Goldenberg, L. C., Mandel, S., & Magaritz, M. (1986). Fluctuating, non-homogeneous changes of hydraulic conductivity in porous media. *The Quarterly Journal of Engineering Geology*, 19(2), 183–190. <https://doi.org/10.1144/GSL.QJEG.1986.019.02.10>
- Gómez, L., Lancheros, J., López, C., Patiño, A., Beltrán, A., Renzoni, G., ... Quintero, C. (2008). Cartografía geológica y muestreo geoquímico. Escala 1:100.000 de la Plancha 150-Cimitarra, VMM., 1–170.
- Gottardi, G. (1989). The genesis of zeolites. *European Journal of Mineralogy*, 1(4), 479–487.
- Grim, R. E. (1939). Relation of the Composition To the Properties of Clays *. *Journal of the American Ceramic Society*, 141–151.
- Grim, R. E. (1953). Clay Mineralogy. *McGRAW-HILL*, 76(4), 412. <https://doi.org/10.1097/00010694-195310000-00009>
- Grim, R. E., BRay, R. H., & Bradley, W. F. (1937). The Mica in Argillaceous Sediments. *American Mineralogist*, 22(7), 813–829.

- Ismail, A. R., Jaafar, M. Z., Rosli, W., Sulaiman, W., Ridzuan, A., & Bahru, U. T. M. J. (2015). Shale Swelling Mitigation in Water-Based Drilling Fluids with Amine Additives, (February), 29–30.
- Low, P. F. (1961). Physical Chemistry of Clay-Water Interaction. *Advances in Agronomy*, 13(C), 269–327. [https://doi.org/10.1016/S0065-2113\(08\)60962-1](https://doi.org/10.1016/S0065-2113(08)60962-1)
- Mier Umaña, R., Palmera Henao, T. S., Luna Osorio, J. S., & Delgado Blanco, L. A. (2016). Stratigraphic analysis and calculation of reserves in the Colorado Análisis estratigráfico y cálculo de reservas del Campo Escuela, (40), 1–2.
- Mooney, R. W., Keenan, A. G., & Wood, L. A. (1952). Adsorption of Water Vapor by Montmorillonite. II. Effect of Exchangeable Ions and Lattice Swelling as Measured by X-Ray Diffraction. *Journal of the American Chemical Society*, 74(6), 1371–1374. <https://doi.org/10.1021/ja01126a002>
- Moore, D. M., & Reynolds, R. C. (1997). *X Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals* (Second Edi). New York: Oxford.
- Moyer, V. (1946). Some Theoretical Aspects of Well Drainage and Economic Ultimate Recovery, (October).
- Murray, H. H. (2006). Applied Clay Mineralogy Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites, Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays. *Developments in Clay Science*, 2, 7–31. [https://doi.org/10.1016/S1572-4352\(06\)02002-2](https://doi.org/10.1016/S1572-4352(06)02002-2)
- Norrish, K. (1954). The swelling of montmorillonite. *Discussions of the Faraday Society*, 18, 120–134. <https://doi.org/10.1039/DF9541800120>
- O'Brien, D. E., & Chenevert, M. E. (1973). Stabilizing sensitive shales with inhibited, potassium-

- based drilling fluids. *Journal of Petroleum Technology*, 1089–1100.
<https://doi.org/http://dx.doi.org/10.2118/4232-PA>
- Parra, R. A. (2004). *Análisis de la interacción química entre los fluidos de formación, fluidos de perforación y composición mineral de rocas arcillosas en la estabilidad del pozo*. Universidad Industrial de Santander.
- Redden, J. (2009). Advanced Fluid Systems Aim To Stabilize Well Bores, Minimize Nonproductive Time. Recuperado el 16 de octubre de 2019, de <https://www.aogr.com/magazine/cover-story/advanced-fluid-systems-aim-to-stabilize-well-bores-minimize-nonproductive-t>
- Ríos, C., Williams, C., & Castellanos, M. (2012). Nucleation and Growth Process of Sodalite and Cancrinite from Kaolinite-rich Clay under Low-temperature Hydrothermal Conditions. *Materials Research*, 16(2), 15.
- Ríos, C., Williams, C., & Fullen, M. (2009). Nucleation and growth history of zeolite LTA synthesized from kaolinite by two different methods. *Applied Clay Science*, 42(3–4), 446–454. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2008.05.006>
- Ross, C. S., & Hendricks, S. B. (1943). Minerals of the montmorillonite group their origin and relation to soils and clays. *Geological survey professional paper 205-b*, 23–79, 23–79.
- Sharifipour, M., Pourafshary, P., & Nakhaee, A. (2017). Study of the effect of clay swelling on the oil recovery factor in porous media using a glass micromodel. *Applied Clay Science*, 141, 125–131. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.02.020>
- Sheng, J. J. (2011). *Modern Chemical Enhanced Oil Recovery*. Burlington, USA: Elsevier.
<https://doi.org/10.1016/B978-1-85617-745-0.00010-3>

- Sicery, R. A. R., & Pardo, J. G. V. (2005). *Analisis del fenomeno de osmosis entre fluidos de perforación y formaciones arcillosas*. Universidad Industrial de Santander.
- Ward, D. E., Cruz, J. A., Goldsmith, R., & Restrepo, H. (1973). Geología de los cuadrángulos H-12, Bucaramanga y H-13, Pamplona departamento de Santander. *Boletin Geológico*, 21, 1–3.
- Wei, J., Tao, J., Xin, S., Zhang, Q., Zhang, X., & Wang, Z. (2011). SPE 142770 A Study on Alkali Consumption Regularity in Minerals of Reservoirs During Alkali (NaOH)/ Surfactant / Polymer Flooding in Daqing Oilfield. *SPE Journal*, 9.
- Welton, J. E. (2003). *SEM Petrology Atlas*. (J. C. Lorenz, Ed.). Tulsa, Oklahoma 74101, U.S.A.: The American Association of Petroleum Geologists.
- Wilson, L., Wilson, M. J., Green, J., & Patey, I. (2014). The influence of clay mineralogy on formation damage in North Sea reservoir sandstones: A review with illustrative examples. *Earth-Science Reviews*, 134, 70–80. <https://doi.org/10.1016/j.earscirev.2014.03.005>