

EXPERIMENTOS DE TENACIDAD A LA FRACTURA EN ROCAS SHALE, EFECTO DE LA QUÍMICA DEL FLUIDO SOBRE K_{IC}

F. J. Antinao Fuentealba¹, G. L. Bianchi², A. Sánchez Camus³, R. Ramos⁴

1: Grupo Innovación Energética y Ambiental, Instituto Malvinas, Facultad de Ingeniería, UNLP, antinao.f.j.@gmail.com

2: Grupo Innovación Energética y Ambiental, Instituto Malvinas, Facultad de Ingeniería, UNLP,
gustavo.bianchi@ing.unlp.edu.ar

3: Solaer Ingeniería, acamus@solaeringenieria.com

4: Solaer Ingeniería, rramos@solaeringenieria.com

Palabras clave: Reservorios no convencionales, tenacidad a la fractura, fragilidad de rocas, caracterización experimental, química del fluido

ABSTRACT

Fracture toughness experiments in shale rocks, effect of fluid chemistry on K_{IC}

Rock fracability characterization is a key issue for stimulation of unconventional reservoirs. This property controls hydraulic fracture initiation, propagation pressure and Stimulated Reservoir Volume (SRV), which in turn control well productivity. Brittleness and its opposite, toughness, are terms used to describe rock fracability. This paper discusses the use of a linear elastic fracture mechanics approach based on the critical stress intensity factor (KI) to characterize rock fracability.

This article presents results of experimental studies using real Vaca Muerta Formation shale from outcrop samples. Fracture Toughness (K_{IC}) is determined using notched 1.5" plugs machined from rocks, which can be re-used several times and require much less material than standard Brazilian discs and semicircular three point bending specimens. A novel experimental set up has been used, in which KI is applied by means of a hydraulic system. This allows the analysis of the influence of the fluid composition. The influence of chemical and mineralogical rock composition, saturation levels and exposure conditions (different fluids) upon fracability is discussed in terms of K_{IC} measurements conducted on rock samples.

The use of different fluids as saturation media in controlled laboratory conditions has shown a decrease in the K_{IC} values of rock samples.

Advantages and limitations of the experimental conditions are discussed as well as the influence of different mechanism of fracture toughness variation on rock samples with fluid content.

INTRODUCCIÓN

El empleo de la fractura hidráulica como método técnicamente viable para el aumento de la permeabilidad en reservorios no convencionales, trae consigo la evaluación de distintos factores petrofísicos, mecánicos, geológicos y geofísicos que ponderan en la decisión de la conducción económica de esta operación. Sondergeld *et al.* (2010) realizan un compendio de estos factores

que deben ser analizados, teniendo entre ellos las variables: saturación de agua, composición mineralógica y propiedades mecánicas de las rocas. Durante la evolución de la cuenca, las rocas son expuestas a temperaturas y presiones mayores que causan cambios en la mojabilidad, la permeabilidad, la porosidad y en los parámetros mecánicos en las distintas facies de la formación. Los procesos de diagénesis no solo afectan la estabilidad mecánica de la roca, sino también la estabilidad química de las mismas (Loucks *et al.* 2012). Estos autores muestran la relación que existe entre la estabilidad y los tipos de porosidad (interparticular, intraparticular, y la asociada a la materia orgánica), mineralogía, historia geológica, y condiciones de reservorios. El diagrama ternario definido por Loucks *et al.* (2012) en la (Fig. 1) agrupa los principales minerales que componen las rocas de acuerdo a su estabilidad mecánica y química.

En lo que a la fractura hidráulica se refiere, existe en la literatura una gran cantidad de enfoques para cuantificar el comportamiento mecánico de la fractura, recomendando el uso de diferentes índices de fragilidad en función de la mineralogía, de la resistencia mecánica a la tracción o compresión y de parámetros extraídos de las curvas tensión-deformación, de mediciones sísmicas, entre otras. Zhang *et al.* (2016) realizan una revisión de un vasto número de parámetros de caracterización de la fracturabilidad de las rocas.

En el presente trabajo se aborda a la tenacidad a la fractura como parámetro para describir el comportamiento a la fractura. Para cuantificarlo, se realizaron experimentos en un dispositivo que, mediante un circuito hidráulico, se presuriza una cámara aislada del exterior mediante sellos mecánicos, mientras una muestra de roca cilíndrica provista de una entalla o pre-fisura se aloja en su interior (Fig. 2). De esta forma, un fluido de inyección transmite la presión hacia la entalla, induciendo tensiones en las caras de la fisura que causan la apertura de esta en modo. El registro de presión de ruptura y la medición de la longitud de la entalla permite el cálculo de la tenacidad a la fractura.

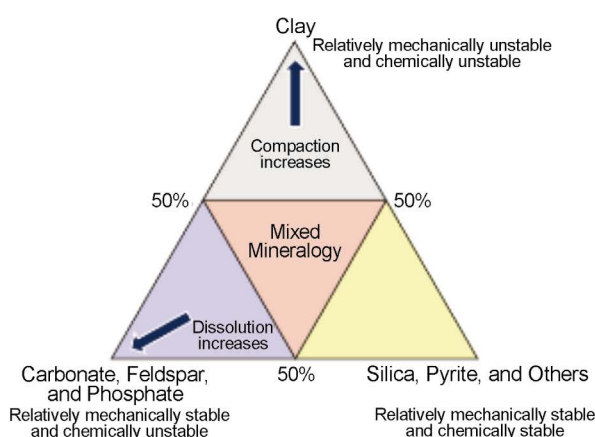


Figura 1. Diagrama ternario (según Loucks *et al.* 2012).

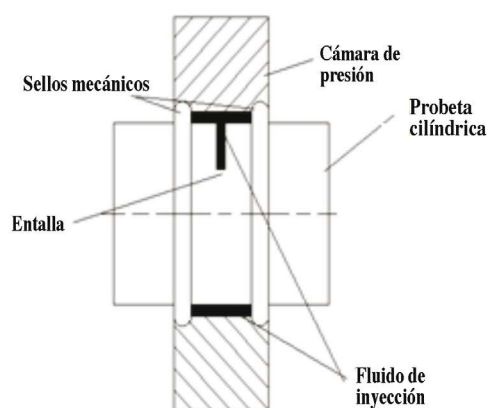


Figura 2. Esquema de carga hidráulica sobre la entalla (captura propia).

Se probaron distintos fluidos para analizar la influencia sobre la tenacidad en las muestras secas y saturadas, las que tenían como componente mineralógico principal calcita y/o dolomita, y cantidades menores de arcillas y otros silicatos (cuarzo, feldespato). Debido a que el dispositivo de ensayos transmite la presión hacia el interior de la entalla, al no existir restricciones en los extremos, existe un desplazamiento longitudinal libre.

Influencia de los fluidos sobre la tenacidad a la fractura

Es conocido y verificado experimentalmente (Van Eeckhout 1975, 1976; Vásárhelyi *et al.* 2006; Nara *et al.* 2006, 2011; AL-Bazali 2013; Ewy 2014; Lyu *et al.* 2018) que existen mecanismos aún no tan fácilmente discernibles en forma cuantitativa, 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 cinco mecanismos: reducción de la energía de fractura, disminución de la tensión capilar, incremento de la presión poral, disminución de la fricción interna y corrosión bajo tensión. Las pruebas experimentales que ejecutó y compiló demuestran que, dependiendo del tipo de roca, existe una clara tendencia en la disminución de la resistencia a la compresión uniaxial con el aumento en la humedad, cuyo grado de influencia es fuertemente dependiente de la composición mineralógica de las mismas. Teniendo en cuenta este aspecto, se ha encontrado que rocas con mayor porcentaje de cuarzo en su matriz y cemento, son menos sensibles a la degradación de la resistencia a la compresión (Hawkins *et al.* 1992).

Considerando el mecanismo de corrosión bajo tensión en la tenacidad a la fractura, Atkinson (1984) comprobó que en muestras de cuarzo, se acentúa el efecto de la corrosión bajo tensión debido a las reacciones de hidrólisis originadas en los enlaces de silicio y oxígeno, teniendo una influencia notable en la velocidad de crecimiento de fisuras. Otros estudios han indagado en los mismos efectos sobre rocas con altos porcentajes de carbonatos (Henry *et al.* 1977) y en rocas ígneas de granito (Nara *et al.* 2006, 2012), arribando a resultados que demuestran empíricamente la disminución de la tenacidad a la fractura en circunstancias de saturación con agua, y caracterizando una tenacidad subcrítica de crecimiento de fisura.

Siguiendo con la tenacidad a la fractura, el efecto de la humedad en la misma sigue tal tendencia en el deterioro de su magnitud. Roy *et al.* (2017) muestran este comportamiento en el ensayo de probetas semicirculares en condiciones de flexión en tres puntos para distintos modos de apertura de fisuras. Las muestras fueron inmersas previamente en agua destilada durante 24 hs, con cantidades de agua variando entre 0 y 1 % en peso. En la (Fig. 3) se muestran los resultados y puede observarse que, en modo I, el decremento en las tenacidades es de aproximadamente un 50% para rocas de tipo shale, y del 10 al 30 % en areniscas.

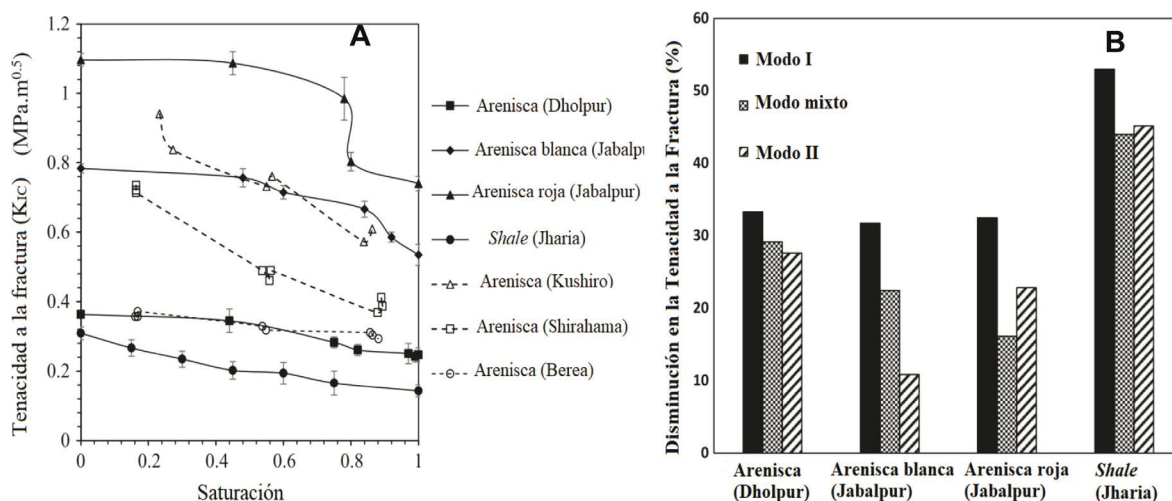


Figura 3. Efecto del contenido de humedad en distintas rocas. A) Tenacidad a la fractura en función de la saturación porcentual de la roca. B) Disminución de la tenacidad a la fractura en diferentes rocas, para los distintos modos de apertura de fisura (modificado según Roy *et al.* 2017).

Tendencias similares han sido observadas en rocas sedimentarias saturadas en agua, tal como lo muestran Zhou *et al.* (2018), quienes realizaron pruebas sobre probetas del tipo del tipo NSCB (Notched semi-circular bend) en areniscas con bajo contenido de arcillas (Fig. 4).

Si consideramos el efecto de la mineralogía sobre la tenacidad, la energía consumida para la creación de superficies de fractura es mayor en aquellas rocas con mayores contenidos de arcilla, originando un comportamiento plástico en casos extremos y disminuyendo el consumo energético para mineralogías carbonáticas y silíceas (Rezaee 2015).

Complementariamente, la presencia de altos porcentajes de argilominerales en formaciones shales favorece las condiciones de almacenamiento y maduración de materia orgánica (Rezaee 2015; Zhang *et al.* 2017) y por lo tanto se correlaciona directamente con el grado de anisotropía en algunas propiedades mecánicas (Sone *et al.* 2013).

La necesidad de mejorar la permeabilidad de las formaciones shales mediante fracturas hidráulicas, conduce usualmente al uso de fluidos de fractura con base agua, elemento que limita la eficiencia de la producción a causa del fenómeno de hinchamiento de arcillas (Zhang *et al.* 2017). Este se entiende como daño que producen las soluciones acuosas utilizadas tanto en operaciones de exploración y producción, debido a deformación volumétrica de la estructura molecular de las arcillas que toman contacto con el agua (Zhang *et al.* 2017). Consecuentemente, existe un decremento en las propiedades de conductividad hidráulica de la formación (Baptist *et al.* 1954), así como también en algunas de las propiedades mecánicas tales como la resistencia a la compresión y tenacidad a la fractura (Ewy 2014; Zhang *et al.* 2017).

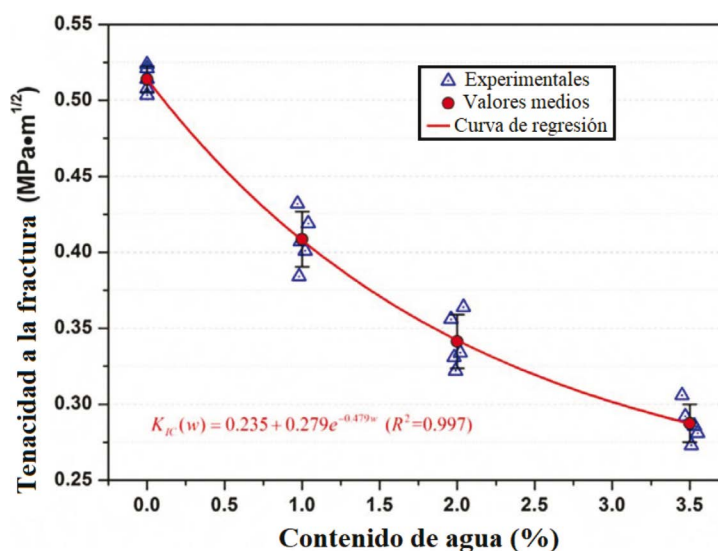


Figura 4. Efecto del contenido de agua en la tenacidad a la fractura (modificado según Zhou *et al.* 2018)

En la (Fig. 5) se muestra un diagrama ternario típico de composición mineralógica, donde puede observarse en rasgos generales la composición de los distintos sectores de la Formación Vaca Muerta (Askenazi *et al.* 2013). Este diagrama permite apreciar la gran heterogeneidad mineralógica en el yacimiento bajo estudio.

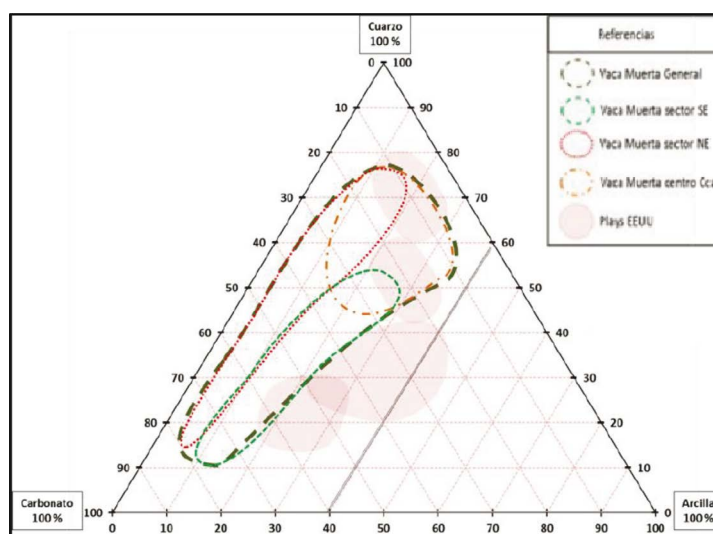


Figura 5. Diagrama ternario de composición mineralógica de varias zonas de la Formación Vaca Muerta. En el extremo de cuarzo, se comprenden los feldespatos y cuarzo propiamente dicho (según Askenazi *et al.* 2013).

Dificultades experimentales en estudio de rocas

Corrientemente, los experimentos desarrollados en rocas tienen algunos detalles técnicos que, de no ser tomados en cuenta, pueden conducir a resultados erróneos o con alta incertidumbre. En la bibliografía existen algunas técnicas y procedimientos que se recomiendan seguir para que

las condiciones iniciales de las muestras de roca a ensayar respecto a la temperatura, humedad ambiente, cantidad de fluido absorbido o cedido y tiempo del proceso, distribución del fluido, y el grado de heterogeneidad inherente al origen de éstas, no conduzcan a resultados con grandes incertezas (Ulusay 2015; Wong *et al.* 2016; Zhou *et al.* 2016)

La técnica usual para asegurar la ausencia de agua y otros hidrocarburos livianos es mediante calentamiento de las muestras a distintas temperaturas y tiempos. La temperatura calentamiento para el secado generalmente se halla entre los 50°C y 100°C, que según se informa en varias fuentes (Erguler *et al.* 2009; Ulusay 2015; Roy *et al.* 2017), son suficientes para eliminar el agua y en menor medida, hidrocarburos livianos (Romero-Sarmiento *et al.* 2016). No obstante, otro efecto que tiene la temperatura es la dilatación volumétrica de las múltiples fases minerales, que al poseer diferentes coeficientes de dilatación, es probable que induzcan a la nucleación de microfisuras de origen térmico en direcciones inciertas (Chandler *et al.* 2017). Añadiendo aún más complejidad al estudio, experiencias previas han demostrado que en rocas con mayores contenidos de arcillas, los ciclos de humectación y secado, procesos que en los afloramientos se da en forma natural, afectan también a las propiedades mecánicas (Lin *et al.* 2005; Nara *et al.* 2011). Estos fenómenos son explicados por el hinchamiento y contracción que son característicos en rocas arcillosas en contacto con soluciones acuosas.

Para muestras extraídas de afloramientos, las circunstancias en las que son halladas las mismas son aleatoriamente dispares, pues el grado de meteorización superficial al que fue sometida la roca debido a la presencia de agentes atmosféricos puede ser muy variable. Por ende, la historia termomecánica de los constituyentes de las rocas puede tener una influencia en el diseño de los experimentos, puesto que dificulta la selección de la escala de las muestras a utilizar, esto es, el volumen representativo para la medición de propiedades.

La Formación Vaca Muerta presenta un alto grado de heterogeneidad en diversas propiedades (Stinco *et al.* 2014; Zeller *et al.* 2015). Esto causa que el volumen representativo seleccionado para la medición experimental de cualquier propiedad está afectado por la variabilidad composicional, por ende tendrá incertidumbres difíciles de eliminar.

METODOLOGÍA

Muestreo desde los afloramientos

Los bloques o unidades de rocas puestas a prueba fueron extraídos desde los afloramientos ubicados en la zona de la “Sierra de la Vaca Muerta”, en el sector centro-sur de la cuenca Neuquina, mostrada en la (Fig. 6), en la localidad de “Los Catutos”. No se realizó un estudio cuantitativo sobre las muestras, por lo que se desconoce la mineralogía exacta de las mismas. Se estimó una composición con altos contenidos de carbonatos de calcio a partir de la verificación de

la disolución y efervescencia de las muestras mediante la aplicación de ácido clorhídrico (Tarbuck *et al.* 2005). En la (Figs. 7 y 8) se aprecia la zona de muestreo de los intervalos de estudio. La extracción de las rocas se realizó conservando la dirección de laminación de las mismas, así como se observa en la (Fig. 7).

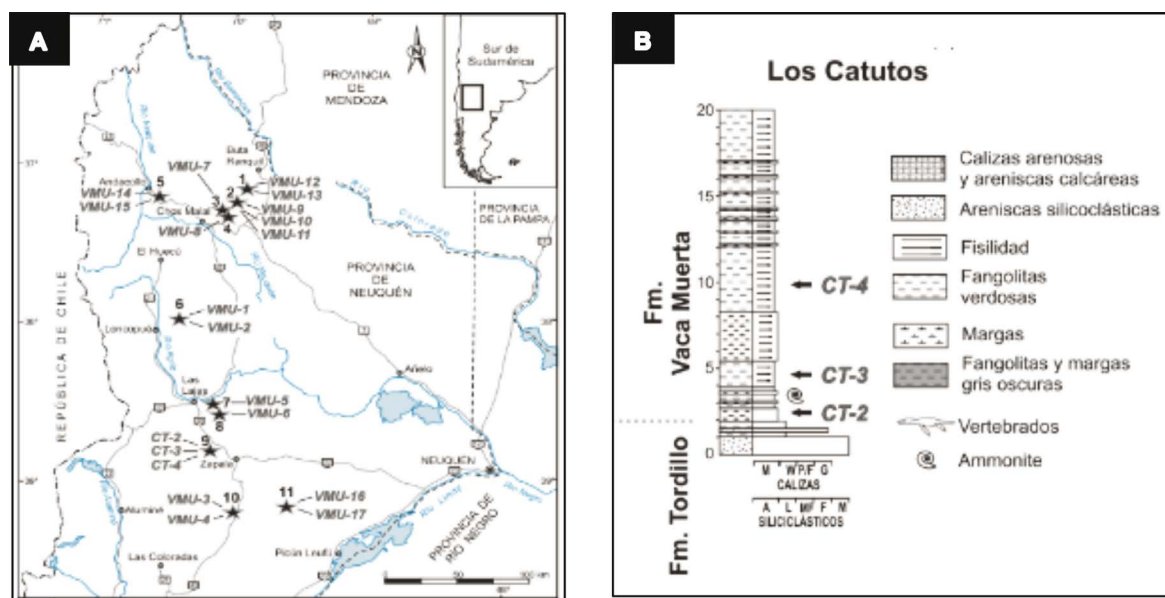


Figura 6. A) Zona de extracción de muestras, en los puntos cercanos a CT-2, CT-3 y CT-4, localidad de “Los Catutos”. B) Se muestra una columna estratigráfica con la litología dominante en la formación (según Spalletti *et al.* 2014).



Figura 7. Muestreo de rocas desde los afloramientos (captura propia).

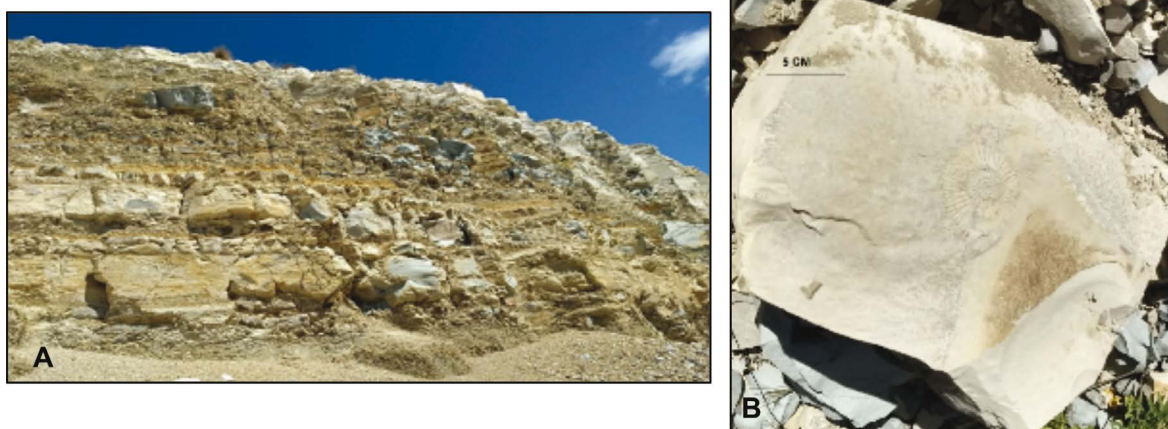


Figura 8. A) Vista general del afloramiento. B) Resto fósil de origen marino encontrado en el lugar (captura propia).

Preparación de las muestras

Las muestras fueron cortadas mediante una sierra diamantada en unidades que denominaremos “bloques” de aproximadamente 30cmx30cmx20cm. Paso seguido se mecanizaron los plugs haciendo uso de una broca diamantada (Fig. 9), resultando en probetas de aproximadamente 1,5” de diámetro y 40 mm de altura (Fig. 10). Se hace la salvedad que algunas de las probetas mecanizadas se emplearon como “testigos” para el control de peso durante la saturación en los distintos fluidos y secado en horno, cuyos datos se visualizan en las (Fig. 14). Como en cualquier proceso de corte, se percibió un aumento de la temperatura durante la operación. El uso de lubricantes para remediar esto no fue tan eficiente, puesto que la alta temperatura y la consecuente evaporación de los fluidos, además del deterioro estructural que pueden producir algunos de ellos, son efectos no deseados (McPhee *et al.* 2015). Esto se solucionó cortando las probetas en forma tangencial al bloque inicial, de manera tal de favorecer la evacuación del material residual, a velocidades cercanas a los 200 rpm (Fig. 11).

La entalla se fabricó en dos etapas: en la primera, mediante una sierra de 1 mm de espesor se cortó hasta aproximadamente 6 mm de profundidad, para luego realizar la terminación a partir de un hilo diamantado de 0,35 mm de diámetro, dependiendo de la longitud deseada (Fig. 12). No se tuvo un control preciso de la profundidad de la entalla durante su fabricación, pero resultaron entre los 6 mm y 10 mm. Se debe notar que el mecanizado de los plugs fue realizado considerando que los planos de las fisuras resulten perpendiculares a la laminación de la roca (Fig. 13).

Posteriormente, se secaron los especímenes en un horno a temperatura constante de 50°C, durante 24 hs. para la eliminación del contenido de agua, lo que fue comprobado mediante la invariabilidad del peso en el tiempo (Fig. 14). Luego se los almacenó en un desecador para evitar el contacto con la humedad ambiental (Fig. 15). En rasgos generales, los *plugs* perdieron aproximadamente el 1,5% en peso respecto a su condición “húmeda”, luego del secado en el



Figura 9. Esquema del mecanizado de plugs.



Figura 10. Muestras de roca cilíndricas con entallas, utilizadas en los ensayos

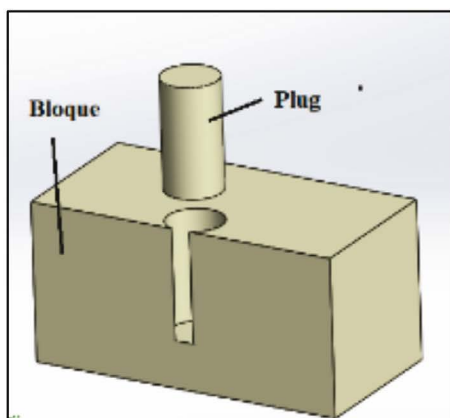
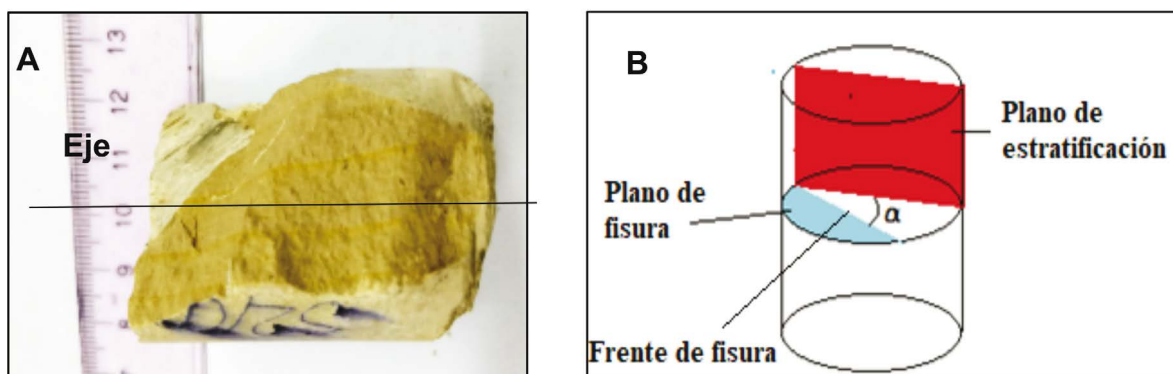


Figura 11. Esquema de corte de plugs mediante broca diamantada (captura propia).



Figura 12. Terminación final de la entalla mediante hilo diamantado (captura propia).



horno, mientras que la ganancia de fluidos bajo saturación fue mayor al 2,5% respecto al peso en seco. Siguiendo la (Fig. 14 B), se observa que los testigos expuestos a condiciones de humedad y temperatura locales del laboratorio (20-25°C, 30-50% de humedad) toman aproximadamente un 1% de la humedad ambiental, cantidad que varía en el tiempo según sea el equilibrio con el entorno.

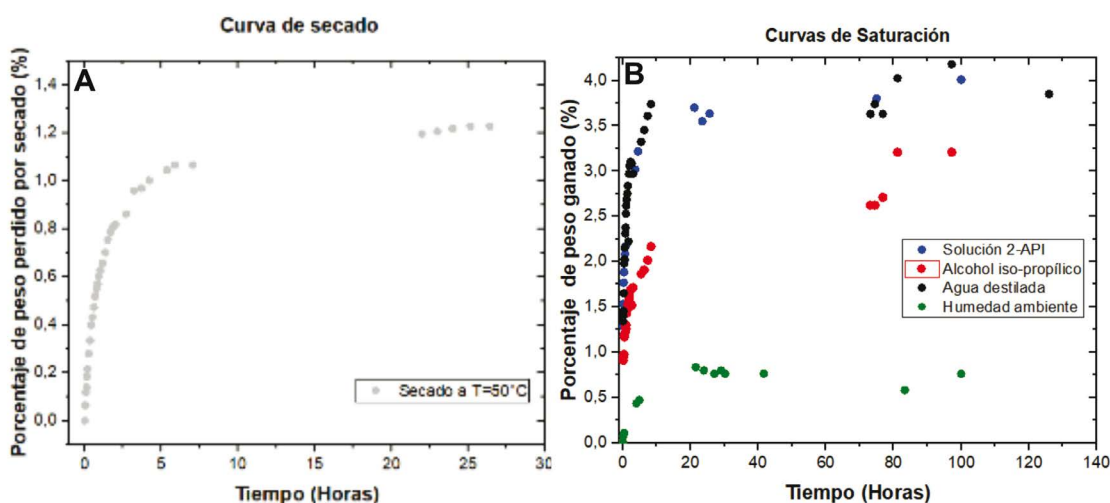


Figura 14. Curvas de secado (A) y saturación en los distintos fluidos (B)

La selección temprana del fluido 2-API como fluido estándar de inyección en los ensayos, fue realizada basándonos en el efecto que los fluidos de fractura con base agua tienen sobre las rocas con contenidos apreciables de arcilla, en lo que respecta a parámetros de resistencia mecánica.

La evolución de los ensayos, complementada con resultados no esperados, nos llevó a realizar una revisión general de los procedimientos empleados que nos permitan detectar y medir la influencia de las variables. Es por esto que el diseño de los experimentos se reorientó 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 agua. Se seleccionaron cuatro fluidos para el análisis de la tenacidad, cuyos resultados fueron comparados con las probetas secas.

- 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 y posteriores problemas que este fenómeno trae aparejado.
- 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.

Con el objeto de establecer resultados comparables para las distintas condiciones, las probetas analizadas y mecanizadas fueron agrupadas por unidades o bloques. De cada uno de estos bloques, que son los volúmenes representativos, se les asignó un número de serie y se extrajo un número determinado de probetas, listados en las Tablas 1 y 2. De esta forma se intentó minimizar los errores aleatorios debido a las diferencias composicionales y mineralógicas en cada bloque. A modo de ejemplo, a partir del bloque correspondiente a la serie “S2200” (Tabla 1) se extrajeron 44 probetas, que forman un conjunto con una variabilidad composicional y mineralógica mínima. Sin embargo, incluso atendiendo a este procedimiento, algunos de estos plugs, que generalmente posee entre 2 o 3 entallas, posee diferencias apreciables que mediante inspección visual, se comprueban como cambios de color.

En total se ensayaron 5 bloques, presentándose 5 series distintas de probetas cuya cantidad por serie se especifica en las tablas 1 y 2. Los especímenes mecanizados a partir de los primeros cuatro no fueron saturados y solo se vieron afectadas por la humedad ambiente (series “S300”, “S400”, “S500” y “S1600”). A diferencia de estos, los cinco restantes fueron secados y saturados (serie “S2200”) en las condiciones anteriormente enunciadas.

Ensayos

Luego de la preparación de las probetas, estas se sometieron a los respectivos ensayos de tenacidad a la fractura, obteniéndose en cada uno de ellos, la presión de rotura mediante un manómetro (precisión de 2 bar), y el tiempo del experimento. A continuación, se midieron las entallas mediante un microscopio estereoscópico, con una precisión de 0,1 mm. En la imagen que sigue se observan a modo de ejemplo, las muestras luego de los ensayos (Fig. 15).

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 σ la tensión (tracción) nominal externa, aplicada lejos del vèrtice 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:

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

El factor F es calculado de la siguiente forma (Toribio *et al.* 2009), considerando las dimensiones geométricas y frente de fisura recto, como se indica en la (Fig. 16 A).

$$F_1 = f(a, D) = 1,4408 - 3,6364 \left(\frac{a}{D}\right) + 19,35 \left(\frac{a}{D}\right)^2 - 34,7849 \left(\frac{a}{D}\right)^3 + 38,8446 \left(\frac{a}{D}\right)^4$$

Por otra parte, Carpentieri (1992) muestra que el factor F para la geometría indicada es:

$$F_2 = f(a, D) = 0,8967 - 0,1913 \left(\frac{a}{D}\right) + 1,6619 \left(\frac{a}{D}\right)^2 + 6,3207 \left(\frac{a}{D}\right)^3$$

Para las relaciones $0.15 < a/D < 0.23$ cuantificados en las probetas, el factor adoptado (F_{ad}), promedio de los citados, resulta:

$$F_{ad} = 1.13$$

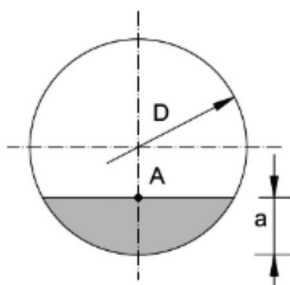


Figura 16. Dimensiones para el cálculo del factor geométrico en el K aplicado (según Toribio et al., 2009)

Resultados experimentales

En la (Fig. 17A) se visualizan los resultados de tenacidad a la fractura para 4 bloques distintos, diferenciados por números de serie, en diagramas de caja. Como se mencionó antes, sobre estas muestras no se cuantificó el contenido de humedad ni saturación en fluidos, y solo fueron expuestas a la humedad ambiental imperante en el laboratorio. En la (Fig. 17B) se muestran los

resultados respectivos para las muestras pertenecientes a un solo bloque (Serie S2200), y con diferentes condiciones de saturación. En las (Tablas 1 y 2) se muestran los datos estadísticos a modo de resumen.

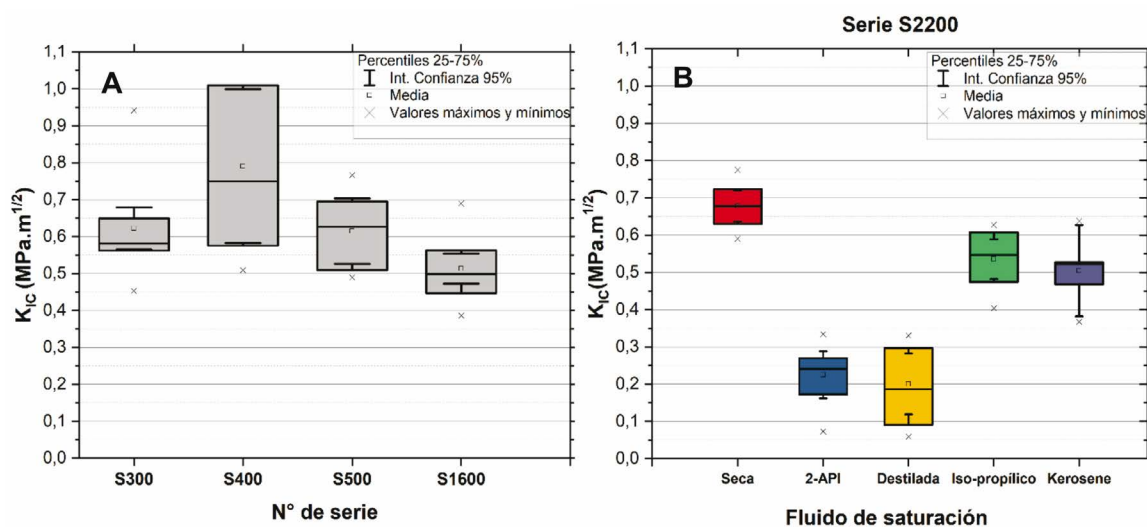


Figura 17. Diagrama de cajas comparativos de tenacidad a la fractura. A) Muestras en condición de humedad ambiental correspondiente a 4 bloques. B) Muestras en condiciones controladas de saturación, correspondientes a la serie S2200 (elaboración propia).

Condición	Cantidad de datos	K_{IC} medio (Mpa.m ^{1/2})	Desvío Estándar (Mpa.m ^{1/2})
Sin saturar (seca)	10	0,68	0,058
2-API	10	0,23	0,088
Agua destilada	9	0,20	0,107
Alcohol Isopropílico	10	0,54	0,074
Kerosene	5	0,50	0,098

Tabla 1. Resumen de datos estadísticos para los datos de fractura en condiciones de saturación (serie 2200).

N° de serie	Cantidad de datos	K_{IC} medio (Mpa.m ^{1/2})	Desvío Estándar (Mpa.m ^{1/2})
S500	8	0,61	0,11
S1600	19	0,51	0,08
S400	8	0,79	0,25
S300	9	0,62	0,14

Tabla 2. Resumen de datos estadísticos para los datos de fractura con plugs en equilibrio con la humedad ambiental.

Discusión de resultados

La metodología experimental empleada tiene la ventaja de suministrar una numerosa cantidad de datos de tenacidad a la fractura. Sin embargo, esto requiere previamente un control cuidadoso

de las condiciones iniciales de las muestras en lo que respecta a la cantidad y tipos de fluidos que poseen, y de la composición mineralógica. Quedó en evidencia que las condiciones ambientales en las que se almacenaron, y en menor medida, los procesos de meteorización que caracterizan a las zonas del afloramiento, así como también la heterogeneidad de las muestras, influyen en dicha cantidad.

Los resultados muestran una clara tendencia al decremento en la tenacidad a la fractura frente a los distintos fluidos, tal cual lo evidencian los autores antes citados (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 que las muestras poseen componentes con mayor contenido de carbonatos de calcio, pero no despreciando porcentajes menores de arcillas y cuarzo, podemos sugerir las 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, según haya sido el gradiente de presiones. Por otra parte, la presión poral causa un aumento en la tenacidad a la fractura (Liu *et al.* 2015).

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. Consideraron la hipótesis de la existencia de reacciones de hidrólisis en los enlaces de Si-O en la punta de la fisura, que causa un debilitamiento de las uniones moleculares y, por lo tanto, disminución de la tenacidad. 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, con tamaños porales relativamente pequeños, presentan mayores magnitudes de presiones capilares respecto a aquellas con poros de mayor tamaño (Schmitt *et al.* 1994). Santarelli *et al.* (1995) y Schmitt *et al.* (1994) condujeron ensayos en rocas con distintas mineralogías y con rocas parcialmente saturadas, validando tal comportamiento en la resistencia a la compresión. Lyu *et al.* (2018), muestran el mismo efecto en rocas de bajo contenido de arcillas. Para rocas completamente saturadas, el efecto de la presión capilar desaparece (Schmitt *et al.* 1994). Considerando globalmente

los resultados de la (Fig. 17A), todas las muestras afectadas por saturación parcial en humedad ambiente tienen una tenacidad comparable a la obtenida en la condición seca (Fig. 17B). 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. De acuerdo a Schmitt *et al.* (1994), estas tensiones de compresión fueron generadas por tensiones superficiales originadas durante saturación parcial de la roca, y se ven magnificadas por la presencia de los pequeños tamaños porales presentes en rocas de la Formación Vaca Muerta (Askenazi *et al.* 2013). No obstante, esta hipótesis debe confirmarse mediante la medición de los tamaños porales en 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 físicoquímico 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.

V) Disminución del coeficiente de fricción entre granos: este mecanismo, que es el considerado por Roy *et al.* 2017 para explicar la disminución de la tenacidad a la fractura en rocas, no parece afectar en los experimentos, puesto que el modo de apertura en tracción de la punta de la fisura no presenta un deslizamiento localizado de granos. No ha sido comprobado este efecto en los experimentos.

Teniendo en cuenta estos mecanismos, y considerando un contenido mínimo de argilominerales, 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 pueden 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. El grado de irreversibilidad podría evaluarse mediante la prueba de un grupo de muestras en número de ciclos limitados de secado y saturado, durante tiempos preestablecidos, y compararlos con los resultados. Este “deterioro mecánico” ha sido probado en minas de formaciones *shale* teniendo como componentes mayoritarios argilominerales y cuarzo, comprobándose que la humedad ambiental, variable en el tiempo, tiene el anunciado efecto en la resistencia a la compresión de la roca (Van Eeckhout *et al.* 1975).

Si se toma la hipótesis de disolución de carbonatos, el efecto del 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 “fábrica” de la roca que se traduce en una relativamente baja disminución de la tenacidad.

Cuando en el experimento antes comentado, podemos someter a la roca a un número determinado de ciclos de saturación y secado, al cuantificar el peso de las muestras en la condición saturada con distintos fluidos y en la seca, se expondrá el efecto de descomposición físico-química de los carbonatos (minerales de calcita o dolomita). Una disminución del peso en cada ciclo permitirá comprobar degradación por disolución.

En los esfuerzos para explicar la varianza de los resultados, se estimó la propagación de errores en cada uno de los cálculos de tenacidad, asumiendo que las mediciones de presión y longitud de fisura son empíricamente independientes. En general, el desvío estándar en cada medición de tenacidad es estimativamente $0,004 \text{ MPa.m}^{1/2}$, que es al menos un orden de magnitud menor a la dispersión estándar calculada en las tenacidades. Esto es indicio de que los desvíos son en gran parte producto de otras fuentes de error. Como se mencionó anteriormente, las heterogeneidades de las rocas pueden influir considerablemente.

Paralelamente, una comparación estadística de la dispersión de los resultados obtenidos nos confirma que con una confianza del 95%, los desvíos estándares en 7 de los 9 grupos muestrales ensayados, poseen la misma magnitud. Esto es, el grado de incertidumbre en el cálculo de las tenacidades a la fractura, teniendo en cuenta todas las fuentes de errores, es estadísticamente constante en su mayoría.

Se ha considerado el empleo de técnicas de medición de rugosidad para dar una caracterización macroscópica de las superficies de fracturas que nos permitan correlacionar los resultados. Una técnica utilizada es la de medición de rugosidad mediante microscopios ópticos o electrónicos y láseres (Chinga *et al.* 2002, 2007; Backers *et al.* 2003). Paralelamente, la inspección de las muestras en un microscopio electrónico de barrido junto al análisis químico y mineralógico, permitirán manipular con mayor certeza estadística los datos y aportar una caracterización macroestructural. Se adoptarán estos métodos para trabajos futuros.

Conclusiones

Se presentaron estudios experimentales con muestras de afloramientos provenientes de la Formación Vaca Muerta, compuesta mayoritariamente por minerales ricos en sílice, carbonatos de calcio y arcillas. La tenacidad a la fractura (KIC) se determinó usando plugs entallados de 1,5”, que pueden ser reutilizados varias veces y requieren menor cantidad de material que los discos de roca utilizados para el ensayo de tensión indirecta conocido como brasilero y las probetas utilizadas

para los ensayos de flexión en tres puntos.

En este trabajo se ha utilizado un novedoso conjunto experimental, donde el KI 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 KIC. Se discutieron las ventajas y limitaciones de las condiciones experimentales.

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, disolución de carbonatos y corrosión bajo tensión.

Se postuló el diseño de un experimento consistente en ciclos de saturación y secado continuos en las muestras, con el fin de exponer estos mecanismos se consideró, para trabajos futuros, el uso de técnicas de microscopía óptica, electrónica, y de medición de rugosidad superficial con el objeto de correlacionar las diferencias en tenacidad observadas con parámetros geométricos de la propagación de las fracturas.

REFERENCIAS CITADAS

- AL-Bazali T., 2013, "The impact of water content and ionic diffusion on the uniaxial compressive strength of shale". *Egyptian Journal of Petroleum*, 22(2), 249–260. <https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2013.06.004>
- Askenazi A., P. Biscayart, M. Cánova y S. Montenegro, 2013, "Analogía entre la Formación Vaca Muerta y Shale Gas / Oil Plays de EEUU". Society of Petroleum Engineers.
- Atkinson, B. K., 1984, "Subcritical crack growth in geological materials". *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 89(B6), 4077–4114. <https://doi.org/10.1029/JB089iB06p04077>
- Backers, T., N. Fardi, G. Dresen, y O. Stephansson, 2003, "Effect of loading rate on Mode I fracture toughness, roughness and micromechanics of sandstone". *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 40(3), 425–433. [https://doi.org/10.1016/S1365-1609\(03\)00015-7](https://doi.org/10.1016/S1365-1609(03)00015-7)
- Baptist, O. C. y S. A. Sweeney, 1954, "The effect of clays on the permeability of reservoir sands to waters of different saline contents". *Clays and Clay Minerals*, 505–515.
- Carpentieri, A., 1992, "Stress intensity factors for straight-fronted edge cracks in round bars". *Engineering Fracture Mechanics*, 42(6), 1035–1040. [https://doi.org/10.1016/0013-7944\(92\)90142-](https://doi.org/10.1016/0013-7944(92)90142-)

- Chandler, M. R., P. G. Meredith, N. Brantut y B. R. Crawford, 2017, "Effect of temperature on the fracture toughness of anisotropic shale and other rocks". Geological Society, London, Special Publications, SP454.6. <https://doi.org/10.1144/SP454.6>
- Chinga, G., P. O. Johnsen, R. Dougherty, E. L. Berli, y J. Walter, 2007, "Quantification of the 3D microstructure of SC surfaces". Journal of Microscopy, 227(3), 254–265. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2007.01809.x>
- Ciantia, M. O. y T. Hueckel, 2013, "Weathering of submerged stressed calcarenites: chemo-mechanical coupling mechanisms". Géotechnique, 63(9), 768–785. <https://doi.org/10.1680/geot.SIP13.P.024>
- Erguler, Z. A., y R. Ulusay, 2009, "Water-induced variations in mechanical properties of clay-bearing rocks". International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences, 46(2), 355–370. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmms.2008.07.002>
- Ewy, R. T., 2014, "Shale swelling/shrinkage and water content change due to imposed suction and due to direct brine contact". Acta Geotechnica, 9(5), 869–886. <https://doi.org/10.1007/s11440-013-0297-5>
- Roy, G. D., T. N. Singh, J. Kodikara y R. Das, 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>
- Hawkins, A. B. y B. J. McConnell, 1992, "Sensitivity of sandstone strength and deformability to changes in moisture content". Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology, 25(2), 115–130. <https://doi.org/10.1144/GSL.QJEG.1992.025.02.05>
- Henry, J. P., J. Paquet, y J. P. Tancrez, 1977, "Experimental study of crack propagation in calcite rocks". International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences y Geomechanics Abstracts, 14(2), 85–91. [https://doi.org/10.1016/0148-9062\(77\)90200-5](https://doi.org/10.1016/0148-9062(77)90200-5)
- Lin, M. L., F. S. Jeng, L. S. Tsai, y T. H. Huang, 2005, "Wetting weakening of tertiary sandstones - Microscopic mechanism". Environmental Geology, 48(2), 265–275. <https://doi.org/10.1007/s00254-005-1318-y>
- Liu, M., y C. Chen, 2015, "A micromechanical analysis of the fracture properties of saturated porous media". International Journal of Solids and Structures, 63, 32–38. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2015.02.031>
- Loucks, R. G., R. M. Reed, S. C. Ruppel, y U. Hammes, 2012, "Spectrum of pore types and networks in mudrocks and a descriptive classification for matrix-related mudrock pores". AAPG Bulletin, 96(6), 1071–1098. <https://doi.org/10.1306/08171111061>
- Lyu, Q., X. Long, P. G. Ranjith, J. Tan, y Y. Kang, 2018, "Experimental investigation on the mechanical behaviours of a low-clay shale under water-based fluids". Engineering Geology, 233, 124–138. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2017.12.002>
- McPhee, C., J. Reed, y A. Zubizarreta, 2015, Core Analysis: A Best Practice Guide, 1° ed. Ed. Jhon Cubitt.
- Nara, Y., N. Hiroyoshi, T. Yoneda, K. Kaneko, K. Morimoto y P. M. Benson, 2012, "Influence of relative humidity on fracture toughness of rock: Implications for subcritical crack growth". International Journal of Solids and Structures, 49(18), 2471–2481. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2012.05.009>

- Nara, Y., y K. Kaneko, 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., K. Morimoto, T. Yoneda, N. Hiroyoshi y K. Kaneko, 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>
- Oryem, M., R. Castellanza, G. B. Crosta, y T. Hueckel, 2015, "Effects of mineral suspension and dissolution on strength and compressibility of soft carbonate rocks". *Engineering Geology*, 184, 1–18. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2014.10.024>
- Rezaee, R. , 2015, *Fundamental of Gas Shale Reservoirs*. Ed Wiley.
- Romero-Sarmiento, M.F., D. Pillot, G. Letort, V. Lamoureux-Var, V. Beaumont, A. , Y . Huc , y B. Garcia, 2016, "New Rock-Eval Method for Characterization of Unconventional Shale Resource Systems". *Oil & Gas Science and Technology – Revue d'IFP Energies Nouvelles*, 71(3), 37. <https://doi.org/10.2516/ogst/2015007>
- Santarelli, M., y F. J. Brignoli, 1995, "Capillary effects in sedimentary rocks: Application to reservoir water-flooding". *Rock Mechanics, Daemen & Schulz* (eds) , 619–626.
- Schmitt, L., T. Forsans y F. J. Santarelli, 1994, "Shale testing and capillary phenomena. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences* And, 31(5), 411–427. [https://doi.org/10.1016/0148-9062\(94\)90145-7](https://doi.org/10.1016/0148-9062(94)90145-7)
- Sondergeld, C. H., K. E. Newsham, J. T. Comisky, M. C Rice y C. S. Rai, 2010, "Petrophysical Considerations in Evaluating and Producing Shale Gas Resources". *SPE Unconventional Gas Conference*. <https://doi.org/10.2118/131768-MS>
- Sone, H., y M. D. Zoback, 2013, "Mechanical properties of shale-gas reservoir rocks - Part 1: Static and dynamic elastic properties and anisotropy". *Geophysics*, 78(5), D381–D392. <https://doi.org/10.1190/geo2013-0050.1>
- Spalletti, L. A., E. Schwarz, , y G. D. Veiga, 2014, "Geoquímica inorgánica como indicador de procedencia y ambiente sedimentario en sucesiones de lutitas negras: Los depósitos transgresivos titonianos (formación Vaca Muerta) de la Cuenca Neuquina, Argentina". *Andean Geology*, 41(2), 401–435. <https://doi.org/10.5027/andgeoV41n2-a07>
- Stinco, L. P. y S. P. Barredo, 2014, "Vaca Muerta Formation: An Example of Shale Heterogeneities Controlling Hydrocarbon Accumulations". *Proceedings of the 2nd Unconventional Resources Technology Conference*, 2(Figure 1), 1–15. <https://doi.org/10.15530/urtec-2014-1922563>
- Tarback, E. J. y F. K. Lutgens, 2005. *Ciencias de la tierra una introducción a la geología física*, 5° ed. Ed. Pearson Educación.
- Toribio, J., N. Álvarez, B. González, y J. C. Matos, 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>
- Ulusay, R., 2015, *The ISRM suggested methods for rock characterization, testing and monitoring : 2007-2014*, 1° ed. Ed. Springer.
- 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)

- Van Eeckhout, E. M., y S. S. Peng, 1975, "The effect of humidity on the compliances of coal mine shales". *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences And*, 12(11), 335–340. [https://doi.org/10.1016/0148-9062\(75\)90166-7](https://doi.org/10.1016/0148-9062(75)90166-7)
- Vásárhelyi, B., y P. Ván, 2006, "Influence of water content on the strength of rock". *Engineering Geology*, 84(1–2), 70–74. <https://doi.org/10.1016/j.enggeo.2005.11.011>
- Wilson, M. J., y L. Wilson, 2014, "Clay mineralogy and shale instability: an alternative conceptual analysis". *Clay Minerals*, 49(2), 127–145. <https://doi.org/10.1180/claymin.2014.049.2.01>
- Wong, L. N. Y., V. Maruvanchery y G. Liu, 2016, "Water effects on rock strength and stiffness degradation". *Acta Geotechnica*, 11(4), 713–737. <https://doi.org/10.1007/s11440-015-0407-7>
- Zeller, M., S. B. Reid, G. P. Eberli, R. J. Weger y J. L. Massaferro, 2015, "Sequence architecture and heterogeneities of a field - Scale Vaca Muerta analog (Neuquén Basin, Argentina) - From outcrop to synthetic seismic". *Marine and Petroleum Geology*, 66, 829–847. <https://doi.org/10.1016/j.marpetgeo.2015.07.021>
- Zhang, C., R. P. Gamage, M. S. A. Perera, y J. Zhao, 2017, "Characteristics of clay-abundant shale formations: Use of CO₂ for production enhancement. *Energies*", 10(11), 1–27. <https://doi.org/10.3390/en10111887>
- Zhang, D., R. Pathegama Gamage, M. Perera, C. Zhang y W. Wanniarachchi, 2017, "Influence of Water Saturation on the Mechanical Behaviour of Low-Permeability Reservoir Rocks". *Energies*, 10(2), 236. <https://doi.org/10.3390/en10020236>
- Zhang, D., P. G. Ranjith y M. S. A. Perera, 2016, "The brittleness indices used in rock mechanics and their application in shale hydraulic fracturing: A review". *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 143, 158–170. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2016.02.011>
- Zhou, Z., X. Cai, W. Cao, X. Li, y C. Xiong, 2016, "Influence of Water Content on Mechanical Properties of Rock in Both Saturation and Drying Processes". *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 49(8), 3009–3025. <https://doi.org/10.1007/s00603-016-0987-z>
- Zhou, Z., X. Cai, D. Ma, W. Cao, L. Chen y J. Zhou, 2018, "Effects of water content on fracture and mechanical behavior of sandstone with a low clay mineral content". *Engineering Fracture Mechanics*, 193, 47–65. <https://doi.org/10.1016/j.engfrac-mech.2018.02.028>