

# DETERMINACION DEL CONTENIDO DE AGUA LIQUIDA EN ROCAS MEDICIONES DE LA CAPACIDAD DIELECTRICA

## DETERMINATION OF LIQUID WATER CONTENT IN ROCKS BY MEASUREMENTS OF DIELECTRIC CAPACITY

M.E. Ramia <sup>a</sup>, C.A. Martín <sup>a</sup>, S. Jeandrevin <sup>b</sup>

<sup>a</sup> Facultad de Matemática, Astronomía y Física (FaMAF) – Universidad Nacional de Córdoba – CONICET  
H. de la Torre y M. Allende – (5000) Córdoba – Argentina

<sup>b</sup> MR Technologies SA – Gral. Paz 2960 – (5001) Córdoba - Argentina

<sup>a</sup> e-mail: [ramia@famaf.unc.edu.ar](mailto:ramia@famaf.unc.edu.ar)

Recibido:07/11/14; Aceptado: 05/06/17

Este trabajo describe un procedimiento no destructivo para la determinación del contenido de agua líquida en poros de rocas sedimentarias mediante mediciones de la Capacidad Dieléctrica (*CD*).

Los estudios se concentraron en determinar el contenido de agua en rocas de formaciones petrolíferas constituidas por esquistos bituminosos (shales) cuya principal característica es que poseen baja porosidad y muy baja o nula permeabilidad. En particular, los testigos se obtuvieron de muestra de coronas, con sus fluidos preservados pertenecientes a la cuenca de Vaca Muerta, Neuquén, Argentina. Los resultados obtenidos muestran que este método permite determinar el contenido de agua lo cual permite evaluar la cantidad de petróleo a partir de las mediciones del contenido total de protones (*petróleo más agua o índice de protones*) medible mediante Resonancia Magnética Nuclear (*RMN*).

*Palabras clave: Constante Dieléctrica, Petrofísica, Esquistos.*

This work describes a non-destructive procedure for the determination of liquid water content in pores of sedimentary and shale rocks by means of measurements of the dielectric capacity (*CD*).

These studies concentrates on determining the water content in rocks, mainly from oil shale reservoirs, whose principal characteristic are its very low permeability, low porosity and small pore sizes. The samples provided were preserved rotated plugs from the Vaca Muerta basin (Neuquén, Argentina). The results show that this method allows precise determination of the water content which turns out relevant in order to evaluate the amount of oil from Nuclear Magnetic Resonance (*NMR*) measurements of the total proton content (assuming the oil hydrogen index equals to one).

*Keywords: Dielectric Constant, Petrophysics, Shales.*

### I. INTRODUCCIÓN

A los efectos de evaluar una formación petrolífera posee absoluta relevancia determinar su contenido de petróleo, la porosidad de la formación, la distribución de tamaño de poros, la permeabilidad, la tortuosidad y el contenido de agua entre otros parámetros a considerar. Estos procedimientos son rutinarios para el estudio de formaciones constituidas por arenas sedimentarias tradicionales. Los datos son principalmente obtenidos por “herramientas de medición”, que mediante técnicas tales como *RMN*, Resistividad Eléctrica, Rayos  $\gamma$ , etc., para luego ser calibrados en el laboratorio mediante el estudio de testigos de la formación <sup>(1)</sup>.

En particular, los esquistos de Vaca Muerta poseen una estructura sedimentaria cuyo cemento está formado por kerógeno y la poca permeabilidad que poseen se debe a micro fracturas originadas por las diferentes

etapas tectónicas de la diagénesis de la formación. Adicionalmente, poseen una abundante cantidad de sales paramagnéticas principalmente constituidas por iones  $Fe^{+3}$ ,  $Mg^{+2}$  y  $Mn^{+2}$  que son la fuente de grandes gradientes de campo magnético en la superficie de los poros. Es la presencia de los gradientes que impide determinar las cantidades de agua petróleo por *RMN*, separando los fluidos por sus coeficientes de difusión <sup>(1)</sup>, ya que esta técnica utiliza el gradiente de campo generado por la herramienta de registro de perfil de pozo, y resultando este menor al interno de la roca pero de valor es desconocido. Resultando que el único dato confiable obtenido por la herramienta es el contenido de protones y en mucha menor medida la distribución de tamaño de poros. Por lo tanto la determinación del contenido de agua mediante una técnica no destructiva

es de total relevancia, puesto que no se desea destruir la muestra.

La utilización de mediciones de  $CD$  para determinar el contenido de agua introduce problemas experimentales a considerar. Primero, la roca posee conductividad eléctrica superficial y la superficie es rugosa e irregular. Segundo, el parámetro físico a medir es la  $CD$  para corriente continua. Tercero, se desea medir un fenómeno físico volumétrico y no superficial. Todos estos inconvenientes se resuelven midiendo la susceptancia en función de la frecuencia del campo eléctrico,  $B(\nu)$  vs.  $\nu$ , de un capacitor donde el testigo es el dieléctrico <sup>(2)</sup>, utilizando la corriente de desplazamiento y de la pendiente de estos datos se mide la capacidad total, siendo  $B(\nu) = 2\pi \nu C$ . Otro detalle a tener en cuenta es el hecho que algunas muestras secas, “sin agua líquida”, poseen agua fuertemente estructurada a las arcillas amalgamadas a los asfaltos del kerógeno y/o los carbonatos por lo que es necesario determinar la  $CD$  relativa de la muestra seca por separado. Como todo lo que se posee como muestra es una porción cilíndrica (llamada testigo o plug) de unos  $10 \text{ cm}^3$  la determinación de la  $CD$  de la muestra seca se realiza sobre los recortes de la perforación (cutting), generados por el trépano, a la profundidad asociada al testigo o de una porción del mismo testigo.

## II. EXPERIMENTAL

### Instrumental para medición de la constante dieléctrica

El aparato utilizado para medir la  $CD$  se utilizó un analizador de redes Agilent 4395-A conectado a un cabezal capacitivo. El método consiste en colocar la muestra a medir en el interior de un condensador, de placas circulares paralelas y sin contacto físico con las placas, que forma parte del circuito del cabezal conectado al analizador de redes en el nodo de medición,  $M$ , y puede ser esquematizado como se representa en la figura 1.

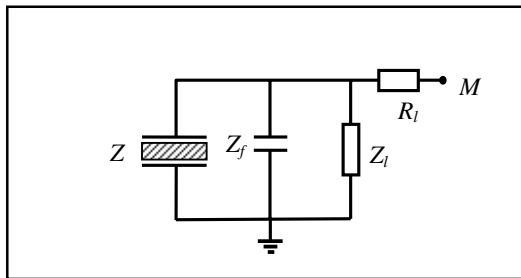


Figura 1: Circuito equivalente del cabezal capacitivo.

El condensador fue especialmente diseñado para maximizar la relación señal a ruido, siendo los parámetros variables tanto de la separación entre las placas y el diámetro, los cuales han sido optimizados a ser  $4 \text{ mm}$  y  $40 \text{ mm}$  respectivamente. En la figura, la impedancia del condensador, sin dieléctrico, es  $Z_0$ ,  $Z_x$  es

la impedancia de la parte del condensador de medición ocupado por el material dieléctrico, y  $Z_f$  es la impedancia asociada a las líneas de campo eléctrico marginal del condensador de medición e incluye la porción del condensador no ocupada por la muestra, finalmente  $Z_l$  y  $R_l$  son la impedancia reactiva de línea y su resistencia óhmica respectivamente. Es importante destacar que, las impedancias capacitivas en paralelo  $Z_x$ ,  $Z_l$  y  $Z_f$  deben determinarse experimentalmente previo a cualquier medición. Además, con el fin de medir correctamente la  $CD$  es necesario conocer los límites y el comportamiento capacitivo con la frecuencia del cabezal. Esto se consigue mediante la determinación del límite para alta frecuencia a la que el cabezal empieza a mostrar un apartamiento de su comportamiento capacitivo, por encima de  $200 \text{ MHz}$ , que depende fuertemente del material de las placas y dentro de los errores experimentales de la medición. El límite de baja frecuencia es determinado por la sensibilidad del analizador de redes cuyo límite es  $5 \text{ Hz}$ .

La impedancia de un circuito dado es una cantidad compleja cuya parte real es la resistencia y su parte imaginaria la reactancia, tal que

$$Z = R + jX \quad (2)$$

donde  $j = \sqrt{-1}$ . La admitancia total del circuito es definida como

$$Y = \frac{1}{Z} = \frac{R - jX}{R^2 + X^2} = \frac{R}{R^2 + X^2} + j \frac{-X}{R^2 + X^2} = G + jB \quad (3)$$

donde  $G$  es la conductancia y  $B$  la susceptancia, y para un circuito capacitivo puro la reactancia es

$$X = \frac{-1}{\omega c} \quad (4)$$

En particular, debido a la forma cilíndrica de la muestra, el condensador también es cilíndrico y posee una capacidad geométrica dada por

$$c_c = \epsilon_0 \pi \frac{r^2}{d_0} = (2.78 \pm 0.02) \text{ pF} \quad (5)$$

Y teniendo en cuenta el rango de frecuencia de trabajo, de  $10 \text{ Hz} \leq \nu \leq 200 \text{ MHz}$ , la reactancia es siempre mucho más grande que la resistencia  $R_l$  de la sonda, por lo tanto

$$G \cong \frac{R}{X^2} = R\omega^2 c^2 \quad (6)$$

$$B \cong \frac{-1}{X} = \omega c$$

Por consiguiente, a partir de de la diferencia entre las pendientes de las susceptancias medidas, correspondientes a la del cabezal con la muestra,  $B(\nu)$ ,

y al cabezal sin la muestra,  $B_0(v)$ , ambas en función de la frecuencia. Así, la capacidad de la porción del condensador del cabezal ocupada por la muestra se obtiene, y de esta manera la contribución de todas otras capacitancias paralelas canceladas<sup>(2,3)</sup>.

### Consideraciones físicas sobre la muestra

Para determinar la cantidad de agua en las rocas, ya sean arenas sedimentarias o esquistos, es necesario admitir algunos supuestos simples pero no limitantes, estos son

- 1- La gran constante dieléctrica relativa del agua ( $\sim 80$ ) producto de su momento dipolar eléctrico permanente<sup>(4)</sup>, que es casi constante dentro de la gama de frecuencia utilizada, provoca que la presencia de roca, hidrocarburos y gas produzcan una contribución insignificante al dieléctrico total.
- 2- Agua y otras sustancias presentes (roca, hidrocarburos, gas, etc.) pueden ser pensadas como voxels separados (cubos de dimensiones microscópicas que contienen una sola sustancia) formando bi-fases entre sus contacto. Este entramado de voxels expande y abarca toda la muestra.
- 3- Cada voxel forma un condensador cuya constante dieléctrica depende de la sustancia que contiene.
- 4- Las muestras son homogéneas; no poseen clastos macroscópicos, y los vóxeles son estadísticamente representativos de la muestra.
- 5- El condensador del cabezal está compuesto de placas planas circulares y paralelas.
- 6- Las placas del condensador y la muestra no están en contacto eléctrico.

La composición de los vóxeles que constituyen la muestra puede ser reacomodada teniendo en cuenta las siguientes propiedades de conexiones entre capacitores. La capacidad equivalente  $c_s$  de, por ejemplo, 3 capacitores,  $c_1$ ,  $c_2$  y  $c_3$ , conectado en serie y representativos de cada una de las sustancias principales que conforman la roca es

$$\frac{1}{c_s} = \frac{1}{c_1} + \frac{1}{c_2} + \frac{1}{c_3} \quad (7)$$

y la suma es independiente del orden de los capacitores. La capacidad equivalente  $c_p$  de, por ejemplo, 3 capacitores,  $c_1$ ,  $c_2$  y  $c_3$  conectados en paralelo es

$$c_p = c_1 + c_2 + c_3 \quad (8)$$

siendo la suma independiente del orden de los capacitores.

Consideremos una línea arbitraria y perpendicular al condensador. A lo largo de esta línea los vóxeles pueden ser considerados como pequeños condensadores en conexión serial que pueden ser reordenados y agrupados en dos conjuntos; uno que contiene arena, kerógeno, gas

y petróleo y el otro que contienen solamente agua. A continuación, consideremos todas las líneas necesarias que permitan cubrir la superficie de la muestra. Así vemos que también pueden agruparse estas cadenas de vóxeles ordenados perpendicularmente a las placas y, dada la homogeneidad de la muestra y la propiedad de suma de capacitores en paralelo, podemos reemplazar el sistema testigo más capacitor con el modelo que se muestra en la figura 2.

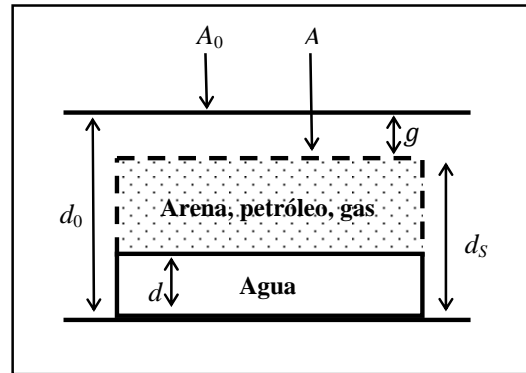


Figura 2: sistema muestra más capacitor.

- ✓  $A_0$  el área de las placas de capacitor de trabajo empleado y  $d_0$  la separación entre ellas.
- ✓  $A$  es el área de la superficie cilíndrica de la muestra y  $d_s$  su altura.
- ✓  $d$  es la altura que determina el volumen de agua en la muestra.
- ✓  $g$  es la separación existente entre la muestra y la placa del capacitor.

De manera que la capacidad equivalente de la muestra,  $c_s$ , puede considerarse como la suma serial del capacitor asociado al agua,  $c_w$ , más los asociados a las otras sustancias (arena petróleo, gas), más el correspondiente al espacio vacío existente entre la muestra y la placa,  $c_g$ , por lo tanto

$$\frac{1}{c_s} = \frac{1}{c_w} + \frac{1}{c_{os}} + \frac{1}{c_g} \quad (9)$$

$$\frac{1}{c_s} = \frac{d}{k_1 \epsilon_0 A} + \frac{(d_s - d)}{k_2 \epsilon_0 A} + \frac{(d_0 - d_s)}{\epsilon_0 A}$$

donde  $k_1 \epsilon_0$  es la constante dieléctrica del agua,  $k_1 \approx 80$  su constante relativa,  $\epsilon_0 = 8.854 \cdot 10^{-12} \text{ Fm}^{-1}$  la permitividad dieléctrica del vacío, y  $1.8 \leq k_2 \leq 16$  la constante dieléctrica relativa del resto de la muestra<sup>(5)</sup>, es decir la de la muestra finamente molida y secada por medio de un solvente de agua, como metanol, y horneada a  $60^\circ\text{C}$  para evaporar restos del solvente y agua. Además la capacidad residual,  $c_r$ , resultante de la porción del capacitor no ocupada por la muestra es

$$c_r = \frac{\epsilon_0 (A_0 - A)}{d_0} \quad (10)$$

Por consiguiente la ecuación (9) puede describirse como

$$\frac{1}{c_s} = \frac{d_0}{\epsilon_0 A} \left[ 1 - \frac{d}{d_0} \left( \frac{k_1 - k_2}{k_1 k_2} \right) - \frac{d_s}{d_0} \left( \frac{k_2 - 1}{k_2} \right) \right] \quad (11)$$

y definiendo las razones

$$\eta \equiv \frac{d}{d_s}, \quad \alpha \equiv \frac{A}{A_0} \quad (12)$$

La ecuación (7) se reduce a

$$\xi \equiv \frac{c_s - \alpha c_c}{c_s} = \frac{1}{k_2} \frac{d_s}{d_0} [\eta K + k_2 - 1]$$

donde 
$$\begin{cases} K \equiv \frac{k_1 - k_2}{k_1} \\ c_c \equiv \frac{\epsilon_0 A_0}{d_0} \end{cases} \quad (13)$$

Por lo tanto la porosidad asociada al agua líquida en la muestra es

$$\phi_{agua} = \frac{V_{agua}}{V_s} = \eta = \frac{d}{d_s} = \frac{k_2}{K} \left[ \frac{d_0}{d_s} \xi - 1 + \frac{1}{k_2} \right] \quad (14)$$

Lo cual muestra que para una muestra cilíndrica y bien cortada la porosidad total, o volumen relativo, ocupada por el agua líquida puede ser estimada midiendo  $c_s$  basado en mediciones de  $B(v)$  and  $B_0(v)$  respectivamente.

La porosidad total  $\phi_0$  obtenida a partir de mediciones por *RNM*, (mediante una secuencia de pulsos CPMG  $T_2$  (1)), y asumiendo que el índice de hidrógenos del petróleo es igual a 1, está dado por

$$\begin{aligned} \phi_0 &= \phi_{agua} + \phi_{petróleo} \Rightarrow \\ \Rightarrow \phi_{petróleo} &= \phi_0 - \phi_{agua} \end{aligned} \quad (15)$$

Y teniendo en cuenta las mediciones realizadas con *RMN* y *CD* las fracciones de petróleo y agua en la muestra pueden ser fácilmente obtenidas a partir de

$$f_{petróleo} = \frac{\phi_{petróleo}}{\phi_0}, \quad f_{agua} = \frac{\phi_{agua}}{\phi_0} \quad (16)$$

### Resultados experimentales

A modo de ejemplo del método anteriormente descrito, se muestran mediciones realizadas en un esquisto bituminoso extraído desde una profundidad de 2042 m de la formación Vaca Muerta en Loma de la

Lata. La constante dieléctrica relativa medida de la roca sin agua es  $k_2 = 4.4 \pm 0.2$ , valor que aproximadamente un 50% mayor que los valores reportados para asfaltos, 2.5 a 3.2. La figura 3 muestra las mediciones de susceptancia en función de la frecuencia,  $B(v)$  vs.  $v$ , correspondientes al capacitor con la muestra y al capacitor vacío,  $B_0$ , respectivamente.

Adicionalmente, la Tabla 1 muestra los resultados de los ajustes lineales de los datos experimentales, donde  $a$  es la pendiente en unidades de ( $\mu S/MHz$ ),  $b$  la ordenada al origen en unidades de ( $\mu S$ ),  $u_a$  y  $u_b$  sus respectivos errores. Para esta muestra en particular el parámetro  $\alpha = 0.76$ .

$B(v)$	$a$	$u_a$	$b$	$u_b$
Cap. vacío	35.485	$\pm 0.004$	0.6	$\pm 0.02$
Cap. + muestra	62.263	$\pm 0.007$	1.5	$\pm 0.02$

Tabla 1: Parámetros de los ajustes de  $B(v)$  vs.  $v$ .

Los valores medidos de las capacidades con y sin muestra resultaron

$$c_x = (9.92 \pm 0.01) pF \quad (17)$$

$$c_0 = (5.64 \pm 0.01) pF$$

Por lo tanto

$$c_s = c_x - c_0 = (4.28 \pm 0.02) pF \quad (18)$$

Dato a partir del cual se obtiene la porosidad del agua líquida en la muestra, resultando

$$\phi_{agua} = 8\% \pm 1\% \quad (19)$$

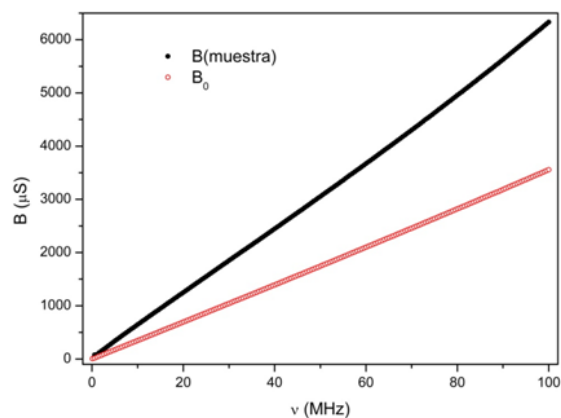


Figura 3:  $B(v)$  vs.  $v$  correspondiente al capacitor con y sin muestra.

Es importante destacar que estos tipos de esquistos bituminosos (shale) poseen un contenido pequeño de agua líquida y por lo tanto el error relativo en la determinación de  $\phi_{agua}$  no es tan bajo como los errores medidos en arenas sedimentares tradicionales cuyos valores rondan 0.3 %, las cuales poseen un alto

contenido de agua líquida junto al petróleo. Además, los resultados obtenidos muestran que aun para los casos límites, como el reportado, con baja porosidad total y poco contenido de agua se obtienen resultados importantes.

Mediciones similares fueron realizadas en otras 15 muestras y los resultados obtenidos fueron comparables o más precisos que los obtenidos mediante la utilización de la *RMN* solamente.

#### **Incerteza en la determinación de $\phi_{agua}$ .**

A los efectos de determinar el valor de la incerteza asociada a  $\phi_{agua}$  es necesario determinar los errores con que miden los distintos parámetros involucrados en la ecuación (14). Las fuentes de estos errores provienen de las mediciones experimentales de los datos ( $c_c$  y  $c_0$ ) y de aquellos correspondientes a los otros parámetros ( $k_2, A, A_0, d_s$  y  $d_0$ ).

Por lejos, el mayor error interviniente en la propagación surge del valor medido de  $k_2$ , esto se debe principalmente a la preparación de la muestra lo cual involucra molienda de la roca, la solvatación del agua con metanol y el secado. La única manera de obtener el menor error posible es preparar la muestra medir  $k_2$  y repetir este proceso hasta alcanzar un valor constante con una dispersión aleatoria de valores. También es importante destacar que este tipo de problemas son importantes para este tipo de esquistos bituminosos e insignificantes para arenas sedimentarias estándares.

También es importante tener en cuenta que el modelo físico preestablecido de la muestra introduce un error al suponer que la muestra es homogénea. Esta suposición se basa en asumir que la muestra está formada por dos tipos diferentes vóxeles, uno que contiene agua y el otro del resto de las componentes de la roca. La única manera de reducir significativamente este error es el de escoger adecuadamente la muestra luego de una detallada observación de su homogeneidad hasta alcanzar el nivel microscópico.

A partir de la propagación de la ecuación (14) respecto de  $k_2$  obtenemos un error relativo aproximado de  $\phi_{agua}$  dado por

$$\frac{u_{\phi}}{\phi_{agua}} \cong 2.1 \frac{u_{k_2}}{k_2} \quad (20)$$

### **III. CONCLUSIONES**

Este trabajo muestra que es posible determinar el contenido de agua líquida de formación, o fósil, en rocas sedimentarias, tales como esquistos (shales) o

arenas, mediante las mediciones de la capacidad eléctrica. En particular, su utilización conjunta con la *RMN*, hizo posible determinar que la muestra tiene un contenido de fluidos total de alrededor del 17% y un contenido de agua de aproximadamente el 8%. El método tradicional utilizado está basado en mediciones por *RMN* pesadas en tiempos de relajación espín-red (1) lo cual introduce considerables errores de medición cuando esta técnica es utilizada en shales, en particular los de la formación de Vaca Muerta por poseer tamaños de poros pequeños, alta concentración de impurezas paramagnéticas y Kerógeno como cemento de sedimentación.

Los resultados permiten asignar un contenido en agua del 8%, dejando así un 9% de contenido de petróleo, con una incertidumbre del orden de 1%. Además, reportamos un uso conveniente de un analizador de redes que permite determinar la capacidad de la muestra a partir de la pendiente de la susceptancia eléctrica medida en función de la frecuencia,  $B(\nu)$  vs  $\nu$ , de un condensador con la muestra como su dieléctrico y dentro de una amplia gama de frecuencias.

El método experimental garantiza que la determinación de la capacidad se realiza minimizando los errores de medición en comparación con los obtenidos midiendo un solo valor para una o dos frecuencias de trabajo. Estos resultados son relevantes para decidir la concentración y el tipo de compuestos (acidulantes, coagulantes, polímeros, etc.) que debe agregarse para realizar la fractura hidráulica (fracking) adecuadamente.

### **IV. REFERENCIAS**

- 1 - Coates R.G Xiao, L. and Prammer M.G., *NMR Logging, Principles and Applications*, Halliburton Energy Services, Houston (1999).
- 2 - Ramia M.E., Martín C.A. y Chesta M.A., *Trabajos de Física, UNC - FAMAF, N° 14*, www.famaf.unc.edu.ar (2012).
- 3 - Hartshorn L., *Radio-Frequency Measurements by Bridge and Resonance Methods*, John Wiley & Sons, N.Y. (1941).
- 4 - Somaraju R. and Trumph J., *IEEE T. Ant. Prop.*, Vol. 54, **11**, 3441 (2006).
- 5- Carmona R., Decoster E., Hemingway J, Hizem M., Mossé L., Rizk T., Julander D., Little J., McDonald T., Mude J. and Seleznev N., *Oilfield Rev.* **23**, N° 1, 36 (2011).