

## EXPERIMENTOS DE TENACIDAD A LA FRACTURA EN ROCAS SALE, EFECTOS DE LA QUÍMICA DEL FLUIDO EN $K_{Ic}$

Barragán, MartínH., Antinao Fuentealba, Fabián.J, Bianchi, Gustavo.L. Otegui, José L., Sánchez Camus, Ariel

DIEA, Departamento de Aeronáutica, Facultad de ingeniería. Universidad Nacional de La Plata. 1 y 47 – (1900) La Plata, Buenos Aires, Argentina.  
Martin\_barragan7@hotmail.com;antinao.f.j@gmail.com.

### INTRODUCCIÓN

La fractura hidráulica es un método empleado en la actualidad para aumentar la permeabilidad en reservorios no convencionales, y es realizada a partir de la inyección de grandes caudales de agua y aditivos, causando un consumo energético relativamente alto (Rezaee, 2015). Debido a que el comportamiento mecánico de la fractura es función de diversas variables (Sondergeld *et al.*2010), tales como saturación de agua, composición mineralógica de las rocas y propiedades mecánicas, es necesario la caracterización de dicho comportamiento a partir de algún enfoque. En este trabajo se aborda a la tenacidad a la fractura como parámetro para describir el comportamiento mecánico, y fue medida a partir de experimentos realizados en un dispositivo que, mediante un esquema de carga hidráulico, un fluido de “inyección” transmite la carga en muestras pre-fisuradas (probetas). De esta forma, la presión del fluido induce tensiones en las caras de la fisura que causan la apertura de esta en modo I como se ve en la Fig. 2. Se probaron distintos fluidos y condiciones (saturadas totalmente, saturación parcial, secas) para analizar la influencia del contenido de fluidos sobre la tenacidad. Esto fue consumado en muestras de rocas cuyo contenido de minerales fue principalmente calcita, con cantidades menores de arcillas y otros silicatos (cuarzo, feldespato).



Fig.1: Máquina utilizada para los ensayos

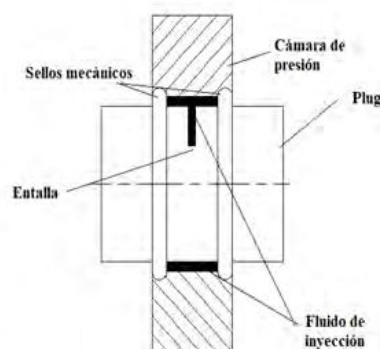


Fig.2: Esquema de carga hidráulica sobre la entalla.

### Efecto de los fluidos sobre la tenacidad a la fractura

Existen mecanismos que causan un deterioro general en la magnitud de algunas propiedades mecánicas de las rocas bajo la influencia de distintos fluidos contenidos en las mismas. Según Van Eeckhout (1976), quién estudió el efecto de la humedad, se distinguen principalmente cuatro mecanismos: *reducción de la energía de fractura*, *disminución de la tensión capilar*, *incremento de la presión poral*, y *corrosión bajo tensión*.

En general, es verificado que el efecto de la saturación de las muestras de roca frente a distintos fluidos, causa una merma en la tenacidad a la fractura, la que a su vez, es dependiente de la geometría de la probeta (Aliha , 2017), de la mineralogía, nivel de saturación y tipo de fluido (Guha Roy, 2017; Zhou *et al.*, 2018).

## MÉTODOS

### Condiciones de los ensayos

El diseño de los experimentos se orientó a maximizar los efectos producidos por los fluidos en lo que a la tenacidad se refiere, por lo que la elección de los mismos se realizó en función del hipotético efecto sobre la variación volumétrica de las arcillas mediante el contacto con soluciones acuosas (Rezaee, 2015; Zhang, 2017). Además, se considera el posible efecto de la disolución química sobre las muestras por la presencia de calcita (Ciantia *et al.*, 2013; Oryem *et al.*, 2015). Se seleccionaron cuatro fluidos para el análisis de la tenacidad, cuyos resultados fueron comparados con las probetas secas. Además, se incluyó la condición de saturación parcial en humedad ambiente imperante en el laboratorio.

- ✓ Fluido 2-API: solución salina con un 2% en peso de cloruro de potasio. Esta conforma un fluido ampliamente usado en las operaciones de producción de petróleo y gas, cuyo propósito es evitar el hinchamiento de arcillas.
- ✓ Agua destilada: Contrariamente a la solución 2-API, se seleccionó para maximizar el deterioro de las rocas y el hinchamiento de arcillas.
- ✓ Alcohol isopropílico, kerosene: Se supuso que, al ser componentes orgánicos, no existirían reacciones químicas.
- ✓ Saturación parcial en humedad ambiental: Se desea analizar el efecto de las tensiones capilares debido a la saturación parcial, comprobada en ensayos de compresión por Schmitt *et al.* (1994).

### Muestreo de los afloramientos

Los bloques o unidades de rocas puestas a prueba fueron extraídos desde los afloramientos ubicados en la zona de “Sierra de la Vaca Muerta”, en el sector sur de la cuenca Neuquina, en la localidad denominada “Los Catutos” (Spalletti *et al.*, 2015). El análisis de difracción de rayos X confirma la presencia de calcita y cuarzo, como componentes mayoritarios, y en menor porcentaje, arcilla y feldespato.

### Preparación de las muestras

Se mecanizaron las probetas a partir de los bloques o unidades de roca mediante el empleo de sierra e hilo diamantado. Este último permitió el mecanizado de la entalla, y así se obtuvieron probetas de 1,5” de diámetro y 40 mm de altura aproximadamente. Se controló la masa de las muestras mediante balanza, tanto en la saturación en los distintos fluidos, como durante el secado en horno. Los tiempos de saturación y secado fueron de 24 hs, intervalo de tiempo el que se comprobó una invariancia del peso de las muestras en ambas condiciones (saturación o secado total). Luego de la etapa de preparación, las muestras se sometieron a los respectivos ensayos de tenacidad a la fractura, obteniéndose en cada uno de ellos, la presión de rotura mediante un manómetro. A continuación, se midieron las entallas mediante un microscopio estereoscópico sobre la superficie de fractura. En total se probaron 5 bloques (S300, S400, S500, S1600, S2200), presentándose 5 series distintas de probetas.

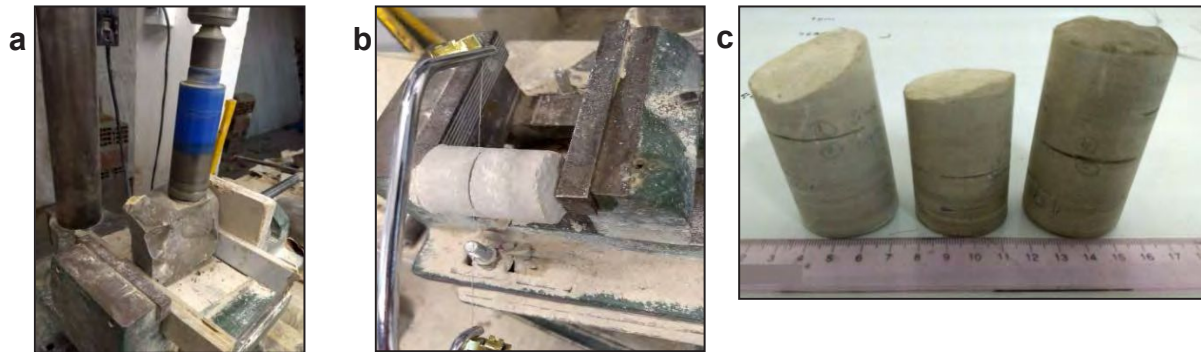


Fig.3: Preparación de las probetas para los ensayos. a) Esquema del mecanizado de probetas; b) Terminación final de la entalla mediante hilo diamantado; c) Probetas obtenidas para los ensayos. Se observan las entallas mecanizadas.

### Cálculo de tenacidad a la fractura

La tenacidad a la fractura ( $K_{IC}$ ) tiene como forma general la indicada en la siguiente ecuación:

$$K_{IC} = \sigma \sqrt{\pi a} F$$

Siendo  $F$  el factor geométrico,  $a$  la longitud de la fisura, y  $\sigma$  la tensión (tracción) nominal externa, aplicada lejos del vértice de la fisura. Para la geometría en cuestión, empleamos la siguiente igualdad para el cálculo, haciendo uso del método de superposición para la tenacidad a la fractura, en régimen lineal elástico:

$$K_{IC} = P \sqrt{\pi a} F_c$$

El factor  $F_c$  es calculado de la siguiente forma (Toribio *et al.* 2009),

$$F_c \left( \frac{a}{D} \right) = 0,926 - 1,771 \left( \frac{a}{D} \right) + 26,421 \left( \frac{a}{D} \right)^2 - 78,441 \left( \frac{a}{D} \right)^3 - 87,911 \left( \frac{a}{D} \right)^4$$

## RESULTADOS Y DISCUSION

A continuación se muestra en la Fig. 4A, los resultados de los ensayos para cuatro bloques diferentes, en condiciones de saturación parcial en humedad ambiente. En la Fig. 4B, se observan los resultados de tenacidad frente a distintas condiciones de saturación, para un solo bloque de probetas.

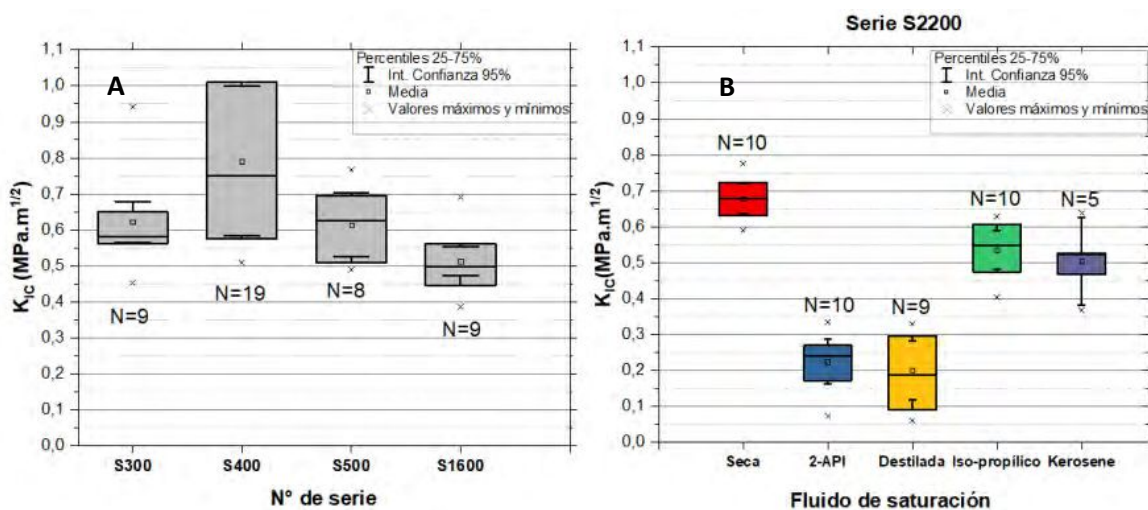


Fig.4: Diagrama de cajas comparativos de tenacidad a la fractura; “N” es el número de ensayos por cada serie o condición. A) Condición de saturación parcial en humedad ambiental (4 bloques). B) Condición de saturación en distintos fluidos y sin saturar, sobre un solo bloque muestra.

La metodología experimental empleada tiene la ventaja de suministrar una numerosa cantidad de datos de tenacidad a la fractura. Los resultados muestran una clara tendencia al decremento en la tenacidad a la fractura frente a los distintos fluidos, tal cual lo evidencian varios autores (Nara *et al.* 2006, 2011; Roy *et al.* 2017; Zhang *et al.* 2017). Respecto a las muestras no saturadas y considerando los valores medios, los fluidos 2-API y agua destilada causaron una disminución de aproximadamente el 70% en la tenacidad, mientras que este porcentaje es del 25% para el alcohol y el kerosene.

Atendiendo a los posibles mecanismos del deterioro de diversas propiedades mecánicas sugeridos por Van Eeckhout, (1976), y teniendo en cuenta los componentes mineralógicos de las muestras, se sugieren los siguientes hipótesis.

I) Presión poral: debido a que las muestras fueron saturadas a presión atmosférica y durante 24 hs., cualquier hipotético aumento de presión interna en los poros es equilibrado con el entorno, pues existió tiempo suficiente para la difusión de fluido.

II) Corrosión bajo tensión: ya sea que tratemos con rocas sedimentarias o ígneas (Nara *et al.* 2006, 2011), la tenacidad a la fractura decrece con la presencia de agua por efecto de la corrosión. Nara *et al.* (2006) investigaron la tenacidad a la fractura subcrítica de rocas con alto contenido de sílice y arcillas. Este es un fenómeno que puede ocurrir debido a la composición de las muestras y a que el tiempo de interacción entre estas y el fluido es relativamente largo.

III) Tensiones capilares: La presencia de fluidos dentro de los espacios porales genera tensiones capilares, cuyo campo tensional producido es distinto al efectuado en rocas secas, según lo comprueba AL-Bazali (2013). Se conoce que en condiciones de saturación parcial, se produce una presión capilar negativa que tiene el efecto de la presión confinante en la resistencia a la compresión, esto es, aumenta su magnitud (Schmitt *et al.* 1994). Además, rocas de composición similar y con tamaños porales relativamente pequeños, presentan mayores magnitudes de presiones capilares respecto a aquellas con poros de mayor tamaño (Schmitt *et al.* 1994). Para rocas completamente saturadas, el efecto de la presión capilar desaparece. Considerando globalmente los resultados de la (Fig 4A, todas las muestras afectadas por saturación parcial en humedad ambiente tienen una

tenacidad comparable a la obtenida en la condición seca (Fig 4 B). Estos resultados se explican por la tensión residual de compresión que se genera en los espacios porales y particularmente en la punta de la fractura. No obstante, esta hipótesis debe confirmarse mediante la medición de los tamaños porales y porosidad de las muestras.

Observando los resultados de las muestras saturadas totalmente en alcohol y kerosene, evidentemente existe un efecto no explicado por esta hipótesis, pues en éstas la saturación era completa.

IV) Deterioro físico-químico por disolución de carbonatos: Ciantia *et al.*, (2013) y Oryem *et al.* (2015) modelan y realizan experimentos en rocas principalmente carbonáticas altamente porosas, y postulan que la reducción en la resistencia mecánica obtenida es producto de la disolución de carbonatos, considerando escalas de tiempo superiores a las 1000 hs bajo la interacción de fluidos orgánicos (butanota, acetona) y agua, despreciando este mecanismo para escalas cortas de tiempo. No ha sido comprobada la existencia de disolución durante el tiempo de saturación de las muestras (24 hs) en dichas pruebas, por lo que no se desecha esta hipótesis.

Teniendo en cuenta estos mecanismos, y considerando un contenido mínimo de arcillas, es probable que los efectos de hinchamiento de arcillas y tensiones capilares se hallen superpuestos. Es decir, por un lado, la modificación de las tensiones capilares frente a la presencia de fluidos porales en rocas parcialmente saturadas puede influir en el comportamiento mecánico de la roca, independientemente de la cantidad de arcillas. Por otra parte, la deformación volumétrica causada por la presencia de estos minerales puede inducir a la nucleación de microfisuras. Por tanto, la matriz de la roca tendería a perder rigidez mecánica, causando un “daño” o “deterioro mecánico” irreversible en esta.

Si se toma la hipótesis de disolución de carbonatos, el efecto de hinchamiento y nucleación de fisuras se ve magnificado por la degradación físico-química producida en la matriz de la roca, causando una merma considerable en la tenacidad a la fractura.

Los fluidos orgánicos, kerosene y alcohol, no producen hinchamiento y tampoco reacciones químicas, pero los experimentos han demostrado que hay un debilitamiento de la matriz de la roca que se traduce en una relativamente baja disminución de la tenacidad.

## CONCLUSIONES

Se presentaron estudios experimentales con muestras de afloramientos provenientes de la Formación Vaca Muerta, compuesta mayoritariamente por minerales de calcita, con menores contenidos de cuarzo, arcillas y feldespatos. La tenacidad a la fractura ( $K_{IC}$ ) se determinó usando probetas entalladas de 1,5".

Se ha utilizado un novedoso conjunto experimental, donde el  $K_I$  se aplica mediante una presión hidráulica en el interior de la entalla. La influencia de la composición mineralógica de las rocas y de la composición química de diferentes fluidos sobre la tenacidad aparente se discute en términos de  $K_{IC}$ .

En general, las rocas saturadas han mostrado una disminución de la tenacidad a la fractura respecto a su condición seca, y la magnitud de esta disminución es dependiente del fluido de saturación. Agua destilada y solución salina de KCl empleados como fluidos, causaron una disminución de aproximadamente un 70%, mientras que la merma con alcohol y kerosene fue del 25%.

Los mecanismos que explican estos comportamientos no han sido dilucidados por completo, sin embargo, se han discernido los más importantes: presión capilar, hinchamiento de arcillas y disolución de carbonatos.

## REFERENCIAS

Guha Roy, D., Singh, T. N., Kodikara, J., & Das, R. (2017). Effect of Water Saturation on the Fracture and Mechanical Properties of Sedimentary Rocks. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 50(10), 2585–2600. <https://doi.org/10.1007/s00603-017-1253-8>.

L. Schmitt, T. Forsans, F.J. Santarelli (1994). *Shale Testing and Capillary Phenomena*.

M. O. Ciantia, R. Castellanza, C. di Prisco and T. Hueckel (2013) Experimental Methodology for Chemomechanical Weathering of Calcarenites [https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-642-32492-5\\_43](https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-642-32492-5_43).

MRM Aliha, E Mahdavi, MR Ayatollahi, 2017, The influence of specimen type on tensile fracture toughness of rock materials. <https://link.springer.com/article/10.1007/s00024-016-1458-x>.

Nara, Y., & Kaneko, K. (2006). Sub-critical crack growth in anisotropic rock. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 43(3), 437–453. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2005.07.008>.

Nara, Y., Morimoto, K., Yoneda, T., Hiroyoshi, N., & Kaneko, K. (2011). Effects of humidity and temperature on subcritical crack growth in sandstone. International Journal of Solids and Structures, 48(7–8), 1130–1140. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2010.12.019>.

Rezaee, R. (2015). Fundamental of Gas Shale Reservoirs. Wiley.

Sondergeld, C. H. R. J. Ambrose, C. S. Rai, and J. Moncrieff, 2010, microstructural studies of gas shales: Society of Petroleum Engineers Unconventional Gas Conference, Pittsburgh, Pennsylvania, February 23-25, 2010, SPE Paper 131771, 17 p.

Spalletti, L., Pirrie, D., Veiga, G. D., Schwarz, E., Rollinson, G., Shail, R., ... Butcher, A. (2015). Análisis mineralógico integrado (Qemscan y DRX) de lutitas negras: Los depósitos tithonianos basales de la formación Vaca Muerta (Cuenca Neuquina, Argentina). Latin American Journal of Sedimentology and Basin Analysis, 22(1), 13–28.

Toribio, J., Álvarez, N., González, B., & Matos, J. C. (2009). A critical review of stress intensity factor solutions for surface cracks in round bars subjected to tension loading. Engineering Failure Analysis, 16(3), 794-809. <https://doi.org/10.1016/J.ENGFAILANAL.2008.06.023>.

Van Eeckhout, E. M. (1976). The mechanisms of strength reduction due to moisture in coal mine shales. International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences and Geomechanics, 13(2), 61–67. [https://doi.org/10.1016/0148-9062\(76\)90705-1](https://doi.org/10.1016/0148-9062(76)90705-1).

Zhang, C., Gamage, R. P., Perera, M. S. A., & Zhao, J. (2017). Characteristics of clay-abundant shale formations: Use of CO<sub>2</sub> for production enhancement. Energies, 10(11), 1–27. <https://doi.org/10.3390/en10111887>.