

EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DEL MUCÍLAGO DEL
ÁRBOL HELIOCARPUS POPAYANENSIS HBK PARA LA
EXPERIMENTACIÓN EN POSIBLES APLICACIONES INDUSTRIALES

NELSON FERNANDO MOLANO SÁNCHEZ
ROBERT NOGUERA QUITIAN

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA
2004

EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DEL MUCÍLAGO DEL
ÁRBOL HELIOCARPUS POPAYANENSIS HBK PARA LA
EXPERIMENTACIÓN EN POSIBLES APLICACIONES INDUSTRIALES

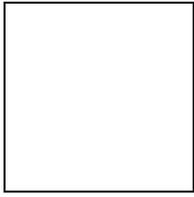
NELSON FERNANDO MOLANO SÁNCHEZ
ROBERT NOGUERA QUITIAN

Trabajo de grado para optar el título de
INGENIERO QUÍMICO

Director
JORGE ENRIQUE PULIDO
Ing. Químico, M.Sc.

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA

200



A DIOS Todopoderoso y a MARÍA Santísima por iluminar mi camino.

*A mis padres ROBERTO Y ANGELA por su amor, comprensión y sacrificio mas
allá de la obligación.*

*A mis hermanos YESENIA, ALEXANDER, CESAR Y YULI por su apoyo
incondicional.*

A mi familia por su ayuda y plena confianza en mí.

A mis amigos por estar en las buenas y las malas.

Robert.

Dedicado a la memoria de mi padre Alcibíades Molano Niño, al amor, esfuerzo y dedicación de mi madre Bertha Cecilia Sánchez, a la compañía durante estos años de mis hermanos Fabio Andrés y Eliana María y a mi sobrinita bella Silvia Fernanda.

Nelson Fernando.

Los Autores expresan su agradecimiento a:

JORGE ENRIQUE PULIDO, M.Sc. En Ingeniería Química y director del proyecto por su respaldo, colaboración y orientación en la realización de esta investigación.

CIMPA "Centro de investigación para el mejoramiento de la agroindustria panelera" y especialmente a la ingeniera LUZ ESPERANZA PRADA por su valioso aporte bibliográfico al proyecto.

ESCUELA DE INGENIERIA DE PETROLEOS y a su directora la ingeniera ZULY CALDERON por su colaboración brindada para la realización de los ensayos del mucílago HBK en el laboratorio de lodos y cementos.

ALEXANDER BELTRÁN, Auxiliar del laboratorio de lodos y cementos de la escuela de petróleos por su oportuna y dedicada colaboración.

FERNANDO HERNÁNDEZ, profesor de análisis instrumental de la escuela de química.

EDUARDO CARREÑO Y WILSON CARREÑO, Técnicos del laboratorio de Operaciones Unitarias de la escuela de Ingeniería Química por su continua colaboración.

GUILLERMO ACEROS, Auxiliar del laboratorio de reología y mezclado de la escuela de Ingeniería Química por su colaboración.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
1. INTRODUCCIÓN.	21
2. GENERALIDADES.	25
2.1 GENERALIDADES DE LOS HIDROCOLOIDES.	26
2.1.1 Mucílagos.	26
2.2 GENERALIDADES DEL ÁRBOL HELIOCARPUS POPAYANENSIS HBK.	27
2.2.1 Jerarquía taxonómica.	27
2.2.2 Descripción.	27
2.3 GENERALIDADES DEL MUCÍLAGO HBK.	28
2.3.1 Extracción.	28
2.3.2 Conservación.	29
2.3.2.1 Refrigeración.	29
2.3.2.2 Deshidratación.	29
2.3.2.3 Separación química.	30
2.3.3 Caracterización.	30
2.3.3.1 Composición química y características fisicoquímicas.	30
2.3.3.1.1 Análisis cualitativo.	31
2.3.3.1.2 Análisis cuantitativo.	31
2.3.3.1.3 Análisis instrumentales.	31
2.3.3.2 Reología.	32
2.3.4 Aplicaciones industriales.	32
2.4 GENERALIDADES SOBRE EXTRACCIÓN DE SUSTANCIAS DE ORIGEN VEGETAL.	33
2.4.1 Extracción de mucílagos.	33
2.4.2 Métodos de extracción de sustancias de origen vegetal	33
2.4.3 Fenomenología de la extracción.	35
2.4.3.1 Dispersión y solubilización.	35
2.5 GENERALIDADES DE REOLOGÍA.	37
2.5.1 Reología.	37
2.5.2 Viscosidad.	37
2.5.3 Tipos de fluidos.	37
2.5.3.1 Fluidos newtonianos.	37
2.5.3.2 Fluidos no-newtonianos.	38
2.5.3.2.1 Modelo de Bingham.	38
2.5.3.2.2 Modelo de Otswald- de Waele.	39
2.5.3.2.3 Modelo de Eyring.	39
2.5.3.2.4 Modelo de Ellis.	39

2.5.3.2.5 Modelo de Reiner-Philippof.	40
2.5.3.3 Fluidos dependientes del tiempo.	40
2.5.3.4 Fluidos viscoelásticos.	41
2.5.4 Factores que afectan la viscosidad de los hidrocoloides en la industria petrolera.	41
2.5.5 Peso molecular promedio viscoso.	42
2.6 GENERALIDADES DE LODOS DE PERFORACIÓN	43
2.6.1 Definición.	43
2.6.2 Funciones.	44
2.6.3 Propiedades de los lodos.	44
2.6.4 Tipos de lodos de perforación.	45
2.6.4.1 Lodos base agua.	45
2.6.4.2 Lodo no disperso.	45
2.6.4.3 Lodo disperso.	46
2.6.5 Componentes del lodo base agua.	46
2.6.5.1 Agua.	46
2.6.5.2 Densificantes.	47
2.6.5.3 Viscosificantes.	47
2.6.5.4 Dispersantes.	47
2.6.5.5 Controladores de filtrado.	47
2.6.5.5.1 Arcillas montmorilloníticas.	47
2.6.5.5.2 Almidones.	48
2.6.5.5.3 Polímeros.	48
2.6.6 Principales aditivos poliméricos usados en la industria Petrolera.	48
2.6.6.1 Descripción de los aditivos para la conformación de lodos de perforación.	50
2.7 PROPIEDADES DE LOS LODOS Y SU MEDICIÓN.	52
2.7.1 Propiedades básicas.	52
2.7.1.1 pH.	52
2.7.1.2 Densidad (lpg).	52
2.7.1.3 Viscosidad aparente (μ_a).	53
2.7.1.4 Viscosidad plástica (VP).	53
2.7.1.5 Punto de cedencia (YP).	53
2.7.1.6 Resistencias de gel.	54
2.7.2 Reología de lodos.	54
2.7.2.1 Modelos reológicos de lodos.	55
2.7.2.1.1 Modelo plástico de Bingham.	55
2.7.2.1.2 Modelo ley de potencia.	56
2.7.3 Pérdidas de filtrado.	57
2.7.3.1 Efectos del filtrado.	57
2.7.3.2 Medición de las pérdidas de filtrado.	57
2.7.3.2.1 Filtrado API (estático).	57
2.7.4 Pruebas químicas.	58
2.7.4.1 Aceptabilidad del contenido de calcio.	58
2.7.4.2 Alcalinidad del lodo (Pf/Mf).	58

2.7.4.3 Determinación de cloruros.	59
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.	60
3.1 EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO HBK.	60
3.1.1 Recepción del material vegetal.	60
3.1.2 Planteamiento experimental.	60
3.1.2.1 variables respuesta.	60
3.1.2.2 Factores que pueden influir en las variables respuesta.	61
3.1.2.3 Factores considerados fijos.	61
3.1.2.4 Factores considerados para la experimentación.	62
3.1.2.4.1 Niveles de los factores de experimentación.	63
3.1.3 Experimentación.	63
3.1.3.1 Extracción del mucílago HBK.	63
3.1.3.2 Purificación del mucílago HBK.	65
3.2 CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DEL MUCÍLAGO HBK.	66
3.2.1 Experimentación.	66
3.2.1.1. Medición de factores.	66
3.2.1.1.1 Factores que afectan la viscosidad.	66
3.2.1.1.2 Medidas reológicas.	67
3.2.1.1.3 Determinación del peso molecular promedio.	68
3.3 EXPERIMENTACIÓN DEL MUCÍLAGO EN APLICACIONES A NIVEL INDUSTRIAL.	68
3.3.1 Ensayo del mucílago HBK como viscosificante y Controlador de filtrado en lodos base agua.	69
3.3.1.1 Objetivos.	69
3.3.1.2 Análisis al lodo de perforación.	69
3.3.1.4 Planteamiento experimental.	72
3.3.1.5 Diseño de experimentos.	73
4. RESULTADOS DE LABORATORIO.	74
4.1 RESULTADOS DE LA EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO HBK.	75
4.2 RESULTADOS CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DEL MUCÍLAGO HBK.	78
4.2.1 Medidas reológicas realizadas en el viscosímetro Rheotest II.	78
4.2.2 Medidas realizadas en el viscosímetro Fann.	81
4.3 RESULTADOS DETERMINACIÓN DEL PESO MOLECULAR PROMEDIO.	83
4.4 RESULTADOS DE LODOS DE PERORACIÓN.	84

4.4.1 pH y densidad.	84
4.4.2 Reológicos.	85
4.4.3 Filtrado API.	87
4.4.4 Análisis químico.	89
5. ANÁLISIS DE RESULTADOS.	90
5.1 ANÁLISIS DE RESULTADOS DE LA EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO HBK.	90
5.1.1 Porcentaje de la extracción.	90
5.1.2 Análisis de varianza para las variables respuesta.	90
5.2 ANÁLISIS DE RESULTADOS DE LA REOLOGÍA DEL MUCÍLAGO HBK.	93
5.2.1 Caracterización del fluido.	93
5.3 ANÁLISIS DE RESULTADOS DE LA INFLUENCIA DE DIFERENTES FACTORES SOBRE LA VISCOSIDAD APARENTE DEL MUCÍLAGO HBK.	96
5.3.1 Influencia de la concentración.	96
5.3.2 Influencia del gradiente de velocidad de corte.	96
5.3.3 Influencia de la temperatura.	98
5.3.4 Influencia de pH.	99
5.3.5 Influencia de sales.	100
5.3.6 Estabilidad de la solución con ácidos.	101
5.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS DEL PESO MOLECULAR PROMEDIO DEL MUCÍLAGO HBK.	101
5.5 ANÁLISIS DE LODOS DE PERFORACIÓN.	103
5.5.1 pH.	103
5.5.2 Densidad.	105
5.5.3 Viscosidad aparente.	107
5.5.4 Viscosidad plástica.	109
5.5.5 Punto de cedencia.	111
5.5.6 Filtrado API.	113
5.5.7 Gel a 10 segundos.	115
5.5.8 Gel a 10 minutos.	117
5.5.9 Torta del lodo.	119
5.5.10 Análisis de resultados químicos.	119
6. CONCLUSIONES	120
7. RECOMENDACIONES	122
8. BIBLIOGRAFIA	123
9. ANEXOS	126

LISTA DE TABLAS

1. HIDROCOLOIDES NATURALES.		26
2. CRITERIOS DE CALCULO PARA LA ALCALINIDAD DEL FILTRADO.		58
3. DISEÑO DE EXPERIMENTOS EXTRACCIÓN.		64
4. CONDICIONES EXPERIMENTALES PARA LA EXTRACCIÓN.		65
5. DISEÑO DE EXPERIMENTOS PREPARACIÓN DE LODOS.		73
6. RESULTADOS DE LA EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO HBK.		75
7. DATOS DEL PLANTEAMIENTO DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS PARA LA VARIABLE RESPUESTA N° 1.		67
8. DATOS DEL PLANTEAMIENTO DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS PARA LA VARIABLE RESPUESTA N° 2.		68
9. DATOS DE DEFORMACIÓN INICIAL DE SOLUCIONES DEL MUCÍLAGO HBK EN AGUA (0.05 LB/ BBL).		69
10. DATOS DE DEFORMACIÓN INICIAL DE SOLUCIONES DEL MUCÍLAGO HBK EN AGUA (0.1 LB/ BBL).		69
11. DATOS DE DEFORMACIÓN INICIAL DE SOLUCIONES DEL MUCÍLAGO HBK EN AGUA (0.2 LB/ BBL).		70
12. DATOS DE DEFORMACIÓN INICIAL DE SOLUCIONES DEL MUCÍLAGO HBK EN AGUA (0.3 LB/ BBL).		70
13. DATOS DE DEFORMACIÓN INICIAL DE SOLUCIONES DEL MUCÍLAGO HBK EN AGUA (0.4LB/ BBL).		71
14. DATOS DE DEFORMACIÓN INICIAL DE SOLUCIONES DEL MUCÍLAGO HBK EN AGUA (1.75 LB/ BBL).		71

15. DATOS DE VISCOSIDAD APARENTE A DIFERENTES CONCENTRACIONES DE SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA A 25°C.		72
16. DATOS DE VISCOSIDAD APARENTE A DIFERENTES GRADIENTES DE VELOCIDAD DE LAS SOLUCIONES DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA A 25°C.		72
17. DATOS DE VISCOSIDAD APARENTE A DIFERENTES TEMPERATURAS DE LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK AGUA A 0.2LB/ BBL.		72
18. DATOS DE VISCOSIDAD APARENTE A DIFERENTES pH DE LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK (0.2LB/ BBL) EN AGUA		73
19. DATOS DE VISCOSIDAD APARENTE A DIFERENTES CONCENTRACIONES DE SOLUCIONES DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA DE MAR A 25°C.		73
20. DATOS DE VISCOSIDAD PLASTICA Y PUNTO DE CEDENCIA EN SOLUCIONES DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA		73
21. DATOS DE VISCOSIDAD PLASTICA Y PUNTO DE CEDENCIA DE SOLUCIONES DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA DE MAR 25°C.		74
22. DATOS DE ESTABILIDAD EN ACIDO DE LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA (0.15LB/ BBL) A 25°C.		74
23. DATOS DE VISCOSIMETRIA PARA LA DETERMINACIÓN DEL PESO MOLECULAR PROMEDIO DEL MUCILAO HBK.		74
24. DATOS DE DENSIDAD Y pH DEL LODO DE PERFORACIÓN TIPO NO DISPERSO.		75
25. DATOS DE DENSIDAD Y pH DEL LODO DE PERFORACIÓN TIPO DISPERSO.		75

26. DATOS DE PROPIEDADES REOLÓGICAS DEL LODO TIPO NO DISPERSO.		76
27. DATOS DE PROPIEDADES REOLÓGICAS DEL LODO TIPO DISPERSO.		77
28. DATOS DE FILTRADO Y TORTA PARA EL LODO TIPO NO DISPERSO.		78
29. DATOS DE FILTRADO Y TORTA PARA EL LODO TIPO DISPERSO.		79
30. DATOS DEL ANÁLISIS QUÍMICO LODO TIPO NO DISPERSO.		80
31. DATOS DEL ANÁLISIS QUÍMICO LODO TIPO DISPERSO.		80
32. ANÁLISIS DE VARIANZA PARA LA VARIABLE RESPUESTA N°1.		82
33. ANÁLISIS DE VARIANZA PARA LA VARIABLE RESPUESTA N°1		83

LISTA DE FIGURAS.

	Pág.
1. MULTIMIXER.	59
2. pH -METRO DIGITAL ORION RESEARCH Y BALANZA.	59
3. FILTRO PRENSA API.	60
4. VISCOSIMETRO FANN DE SEIS VELOCIDADES.	61
5. MUCÍLAGO EXTRAIDO DE LA CORTEZA DEL ÁRBOL HELIOCARPUS POPAYANENSIS HBK.	66
6. REOGRAMA DE LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA (0.13g/L) A 25°C.	84
7. REOGRAMA DE LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA (0.52g/L) A 25°C.	84
8. REOGRAMA DE LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA (0.78g/L) A 25°C.	84
9. REOGRAMA DE LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA (1.04g/L) A 25°C.	85
10. REOGRAMA DE LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA (5g/L) A 25°C.	85
11. VARIACIÓN EN EL INDICE REOLÓGICO n DE LAS SOLUCIONES DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA A 25°C.	86
12. VARIACIÓN EN EL INDICE REOLÓGICO k DE LAS SOLUCIONES DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA A 25°C.	86
13. VARIACIÓN DE LA VISCOSIDAD APARENTE DE LAS SOLUCIONES DE MUCÍLAGO HBK CON LA CONCENTRACIÓN.	87
14. REOGRAMA DE LA SOLUCIÓN DE 5g/L DEL MUCÍLAGO HBK EN AGUA.	88

15. REOGRAMA DE LA SOLUCIÓN DE 0.13g/L DEL MUCILAGO HBK EN AGUA.		88
16. INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN LA VISCOSIDAD APARENTE DE LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA (0.2LB/ BBL) A 600 R.P.M.		89
17. CAMBIO DE LA VISCOSIDAD APARENTE DEL MUCÍLAGO HBK EN AGUA CON LA TEMPERATURA.		89
18. INFLUENCIA DEL Ph EN LA VISCOSIDAD APARENTE EN LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK (0.2LB/ BBL) EN AGUA DE MAR A 25°C Y A 600 R.P.M.		90
19. INFLUENCIA DE LA SAL EN LA VISCOSIDAD APARENTE EN LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK (0.4LB/ BBL) A 25°C.		91
20. CARACTERIZACIÓN DE LA VISCOSIDAD APARENTE CON LA CONCENTRACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA A 25°C.		93
21. DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD INTRINSECA PARA LA SOLUCIÓN DE MUCÍLAGO HBK EN AGUA A 25°C.		93
22. VARIACIÓN DEL pH* CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO NO DISPERSO.		95
23. VARIACIÓN DEL pH* CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO DISPERSO.		95
24 VARIACIÓN DE LA DENSIDAD CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO NO DISPERSO.		97
25. VARIACIÓN DE LA DENSIDAD CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO DISPERSO.		97
26. VARIACIÓN DE LA VISCOSIDAD APARENTE CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO NO DISPERSO.		99
27. VARIACIÓN DE LA VISCOSIDAD APARENTE CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO DISPERSO.		99

28. VARIACIÓN DE LA VISCOSIDAD PLASTICA CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO NO DISPERSO.		101
29. VARIACIÓN DE LA VISCOSIDAD PLASTICA CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO DISPERSO.		101
30. VARIACIÓN DEL PUNTO DE CEDENCIA CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO NO DISPERSO.		103
31. VARIACIÓN DEL PUNTO DE CEDENCIA CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO DISPERSO.		103
32. VARIACIÓN DEL FILTRADO API CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO NO DISPERSO.		105
33. VARIACIÓN DEL FILTRADO API CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO DISPERSO.		105
34. VARIACIÓN DEL GEL A 10 SEGUNDOS CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO NO DISPERSO.		107
35. VARIACIÓN DEL GEL A 10 SEGUNDOS CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO DISPERSO.		107
36. VARIACIÓN DEL GEL A 10 MINUTOS CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO NO DISPERSO.		109
37. VARIACIÓN DEL GEL A 10 MINUTOS CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO DISPERSO.		109

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
A. FICHA TÉCNICA HELIOCARPUS POPAYANENSIS HBK.	116
B. ANÁLISIS INFRAROJO DEL MUCÍLAGO HBK.	117
C. VARIACIÓN DE LOS ÍNDICES DE CONSISTENCIA K Y DE FLUJO η PARA LAS SOLUCIONES DE GOMA XANTANA Y DEXTRANA.	118
D. ROEOGRAMA DE LA SOLUCIÓN DE LOS POLÍMEROS GUAR, XANTANA, HEC Y CMC.	119
E. EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE LA VISCOSIDAD DE SOLUCIONES POLIMÉRICAS DE LA GOMA XANTANA, HEC, CMC Y HP GUAR.	120
F. EFECTO DEL pH SOBRE LAS SOLUCIONES DE LAS GOMAS GUAR, XANTANA, HEC Y CMC EN AGUA DE MAR.	121
G. EFECTO DE LAS SALES EN LA VISCOSIDAD DE LAS HEC Y SOLUCIONES POLIMÉRICAS DE LAS GOMAS GUAR, XANTANA, CMC.	122
H. EFECTO DE LOS ÁCIDOS SOBRE LAS GOMAS GUAR, XANTANA, HEC Y CMC.	123

RESUMEN

TITULO: EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DEL MUCÍLAGO DEL ÁRBOL HELIOPARPUS POPAYANENSIS HBK PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN POSIBLES APLICACIONES INDUSTRIALES. *

AUTORES:

NELSON FERNANDO MOLANO SÁNCHEZ.

ROBERT NOGUERA QUITIAN. **

PALABRAS CLAVE: Hidrocoloides, gomas, mucílagos, extracción, caracterización reológica, aditivos en lodos de perforación.

DESCRIPCIÓN:

Los hidrocoloides, también llamados gomas o mucílagos son polímeros compuestos por polisacáridos, tienen un amplio intervalo de aplicaciones a nivel industrial como estabilizantes, emulsificantes y espesantes. En este documento se analiza el comportamiento del mucílago del árbol *Heliocarpus Popayanensis* HBK (mucílago HBK), desde su extracción, caracterización reológica y su aplicación en la industria petrolera como aditivo viscosificante y controlador de filtrado en lodos base agua.

En el capítulo 2, se presentan generalidades sobre hidrocoloides, el árbol *Heliocarpus popayanensis* HBK, mucílago HBK, extracción, reología de hidrocoloides y lodos de perforación respectivamente. El capítulo 3 muestra el desarrollo experimental a través del cual se realizó esta investigación; Los capítulos 4 y 5 presentan los resultados de las pruebas de laboratorio y sus respectivos análisis.

La extracción del mucílago HBK es afectada con un mayor grado por la combinación de los factores dobles temperatura- relación masa/corteza, y temperatura- tiempo de extracción para las variables medidas, concentración de la solución extraída (g/L) y porcentaje de extracción (g. de mucílago extraído/g. corteza). En cuanto a la caracterización reológica, las soluciones del mucílago HBK presentan un comportamiento no- Newtoniano, ajustándose al modelo de potencia con valores de n menores de 0.6 siendo altamente pseudo-plástico y muy levemente afectado por factores como temperatura, velocidad de corte, pH, sales y soluciones ácidas. En la aplicación como aditivo para lodos de perforación base agua presento como viscosificante un rendimiento de 4080 y control de filtrado comparable con los aditivos usados en campo como el XCD cuya estructura es la goma Xantana.

* Trabajo de grado.

** Escuela de Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander
Director: Profesor Jorge Enrique Pulido Flórez.

SUMMARY

I TITLE: EXTRACTION AND REOLOGY CHARACTERIZATION OF THE MUCILAGE OF THE TREE HELIOCARPUS POPAYANENSIS HBK FOR THE EXPERIMENTATION IN POSSIBLE INDUSTRIAL APPLICATIONS.

AUTHORS:

NELSON FERNANDO MOLANO SÁNCHEZ.

ROBERT NOGUERA QUITIAN.

WORDS NAIL: Hidrocolloids, rubbers, mucilages, extraction, reology characterization, preservatives in muds of perforation.

DESCRIPTION:

The hidrocolloids, called also rubbers or mucilages are compound polymers by polysaccharides, they have a wide interval of applications to industrial level as stabilizing, [emulsificantes] and [espesantes]. In this document the behavior of the mucilage of the tree is analyzed heliocarpus popayanensis hbk (hbk mucilage), from his extraction, reology characterization and his application in the oil industry as preservative [viscosificante] and controller of filtering in muds based in water.

In the chapter 2, they come generalities on hidrocolloids, the tree heliocarpus popayanenses hbk, hbk mucilage, extraction, reology of hidrocolloids and muds of perforation respectively. The the chapter 3 shows the experimental development through which i am carried out this investigation; the chapters 4 and 5 presents the results of the tests of laboratory and their respective analysis.

The extraction of the hbk mucilage is affected double relationship temperature with an old degree for the combination of the factors mass/ bark, and temperature time of extraction for the measured variables, concentration of the solution [extraída] (g/ l) and percentage of extraction (g. Of extracted mucilage/ g. Bark). As for the reology characterization, the solutions of the hbk mucilage presents a behavior nom newtoniano, adjusting to the model of power with values of minor n of 0.6 being highly pseudo-plastic and very slightly affected for factors like temperature, speed of court, ph, salts and sour solutions. In the application as preservative for muds of perforation bases water i present a humility of 4080 and control as [viscosificante] of filtering comparable with the preservatives used in field as the xcd whose you structure is the rubber xantana.

* Work from degree.

** School of Chemical Engineering. Industrial University of Santander
Adviser: Teacher Jorge Enrique Pulido Flórez

INTRODUCCIÓN.

Las gomas y los mucílagos se conocen desde tiempos remotos y sus aplicaciones dependían de la tecnología conocida para entonces. Actualmente estos han tomado un gran auge en la industria petrolera, de alimentos, papelera, metalúrgica, farmacéutica y cosmetológica, donde estos hidrocoloides se utilizan como aditivos en diferentes procesos ya sea indirectamente en algún tratamiento previo, o en la elaboración de los mismos productos debido a su amplio rango de propiedades, como: viscosificantes, estabilizantes, gelificantes y floculantes, entre otras. Por esto, gomas como la xantana, tragacanto y guar han logrado un alto valor comercial, destacándose por su producción países como Estados Unidos, Australia, China e India.

En el ámbito nacional la mayoría de las industrias anteriormente mencionadas, por no decir en su totalidad, importan estos aditivos ya que en el país no se producen, convirtiéndose en causal del aumento de los precios en los productos donde son utilizados. Por lo tanto, nace la necesidad de analizar las propiedades de mucílagos derivados de fuentes naturales cultivadas en el país, como en este caso, el extraído del árbol *HELIOCARPUS POPAYANENSIS* HBK en la búsqueda de su funcionalidad como aditivo, y así generar un fortalecimiento científico y económico del país en este campo, satisfaciendo la demanda que estos tienen y captando las divisas que generan.

Aunque el mucílago ya ha sido objeto de estudio en aspectos como: caracterización fisicoquímica y forma de conservación, además aplicado en la industria panelera como aditivo floculante, aún falta información para tecnificar algunos de sus

procesos como la extracción del mismo, su caracterización reológica, y su posible aplicación como aditivo en otros campos, por ejemplo, el petrolero, en el cual se buscó establecer su poder como un nuevo aditivo biodegradable a nivel industrial. Por lo tanto estos puntos se convierten en los objetivos de este estudio.

La producción de aditivos (gomas y mucílagos vegetales) no ha tenido un gran auge en Colombia debido a la ausencia del conocimiento de materias primas para la obtención de las mismas, ya que las conocidas se obtienen de árboles que se cultivan en zonas áridas con climas tropicales que dificultan su producción. Por lo cual, toda investigación que lleve a la obtención de información sobre fuentes de aditivos naturales que se puedan producir en el país, constituye un gran avance, cuyos resultados positivos beneficiarán a diferentes industrias, entre estas, la petrolera en la cual fue enfocada la presente investigación, ya que la mayor parte de aditivos son de origen sintético y no biodegradables, por lo que producen contaminación al suelo y a fuentes de agua.

Hoy en día las empresas multinacionales petroleras y las especializadas en la producción de químicos han prestado mayor atención a este problema, dirigiendo su interés a la producción y utilización de aditivos biodegradables a consecuencia de la necesidad actual de preservar el medio ambiente.

En este proyecto también prestaron su interés entidades gubernamentales como CIMPA (Centro de investigación para el mejoramiento de la agroindustria panelera), el cual ha desarrollado investigaciones acerca de mucílagos obtenidos en el país, empleándolos como floculantes en la clarificación de jugos para la elaboración de la panela, además, suministraron información valiosa.

Empresas como BALCO LTDA. Ubicada en la ciudad de Bucaramanga, utilizan el

árbol en cuestión para el proceso de obtención de la madera (la cual es exportada en grandes cantidades a países como Estados Unidos, Venezuela, Costa Rica, Inglaterra, Francia, Alemania y China), por otra parte la corteza es desechada, convirtiéndose dicha empresa en una fuente importante de suministro de esta como materia prima para la extracción del mucílago.

En los primeros 2 capítulos de este estudio se presentan generalidades sobre hidrocoloides, el árbol *Heliocarpus popayanensis* HBK, mucílago HBK, extracción, reología, lodos de perforación respectivamente. El capítulo 3 muestra el desarrollo experimental a través del cual se realizó esta investigación; Los capítulos 4 y 5 presentan los resultados de las pruebas de laboratorio y sus respectivos análisis.

Debido a que el mucílago HBK no es un producto comercial, darle un valor para la preparación de lodos de perforación implica un completo análisis económico que comprendería desde la obtención de la corteza, hasta la colocación del producto en el mercado lo cual esta fuera del alcance de esta investigación.

Como resultado de este estudio se concluye en diferentes aspectos:

Extracción. Para la variable respuesta número 1 (concentración de la solución obtenida (g/L)) los factores que afectan la extracción del mucílago HBK son en su orden las combinaciones AD, AC, CD y AB y para la variable respuesta número 2 (masa extraída de mucílago /masa de corteza) las combinaciones AC, BC y el factor individual D, donde A es temperatura, B es pH, C es tiempo de extracción y D es la relación masa corteza/ volumen de solvente.

Caracterización reológica. Se encontró que la viscosidad aparente del mucílago HBK es dependiente de factores como la concentración, gradiente de velocidad,

temperatura, sales y pH.

A concentraciones mayores del 0.003 (g/ml), sus soluciones presentan un comportamiento no-newtoniano y pseudo plástico.

Un comportamiento newtoniano se observó a concentraciones menores de 0.003 (g/ml), lo cual permitió determinar su viscosidad intrínseca $[\eta]$ y peso molecular promedio viscoso (M_w) del mucílago HBK de acuerdo con la ecuación de Kuhn - Mark - Houwink.

Lodos de perforación. En cuanto al estudio de la aplicación del mucílago HBK como controlador de filtrado y viscosificante se obtuvieron resultados positivos que se encuentran dentro de los límites permitidos para su aplicación.

2. GENERALIDADES

2.1 GENERALIDADES DE LOS HIDROCOLOIDES

Estos son polímeros que cuando se disuelven o dispersan en el agua producen espesamiento o gelificación, el término hidrocoloide se prefiere en el medio científico para estos materiales, pero un sinónimo común es goma y también se utiliza mucílago.

La explicación de muchas propiedades funcionales es su notable capacidad, a bajas concentraciones, de incrementar la viscosidad. Los hidrocoloides de polisacáridos difieren en peso molecular, ramificación de la cadena, carga y presencia de grupos que forman enlaces de hidrógeno.

Los hidrocoloides de polisacáridos pueden ser lineales o ramificados. En general, la capacidad espesante aumenta con relación al peso molecular y se reduce con la ramificación de la cadena. Esto se debe a que las moléculas de cadena recta, extendidas, al girar en una solución ocupan un volumen mayor que las cadenas con ramificaciones que son más compactas. Así, los polímeros lineales de gran tamaño, junto con el agua asociada a ellos chocan con más frecuencia entre sí de lo que lo hacen las moléculas ramificadas de menor peso molecular, estas colisiones impiden el flujo de la solución y provocan un incremento de la viscosidad. ¹

En la tabla 1 se citan los hidrocoloides naturales principales, y de donde se obtienen. Cada uno posee propiedades características ligeramente distintas, con frecuencia las diferencias importantes desde el punto de vista comercial consisten

en propiedades reológicas de las dispersiones de estos en agua.

Los hidrocoloides tienen diversas aplicaciones, estos se emplean en la manufactura del papel porque ayudan a retener partículas de celulosa, como floculantes para precipitar lodos minerales, agentes de suspensión en explosivos, espesantes en limpiadores de horno que se basan en álcalis fuertes y como componente del lodo para perforación de pozos petrolíferos.²

Tabla 1. Hidrocoloides naturales.

Fuente de obtención	Ejemplos
Semillas de plantas	Goma de guar, goma de algarrobo
Extractos de algas	Alginatos, agar, carragenano
Exudados de árboles	Arábigo, tragacanto, Karaya
Frutas cítricas	Pectina
Piel y huesos de animales	Gelatina
Fermentación	Goma de xantana

2.1.1 Mucílagos. Los mucílagos son productos vegetales obtenidos de semillas, raíces, cortezas y otros órganos de las plantas, por extracción con agua fría ó caliente, los mucílagos producen soluciones untuosas o gelatinosas, se suelen confundir con las gomas y pectinas diferenciándose de estas solo en sus propiedades físicas, mientras las gomas se hinchan para dar soluciones coloidales gruesas, las pectinas se gelifican.³

Están compuestos por cadenas de glucósidos, es decir son lipófilos e hidrófilos, por tanto, al contacto con agua producen polimerización formando redes que retienen sustancias orgánicas o impurezas. Como consecuencia de su alta viscosidad tiene complejidad molecular, por tanto presentan menos facilidad de degradación,

también poseen gran cantidad de sitios activos, motivo por el cual tienen un mejor poder aglutinante⁴

Generalmente, son insolubles en alcohol, benceno y aceites, aunque algunos son parcialmente solubles en alcohol- agua; estos están íntimamente relacionados con las gomas y la distinción con estas sustancias no siempre es clara; muchos autores consideran que fisiológicamente los mucílagos son constituyentes normales de las plantas (productos intracelulares), y las gomas se producen como resultado o respuesta a lesiones (exudaciones extracelulares) luego es conveniente abandonar tales designaciones y concentrarse en los caracteres que se relacionan con las propiedades físicas útiles, como por ejemplo, la estructura molecular (lineal o ramificada). Las gomas junto con los mucílagos son heteroglicanos derivados de la condensación de pentosas y hexosas.⁵

2.2 GENERALIDADES DEL ÁRBOL HELIOCARPUS POPAYANENSIS HBK.

2.2.1 Jerarquía taxonómica.

Clase: Magnoliopsida

Subclase: Dilleniidae

Orden: Málvales.

Familia: Tiliaceae.

Género: *Heliocarpus* L.

Especie: *Heliocarpus popayanensis* HBK. ⁶

2.2.2 Descripción. El árbol *HELIOCARPUS POPAYANENSIS* HBK posee hojas simples alternas y generalmente con lóbulos, ápice con borde dentado, limbo de 10,5 a 15,5 cm. De largo por 9 a 15 cm de ancho, flores hermafroditas con 4 sépalos y 4 pétalos amarillos con estambres numerosos, fruto cápsulado elipsoide y

rojizo, pertenece al orden de las málvales, sus principales usos son la madera, la cual es de color blancuzco, olor ausente y brillo mediano.⁷ Es común en climas templados como en la hoya del río Suárez.⁸ Allí se usa el mucílago extraído de su corteza como clarificante pero no se tiene un sistema de cultivo para este, solo se cuenta con algunos árboles dos o tres en cada finca, los cuales no reciben ningún cuidado por parte el campesino como riego o abono.⁹

En la actualidad en la región del Magdalena medio se encuentran grandes cultivos del HELIOCARPUS PAPAYANENSIS HBK que son utilizados para el aprovechamiento de la madera, donde empresas como BALCO LTDA, a través de su laboratorio botánico viene desarrollando importantes programas de purificación de los árboles, se resalta que en estos procesos la corteza es desechada, por lo tanto las empresas que trabajan en este campo son una importante fuente de materia prima para la obtención del mucílago. Actualmente la recolección de la corteza se hace cortándola del árbol completamente y posteriormente se le da el uso a la madera.

2.3 GENERALIDADES DEL MUCÍLAGO HBK.

2.3.1 Extracción. En el proceso de clarificación de jugos de caña se toma la corteza y se retira parcialmente el musgo que se encuentra en la superficie de la misma, para luego ser machacada o macerada, luego es depositada en tanques donde se le suministra agua dejándose en reposo por un tiempo.⁹

El procedimiento de machacar la corteza presenta serios inconvenientes como la contaminación del mucílago con sólidos de tamaño muy pequeño difícil de retirar, que al trasportarlos por tuberías o conductos ocasionan su taponamiento. El extracto con alto contenido de sólidos al intentar su limpieza de diferentes formas, como filtración y tamizado, no se logra ningún resultado, al tratar de centrifugarlo

se presenta un inconveniente puesto que se depositan los sólidos junto con el mucílago más concentrado, por otro lado al macerar también se produce liberación de taninos los cuales promueven la oxidación rápida del extracto, lo cual tiene un efecto negativo.

Una solución a estos inconvenientes consiste en tomar una muestra de corteza, dándole una geometría de tramos longitudinales de 20 cm. de largo por 3 a 4 de ancho y de 2 a 3 mm. de espesor, estos se dejan en agua durante una hora, obteniéndose un máximo de extracción sin problema de impurezas.¹⁰

Posteriormente se establece un tratamiento para el sometimiento de las muestras vegetales antes de la lixiviación en agua, para este fin las cortezas son sometidas a procesos de maceración, licuado y macerado-licuado, después pasan a ser homogenizadas con agua durante 10 minutos y luego filtrada con la ayuda de una bomba de vacío.⁴

2.3.2 Conservación.

2.3.2.1 Refrigeración. Una vez extraído el mucílago este se conserva por más de 60 días en un cuarto refrigerado a una temperatura promedio de 4° C, manteniendo sus características físicas como densidad, color, viscosidad, sin presentar fermentación.¹⁰

2.3.2.2 Deshidratación. En lo que respecta a los diferentes procesos para la deshidratación del mucílago una vez hecha la lixiviación con agua, el de mejores resultados es el de liofilización, llegando a superar el 100 % del producto teóricamente obtenible, superando los procesos de atomización y secado al vacío. El producto seco no presenta problemas de degradación u oxidación al contacto con el

aire durante periodos largos de tiempo, hecho particularmente favorable, pensando en su comercialización.¹⁰

2.3.2.3 Separación química. Con el propósito de aislar la sustancia gomosa químicamente se busca precipitar el aglutinante y así recuperarla por medios físicos de la disolución mucilagínosa (mucílago-agua) una vez hecha la lixiviación. Después de análisis con diferentes solventes de polaridad antagónica (isopropanol, propanol, éter de petróleo, acetona, entre otros), se encuentra que la acetona en una relación 1:4 en volumen a volumen es la que mejores resultados entrega, obteniéndose la formación de un precipitado gomoso manejable, además el proceso de lavado con solvente se adecua fácilmente al proceso de separación y purificación del mucílago por ser efectivo y económico al permitir la recuperación del solvente.¹¹

2.3.3 Caracterización.

2.3.3.1 Composición química y características fisicoquímicas. En publicación de la Universidad Nacional de Bogotá sobre saponinas, se reporta que en un análisis hecho al mucílago se encontró gran cantidad de estas, que fueron analizadas cualitativamente con resultados positivos, de la cual se concluye que sería requerido un estudio de factibilidad técnica para obtener saponinas de forma industrial.¹²

La disolución mucilagínosa (100 g de corteza en 1 litro de agua) del árbol HELIOCARPUS PAPAYANENSIS HBK presenta las siguientes propiedades: pH de 5.9, presencia de taninos, compuestos nitrogenados, triterpenos, almidones y lactosas, una viscosidad ligeramente superior a la del agua, densidad de 1.0023 g/cm³ y un color amarillo.¹³

2.3.3.1.1 Análisis cualitativo. Se encontró la presencia de carbohidratos, saponinas glicídicas deduciéndose que no es posible clasificar o reconocer el tipo de saponina presente debido a que no existen pruebas cualitativas que posibiliten su fácil identificación. Posteriormente se reportó que los carbohidratos presentes eran hexosas, de las cuales la fructosa y la glucosa han sido reconocidas, además presencia de ácidos orgánicos, ausencia de pectinas y almidones, por lo cual se deduce que el principal constituyente de la solución mucilaginoso son gomas.

2.3.3.1.2 Análisis cuantitativo. Se reportaron los siguientes resultados: viscosidad (5–18 mpas), índice de refracción (1.333–1.3335), densidad (0.9959 – 0.9982 g/cm³), pH (6.01 – 6.45), porcentaje de acidez (0.002188 – 0.004268 % en ácido cítrico), también se determinaron el contenido promedio de: fenoles (478.46 ppm), fosfatos (13.7054 ppm), hierro (48.7291 ppm), calcio (7.8611 ppm), por último se concluye que el mucílago está compuesto por mucopolisacáridos (se coagula con el alumbre y acetato básico de plomo), hexosas como la fructosa y glucosa, saponinas y fenoles, además de elementos minerales como hierro, calcio y fosfatos. Su fermentabilidad se debe a su elevado contenido de azúcares que por tratarse de sustancias orgánicas no generan soluciones peligrosas ni residuales para el medio ambiente.

Nota: Los anteriores resultados se obtienen de pruebas al disgregar 50 g de corteza del mucílago del HELIOCARPUS PAPAYANENSIS HBK, en un litro de agua destilada y des-ionizada.⁴

2.3.3.1.3 Análisis instrumentales. La sustancia mucilaginoso presenta absorción en la franja ultravioleta a 270 nm y 290 nm, concluyendo que el mucílago puede estar formado por fragmentos estructurales similares, siendo el más abundante el que absorbe a 290 nm, por análisis de cromatografía de capa fina se encontró que

uno de los dos fragmentos estructurales es la glucosa. ¹¹

2.3.3.2 Reología Con relación a ésta, se tiene que ha mayor cantidad de la corteza en un mismo volumen de agua, mayor será la viscosidad de la solución. Para esto se efectuó un ensayo en el cual se tomaron diferentes pesos de corteza para un litro de agua, midiendo luego su viscosidad en un viscosímetro digital marca Brookfield, con dos vástagos diferentes a cuatro velocidades de rotación de donde se concluyó que las soluciones del mucílago son espesas pero no uniformes, es decir que la viscosidad de él varía puntualmente. Entre los resultados obtenidos están:

- 30 g de corteza en un litro de agua, se registraron viscosidades de (107, 143, 214, y 330 cp para 60, 30,12 y 6 r.p.m. respectivamente a 20 ° C).
- 90 g de corteza en un litro de agua, se registraron viscosidades de (352, 541, 845, y 1320 cp para 60, 30,12 y 6 rpm respectivamente a 20 ° C). No se han realizados estudios más profundos en este campo. ¹⁰

La ficha técnica del mucílago HBK se presenta en el anexo A.

2.3.4 Aplicaciones industriales. En lo que respecta a las aplicaciones del mucílago a escala industrial, institutos como CIMPA (Centro de Investigación para el mejoramiento de la Agroindustria Panelera) realizó experimentos utilizándolo como floculante en el proceso de clarificación de jugos de caña, los cuales se llevan a cabo en dos etapas:

En la primera a una temperatura de jugo de 60 ° C, se adiciona 15 ml de disolución (densidad 1.04 g /ml) por litro de jugo.

En la segunda etapa a una temperatura de jugo de 85 ° C, se adicionan 5ml más de

disolución por litro de jugo.

A nivel de laboratorio se ha comparado el mucílago con algunos floculantes químicos, entre ellos el MAFLOC 975, MAFLOC 900, SEPARAN y SUCLAR que son polímeros de alto peso molecular, obteniéndose resultados no muy dicientes.

Posteriormente en 1987 múltiples investigaciones permitieron definir que estos polímeros químicos no superaban la efectividad del mucílago debido a que en los mejores casos el jugo clarificado presenta una gran cantidad de sólidos suspendidos, y la cachaza obtenida se caracteriza por llevar una cantidad de jugo mayor que la retirada cuando se usa el mucílago, requiriéndose un tiempo mayor para filtrarlo, por otra parte la temperatura de trabajo para estos floculantes esta alrededor de 90 a 92 ° C, mientras que el mucílago actúa entre los 80 y 85 ° C permitiendo mayor tiempo de limpieza para el jugo antes de alcanzar su punto de ebullición.¹³

2.4 GENERALIDADES SOBRE EXTRACCIÓN DE SUSTANCIAS DE ORIGEN VEGETAL.

2.4.1 Extracción de mucílagos. Los materiales biológicos tienen estructura celular y los constituyentes solubles suelen estar dentro de las células. En ocasiones, la velocidad de lixiviación es bastante baja debido a que las paredes celulares constituyen una resistencia adicional a la difusión.

No obstante, es poco práctico moler los materiales biológicos a tamaño suficientemente pequeño para exponer el contenido de las células individuales.¹⁴

2.4.2 Métodos de extracción de sustancias de origen vegetal. Los principios

activos contenidos en las plantas pueden ser extraídos mediante diversas técnicas extractivas, cuando se utiliza agua como vehículo extractivo recibe el nombre genérico de tisanas, que son preparaciones acuosas en las que se aprovecha el poder de extracción del agua, manteniendo el agua en contacto con la corteza ésta cede parte de sus principios activos a la misma aquellas sustancias que son solubles en agua ocurriendo un fenómeno de difusión celular; por tanto la extracción de principios activos durará mientras no se alcance un equilibrio osmótico entre protoplasma celular y líquido extractivo en este caso agua.

El proceso involucrado en la preparación del sólido para la obtención de la solución agua-soluto recibe el nombre de maceración, posteriormente se realiza el lavado introduciéndolo en el agua a temperaturas ordinarias durante varias horas (generalmente de 8 a 12 horas). Esta forma de extracción es la que suele emplearse para plantas ricas en mucílagos.

La extracción depende de varios factores como son:

- Cantidad de agua. Cuanto mayor sea la cantidad de agua, mas elevado será el agotamiento de los principios activos dentro de la planta.
- Temperatura. La infusión o el cocimiento a temperaturas cercanas a los 100 ° C favorecen la extracción, no obstante, a veces conviene hacer la extracción con agua fría ya que puede interesar no extraer determinados principios activos que solamente pasarían al agua con la ayuda del calor.
- El tiempo. La duración del contacto de la planta con el agua, el grado de pulverización de ésta, aumenta la extracción mientras más troceada esté, pero

hasta ciertos límites a partir de los cuales pueden originarse una serie de procesos químicos que dificulten el proceso.

2.4.3 Fenomenología de la extracción. Los hidrocoloides son sustancias que en contacto con el agua en un proceso de extracción con esta produce hinchamiento y cambio de volumen, dándole viscosidad a la solución. ¹⁵

2.4.3.1 Dispersión y solubilización. La estructura química de las moléculas de hidrocoloides tiene una influencia directa en su solubilidad. En la práctica, la solubilización se logra en dos condiciones: Una dispersión apropiada de la goma en el medio acuoso; un medio químico y físico en el medio acuoso (iones, pH, temperatura, etc.).

La primera precaución que se debe tomar durante la dispersión del hidrocoloide en el líquido, es asegurar que cada grano sea una entidad individual dentro de la mezcla, esto va a prevenir la formación de grumos.

La individualización de las partículas, se puede obtener utilizando los siguientes métodos:

-Uso de coloides molidos y tamizados a tamaño de partícula grande (de 100 a 500 micrones).

-Dispersión de los coloides dentro de un líquido no solvente, tales como aceite vegetal, alcohol o jarabe de glucosa caliente, en los cuales el agua ya está unida y por lo tanto menos disponible para la hidratación.

-Mezcla del coloide con un polvo inerte tales como azúcar, que, a parte de individualizar los granos, actúa como un dispersante mecánico durante el proceso de mezclado.

-Adición lenta del coloide en el líquido con fuerte agitación.

Para prevenir el endurecimiento de las partículas no solubilizadas se debe aplicar una agitación continua hasta la solubilización total, una vez dispersa en el medio acuoso cada partícula seca de hidrocoloide comienza a hidratarse: el agua ingresa primero en los segmentos hidrofóbicos de la molécula y el grano se hincha, pueden ocurrir dos fenómenos:

-Cuando no hay fuertes interacciones entre las macromoléculas, los granos pueden hincharse cada vez más hasta que se individualiza cada molécula; se obtiene una solubilización completa. Esto sucede en agua fría con la goma guar, la goma xantana, el alginato de sodio, las pectinas y la lambda carragenina, todo lo que se requiere es tiempo y agitación.

Por el contrario, cuando hay fuertes interacciones en la forma seca, se necesita un tratamiento con calor para separarlas, se requiere una temperatura mínima antes de que se produzca la solubilización completa.

Algunos productos no son solubles ni en condiciones de alta temperatura, es el caso del alginato de calcio, que necesita ser combinado con un secuestrante del ión para ser solubilizado. Generalmente, los hidrocoloides son difíciles de disolver en:

- Medios altamente salinos.
- Medios ricos en calcio.
- Medios altamente azucarados.¹⁶

2.5 GENERALIDADES DE REOLOGÍA.

2.5.1 Reología. Es el estudio de la deformación y el flujo de un material, provee un medio para evaluar las propiedades de flujo de un fluido.

2.5.2 Viscosidad. Esta es la medida de la fricción interna de un fluido, se calcula dividiendo el esfuerzo de corte τ (resistencia interna a un esfuerzo aplicado) por la velocidad de corte γ (velocidad de las diferentes capas del fluido que se mueven, una con respecto a la otra y dividido por la distancia que las separa). La viscosidad efectiva (aparente), de un fluido se define por la siguiente ecuación:

$$\eta = \frac{\tau}{\gamma} * 100$$

Donde: η (viscosidad efectiva, cp)

$$\tau \text{ [=] dinas/cm}^2$$

$$\gamma \text{ [=] s}^{-1}$$

2.5.3 Tipos de fluidos. Los sistemas fluidos es decir, fluidos, mezclas de fluidos o bien mezclas de fluido y sólido pueden clasificarse, atendiendo a su fenomenología macroscópica en varios grupos o categorías, sin que entre las mismas existan fronteras claramente definidas. La clasificación que goza de mayor asenso es la siguiente:

2.5.3.1 Fluidos newtonianos. Son aquellos para los cuales la fuerza de cizalla por unidad de área es proporcional al gradiente negativo de la velocidad local.

$$\tau_{yx} = -\mu \frac{dv_x}{dy}$$

2.5.3.2 Fluidos no-newtonianos. Existen algunos materiales industrialmente importantes que no se comportan de acuerdo a la ley de Newton, este comportamiento reológico, en estado estacionario puede establecerse mediante una forma generalizada:

$$\tau_{yx} = -\eta \frac{dv_x}{dy}$$

En la que η puede expresarse a su vez en función de dv_x/dy o de τ_{yx} indistintamente. En las regiones donde la viscosidad aparente disminuye al aumentar el gradiente de velocidad ($-dv_x/dy$), el comportamiento se denomina pseudo plástico; y dilatante en las que la viscosidad aparente aumenta con dicho gradiente. Si dicha viscosidad aparente resulta independiente del gradiente de velocidad, el fluido se comporta como newtoniano, y entonces $\eta = \mu$.

Se han propuesto numerosos modelos en estado estacionario para expresar la relación que existe entre, τ_{yx} y dv_x/dy , los cinco modelos más representativos son:

2.5.3.2.1 Modelo de Bingham.

$$\tau_{yx} = -\mu_0 \frac{dv_x}{dy} \pm \tau_0$$

$$\text{si } \left| \tau_{yx} \right| > \tau_0 ; \quad \frac{dv_x}{dy} = 0 \quad \text{si } \left| \tau_{yx} \right| < \tau_0$$

Toda sustancia que se comporta de acuerdo a la ley de Bingham permanece rígida mientras que el esfuerzo cortante permanezca menor a un valor τ_0 , por encima del cual se comporta de forma semejante a un fluido newtoniano.

2.5.3.2.2 Modelo de Otswald- de Waele.

$$\tau_{yx} = -m \left| \frac{dv_x}{dy} \right|^{n-1} \frac{dv_x}{dy}$$

Este es un modelo de dos parámetros también se le conoce como la ley de potencia, cuando "n" es igual a uno, se transforma en la ley de viscosidad de Newton siendo ($m = \mu$); cuando "n" es menor que uno el comportamiento se denomina pseudo plástico y para valores superiores a la unidad se le llama dilatante.

2.5.3.2.3 Modelo de Eyring. Este modelo de dos parámetros se deriva de la teoría cinética de los líquidos. Predice el comportamiento pseudo plástico para valores finitos de τ_{yx} y tiende asintóticamente a la ley de viscosidad de Newton cuando τ_{yx} tiende hacia cero.

2.5.3.2.4 Modelo de Ellis.

$$-\frac{dv_x}{dy} = (\varphi_0 + \varphi_1 |\tau_{yx}|^{\alpha-1}) \tau_{yx}$$

Este modelo consta de tres parámetros positivos ajustables φ_0 , φ_1 y α . Si se toma para α un valor mayor que la unidad, el modelo tiende hacia la ley de Newton para valores bajos τ_{yx} , mientras que si se elige para α un valor menor que la unidad, la ley de Newton se establece para valores elevados de esfuerzo cortante, este modelo presenta gran flexibilidad y en él están comprendidas la ley de Newton cuando $\varphi_1=0$ y la ley de potencia para $\varphi_0=0$.

2.5.3.2.5 Modelo de Reiner-Philippof. Este modelo consta también de dos parámetros positivos ajustables. Teniendo en cuenta que frecuentemente se ha observado que el comportamiento newtoniano se presenta, tanto para valores muy bajos como muy elevados del gradiente de velocidad esta ecuación se plantea con el fin de que se transforme en estos dos casos límite en la ley de Newton de viscosidad.¹⁷

2.5.3.3 Fluidos dependientes del tiempo. Son fluidos para los que el gradiente de velocidad es una función de la magnitud y duración de la acción de cortadura, y probablemente del tiempo transcurrido entre aplicaciones sucesivas del esfuerzo cortante.

Estos se clasifican en tixotrópicos y reopécticos; los primeros tienen una disminución reversible del esfuerzo cortante con el tiempo, para un gradiente de velocidad constante y una temperatura determinada. Entre los materiales de esta clase están algunas soluciones de altos polímeros y tintas de impresión. Los fluidos

reopéticos se caracterizan por un aumento reversible del esfuerzo cortante con el tiempo para un gradiente de velocidad constante y a condiciones isotérmicas; dentro de estos están suspensiones de arcilla bentonita y suspensiones de pentóxido de vanadio.

2.5.3.4 Fluidos viscoelásticos. Estos fluidos muestran propiedades viscosas y elásticas, recuperan parte de la deformación originada cuando cesa la acción del esfuerzo cortante involucrado en el flujo, algunos polímeros fundidos, entre ellos el nylon que muestra estas propiedades además de las suspensiones de fibras.¹⁸

2.5.4 Factores que afectan la viscosidad de los hidrocoloides usados en la industria petrolera.

Los factores que generalmente afectan el desempeño de los hidrocoloides en las aplicaciones en la industria petrolera son:

- Estabilidad con la temperatura. La estabilidad con la temperatura envuelve la temperatura experimentada y el tiempo. Todos los polisacáridos y los polímeros sintéticos pierden viscosidad a medida que la temperatura se incrementa, la degradación viene siendo notable cuando las largas cadenas de las moléculas se rompen en moléculas más cortas y la funcionalidad del polímero o polisacárido es perjudicado, la degradación generalmente ocurre sobre algún período de tiempo.

- Estabilidad con ácidos. La mayoría de los polímeros se degradan por ácidos, tan solo la goma xantana conserva sus propiedades viscosas en el ácido. La temperatura ácido/polímero es también importante, la goma xantana viscosifica en ácido a temperatura ambiente como la temperatura es incrementada el polisacárido es degradado y pierde viscosidad.

- Estabilidad con el gradiente de velocidad. Debido a que los fluidos industriales se deben someter algunas veces a altos valores de velocidad por ejemplo sistemas de tuberías en donde se ve la necesidad de adicionar algunos polímeros como los fluidos vienen siendo usados. Este tipo de sensibilidad puede estar involucrada en el costo efectivo global de un sistema de polímero.

- Sensibilidad salina. Muchos de los polímeros usados en operaciones de campo de petróleo son sensibles a la sal en algún grado (especialmente a alto pH); los dos polímeros usados en perforación que son mínimamente afectados por la sal son la goma xantana y la carboximetilhidroxietilcelulosa (CMHEC).

Los polímeros sintéticos pueden o no ser estables con la sal dependiendo de la carga neta (aniónica, catiónica) de la molécula; la presencia de sal en un sistema fluido usualmente inhibe la hidratación del polímero en algunos casos causando grumos y en otras suprimiendo la funcionalidad del polímero.¹⁸

2.5.5 Peso molecular promedio viscoso. Aprovechando el comportamiento newtoniano a bajas concentraciones de las soluciones de hidrocoloides, se puede determinar la viscosidad intrínseca $[\eta]$ y el peso molecular promedio (M_w), de acuerdo a la ecuación de Kuhn-Mark-Houwink donde:

$$[\eta] = K * M_w^a$$

Análisis realizados para las gomas guar y algarrobo, determinaron que la viscosidad intrínseca esta relacionada con la cadena principal del polímero, para este tipo de hidrocoloides se tiene que $K=11.55*10E-4$ y $a=0.98$, siendo la ecuación para la determinación del peso molecular promedio:

$$[\eta] = 11.55 * 10E-4 * M_w^{0.98} \quad 19$$

Para determinar la viscosidad intrínseca se emplea el método viscosimétrico donde las medidas se realizan en el viscosímetro capilar tipo Ostwald a temperaturas de 25 ° C utilizando agua como solvente en el cual se mide el tiempo de flujo. Para los cálculos se emplea la siguiente ecuación:

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{t - t_0}{t_0} * \frac{1}{c} = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} * \frac{1}{c}$$

Donde: t es el tiempo de flujo de la solución (s).

t₀ es el tiempo de flujo del solvente (s).

η es la viscosidad de la solución. (cp)

η₀ es la viscosidad del solvente. (cp).

C es la concentración de la solución (g/L).

[η] es la viscosidad intrínseca (cp).

La viscosidad intrínseca se halla gráficamente del corte entre las rectas

$$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} * \frac{1}{c} \quad \text{Vs } C \quad \text{ecuación de Huggins, con la recta}$$

$$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} * \frac{1}{c} \quad \text{vs.} \quad \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} \quad \text{ecuación de Schulz -Blaschke.}^{20}$$

2.6 GENERALIDADES DE LODOS DE PERFORACIÓN

2.6.1 Definición. Se denomina lodo de perforación o simplemente lodo a un fluido de perforación que es fundamentalmente líquido. Un lodo es típicamente, una

suspensión de sólidos y, posiblemente también de líquidos y gases, en un líquido. La fase continua del lodo es el líquido en el cual todos estos materiales están suspendidos. Las partículas sólidas o los glóbulos líquidos en él suspendidos constituyen la fase discontinua del lodo. La parte líquida de un lodo es, generalmente, agua, petróleo, o una mezcla estable de ambos. Los lodos de base agua son los mas frecuentemente utilizados.

2.6.2 Funciones. Son muchos los requerimientos para obtener un fluido de perforación óptimo. Históricamente, el primer objetivo de este fue el de servir como vehículo para remoción de los cortes desde el fondo del pozo; pero ahora los fluidos de perforación cumplen diversas funciones:

- Transportar los recortes de perforación y los derrumbes a la superficie.
- Mantener en suspensión a los recortes y derrumbes en el espacio anular, cuando se detiene la circulación.
- Controlar la presión subterránea.
- Enfriar y lubricar la broca y la sarta.
- Dar sostén a las paredes del pozo.
- Ayudar a suspender el peso de la sarta y de revestimiento.
- Transmitir potencia hidráulica sobre la formación por debajo de la broca.
- Proveer un medio adecuado para llevar a cabo los perfilajes de cable.

2.6.3 Propiedades de los lodos.

Para que los lodos lleven a cabo las funciones anteriormente descritas se deben minimizar los efectos colaterales que a continuación se mencionan:

- Daño a formaciones subterráneas.
- Corrosión de sarta y de revestimiento.

- Reducción de la velocidad de penetración.
- Problemas de presiones de succión, de pistón y de presión de circulación.
- Pérdida de circulación.
- Erosión de las paredes del pozo.
- Pegamiento de la sarta.
- Retención de sólidos indeseables en las piletas.
- Desgaste de las bombas.
- Contaminación del ambiente natural.

2.6.4 Tipos de lodos de perforación. Los fluidos de perforación se clasifican comúnmente de acuerdo a un fluido base, en tres grupos principales: Fluidos base agua, fluidos base aceite, fluidos gaseosos.

2.6.4.1 Lodos base agua. Los lodos base agua son aquellos que tienen como base continua el agua, en la cual ciertos materiales se disuelven y otros quedan en suspensión, estos lodos son los mas empleados en la industria por ser los mas simples y menos costosos, según la cantidad de sólidos que admita un lodo base agua estos pueden ser: dispersos, no dispersos y semidispersos.

2.6.4.2 Lodo no disperso. Este lodo base agua se utiliza para obtener tasas de penetración apropiadas y una limpieza de hueco mejorada. Un lodo típico no disperso posee características como:

- Baja densidad debido a su contenido de barita o como en la mayoría de los casos su ausencia.
- Posee una reología invertida, es decir el punto de cedencia iguala o excede a la

viscosidad plástica lo cual se convierte en una ventaja, ya que el punto de cedencia es el parámetro que está más relacionado con la capacidad de un lodo para mantener las características de flujo laminar.

- Debido a la ausencia de los dispersantes, y a la baja ausencia de sólidos coloidales, estos lodos poseen velocidades de filtración más altas, que los lodos dispersos. Una pérdida de filtrado API de 10 a 20 cm³ se considera buena en estos sistemas.

2.6.4.3 Lodo disperso. Este lodo base agua utiliza dispersantes o reductores de viscosidad y de resistencia de gel para mejorar el control de filtrado, requieren un ambiente alcalino generalmente de 8.5. Un lodo típico disperso presenta las siguientes características:

- Los dispersantes reducen la viscosidad y la resistencia de gel.
- Estos proveen un excelente control a la reología del lodo así como a la estabilidad a las paredes del pozo.
- Son compatibles con diferentes aditivos que se pueden añadir si se considera necesario para lograr un mejoramiento en las propiedades del lodo.
- Los valores de viscosidad plástica son mucho más altos que el punto de cedencia.

2.6.5 Componentes del lodo base agua.

2.6.5.1 Agua. Es la sustancia simple más importantemente involucrada en la

composición de los lodos de perforación.

2.6.5.2 Densificantes. Una función importante de los lodos de perforación es el control de presión para prevenir reventones. Cualquier sustancia que sea más densa que el agua y que no afecte otras propiedades del lodo puede ser utilizada como agente densificante. Entre estos están la barita y la galena.

2.6.5.3 Viscosificantes. La preocupación principal del ingeniero de lodos desde el punto de vista reológico esta fundamentalmente relacionada con la capacidad de suspensión y de transporte de los ripios y con el impacto de la viscosidad en las pérdidas de presión en el sistema circulatorio.

Las medidas de viscosidad permiten evaluar el impacto de los aditivos del fluido y de los contaminantes sobre las propiedades de flujo, y sobre su eficiencia hidráulica. Vale la pena mencionar el auge que a ha tenido en los últimos años las investigaciones encaminadas a utilizar biopolímeros como viscosificantes tales como la goma xantana por mencionar a alguno de ellos.

2.6.5.4 Dispersantes. Son aquellos aditivos suministrados con el fin de reducir la viscosidad y resistencia del gel. En lodos de agua dulce se usan como dispersantes los fosfatos inorgánicos complejos (polifosfatos) y los adelgazantes orgánicos tales como los lignitos y los lignosulfonatos.

2.6.5.5 Controladores de filtrado.

2.6.5.5.1 Arcillas montmorilloníticas. La bentonita además de ser un viscosificante sirve como controlador de filtrado en lodos base agua

2.6.5.5.2 Almidones. Las partículas de almidón se expanden en el agua como bolsas esponjosas que se introducen como cuñas en las aberturas de la torta con lo que producen un control en la pérdida de filtrado. Estos fueron introducidos en la década de los años treinta y son aún usados. Tanto el almidón de maíz como el de papa pueden ser procesados para hacerlos solubles en agua fría (en un proceso llamado pregelatinización). Ambos almidones son susceptibles al ataque bacterial. Sin embargo, el almidón de papa es usualmente suministrado mezclado con algún preservativo.

2.6.5.5.3 Polímeros. La mayoría de los polímeros envuelven las partículas sólidas en el lodo, creando una película que se comporta como un sellador a presión.²¹

El principal y mayor uso de los polímeros en la industria petrolera está en el control de filtrado, usualmente como un aditivo suplementario para bentonita u otro químico similar. La cantidad de material usado para control de filtrado es de lejos más grande que las usadas para otras aplicaciones.

Otros usos de estas sustancias son la modificación de la viscosidad, seguida de la floculación. Entre los polímeros que son encontrados comúnmente en operaciones de petróleo están, la goma guar y la goma xantana, materiales sintéticos como los celulósicos, los acrilatos y los derivados de anhídridos maleícos, además de combinaciones de polímeros naturales y sintéticos.

2.6.6 Principales aditivos poliméricos usados en la industria petrolera.

- Celulósicos. Los polímeros celulósicos se fabrican uniendo un lado de la cadena de carboximetil sobre la estructura de la celulosa. Este proceso cambia la celulosa insoluble en agua en carboximetilcelulosa (CMC) soluble en ella. Este proceso es

también usado para fabricar carboximetilhidroxietilcelulosa (CMHEC). El grado de viscosidad del material es determinado por el número de lados con cadena y el peso molecular del producto terminado.

La CMC y la CMHEC son los dos principales polímeros celulósicos usados en la industria petrolera. Se pueden fabricar en varios grados de viscosidad y aunque la CMC puede ser manufacturada para hidratarse en agua salada, la mayoría de las CMC's no trabajan bien en aguas salobres, en cambio la CMHEC se hidrata realmente en todo tipo de aguas salobres.

- Goma Guar. Es un polisacárido no iónico de alto peso molecular derivado de las semillas de la planta de guar. En el proceso de manufacturación se remueve el endospermo desde la semilla de la planta y luego es molido para darle un tamaño adecuado. El término polisacárido se refiere a los polímeros que principalmente están compuestos de mezclas de moléculas de azúcar.

La goma guar puede ser usada en casi cualquier tipo de agua. La mayor parte de este material es aplicado luego de ser modificado (hidroxipropilguar) y su uso más frecuente esta en la ruptura de fluidos. La goma guar es susceptible a la degradación bacterial y requiere de algún tipo de preservativo cuando es almacenada.

-Goma Xantana. Es un biopolisacárido de alto peso molecular producido por el crecimiento bacterial. Cada bacteria individual produce un revestimiento compuesto por este polímero, este es usado por la bacteria para prevenir la deshidratación. El polímero es producido comercialmente por crecimiento de la bacteria por un proceso de fermentación, precipitando la goma en alcohol, y luego secando y moliendo el producto hasta la forma pulverizada. La goma xantana puede ser usada en casi

cualquier tipo de agua, es útil como un agente viscosificante y suspensivo. Aunque las soluciones de goma xantana pueden soportar crecimiento bacterial, en la práctica, se ha demostrado que un preservativo no es necesario si la solución no es almacenada.

-Poliacrilamidas. La poliacrilamida es un material sintético manufacturado al enganchar estos monómeros bajo condiciones apropiadas de temperatura y presión. Las acrilamidas pueden ser fabricadas con las especificaciones del usuario. El peso molecular y el grado de hidrólisis determinan la viscosidad exhibida por el polímero en soluciones de agua. La hidrólisis de poliacrilamidas es el proceso de suplir el grupo amina sobre la cadena por un radical hidroxilo; esto ocurre espontáneamente en solución alcalina acuosa o puede ser acoplado en el proceso de fabricación. Las poliacrilamidas son principalmente utilizadas para el control de viscosidad en fluidos de perforación.

-Poliacrilatos / derivados de anhídridos maleícos. Los poliacrilatos y los anhídridos maleicos también son materiales sintéticos y pueden ser fabricados en un amplio rango de pesos moleculares con varias cargas sobre la molécula (positivas o negativas). Hay muchos tipos de poliacrilatos fabricados por combinación de varios monómeros acrílicos ácidos. Este tipo y número de monómeros determina las propiedades del producto terminado. Los poliacrilatos son usados como floculantes y prolongadores de bentonita. Los copolímeros de anhídridos maleíco (usualmente combinados con estireno, vinilacetato o estireno), son similares a los acrilatos y son usados principalmente como prolongadores de bentonita en sistemas con agua fresca¹⁸

2.6.6.1 Descripción de los aditivos para la conformación de lodos de perforación:

-Bentonita. Arcilla plástica coloidal, no higroscópica de pH neutro y gravedad específica 2.6, constituida principalmente por el mineral denominado motmorillonita sódica, que son arcillas hidrofílicas. Entre sus propiedades están: excelente agente reductor de filtrado y controlador de viscosidad en lodos base agua. El tratamiento recomendado es de 0 a 30 lb/bbl.

-Disprac. Polímero constituido por una celulosa polianiónica de larga cadena, es un polvo claro ligeramente higroscópico de densidad 48 lb/ ft³ y un pH de 8, no es toxico, no esta expuesto a degradación debido al ataque microbiológico, tolera hasta 400ppm de calcio y temperaturas de hasta 300 °F, es eficaz tanto en lodos de agua dulce, como en los de agua salada. Este polímero se utiliza principalmente para el control de filtrado y como un viscosificante complementario de lodos salados. El tratamiento recomendado es de 0.5 a 3 lb/bbl.

-XCD- polímero. Este es un viscosificante y controlador de filtrado, su estructura base es la goma xantana. Es ampliamente aplicado por su eficiencia.

-Soda cáustica. La soda cáustica es un álcali muy potente y debe ser empleado con cuidado, debido a que causa quemaduras severas si se deja depositar en la piel especialmente si esta húmeda, esta se utiliza para controlar el pH en todos los lodos base agua.

-CC-16. Es un lignito alcalinizado, se usa casi en la misma forma que el lignito puro. Dado que contiene soda cáustica, tiene la ventaja de ser más soluble que el lignito, lo cual da por resultado una reacción más rápida y la eliminación del uso de soda cáustica cruda para el control de pH en los lodos que se mantienen en el rango bajo (8.5-9.5) El CC-16 es dispersante, emulsificante y controlador de filtrado y provee una torta de filtrado resistente y delgada. Es un polvo negro de gravedad

específica 1.7. El tratamiento recomendado es de 1-8 lb/bbl.

- Lignox. Polvo de color dorado, gravedad específica de 0.84 y pH 3.5 (1% solución acuosa). Este copolímero de lignosulfonato de calcio y ácido acrílico, es un dispersante efectivo para fluidos de perforación base cal. Provee control de las propiedades reológicas en sistemas base cal. Mantiene control de filtración en el anterior sistema e inhibe las arcillas, efectivo en agua de mar. El tratamiento recomendado es de 2-8 lb/bbl.

2.7 PROPIEDADES DE LOS LODOS Y SU MEDICIÓN

Como su nombre lo indica esta define las propiedades del lodo y la forma como se miden.

2.7.1 Propiedades básicas. Las propiedades de un lodo de perforación deben controlarse debidamente para garantizar un desempeño adecuado del lodo durante las operaciones de perforación, dentro de estas están las siguientes:

2.7.1.1 pH. Se realiza mediciones del pH antes y después de agregar NaOH; se hace debido a que este factor tiene efecto sobre la dispersabilidad de las arcillas; la corrosión del material de acero, propiedades reológicas, solubilidad de productos y sustancias químicas. La medición se realiza por un método electrométrico (que consta de un tubo vertical que contiene dos electrodos que marcan la diferencia de potencial cuando es sumergido en la solución).

2.7.1.2 Densidad (lpg). Con este factor se logra hallar la presión hidrostática que tiene la columna de lodo para contrarrestar la presión de formación, se expresa en unidades de campo (lb/g), el equipo utilizado es la balanza de lodo la cual es calibrada con agua dulce, cuya densidad es 8.33lb/g. A mayor densidad del lodo se

presenta un mayor VP y YP pero esta no afecta la fuerza del gel.

Los valores normalmente encontrados para la densidad de los lodos están entre 8 y 10.5 lb/gal.

2.7.1.3 Viscosidad aparente (μ_a). Es la viscosidad que un fluido parece tener en un instrumento dado y a una tasa definida de corte. Es función de la viscosidad plástica y del punto de cedencia. La viscosidad aparente en centipoises, tal como se determina en el viscosímetro Fann es igual a la mitad de la lectura a 600 r.p.m.

2.7.1.4 Viscosidad plástica (VP). Esta representa la parte de resistencia al flujo por fricción mecánica y cuyo valor es función de la concentración de sólidos, tamaño y forma de las partículas y la viscosidad de la fase fluida en el lodo. Cuando se emplea el viscosímetro de Fann, la viscosidad plástica en centipoises se determina sustrayendo la lectura a 300 r.p.m de la lectura a 600 r.p.m.

Un incremento en la viscosidad plástica por lo general significa un incremento en el contenido de sólidos, una reducción en el tamaño de los sólidos o ambos. Este aumento de la viscosidad plástica resultará en viscosidades más altas en la broca, con una pérdida en el potencial hidráulico de la misma. Por tanto en un lodo no densificado el contenido de sólidos debe mantenerse en un mínimo como para maximizar las características pseudo plásticas del mismo.

Generalmente los valores de viscosidad plástica están entre 15 a 20 cp.

2.7.1.5 Punto de cedencia (YP). Este representa la parte de la resistencia al flujo causada por las fuerzas de atracción entre partículas a consecuencia de cargas eléctricas sobre las partículas dispersas; su valor es función del tipo de sólidos,

cantidad y concentración iónica de sales y cargas eléctricas de estos.

El punto de cedencia es medido en el viscosímetro de Fann y es el resultado de la diferencia entre la lectura a 300 r.p.m y la viscosidad plástica, su valor se expresa en lbf /100ft².

El punto de cedencia es por lo general el que determina el tipo de tratamiento al que hay que someter a un lodo determinado. Para incrementar el punto de cedencia se utiliza bentonita y diversos polímeros, un punto de cedencia demasiado alto puede ser índice de un sistema floculado. Generalmente los valores de punto de cedencia se encuentran entre 20 a 25 (lbf /100ft²).

2.7.1.6 Resistencias de gel. Estas no hacen parte de ningún modelo reológico, pero son indicadoras de las condiciones de los lodos y miden las fuerzas de atracción estáticas. El fenómeno se describe, cuando el lodo ha sido sometido a velocidades de corte cero o cercanas a esta durante cierto tiempo, el fluido tiende a desarrollar una estructura de gel rígida o semirígida, esta propiedad se llama tixotropía. Para tener una medida de la tixotropía del lodo se toman dos lecturas de resistencia de gel en un viscosímetro de Fann a 10 segundos y 10 minutos de reposo respectivamente. Su unidad de medida esta dada por (lbf/100ft²).

Cuando hay un amplio margen entre ambos valores, toma el nombre de gel progresivo, si ambos son elevados y con una pequeña diferencia entre los dos toma el nombre de gel instantáneo (floculación). ²²

2.7.2 Reología de lodos. La reología de los fluidos de perforación permite determinar y controlar:

- Capacidad de limpieza del hueco (capacidad de arrastre).
- Propiedades de suspensión de sólidos.
- Caídas de presión producidas en la sarta.
- Presiones de surgencia.

Para el ingeniero de lodos, la reología es simplemente determinar la viscosidad a diferentes velocidades de corte (viscosidad efectiva) utilizando un viscosímetro de velocidades múltiples Fann. Estas medidas van a determinar el tipo de flujo en el espacio anular y la capacidad pseudo plástica del fluido en cuestión.

Estos viscosímetros se hallan calibrados de tal forma, que diferentes valores de r.p.m corresponden a diferentes velocidades de corte. La velocidad de corte que corresponde a cierto r.p.m se calcula multiplicando los r.p.m por 1.7; También se puede determinar la viscosidad efectiva correspondiente a una velocidad de corte determinada mediante:

$$Viscosidad(cp) = \frac{Lectura\ viscosimetro\ Fann}{r.p.m} * 300$$

En general los fluidos de perforación se clasifican como no Newtonianos, donde la viscosidad del fluido depende de la velocidad de corte, como regla general si la lectura a 600 r.p.m es el doble de la lectura a 300 r.p.m el fluido es considerado Newtoniano, si la lectura a 600 r.p.m es menos del doble de la lectura a 300 r.p.m el fluido es no newtoniano.

2.7.2.1 Modelos reológicos de lodos.

2.7.2.1.1 Modelo plástico de Bingham. Es el modelo reológico que mas se usa en

el campo, además es el modelo más simple para fluidos no newtonianos y, a pesar de ello, provee habitualmente una base excelente para el tratamiento del lodo. El modelo matemático que lo define es:

$$\tau = Y_p + (V_p / 300) * R$$

Donde τ es la lectura del viscosímetro de Fann a la velocidad R.

R es la velocidad del viscosímetro (r.p.m).

τ es el esfuerzo de corte (lbf/100ft²).

Y_p es el punto de cedencia (lbf/100ft²).

V_p es la viscosidad plástica (cp).

2.7.2.1.2 Modelo ley de potencia. Este modelo describe mas exactamente las características de flujo de los fluidos de perforación sobre los rangos de tasas de corte normalmente encontrados en el anular de un pozo. Este modelo se representa:

$$\tau = K * \gamma^n$$

El factor "n" indica el comportamiento no newtoniano o sea la habilidad pseudo plástica de cada fluido. En un fluido de estos la viscosidad disminuye con el aumento de la velocidad de corte y aumenta cuando esta disminuye. El agua, un fluido newtoniano tiene un valor de "n" igual 1. Reduciendo "n" se produce un fluido con mejores propiedades pseudo plásticas, y por tanto con mejor capacidad de limpieza del hueco y velocidad de perforación. La magnitud de "n" depende del tipo

de viscosificante utilizado.

Nota: Los lodos no dispersos están en un intervalo de $0.4 < n < 0.7$

Los lodos altamente dispersos están entre $0.7 < n < 0.9$.

El factor "k" es el índice de consistencia, da una idea de la viscosidad del sistema y de la capacidad de limpieza del hueco a bajas velocidades de corte, el intervalo de "k" se controla mediante el uso de viscosificadores.

2.7.3 pérdidas de filtrado. El objetivo de un control adecuado de las pérdidas de filtrado es formar una torta delgada y resistente sobre la superficie de la formaciones permeables e impedir una excesiva pérdida de filtrado. Esto ayuda a mantener un pozo estable y minimiza los daños a la formación.

2.7.3.1 Efectos del filtrado. Si se produce una elevada invasión de la formación por parte del filtrado, se depositará generalmente una torta gruesa sobre las paredes del intervalo de la formación de la parte correspondiente. Un aumento de filtrado puede ser causado por variación del pH del lodo luego este debe coincidir con el rango al cual los productos químicos deben trabajar para obtener un mejor rendimiento y eficiencia.

2.7.3.2 Medición de las pérdidas de filtrado.

2.7.3.2.1 Filtrado API (estático). Se mide en ml de filtrado a 30 minutos a la presión normal de pozo (100 psi) y temperatura ambiente. Durante la perforación el lodo circundante perderá algo de su fase líquida hacia las formaciones permeables,

haciendo que las fases coloidales del lodo se depositen sobre la pared del hueco formando una torta, a esta pérdida se le denomina filtrado.

Las variables que afectan la pérdida de filtrado son: la presión diferencial del lodo-formación, permeabilidad de la formación y características de filtración.

El equipo utilizado se denomina filtro prensa API.²¹

2.7.4 Pruebas químicas. Dentro de estas se analizan las concentraciones de dureza (Ca^{++} , CaCO_3), alcalinidad y cloruros. Se rigen por la norma RP13B.

2.7.4.1 Aceptabilidad del contenido de calcio. Depende del tipo de lodo que se este trabajando, un aumento en el contenido de calcio ocasiona pérdidas de filtrado, aumento de la viscosidad plástica y geles, siendo necesaria la precipitación de los iones calcio y su remoción. En lodos no dispersos se permiten concentraciones de calcio no mayores de 40 ppm y en lodos dispersos no mayores de 200 ppm.

2.7.4.2 Alcalinidad del lodo (Pf/ Mf). Esta prueba es importante medirla ya que determina iones hidroxilo, carbonato y iones bicarbonato los cuales son indicadores de una posible contaminación del lodo, la prueba de alcalinidad del filtrado Pf / Mf se realiza con lodos de tratamiento químico bajo.

Tabla 2. Criterios de cálculo para alcalinidad del filtrado (mg/L).²²

Criterios	OH^{-1}	CO_3^{-2}	HCO_3^{-}
Pf=0	0	0	1220*Mf
2pf<Mf	0	1200*pf	1220*(Mf-pf)
2pf=Mf	0	1200*pf	0
2pf>Mf	340 *(2pf-Mf)	1200*(Mf-pf)	0
pf=Mf	340 *(Mf)	0	0

2.7.4.3 Determinación de cloruros: Determina la concentración de cloruros de un fluido de perforación base agua provenientes de flujos de agua salada, los valores aceptables son los inferiores a 1000 ppm. Cuando es mayor que esta, se tiende a aumentar la viscosidad aparente, el filtrado, el YP y la corrosión. ²¹

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO HBK.

Esta actividad tuvo como finalidad definir los factores más influyentes del proceso de extracción del mucílago de la corteza del árbol *heliocarpus popayanensis* HBK; de estos se escogieron temperatura, tiempo de extracción, pH y relación masa de corteza /volumen de solvente, para los cuales se halló su efecto individual y colectivo sobre las variables respuesta propuestas.

3.1.1Recepción del material vegetal. Se trabajó con la especie *HELIOCARPUS POPAYANENSIS* HBK, de la cual se recolectaron muestras de corteza aleatoriamente, provenientes de la ciudad de Santana (Boyacá).

3.1.2 Planteamiento experimental. Se establecieron las variables respuesta a medir y los factores que influyen en estas, de los cuales se escogieron los más representativos y controlables, para luego encontrar los efectos individuales o de su interacción.

3.1.2.1 variables respuesta.

1. Concentración de las soluciones de mucílago HBK extraídas, expresada en (g/l).
2. Porcentaje de extracción, expresado en (gramos de mucílago HBK extraído / gramos de corteza utilizada) * 100

3.1.2.2 Factores que pueden influir en las variables repuesta.

Dentro de los factores que pueden tener influencia en el proceso de extracción del mucílago HBK se definieron los siguientes:

- Estado de madurez del árbol.
- Condiciones ambientales del hábitat del árbol (altura sobre el nivel del mar, temperatura promedio, porcentaje de humedad y pluviosidad).
- Tratamiento de la corteza (laminado, triturado).
- Tipo de operación de extracción.
- Temperatura de extracción.
- Tipo de solvente.
- pH del solvente.
- Tiempo de contacto.
- Agitación.
- Relación masa de corteza / volumen de solvente.
- Operario.

3.1.2.3 factores considerados fijos. Los factores escogidos a los cuales no se le

midió su efecto sobre las variables respuesta, son:

- Condiciones ambientales del hábitat del árbol y estado de madurez de este, debido a que la corteza provino de árboles localizados en una misma región y de edades semejantes.
- El tratamiento del sólido se fijo en laminado, ya que permitió mayor área de contacto de la corteza con el solvente sin retención de sólidos contaminantes.
- La operación establecida fue un lavado de la corteza con un solvente.
- El tipo de solvente fue agua destilada; ya que una experimentación preliminar usando solventes polares y apolares permitió establecer que solo este solvente producía altos niveles de extracción.
- La agitación se fijo a los requerimientos de operación.
- Los operarios se distribuyeron aleatoriamente las experiencias, por lo tanto no son variables de proceso.

3.1.2.4 factores considerados para la experimentación. Se seleccionaron los siguientes factores como los de mayor influencia y controlabilidad en las variables respuesta a medir:

- Temperatura de extracción (A).
- pH solvente (B).

- Tiempo de extracción (C).
- Relación masa de corteza / volumen de solvente (D).

3.1.2.4.1 Niveles de los factores de experimentación.

- A.** Temperatura de extracción (T). Se fijaron dos niveles para la temperatura; el nivel cero se fijo en 4°C y el nivel 1 se fijo en 25 °C. Se encontró referenciado que temperaturas superiores degradan este tipo de materiales.
- B.** pH del solvente (pH). Se fijaron como nivel cero y nivel 1 los valores de pH de 7 y 12 respectivamente. Los niveles de pH ácidos no fueron tenidos en cuenta debido a que se encontró referenciado que perjudican la estructura de los polisacáridos naturales.
- C.** Tiempo de extracción (θ). Los niveles cero y uno se fijaron en 2 y 4 horas respectivamente. Experimentaciones preliminares establecieron que los mucílagos se puede extraer de la corteza durante tiempos prolongados.
- D.** Relación masa de corteza/ volumen de solvente (R). El nivel cero para esta variable se estableció en (1:2) y el nivel uno se estableció en (1:5).

3.1.3 Experimentación.

3.1.3.1 Extracción del mucílago HBK. El diseño de los experimentos se establecieron como 2^4 produciendo 16 condiciones experimentales con una replicación, luego el modelo matemático se describió como:

$$Y_{ijkl} = \mu + A_i + B_j + C_k + D_l + (AB)_{ij} + (AC)_{ik} + (AD)_{il} + (BC)_{jk} + (BD)_{jl} + (CD)_{kl} + (ABCD)_{ijkl} + E_{ijklm}$$

Donde: i, j, k, l

i : 0, 1.

j : 0, 1.

k : 0, 1.

l : 0, 1

Donde: y_{1ijkl} = concentración de las soluciones de mucílago HBK extraídas expresada en (g/l).

y_{2ijkl} = promedio en gramos de mucílago HBK extraído / gramo de corteza utilizada.

Tabla 3. Diseño de experimentos.

R ₀				R ₁				
pH ₀		pH ₁		pH ₀		pH ₁		
θ_0	θ_1	θ_0	θ_1	θ_0	θ_1	θ_0	θ_1	
T ₀	1	c	b	bc	d	cd	bd	bcd
T ₁	a	ac	ab	abc	ad	acd	abd	abcd

Donde:

- R_0 y R_1 son los niveles cero y uno respectivamente de las relaciones masa de corteza /volumen de solvente.

- pH_0 y pH_1 son los niveles cero y uno de pH.

- θ_0 y θ_1 son los niveles cero y uno del tiempo de extracción.

- T_0 y T_1 son los niveles cero y uno de la temperatura de operación.

Tabla 4. Condiciones experimentales para la extracción.

Experimento Nº	Condiciones			
	Temperatura °C	pH	Tiempo de extracción	Relación (m/v)
1	4	7	2	1:2
2	4	7	4	1:2
3	4	12	2	1:2
4	4	12	4	1:2
5	4	7	2	1:5
6	4	7	4	1:5
7	4	12	2	1:5
8	4	12	4	1:5
9	25	7	2	1:2
10	25	7	4	1:2
11	25	12	2	1:2
12	25	12	4	1:2
13	25	7	2	1:5
14	25	7	4	1:5
15	25	12	2	1:5
16	25	12	4	1:5

3.1.3.2 Purificación del mucílago HBK. De la etapa de extracción se obtuvo una solución de mucílago HBK-agua, llamada solución mucílago HBK, luego se consideró otra operación unitaria para obtener el mucílago puro; a esta se le denominó purificación química; en la cual se usó isopropanol como un

desestabilizador de cargas para causar la precipitación del mucílago HBK puro, para luego ser secado (humedad del isopropanol) y pesado.

Además al mucílago HBK puro se le realizó un análisis de infrarrojo (anexo B) para verificar que su composición son azúcares y ácidos urónicos como se reporta en la literatura.

3.2 CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DEL MUCÍLAGO HBK.

Esta actividad tuvo como finalidad realizar la caracterización del fluido (soluciones mucílago HBK- agua), realizando las diferentes mediciones en el viscosímetro Rheotest II, además determinar la dependencia de la viscosidad aparente de estas soluciones con parámetros como: concentración, temperatura, pH, sal y velocidad de corte y ácidos.

Otro parámetro que se determinó fue el peso molecular promedio viscoso del mucílago HBK.

3.2.1 Experimentación.

3.2.1.1. Medición de factores.

3.2.1.1.1 Factores que afectan la viscosidad. Para realizar estas medidas se utilizó el viscosímetro de Fann de seis velocidades ubicado en el laboratorio de lodos y cemento de la escuela de ingeniería de petróleos.

Se trabajó con soluciones de mucílago HBK- agua a las cuales se les realizaron las lecturas en el Fann para determinar la influencia sobre su viscosidad aparente con

los siguientes parámetros:

- Concentración a (0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 y 1 lb/bbl).
- Velocidad de corte a (3, 6, 100, 200, 300 y 600 r.p.m).
- Temperatura a (25, 40, 60 y 80 °C).
- pH a (1, 5.2, 10.5 y 11.5).
- Sal (130 lb/bbl).
- Ácido clorhídrico HCl a (5 y 15 %).

3.2.1.1.2 Medidas reológicas. Estas se llevaron a cabo en el viscosímetro de cilindros concéntricos Rheotest II, ubicado en el laboratorio de reología y mezclado de la escuela de ingeniería química, el cual es útil para determinar la viscosidad dinámica de líquidos newtonianos así como para investigaciones reológicas de líquidos no- newtonianos.

El equipo permite medir anomalías de fluencia tales como viscosidad estructural, dilatancia, plasticidad (límite de fluencia), tixotropía y reopexia, este consiste de dos unidades a saber, el viscosímetro y la unidad de medición.

El viscosímetro posee un mecanismo de accionamiento y otro de medición, el mecanismo de accionamiento posee un engranaje de cambio de dos escalonamientos, el cual se ajusta girando la palanca de control y un selector de régimen el cual permite cambiar el régimen del motor de 1500 r.p.m (posición a) a

750 r.p.m. (posición b) y viceversa. El mecanismo de medición es un conversor de momento de torsión mecano eléctrico, el cual posee un selector de torsión tangencial para cambiar de τ_I a τ_{II} y viceversa.

La unidad de medición ubica los componentes electrónicos del Rheotest II, en esta unidad se lee los valores de α que tiene un intervalo de cero a cien graduaciones del instrumento, además, el Rheotest abarca cinco dispositivos de medición con cilindros, de diferentes medidas geométricas.

Los dispositivos de medición utilizados en este estudio reológico fueron el S con el cilindro S1 que se usó para viscosidades medias (concentraciones mayores a 1 lb/bbl), y el N/N1 para viscosidades bajas (menores a 1lb/bbl). Las concentraciones fueron (0.13, 0.52, 0.78, 1.04 y 5 g/L).

3.2.1.1.3 Determinación del peso molecular promedio. Se uso el método viscosimétrico.

Las medidas se realizaron en el viscosímetro capilar tipo Otswald referencia Fisher brand 500 A - 212, a 25 ° C, utilizándose agua como solvente.

Se prepararon soluciones entre (0.001 - 0.005) g/ml, las cuales se pasaron por el viscosímetro y se midieron sus respectivos tiempos de flujo.

3.3 EXPERIMENTACIÓN DEL MUCÍLAGO EN APLICACIONES A NIVEL INDUSTRIAL.

3.3.1 Ensayo del mucílago HBK como viscosificante y controlador de filtrado en lodos base agua.

3.3.1.1 Objetivos. Estudiar la viabilidad del uso del polímero HBK obtenido en la extracción, como un aditivo controlador de filtrado en la preparación de dos tipos de lodos base agua, evaluando al nivel de laboratorio el comportamiento de este en cada lodo, donde a cada uno se le retiro uno de sus aditivos controladores de filtrados y además se comparó este comportamiento con los lodos originales base agua. Las pruebas se realizaron en el laboratorio de lodos y cementos de la escuela de ingeniería de petróleos.

3.3.1.2 Análisis al lodo de perforación.

Se prepararon los lodos agregando los aditivos correspondientes y mezclándolos usando el equipo Multimixer (Figura 1).

Los siguientes análisis se realizaron a los lodos una vez preparados teniendo como parámetro la concentración del mucílago en el lodo:

- pH. (Antes y después de agregar KOH) y densidad (lpg).

Equipos: Las mediciones de pH se hicieron usando un pHmetro digital marca Orion Research y las de densidad usando una balanza de lodos Baroid (Figura 2).

Figura 1. Multimixer.



Figura 2. pHmetro digital Orion Research y balanza.



Después a estos lodos se le realizaron los siguientes análisis de reología.

- Viscosidad aparente (V_a).
- Viscosidad plástica (VP).
- Gel a 10 segundos.
- Gel a 10 minutos.
- Punto de cedencia (YP).

Equipo: Viscosímetro Fann de seis velocidades. (Figura 3).

Figura 3. Viscosímetro Fann de seis velocidades.



-Filtrado API.

Se realizó en el filtro prensa API (Figura 4).

Figura 4. Filtro prensa API.



-Análisis químico:

Estos se realizaron al líquido filtrado (Se rigen por la norma RP13B).

3.3.1.4 Planteamiento experimental.

En este estudio se usaron dos tipos de lodo base agua.

- Lodo no disperso polimérico de composición química dada por: bentonita, disprac, XCD-polímero y NaOH. El mucílago HBK reemplaza el XCD -polímero como punto de

comparación.

- Lodo disperso de lignosulfonato cuya composición química es: bentonita, CC-16, lignox y NaOH. El mucílago HBK remplaza al lignox como punto de comparación.

Nota: El polímero HBK se adiciona al lodo en estado líquido luego de extraerse.

3.3.1.5 Diseño de experimentos.

Tabla 5. Preparación de los lodos.

Lodo base agua.	Composición (lb/ bbl)	Aditivo controlador de filtrado, dispersante y/o viscosificante	Concentración de aditivo (lb/ bbl)
Base 1	Bentonita 29 Disprac 1 KOH 0.5	Ninguno.	Cero.
Base 2		XCD polímero.	0.5; 1; 1.5
Base 3		HBK	0.2; 0.28; 0.39; 0.46; 0.5; 0.59; 1
Base 4	Bentonita 29 CC-16 3 KOH 0.5	Ninguno.	Cero.
Base 5		Lignox.	1; 2; 4
Base 6		HBK.	0.1; 0.2; 0.4; 1

4. RESULTADOS DE LABORATORIO.

4.1 RESULTADOS DE LA EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO HBK.

Tabla 6. Datos obtenidos del proceso de extracción del mucílago HBK.

Experimento Nº	Corteza utilizada (g)	Volumen de solución extraída (ml)	Concentración (g/L)	Mucílago HBK/corteza (g/g)
1	13.846	21.5	10.8	0.017
	16.095	15.0	15.5	0.014
2	27.420	48.0	5.4	0.009
	20.500	35.0	9.0	0.015
3	23.500	35.5	70.25	0.106
	17.895	27.0	70.25	0.106
4	22.930	43.0	5.8	0.011
	37.390	62.0	6.0	0.010
5	23.240	106.5	7.2	0.033
	16.550	75.0	7.2	0.033
6	31.600	134.0	0.6	0.025
	31.450	147.0	1.4	0.007
7	19.862	96.8	23.6	0.115
	14.920	73.0	23.6	0.115
8	25.950	120.0	1.6	0.007
	22.340	104.0	1.0	0.005
9	10.150	5.5	9.28	0.005
	21.198	32.0	7.0	0.011
10	18.270	33.0	65.4	0.118
	21.000	37.0	71.6	0.126
11	16.450	18.0	7.2	0.008
	15.782	25.0	2.75	0.004
12	22.450	35.0	11.6	0.018
	20.940	41.0	5.9	0.012
13	19.606	80.0	3.0	0.012
	12.721	49.5	2.72	0.011
14	20.168	81.0	2.2	0.009
	22.610	107.0	3.0	0.014
15	18.004	66.5	16.8	0.062
	16.920	75.0	21.25	0.094
16	24.770	103.0	4.4	0.018
	24.810	101.5	4.4	0.018

Figura 5. Mucílago extraído de la corteza del árbol *Heliocarpus Popayanensis* HBK.



Tabla 7. Datos del planteamiento del diseño de experimentos para la variable respuesta N°1(Concentración de la solución del mucílago HBK extraído (g/L)).

	R ₀				R ₁			
	pH 0		pH 1		pH 0		pH 1	
	θ_0	θ_1	θ_0	θ_1	θ_0	θ_1	θ_0	θ_1
T ₀	10.8 15.5 <u>(1)=26.3</u>	5.4 9 <u>c = 14.4</u>	70.25 70.25 <u>b=140.5</u>	5.8 6 <u>bc= 11.8</u>	7.2 7.2 <u>d= 14.4</u>	0.6 1.4 <u>cd = 2</u>	26.3 26.3 <u>bd = 47.2</u>	1.6 1 <u>bcd =2.6</u>
T ₁	9.28 7 <u>a=26.3</u>	65.4 71.6 <u>ac=137</u>	7.2 2.75 <u>ab=9.95</u>	11.6 5.9 <u>abc=17.5</u>	3 2.72 <u>ad=5.72</u>	2.2 3 <u>acd=5.2</u>	16.8 21.25 <u>abd=38.05</u>	4.4 4.4 <u>abcd=8.8</u>

Tabla 8. Datos del planteamiento del diseño de experimentos para la variable respuesta N° 2 (masa extraída de Mucílago HBK. / masa de corteza) (g/g).

	R ₀				R ₁			
	pH 0		pH 1		pH 0		pH 1	
	θ_0	θ_1	θ_0	θ_1	θ_0	θ_1	θ_0	θ_1
T ₀	0.017	0.009	0.106	0.011	0.033	0.025	0.115	0.007
	0.014	0.015	0.106	0.010	0.033	0.007	0.115	0.005
	(1)=0.031	c = 0.024	b= 0.212	bc= 0.021	d = 0.066	cd = 0.032	bd = 0.23	bcd=0.012
T ₁	0.005	0.180	0.008	0.018	0.012	0.009	0.062	0.018
	0.011	0.126	0.004	0.012	0.011	0.014	0.094	0.018
	A=0.016	ac=0.306	ab=0.012	abc=0.03	ad=0.023	acd=0.023	abd=0.156	abcd=0.036

4.2 RESULTADOS DE CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DEL MUCÍLAGO HBK.

4.2.1 Medidas reológicas realizadas en el viscosímetro Rheotest II.

Tabla 9. Datos de deformación inicial de soluciones de mucílagos HBK en agua. (0.05 lb/bbl) a 25 ° C.

νa	α (Skt)	$-dv/dr$ (s ⁻¹)	τ (dinas/cm ²)	η (cp)
1	2	3.600	5.86	162.78
2	2	6.480	5.86	90.43
3	2	10.800	5.86	54.26
4	2	19.440	5.86	30.14
5	2.1	32.400	6.153	18.99
6	2.1	58.300	6.153	10.55
7	2.1	97.200	6.153	6.33
8	2.1	175.000	6.153	3.52
9	2.8	291.600	8.204	2.81
10	3	524.900	8.79	1.67
11	5	875.000	14.65	1.67
12	8	1574.000	23.44	1.49

Tabla 10. Datos de deformación inicial de soluciones de mucílagos HBK en agua. (0.1 lb/bbl) a 25°C.

νa	α (Skt)	$-dv/dr$ (s ⁻¹)	τ (dinas/cm ²)	η (cp)
1	2.1	3.600	6.153	170.92
2	2.5	6.480	7.325	113.04
3	2.9	10.800	8.497	78.68
4	2.9	19.440	8.497	43.71
5	3	32.400	8.79	27.13
6	3	58.300	8.79	15.08
7	3	97.200	8.79	9.04
8	3.3	175.000	9.669	5.53
9	4	291.600	11.72	4.02
10	5	524.900	14.65	2.79
11	12.2	875.000	35.746	4.09
12	10	1574.000	29.3	1.86

Tabla 11. Datos de deformación inicial de soluciones de mucílago HBK en agua. (0.2lb/ bbl) a 25 °C.

v_a	α (Skt)	$-dv/dr$ (s ⁻¹)	τ (dinas/cm ²)	η (cp)
1	2	3.600	5.86	162.78
2	2.1	6.480	6.153	94.95
3	2.1	10.800	6.153	56.97
4	2.8	19.440	8.204	42.20
5	3	32.400	8.79	27.13
6	3.5	58.300	10.255	17.59
7	4	97.200	11.72	12.06
8	5	175.000	14.65	8.37
9	10	291.600	29.3	10.05
10	11.2	524.900	32.816	6.25
11	16.9	875.000	49.517	5.66

Tabla 12. Datos de deformación inicial de soluciones de mucílago HBK en agua. (0.3lb/ bbl) a 25°C.

v_a	α (Skt)	$-dv/dr$ (s ⁻¹)	τ (dinas/cm ²)	η (cp)
1	2.1	3.600	6.153	170.92
2	2.9	6.480	8.497	131.13
3	2.9	10.800	8.497	78.68
4	3	19.440	8.79	45.22
5	4	32.400	11.72	36.17
6	5	58.300	14.65	25.13
7	6	97.200	17.58	18.09
8	9	175.000	26.37	15.07
9	11	291.600	32.23	11.05
10	12	524.900	35.16	6.70
11	15.2	875.000	44.536	5.09
12	21	1574.000	61.53	3.91

Tabla 13. Datos de deformación inicial de soluciones de mucílago HBK en agua. (0.4lb/ bbl) a 25°C.

v_a	α (Skt)	$-dv/dr$ (s ⁻¹)	τ (dinas/cm ²)	η (cp)
1	2	3.600	5.86	162.78
2	2.9	6.480	8.497	131.13
3	3.5	10.800	10.255	94.95
4	3.8	19.440	11.134	57.27
5	4.1	32.400	12.013	37.08
6	6	58.300	17.58	30.15
7	9	97.200	26.37	27.13
8	10	175.000	29.3	16.74
9	10.5	291.600	30.765	10.55
10	11	524.900	32.23	6.14
11	19	875.000	55.67	6.36
12	23	1574.000	67.39	4.28

Tabla 14. Datos de deformación inicial de soluciones de mucílago HBK en agua. (1.75lb/ bbl) a 25°C.

v_a	α (Skt)	$-dv/dr$ (s ⁻¹)	τ (dinas/cm ²)	η (cp)
1	4.9	3.600	28.077	779.92
2	6	6.480	34.38	530.56
3	7	10.800	40.11	371.38
4	8	19.440	45.84	235.80
5	11	32.400	63.03	194.53
6	17	58.300	97.41	167.08
7	24	97.200	137.52	141.48
8	35.2	175.000	201.696	115.25
9	35.2	291.600	201.696	69.17
10	52	524.900	297.96	56.77
11	57	875.000	326.61	37.33
12	61	1574.000	349.53	22.21

4.2.2 Medidas de los factores que afectan la viscosidad de soluciones de mucílago HBK.

Tabla 15. Datos de viscosidad aparente a diferentes concentraciones de las soluciones de mucílago HBK en agua a 25 ° C.

Concentración (lb/ bbl)	Viscosidad aparente (cp)					
	600 r.p.m	300 r.p.m	200 r.p.m	100 r.p.m	6 r.p.m	3 r.p.m
0.05	3	4	4.5	6	50	50
0.1	4.5	6	7.5	12	65	60
0.2	7	9	10.5	15	75	80
0.3	10	13	15	19.5	100	100
0.4	11.5	15	18	24	125	150
0.5	15	20	24	30	130	150
1	25	32	37.5	33	150	200

Tabla 16. Datos de viscosidad aparente a diferentes gradientes de velocidad de las soluciones de mucílago HBK en agua a 25 ° C.

Gradiente de velocidad (r.p.m)	Viscosidad aparente (cp)						
	0.05 (lb/ bbl)	0.1 (lb/ bbl)	0.2 (lb/ bbl)	0.3 (lb/ bbl)	0.4 (lb/ bbl)	0.5 (lb/ bbl)	1 (lb/ bbl)
3	50	60	80	100	150	150	200
6	50	65	75	100	125	130	150
100	6	12	15	19.5	24	30	33
200	4.5	7.5	10.5	15	18	24	37.5
300	4	6	9	13	15	20	32
600	3	4.5	7	10	11.5	15	25

Tabla 17. Datos de viscosidad aparente a diferentes temperaturas de la solución de mucílago HBK a 0.2lb/ bbl en agua leídas en el viscosímetro Fann a 600 r.p.m.

Temperatura °C	Viscosidad aparente (cp)	Cambio en viscosidad ($\Delta\eta$)
25	6	1
40	5.5	0.92
60	5	0.83
80	3.5	0.82

Tabla 18. Datos de viscosidad aparente a diferente pH de la solución de mucílago HBK en agua de mar (0.2lb/bbl) leídas en el viscosímetro Fann a 300 r.p.m a 25 ° C.

pH	1	5.2	10.5	11.5
Viscosidad aparente (cp)	2.9	2.5	2.1	2

Tabla 19. Datos de viscosidad aparente a diferentes concentraciones de soluciones de mucílago HBK en agua de mar a 25 °C.

Concentración (lb/ bbl)	Viscosidad aparente (cp)					
	600 r.p.m	300 r.p.m	200 r.p.m	100 r.p.m	6 r.p.m	3 r.p.m
0.05	2.8	3	3	3	25	50
0.2	4.5	4.5	4.5	5.4	50	50
0.3	5	5	4.8	6	50	60
0.4	6	6	8.25	12	90	160

Tabla 20. Datos de viscosidad plástica y punto de cedencia a diferentes concentraciones de soluciones de mucílago HBK en agua a 25 ° C.

Concentración de mucílago HBK (lb/ bbl).	Viscosidad plástica (cp)	Punto de cedencia (lbf/ 100ft ²)
0.05	2	2
0.1	3	3
0.2	5	4
0.3	7	6
0.4	8	7
0.5	10	10
1	18	14

Tabla 21. Datos de viscosidad plástica y punto de cedencia a diferentes concentraciones de soluciones de mucílago HBK en agua de mar a 25 ° C.

Concentración de mucílago HBK.(lb/ bbl)	Viscosidad plástica (cp)	Punto de cedencia (lbf/ 100ft ²)
0.05	2.6	0.4
0.2	4.5	0
0.3	5	0
0.4	6	0

Tabla 22. Datos de estabilidad en ácido de la solución de mucílago HBK (0.15lb/bbl) en agua a 25 ° C.

Concentraciones de HCl	5 %		15%	
Lectura del dial del Fann		*		*
600	5	8.9	4.5	5.6
300	3	5.1	2.5	3.1
200	2.5	3.2	1.9	2.5
100	2	2.1	1.1	1.8
6	1	1.1	0.5	0.5
3	0.8	1	0.5	0.5
Viscosidad plástica	2	3.8	2	2.5
Punto de cedencia	1	1.3	0.5	0.6

* Transcurridos 30 minutos.

4.3 RESULTADOS DETERMINACIÓN DEL PESO MOLECULAR PROMEDIO.

Tabla 23. Datos de viscosimetría para la determinación del peso molecular promedio viscoso de la solución de mucílago HBK en agua a 25°C.

Concentración (g/ml)	η (cp)	$(\eta-\eta_0)/\eta_0*c$	nsp	(nsp/c)
0,005	272,788	60847,062	304,235	60847,062
0,004	93,950	26031,437	104,125	26031,437
0,003	40,049	14604,406	43,813	14604,406
0,002	19,573	10450,599	20,901	10450,599
0,001	7,226	7086,596	7,086	7086,596

4.4 RESULTADOS DE LODOS DE PERFORACIÓN.

4.4.1 Densidad y pH.

Tabla 24. Datos de densidad y pH del lodo de perforación tipo no disperso.

Controlador de filtrado y viscosificante.	Concentración (lb/ bbl)	pH*	pH	Densidad (lpg)
XCD polímero	0	8.2	11	8.65
	0.5	7.2	11.1	8.6
	1	7.1	10.4	8.65
	1.5	8.2	11.1	8.65
Mucílago HBK	0,2	9.4	11.4	8.7
	0,28	9.1	11.2	8.7
	0,39	9.2	11.2	8.7
	0,46	9	11	8.5
	0,5	8.6	11	8.2
	0,59	8.8	11.2	8.7
	1	7	10.8	8.1

(*) antes de agregar KOH.

Tabla 25. Datos de densidad y pH del lodo de perforación tipo disperso.

Controlador de filtrado y dispersante.	Concentración (lb/ bbl)	pH*	PH	Densidad (lpg)
Copolímero Lignox	0	8.4	11.1	8.55
	1	6.8	9.4	8.7
	2	6.5	9.2	8.7
	4	5.8	8.2	8.6
Mucílago HBK	0,1	9.2	11	8.5
	0,2	9.3	11.6	8
	0,4	9	11.8	7.85
	1	8.2	9	7.2

(*) antes de agregar KOH.

4.4.2 Reológicos.

Tabla 26. Datos de propiedades reológicas del lodo tipo no disperso.

Control de filtrado y viscosificante	Concentración (lb/ bbl)	Viscosidad aparente (cp)	Viscosidad plástica (cp)	Punto de Cedencia (lbf/ 100ft ²)	Gel (10 s) (lbf/ 100ft ²)	Gel (10 min) (lbf/ 100ft ²)
Polímero XCD	0	33	21	24	13	69
	0.5	46	16	60	18	29
	1	68.5	33	71	35	84
	1.5	50	23	54	55	78
Mucílago HBK	0.2	28.75	17.5	22.5	6	40
	0.28	32.5	26.5	12	15	48
	0.39	34.75	11.5	46.5	10	53
	0.46	23.1	15.2	15.8	4	50
	0.5	35.5	30	11	8	52
	0.59	36	23	26	10.5	55
	1	44	23	42	19	100

Tabla 27. Datos de propiedades reológicas del lodo tipo disperso.

Controlador de filtrado y Dispersante.	Concentración (lb/ bbl)	Viscosidad aparente (cp)	Viscosidad plástica (cp)	Punto de cedencia (lbf/ 100ft ²)	Gel (10 s) (lbf/ 100ft ²)	Gel (10 min) (lbf/ 100ft ²)
Copolímero Lignox	0	3.75	3.5	0.5	2	6
	1	4.5	4	1	0.5	1.2
	2	3	2.5	1	2	2
	4	3.5	3.5	0	0.9	3
Mucílago HBK.	0.1	5.75	5	1.5	1	10
	0.2	7	6	2	1	9
	0.4	13.25	12	2.5	1	11
	1	16	11	11	2	20

4.4.3 Filtrado API.

Tabla 28. Datos de filtrado y torta para el lodo tipo no disperso.

Controlador de filtrado y viscosificante.	Concentración (lb/bbl)	Volumen de filtrado (ml)	Espesor de la torta (mm)	Aspecto de la torta
Polímero XCD	0	9.7	1	consistente, no quebradiza
	0.5	9	1	consistente, no quebradiza
	1	7	2	consistente, no quebradiza
	1.5	8	2	consistente, no quebradiza
Mucílago HBK.	0.2	9.4	1	consistente, no quebradiza, coágulos
	0.28	9.5	2	consistente, no quebradiza, coágulos
	0.39	9.4	2	consistente, no quebradiza, coágulos
	0.46	9.5	1	consistente, no quebradiza, coágulos
	0.5	9	1	consistente, no quebradiza
	0.59	9.4	1	consistente, no quebradiza, coágulos
	1	5.2	2	consistente, no quebradiza

Tabla 29. Datos de filtrado y torta para el lodo tipo disperso.

Controlador de filtrado y Dispersante.	Concentración (lb/ bbl)	Volumen de filtrado (ml)	Espesor de la torta (mm)	Aspecto de la torta
Copolímero Lignox	0	12.5	1	consistente, quebradiza
	1	12.6	2	consistente, quebradiza
	2	15.5	1	consistente, quebradiza
	4	10.5	3	consistente, quebradiza
Mucílago HBK	0.1	12.6	1	Consistente, no quebradiza, coágulos
	0.2	11	2	Consistente, no quebradiza, coágulos
	0.4	9.6	1	Consistente, no quebradiza, coágulos
	1	12	2	Consistente, no quebradiza, coágulos

4.4.4 Análisis químico.

Tabla 30. Datos del análisis químico lodo tipo no disperso.

Controlador de filtrado y viscosificante	Concentración (lb/ bbl)	Dureza		Alcalinidad	Cloruros	
		CaCO ₃ ppm	Ca ⁺⁺ ppm		Cl ⁻ ppm	NaCl ppm
polímero XCD	0	100	40	CO ₃ ⁻²	50	82.5
	0.5	200	80	CO ₃ ⁻²	150	247.5
	1	200	80	OH ⁻¹	150	247.5
	1.5	200	80	CO ₃ ⁻²	100	165
Mucílago HBK.	0.2	100	40	OH ⁻¹	350	577.5
	0.39	100	40	CO ₃ ⁻²	200	330
	0.59	100	40	OH ⁻¹	200	330

Tabla 31. Datos del análisis químico del lodo tipo disperso.

Controlador de filtrado y dispersante	Concentración (lb/ bbl)	Dureza		Alcalinidad	Cloruros	
		CaCO ₃ ppm	Ca ⁺⁺ ppm		Cl ⁻ ppm	NaCl ppm
Copolímero Lignox	0	200	80	CO ₃ ⁻²	50	82.5
	1	200	80	CO ₃ ⁻²	50	82.5
	2	200	80	CO ₃ ⁻²	100	165
	4	100	40	OH ⁻¹	100	165
Mucílago HBK.	0.1	200	80	CO ₃ ⁻²	200	330
	0.2	200	80	CO ₃ ⁻²	200	330
	0.4	300	120	CO ₃ ⁻²	200	330

5. ANÁLISIS DE RESULTADOS.

5.1 ANÁLISIS DE RESULTADOS DE LA EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO HBK.

5.1.1 Porcentaje de la extracción. De la tabla número 6 donde se reporta los datos obtenidos del proceso de extracción del mucílago HBK, se observa que para la experiencia número 10 la cual tiene por condiciones: temperatura 25° C, pH igual a 7, tiempo de extracción 4 horas y relación masa de corteza/volumen de solvente de 1:2, se lograron obtener los más altos valores tanto para la variable respuesta número 1 (71.6 g/L) como para la variable respuesta número 2 (0.126 gramos de mucílago HBK/gramos de corteza), por lo tanto el rendimiento de la operación en una sola etapa fue del 12.6 %. Este valor es mas alto que los reportados en trabajos anteriores (7.2%).¹⁰

5.1.2 Análisis de varianza para las variables respuesta. En cuanto a los factores que causaron algún efecto sobre las variables medidas (positivo o negativo) se determino:

En la tabla N° 32 se observa el análisis de varianza para la variable concentración de las soluciones extraídas de mucílago HBK, en este caso se encontró que el mayor efecto sobre la variable respuesta lo presentan en su orden de influencia de mayor a menor las combinaciones de los factores AD, AC, CD, AB con un grado de significancia al 1%, BD y ACD al 2.5% y los factores individuales C al 10% y B al 25%; mientras que en la tabla N° 33 se observa el análisis de varianza para la relación gramos de mucílago HBK extraído/ gramos de corteza utilizada. En este caso se encontró que el mayor efecto sobre la variable respuesta, lo presentan en su orden de influencia las combinaciones de los factores AC, BC, el factor individual D, las combinaciones ACD y AB con un grado de significancia al 1%, BCD al 2.5% y el factor individual C al 25%.

Tabla Nº 32. Análisis de varianza para la variable respuesta Nº1 (concentración de la solución extraída del mucílago HBK en g/L).

Fuente de variación	SC	Grado de libertad	CM	Fo
Temperatura (A)	2.11E-05	1	2.11E-05	<1
pH (B)	1.10E-03	1	1.10E-03	2.09 (4)
Tiempo (c)	2.14E-03	1	2.14E-03	4.05 (3)
Relación (m/v) (D)	0.0001711	1	1.71E-04	<1
AB	0.006498	1	6.50E-03	12.3 (1)
AC	0.01272	1	1.27E-02	24.1 (1)
AD	0.01805	1	1.81E-02	34.2 (1)
BC	0.0009	1	9.00E-04	1.7
BD	0.004802	1	4.80E-03	9.09 (2)
CD	0.00726	1	7.26E-03	13.7 (1)
ABC	0.000018	1	1.80E-05	<1
ABD	0.000018	1	1.80E-05	<1
ACD	0.004371	1	4.37E-03	8.28 (2)
BCD	0.000722	1	7.22E-04	1.37
ABCD	0.000722	1	7.22E-04	1.37
Error	0.00844998	16	5.28E-04	
Total	6.80E-02	31		

(1)Significante al 1%; $F_{0.01; 1; 16}=8.53$

(2)Significante al 2.5%; $F_{0.025; 1; 16}=6.12$

(3)Significante al 10%; $F_{0.1; 1; 16}=3.05$

(4)Significante al 25%; $F_{0.25; 1; 16}=1.42$

Tabla N° 33. Análisis de varianza para la variable respuesta N° 2 (gramos de mucílago HBK extraído/ gramos de corteza utilizada).

Fuente de variación	SC	Grados de libertad	CM	Fo
Temperatura (A)	33.0687	1	33.0687	<1
pH (B)	93.0906	1	93.0906	<1
Tiempo (C)	306.9000	1	306.9000	2.6450 (3)
Relación (m/v) (D)	1949.3700	1	1949.3700	16.8008 (1)
AB	1724.3200	1	1724.3200	14.8612 (1)
AC	2739.8500	1	2739.8500	23.6137 (1)
AD	0.4608	1	0.4608	<1
BC	2644.4500	1	2644.4500	22.7915 (1)
BD	218.2000	1	218.2000	1.8806 (3)
CD	173.1700	1	173.1700	1.4925
ABC	1.5753	1	1.5753	<1
ABD	1.5753	1	1.5753	<1
ACD	1824.6840	1	1824.6840	15.1262 (1)
BCD	892.9300	1	892.9300	7.6958 (2)
ABCD	0.0008	1	0.0008	0.000007
Error	1856.4501	16	116.0281	

(1)Significante al 1 %; $F_{0.01; 1; 16}=8.53$

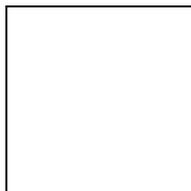
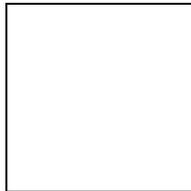
(2)Significante al 2.5%; $F_{0.025; 1; 16}=6.12$

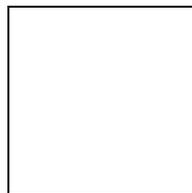
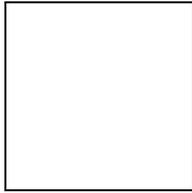
(3)Significante al 25%; $F_{0.25; 1; 16}=1.42$

Para las dos variables analizadas se deduce que los factores individuales que más influencia presentan son la relación (m/v) (D) y tiempo de extracción (C), y para el caso de las combinaciones son temperatura – relación (AD) y temperatura - tiempo (AC). Se observa que la combinación de factores tiene mayor efecto que estos individualmente.

5.2 ANÁLISIS DE RESULTADOS DE LA REOLOGÍA DEL MUCÍLAGO HBK.

5.2.1 Caracterización del fluido.





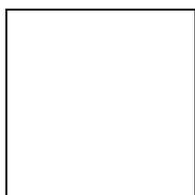
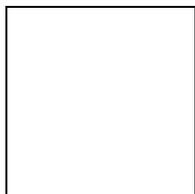
Analizando los reogramas obtenidos (figura 6 hasta figura 10), se observa que a este rango de concentraciones el comportamiento de las soluciones de mucílago HBK en agua es no-newtoniano, a partir de la solución de 0.52 g/L el modelo que ajusta mejor los datos es el de la ley de potencia.

El índice de flujo "n" presenta valores en un rango mayor a cero y menor que uno, característico de los fluidos pseudo-plásticos.

En las figuras 11 y 12 se muestra el cambio de los valores de n y K con la concentración, en el cual se ve claramente que n permanece en un intervalo pequeño de variación, con valores bajos comprobando la pseudo-plasticidad de las soluciones, mientras tanto K aumenta mostrando así mayor capacidad

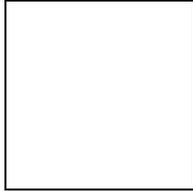
viscosificante al aumentar la concentración.

Las gráficas de la variación de k y n para las soluciones de la goma xantana se muestran en el anexo C.



5.3 ANÁLISIS DE RESULTADOS DE LA INFLUENCIA DE DIFERENTES FACTORES SOBRE LA VISCOSIDAD APARENTE DEL MUCÍLAGO HBK

5.3.1 Influencia de la concentración.

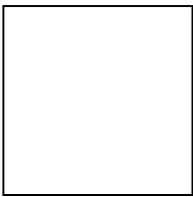
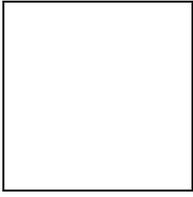


De la figura 13 se observa que la viscosidad aparente de las soluciones de mucílago HBK en agua se incrementa al aumentar sus concentraciones para todas las velocidades de corte.

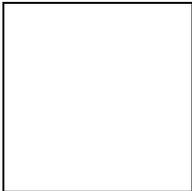
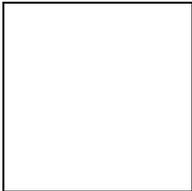
5.3.2 Influencia del gradiente de velocidad de corte.

En las figuras 14 y 15 se observa que la viscosidad aparente de las soluciones de mucílago HBK-agua para concentraciones bajas y altas disminuye, en mayor grado lo hace para valores de gradiente de velocidad bajas, mientras que para valores altos de gradiente la viscosidad aparente tiende a ser constante.

En el anexo D se muestra el reograma de la variación de la viscosidad con la velocidad de corte para varias soluciones de polímeros, los cuales experimentan el mismo comportamiento que el mucílago HBK.



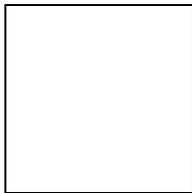
5.3.3 Influencia de la temperatura.



De la figura 16 se observa que la viscosidad aparente de las soluciones de mucílago HBK disminuye levemente a medida que la temperatura se incrementa, por otra parte la figura 17 muestra el cambio de la viscosidad de las soluciones elevadas a temperaturas por encima de 25 °C y luego enfriadas bruscamente a la temperatura inicial para notar el porcentaje de degradación producido al elevar la temperatura. De esta se observa que el mucílago presenta una degradación leve y tendencia a un valor constante de viscosidad.

En el anexo E se reporta el delta de cambio de la viscosidad con la temperatura para las gomas Guar, CMC, HEC y xantana, donde esta última es la que menos degradación presenta, pero al compararla con el mucílago este se degrada en menor proporción con la temperatura.

5.3.4 Influencia del pH.



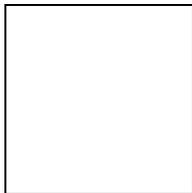
De la figura 18 se observa que la viscosidad aparente de las soluciones de mucílago HBK en agua, disminuye con el aumento del pH, aunque no se presenta una caída notoria tiene mayor resistencia a pH ácidos que a básicos.

En el anexo F se muestra el comportamiento de la viscosidad aparente con el pH para algunas gomas, donde se observa que la HEC y la xantana presentan el mismo comportamiento del mucílago HBK, de disminuir su viscosidad linealmente al aumentar el pH.

5.3.5 Influencia de las sales.

En la figura 19 se observa que la adición de sales en la solución de mucílago HBK, provocan una disminución de la viscosidad aparente.

Dicho comportamiento también lo experimentan otras gomas como se muestra en el anexo G, donde la goma Xantana y la HP GUAR son las mas parecidas al mucílago HBK.



5.3.6 Estabilidad de la solución con ácidos.

De la tabla 22 se observa que al aumentar la concentración de ácido la viscosidad disminuye en una pequeña proporción.

Otro hecho particular es que a una misma concentración los valores de viscosidad aumentan con el tiempo una vez agregado el ácido.

En cuanto a la viscosidad plástica esta no aumenta con la concentración de ácido, pero si para una misma concentración con el tiempo, mientras que los valores de punto de cedencia disminuyen con la concentración y permanecen invariables con el tiempo.

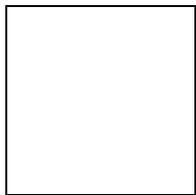
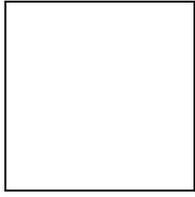
En el anexo H se presenta el comportamiento que sufren algunas gomas a las mismas condiciones, entre estas la goma xantana es la que presenta las mismas características mencionadas anteriormente para el mucílago HBK.

5.4 ANÁLISIS DE RESULTADOS DEL PESO MOLECULAR PROMEDIO DEL MUCÍLAGO HBK.

En la tabla 23 se presentan los datos para el calculo de la viscosidad intrínseca cuyo valor hallado gráficamente se muestra en las figuras 20 y 21

En la figura 20 se muestra el comportamiento de la viscosidad a concentraciones bajas, de la cual se localiza el intervalo de concentración donde el comportamiento de flujo del mucílago HBK es newtoniano, encontrándose en valores menores a 0.003g/ml.

En la figura 21 se muestra la determinación gráfica de la viscosidad intrínseca, la cual reportó un valor de 3196 cp, luego por el método de la ecuación de Kuhn- Mark-Houwink se calculo un valor de peso molecular promedio aproximado del mucílago HBK de 3'748.672. Cuyo valor es parecido al de la goma xantana.



5.5 ANÁLISIS DE LODOS DE PERFORACIÓN.

5.5.1 pH*(antes de agregar KOH).

En las figuras 22 y 23 se observa el efecto de la concentración del mucílago HBK en el pH* para el lodo no disperso y el lodo disperso respectivamente.

En el caso del lodo no disperso, este tiende a disminuir con la concentración, en cuanto a los cambios observados dentro del rango de concentración analizado se ve una perturbación brusca del valor 0.5lb/bbl.

Entre las características que presenta el lodo con mucilago HBK con relación al lodo base XCD están:

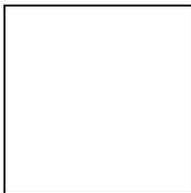
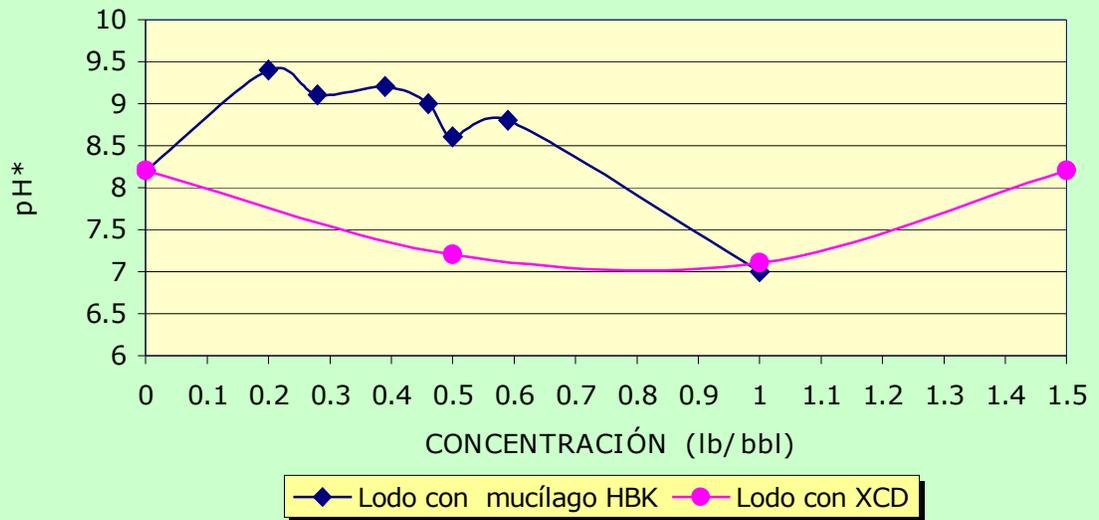
- El lodo con el mucílago presenta valores superiores a este en el intervalo de 0 a 1lb/bbl.
- Presenta un valor de intersección de igual valor a la concentración de 1lb/bbl.

En el caso del lodo disperso, este tiende a disminuir con la concentración, en cuanto a los cambios observados dentro del rango de concentración analizado se ve aumento del valor entre 0.1 y 0.2lb/bbl, pero a partir de 0.2lb/bbl tiende a disminuir.

Entre las características que presenta el lodo con mucílago HBK con relación al lodo base Lignox están:

- El lodo con el mucílago presenta valores superiores a este en el rango de 0 a 1lb/bbl.
- Presenta una línea de tendencia paralela entre 0.2 - 1lb/bbl de concentración.

FIGURA 22. VARIACIÓN DEL pH* CON LA CONCENTRACIÓN PARA EL LODO TIPO NO DISPERSO



5.5.2 Densidad (lpg).

En las figuras 24 y 25 se observa el efecto de la concentración del mucílago HBK en la densidad para el lodo no disperso y el lodo disperso respectivamente.

En el caso del lodo no disperso con el mucílago HBK como aditivo, la densidad tiene un punto mínimo para la concentración de 0.5lb/bbl mientras que para el lodo con el aditivo XCD la densidad permanece sobre un rango de valores constantes.

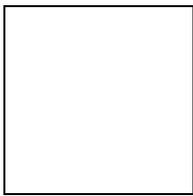
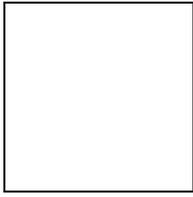
Entre las características que presenta el lodo con mucilago HBK con relación al lodo base XCD están:

- El lodo con el mucílago presenta valores superiores de densidad en las concentraciones de 0.20lb/bbl, 0.28lb/bbl, 0.39lb/bbl y 0.59lb/bbl.
- Presenta un valor mínimo local de densidad cuando la concentración tiene un Valor en 0.5lb/bbl y otro valor mínimo global en la concentración de 1lb/bbl.

Según Baroid la densidad debe estar entre 8 y 10.5 lb/gal para lodos no disperso, luego el lodo con mucílago HBK cumple con los límites ya que se encuentra entre 8.1 y 8.7 lb/gal.

En el caso del lodo disperso, el lodo con mucílago como aditivo para todo el rango de concentraciones tiene valores de densidad inferiores a los del lodo con Lignox como aditivo.

En el lodo con lignox como aditivo la densidad tiene tendencia a ser constante en todo el rango de concentraciones.



5.5.3 Viscosidad aparente.

Las figuras 26 y 27 muestran la variación de la viscosidad aparente para los dos tipos no disperso y tipo disperso analizados.

Para el lodo con mucílago HBK, en el intervalo de 0.2 a 1lb/bbl la viscosidad aparente tiene una tendencia de ascenso, pero para un valor de concentración de 0.46lb/bbl presenta un cambio brusco y un mínimo global con 23cp.

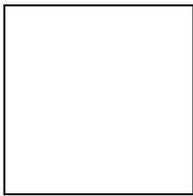
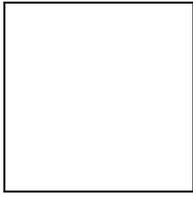
En todo el intervalo de concentraciones la viscosidad aparente para este lodo está en valores entre 23 y 40 cp, mientras para el XCD entre 33 y 68,5 cp.

En comparación con el lodo con XCD, la viscosidad es para todo el rango de concentraciones menor. Pero sigue la misma tendencia de aumentar con la concentración

Por el contrario para el lodo tipo disperso, el lodo con mucílago HBK presenta valores más altos de viscosidad aparente que los mostrados por el lodo con Lignox como aditivo.

Para el lodo con mucílago HBK el valor de viscosidad aparente asciende con la concentración siendo el máximo global el valor de viscosidad aparente a la concentración de 1lb/bbl con 16cp, mientras para XCD de 4,5cp.

Para el lodo con Lignox el valor de viscosidad aparente nunca es superior a 5 cp en todo el rango de concentraciones.



5.5.4 Viscosidad plástica.

En las figuras 28 y 29 se observa la variación de la viscosidad plástica con la concentración para los dos tipos de lodos evaluados.

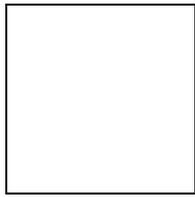
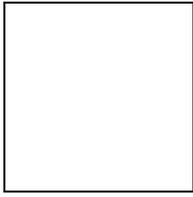
Para el lodo tipo no disperso con mucílago HBK, los valores de viscosidad plástica permanecen en el intervalo de 12 a 30 cp, con mínimos locales en los valores correspondientes a las concentraciones de 0.2, 0.38 y 0.47lb/bbl y un máximo global para la concentración de 0.5lb/bbl, en las concentraciones de 0.59 y 1 lb/bbl la viscosidad plástica para este lodo permanece constante de 23 cp.

Según Baroid la viscosidad plástica debe encontrarse entre 15 y 20 cp, luego para las concentraciones de 0.2, 0.38 y 0.47 se cumplen los límites.

Para el lodo tipo disperso se presenta un aumento en el valor de la viscosidad

En todo el intervalo de concentraciones de mucílago HBK la viscosidad plástica es superior a los valores de esta, para el lodo con Lignox como aditivo.

Para el lodo con mucílago esta entre 3.5 y 12 cp mientras que para el lodo con Lignox se encuentra entre 2 y 4 cp.



5.5.5 Punto de cedencia.

En las figuras 30 y 31 se observa la variación del punto de cedencia para los dos tipos de lodos estudiados.

Para el lodo tipo no disperso se observa que los valores más bajos de punto de cedencia están en las concentraciones de 0.2, 0.28 y 0.59lb/bbl de mucílago en el lodo con valores de 12, 15.8 y 11lbf/100ft².

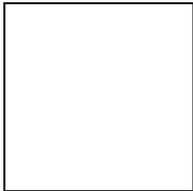
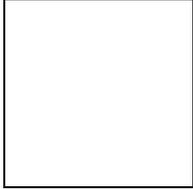
El valor más alto de punto de cedencia se lee para la concentración de 0.38 lb/bbl.

La tendencia de los valores de punto de cedencia para el lodo con mucílago HBK como aditivo es el de permanecer por debajo de los valores leídos para el lodo con XCD como aditivo.

Según Baroid el valor del punto de cedencia debe estar entre 20 y 25lbf/100ft², para los cuales las concentraciones de 0.2 y 0.59 están dentro de los límites.

Para el lodo con XCD se observan valores por fuera del límite para las concentraciones analizadas

Para el caso de lodo disperso los valores del punto de cedencia del lodo con mucílago siempre se encuentran por encima del lodo con lignox con valores ente 2 y 12lbf/100ft².



5.5.6 Filtrado API.

Las figuras 32 y 33 muestran la variación del filtrado API para los dos tipos de lodos evaluados.

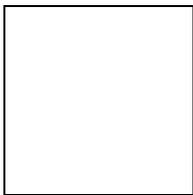
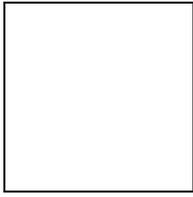
Para el lodo tipo no disperso los valores de filtrado son similares a los proporcionados por el lodo con XCD como aditivo, mejorando el valor de filtrado a la concentración de 1lb/bbl, en donde se obtuvo un valor de 5.2 ml, comparándolo para el XCD que fue de 7ml.

Además para la concentración de 0.5lb/bbl ambos lodos presenta igual valor de filtrado.

El valor de filtrado para el lodo con mucílago HBK se encuentra entre 5.2 y 9.5, un buen resultado ya que según Baroid el filtrado debe estar entre 10 y 20 ml.

Para lodo tipo disperso el desempeño del mucílago HBK es mejor pues proporciona valores de filtrado inferiores a los producidos por el aditivo lignox y a concentraciones más bajas.

Para una concentración de 0.4 lb/bbl de mucílago HBK se obtiene un volumen de filtrado igual a 9.6ml, un valor inferior para el mejor filtrado obtenido con lignox que fue de 10,5 para la concentración de 4lb/bbl, la cual corresponde una cantidad 10 veces mayor que la que se usa de mucilago HBK.



5.5.7 Fuerza de gel (a 10 segundos).

En las figuras 34 y 35 se observa la variación de la fuerza de gel a 10 segundos con la concentración para los dos tipos de lodos evaluados.

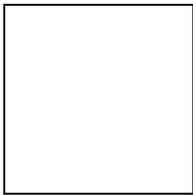
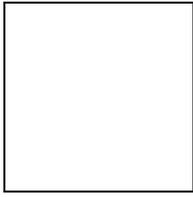
Para el lodo tipo no disperso con mucílago HBK como aditivo los valores de gel presentan un aumento con la concentración.

Presenta dos valores mínimos en los puntos correspondientes a las concentraciones de 0.2, y 0.47lb/bbl y un máximo global para la concentración de 1lb/bbl.

En comparación con el lodo con XCD los valores de gel presentados por el mucílago, son en todo el rango de concentraciones analizado menores, pero siguen la misma tendencia a aumentar con la concentración.

Para el lodo tipo disperso en las concentraciones de 0.1, 0.2 y 0.4 se encuentra un valor de gel constante de 1 pero a concentraciones mayores a 0.5 presenta un cambio a crecer.

En el intervalo de concentraciones de mucílago HBK 0 a 0.5lb/bbl el valor de gel es inferior a los valores para el lodo con Lignox como aditivo, pero a valores por encima de 0.5lb/bbl se presenta el efecto contrario.



5.5.8 Fuerza de gel (a 10 minutos).

En las figuras 36 y 37 se observa la variación de la fuerza de gel a 10 minutos con la concentración para los dos tipos de lodos evaluados.

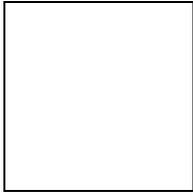
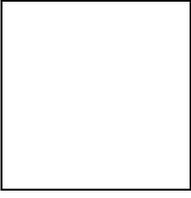
Para el lodo tipo no disperso con mucílago HBK como aditivo los valores de gel presentan un aumento con la concentración.

En comparación con el lodo con XCD los valores de gel presentados por el mucílago, son en todo el rango de concentraciones a partir de 0.3lb/bbl mayores, presentando valores en el rango de 40 y 100lb/100ft². y de 30 y 85lb/100ft² para el XCD, pero ambos aditivos presentan la misma tendencia a aumentar el valor de gel con la concentración.

Para el lodo tipo disperso en las concentraciones analizadas se encuentra un valor de gel altamente creciente, solo a la concentración de a 0.2 presenta una caída.

En el intervalo de concentraciones de mucílago HBK el valor de gel es completamente opuesto a los valores para el lodo con Lignox como aditivo, ya que con el lignox este tiende a descender con la concentración.

Para el lodo con mucílago se presenta valores en el rango de 8.5 a 20lb/100ft², mientras el XCD esta entre 1 y 3lb/100ft².



5.5.9 Torta de lodo.

En lo correspondiente a las tortas de lodo, que se analizaron una vez hecho el filtrado, se observó según los datos reportados en la tabla 28 que para los lodos tipo no disperso con mucilago HBK se presenta una torta consistente, no quebradiza con espesor entre 1 y 2 mm para las concentraciones analizadas, las cuales son las características apropiadas, para el rango de concentraciones analizado a excepción de 0.5 y 1lb/bbl se presentaron coágulos de bentonita sobre la torta; lo cual no ocurrió para el lodo con XCD.

Simultáneamente se observó que las concentraciones 0.5 y 1 lb/bbl del lodo con mucilago HBK que no formaron grumos presentaron los valores más favorables de filtrado.

En el caso del lodo disperso con mucilago HBK se observó según los datos reportados en la tabla 29 que estos presentan una torta consistente, no quebradiza con espesor entre 1 y 2 mm para las concentraciones analizadas. Estas presentaron coagulación, pero aun así los valores de filtrado fueron más favorables que para el lodo con lignox.

5.5.10 Análisis resultados químicos.

De las tablas 30 y 31 donde se reportan los datos del análisis químico para los lodos no dispersos y lodos dispersos respectivamente, no se observa un cambio en la concentración apreciable en los parámetros de dureza, alcalinidad y cloruros, al agregar el mucilago HBK en comparación con los aditivos base (XCD y Lignox).

El lodo con mucilago presentó valores de iones calcio para el lodo no disperso de 40ppm, valor dentro de la norma (no mayor a 40ppm) y menor que el XCD (80ppm), para el lodo disperso la norma establece valores menores de 200ppm y este presentó un valor de 120ppm, igualmente para cloruros que presentó un valor de 200 ppm y la norma establece valores menores de 1000ppm.

6. CONCLUSIONES.

-Para la extracción del mucílago HBK se concluye que la combinación de factores dobles presentan mayor efecto sobre las variables respuesta medidas que los factores individuales.

-La combinación de factores: temperatura-relación (m/v), temperatura-tiempo, y temperatura-relación (m/v); logran mayor efecto sobre la variable concentración de mucílago en agua.

-Para la variable respuesta mucílago extraído/masa de corteza la combinación de los factores temperatura-tiempo y pH-tiempo son quienes en mayor medida inciden en su valor.

-La combinación de factores temperatura-tiempo afectan las dos variables respuesta a un mismo nivel de significancia.

-El factor individual temperatura no reportó ningún efecto sobre las variables respuesta, pero la combinación doble de este con cada uno de los demás factores produjo el mayor efecto significativo.

-Las soluciones de mucílago HBK en agua presentan un comportamiento no-newtoniano y se ajustan al tipo de flujo pseudo-plástico a partir de las concentraciones mayores a 0.52 g/L.

-El índice reológico n permanece muy poco variable sobre el intervalo de concentraciones de 0.52 g/L a 5g/L y el índice reológico k aumenta linealmente con la concentración.

-La viscosidad aparente de las soluciones del mucílago aumenta con la concentración y disminuye con el gradiente de velocidad, con aguas salobres, temperatura, pH altos y soluciones de ácidos, pero su variación es pequeña, presentando comportamiento similares a los de las gomas Guar y xantana.

-En los dos tipos de lodos estudiados el mucílago HBK en el rango de concentraciones analizadas actúa como viscosificante y controlador de filtrado, presentando valores que se encuentran bajo los límites estipulados para el empleo de polímeros en estas funciones.

-En los lodos disperso y no disperso el mucílago HBK tuvo mayor efecto en la reducción del volumen de filtrado que los aditivos XCD y lignox.

7. RECOMENDACIONES

- Realizar un estudio económico a nivel de planta piloto para la extracción del mucílago HBK.
- Realizar un análisis de histéresis a las soluciones de mucílago HBK para complementar el estudio reológico.
- Aplicar el mucílago en otros campos como el papelero, metalúrgico, Cosmetologico y farmacéutico

8. BIBLIOGRAFÍA

1. GLICKSMAN M, Foods Hydrocoloids, CRC Press, E.U.A. 1986.
2. Manrique, Carlos. Química orgánica industrial Barcelona 2002
3. GARCÍA GARIBAY, Mariano y colaboradores. Biotecnología alimentaría. Editorial Limusa. México, 1993 (Biopolímeros). P. 423-454.
4. ACERO, Osman y PACHECO, Herley. Aportes sobre los componentes y características físico-químicas de las disoluciones mucilaginosas del *Heliocarpus Popayanensis* HBK. *Trumletta* Off. *Molíssima* HBK y *Guazuma Ulmifolia* L.; Aglutinantes en el proceso de clarificación de jugos de caña, para la elaboración de sus fichas técnicas. Tunja: Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Escuela de Química de Alimentos. Enero de 2001.
5. TORRES REYES, Ana Elizabeth. Revisión bibliográfica sobre plantas productoras de gomas con aprovechamiento industrial. Santa fé de Bogotá: Universidad Nacional de Colombia. Departamento de Biología. 1985. P. 7.
6. CRONQUIS,A. The evolution and classification the flowering plants. 1988.

7. PÉREZ E., y ARBELÁEZ. Plantas útiles de Colombia. Medellín: Víctor Hugo. 1990. P. 729.
8. PRADA, Luz Esperanza. Investigación adjunta a Corpoica (CIMPA). Barbosa – Santander. (Consulta). Septiembre de 2000.
9. AGUIRRE, Gustavo. Entrevista. Jefe sección de panela. Federación Nacional de Cafeteros. Bogotá, septiembre de 1987.
10. LARROTA GARCÍA, Hernando. Extracción y conservación del polímero del balso. Santa fe de Bogotá: Universidad Nacional de Colombia. Escuela de Ingeniería Química – CIMPA, 1988.
11. ACERO, Osman y PACHECO, Herley. Aportes. Estandarización de la metodología para la separación y purificación del mucílago de balso. CIMPA. Convenio opción Colombia-Pronata. Barbosa Santander. 2001.
12. GAMBOA, Efraín y GUANDIA, Jairo. Santa fe de Bogotá: Universidad Nacional de Colombia. Facultad de ciencias, 1975. P. 8-11.
13. CIMPA- CORPOICA. Caracterización de mucílagos. 2002.
14. Operaciones de Crane. 1980

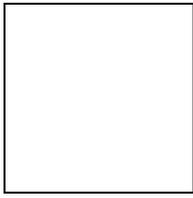
15. Convenio pronata- CIMPA. 1985.
16. MCCABE, Warren L., y SMIETH, Julián C. Operaciones unitarias en ingeniería química. Aravaca Madrid. Editorial Mc Graw Hill interamericana. Lixiviación y extracción. Cuarta edición, 2000. P. 618-650.
17. Bird Fenómenos de transporte 1972.
18. CARICO, D and F. R Bagshaw, Kelco Div. Merck.co., Inc. Description and use of Polymers use in Drilling, Workovers, and Completion. Society of petroleum Engineers od AIME 1978.
19. VASQUEZ, M, CARBONELL, E, COSTELL,E. Comportamiento reológico de soluciones acuosas de la goma de Algarrobo (*Prosopis chilensis*) comparación con las Gomas Guar y Garrofin, Rev. Agroquímica Tecnología Alimentaria, 28:2 251- 257. 1988.
- 20 MULLER, H Introducción a la reología de los alimentos. E.U.A 1973.
21. IMCO. Servises, Tecnología aplicada de lodos 7ºEd. Houston Texas 1981.
22. Manual de Fluidos Baroid 1996. Baroid, Drilling Fluids. Inc.

Anexo A. Ficha técnica.



Km 2 Antigua vía Cite Barbosa, Santander
 Telefax: (097) 7486843 • 7485820

PRODUCTO:	Disolución mucilaginoso de <i>Hellocarpus Popayanensis</i> HBK. Clarificante natural	Página : 2
DATOS DE RIESGO PARA INCENDIOS Y EXPLOSIONES		
Inflamabilidad :	No inflamable	Modo de apagar : Agua
Procedimientos especiales para incendio:	Ninguno	
Peligros no comunes de incendio y explosión:	Ninguno	
DATOS DE REACTIVIDAD		
Estabilidad : descomposición	No genera productos peligrosos por	Incompatibilidad : Ninguna
DATOS DE RIESGO PARA LA SALUD		
Ruta de entrada: Ingestión : Según Bernal y Correa, en altas dosis puede producir diarrea, vómito y dolor abdominal.	Inhalación : Ninguna	Piel : Ninguna
Procedimiento de Emergencia y Primeros Auxilios:		
Ojos : Lavar con agua abundante Si ocurre irritación ver a un médico		
PRECAUCIONES PARA USO Y MANEJO SEGURO		
En caso de contacto con la piel	Lavar con agua y jabón	
Si el material es regado	Seguir todas las regulaciones Nacionales, Departamentales y Locales para la destrucción de desechos no peligrosos.	
Método de recoger basuras	Lavar con agua	
Requisitos de almacenamiento	En recipientes limpio y desinfectados. Se sugiere conservar a temperaturas de refrigeración (1 a 5 °C).	
Requerimientos de ventilación	Ventilación local	
Equipos de protección personal	Se recomienda usar lentes de seguridad con cubierta lateral.	
Ojos:	Se recomienda usar guantes resistentes a químicos.	
Guantes:	Se recomienda el uso de bata y botas para evitar el contacto prolongado.	
Otros vestidos:		
Protección respiratoria:	Ninguna	



ANEXO B. INFRAROJO MUCILAGO HBK.

