



**Estudio del comportamiento reológico de las soluciones acuosas con dos tipos de bentonita de la  
región andina utilizados para lodos de perforación**

Almeida Arellano, Fernando Andres y Molina Ayala, Stelios Francisco

Departamento de Ciencias de la Energía y Mecánica

Carrera de Ingeniería Mecánica

Trabajo de titulación previo a la obtención del título de Ingeniero Mecánico

Ing. Páez Flor, Nicolás Marcelo PhD.

17 de agosto de 2021

### Document Information

Analyzed document	TESIS_ALMEIDA F._MOLINA S..docx (D110695547)
Submitted	7/23/2021 3:18:00 PM
Submitted by	Cortez Pazmiño Byron Hernan
Submitter email	bhcortez@espe.edu.ec
Similarity	3%
Analysis address	bhcortez.espe@analysis.urkund.com

### Sources included in the report

<b>SA</b>	<b>Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE / TESIS ESCRITO URKUND.docx</b> Document TESIS ESCRITO URKUND.docx (D101005686) Submitted by: letrujillo3@espe.edu.ec Receiver: letrujillo3.espe@analysis.urkund.com		1
<b>SA</b>	<b>Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE / Tesis_Cristian Sanchez.pdf</b> Document Tesis_Cristian Sanchez.pdf (D29980326) Submitted by: lmcarrion1@espe.edu.ec Receiver: lmcarrion1.espe@analysis.urkund.com		4
<b>SA</b>	<b>REOLOGIA.docx</b> Document REOLOGIA.docx (D14883159)		1
<b>W</b>	URL: <a href="http://142.93.18.15:8080/jspui/bitstream/123456789/270/1/CORRECCIONES-ilovepdf-compressed.pdf">http://142.93.18.15:8080/jspui/bitstream/123456789/270/1/CORRECCIONES-ilovepdf-compressed.pdf</a> Fetched: 11/14/2020 7:38:44 AM		2
<b>SA</b>	<b>1570724113_979__Revisión_bibliográfica_1.pptx</b> Document 1570724113_979__Revisión_bibliográfica_1.pptx (D56832196)		1
<b>SA</b>	<b>Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE / ESTUDIO DE CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE LA MEZCLA DE LECHE DE SOJA KEFIRADA CON TO MATE DE ÁRBOL.pdf</b> Document ESTUDIO DE CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE LA MEZCLA DE LECHE DE SOJA KEFIRADA CON TO MATE DE ÁRBOL.pdf (D28223852) Submitted by: rrdelgado1@espe.edu.ec Receiver: rrdelgado1.espe@analysis.urkund.com		2
<b>W</b>	URL: <a href="https://docplayer.es/164899252-Universidad-peruana-union.html">https://docplayer.es/164899252-Universidad-peruana-union.html</a> Fetched: 6/6/2021 2:12:09 AM		1
<b>W</b>	URL: <a href="https://www.researchgate.net/publication/335735081_Carboximetilcelulosa_CMC_Alta_y_Baja_Viscosidad_Analisis_de_curvas_de_flujo_e_implementacion_del_Modelo_Reologico_de_Potencia">https://www.researchgate.net/publication/335735081_Carboximetilcelulosa_CMC_Alta_y_Baja_Viscosidad_Analisis_de_curvas_de_flujo_e_implementacion_del_Modelo_Reologico_de_Potencia</a> Fetched: 11/27/2020 11:13:10 AM		2
<b>SA</b>	<b>submission.pdf</b> Document submission.pdf (D74836299)		1
<b>W</b>	URL: <a href="http://repositorio.upct.es/xmlui/bitstream/handle/10317/1902/pfc3278.pdf%3Fsequence%3D1%26isAllowed%3Dy">http://repositorio.upct.es/xmlui/bitstream/handle/10317/1902/pfc3278.pdf%3Fsequence%3D1%26isAllowed%3Dy</a> Fetched: 11/20/2020 12:35:32 PM		1



# Original

**SA** **MUxOZ\_DIAZ\_BN27505\_20150903\_1105\_c001.pdf**  
Document MUxOZ\_DIAZ\_BN27505\_20150903\_1105\_c001.pdf (D47490647)

 1

**W** URL: <https://core.ac.uk/download/pdf/188776372.pdf>  
Fetched: 7/23/2021 3:20:00 PM

 1

























DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA  
CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

CERTIFICACIÓN

Certifico que el trabajo de titulación, “**Estudio del comportamiento reológico de las soluciones acuosas con dos tipos de bentonita de la región andina utilizados para lodos de perforación**” fue realizado por los señores **Almeida Arellano, Fernando Andres y Molina Ayala, Stelios Francisco** el cual ha sido revisado y analizado en su totalidad por la herramienta de verificación de similitud de contenido; por lo tanto cumple con los requisitos legales, teóricos, científicos, técnicos y metodológicos establecidos por la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, razón por la cual me permito acreditar y autorizar para que lo sustente públicamente.

Sangolquí, 18 de agosto de 2021

Firma:

Ing. Páez Flor, Nicolás Marcelo PhD.

C. C.: 1714097985.



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA  
CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

RESPONSABILIDAD DE AUTORÍA

Nosotros, **Almeida Arellano, Fernando Andres** y **Molina Ayala, Stelios Francisco**, con cédula/cedulas de ciudadanía n°1727936567 y n°1715421036, declaramos que el contenido, ideas y criterios del trabajo de titulación: **Estudio del comportamiento reológico de las soluciones acuosas con dos tipos de bentonita de la región andina utilizados para lodos de perforación** es de nuestra autoría y responsabilidad, cumpliendo con los requisitos legales, teóricos, científicos, técnicos, y metodológicos establecidos por la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, respetando los derechos intelectuales de terceros y referenciando las citas bibliográficas.

Sangolquí, 18 de agosto de 2021

Firma

**Almeida Arellano, Fernando Andres**

C. C.: 1727936567

**Molina Ayala, Stelios Francisco**

C. C.: 1715421036



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA  
CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

AUTORIZACIÓN DE PUBLICACIÓN

Nosotros, Almeida Arellano, Fernando Andres y Molina Ayala, Stelios Francisco con cédulas de ciudadanía n°1727936567 y n°1715421036, autorizamos a la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE publicar el trabajo de titulación: **Estudio del comportamiento reológico de las soluciones acuosas con dos tipos de bentonita de la región andina utilizados para lodos de perforación** en el Repositorio Institucional, cuyo contenido, ideas y criterios son de mi/nuestra responsabilidad.

Sangolquí, 18 de agosto de 2021

Firma

Almeida Arellano, Fernando Andres

C. C.: 1727936567

Molina Ayala, Stelios Francisco

C. C.: 1715421036

### **Dedicatoria**

El presente trabajo está dedicado a mi padre y madre que día a día me han apoyado e impulsado para seguir adelante y cumplir mis objetivos siendo una persona honrada y responsable.

*Almeida Fernando.*

Dedico este proyecto de titulación a las personas que siempre han estado pendientes de mi bienestar, me han impulsado y animado a plantearme nuevas metas y luchar por ellas, y también han estado a mi lado en mis proyectos por más locos que parezcan. Esta tesis la dedico a lo mejor que me ha pasado en la vida: Stelios Paltatzidis, Mónica, Martha y Jorge.

*Stelios Molina.*

### **Agradecimiento**

A mi familia por su dedicación y compromiso con mi formación humana y académica, a mis amigos por su apoyo y confianza, a nuestro tutor Nicolás Páez por su interés, empeño y guía en este proyecto y al ingeniero Luis Jiménez por su atención y predisposición a ayudarnos en cualquier momento.

*Almeida Fernando.*

Agradezco a mis amigos por tantos buenos recuerdos que hemos vivido juntos en nuestra carrera universitaria y a nuestro tutor de tesis el Ing. Nicolás Páez y al Ing. Luis Jiménez por brindarnos su apoyo en nuestro proyecto de titulación.

*Stelios Molina.*

## Índice de Contenido

Resumen .....	16
Abstract.....	17
Capítulo 1: introducción .....	18
Antecedentes.....	18
Historia de la Bentonita, aplicaciones y estudio en el país.....	18
Industria del Petróleo.....	19
Justificación .....	20
Objetivos .....	21
Objetivo general.....	21
Objetivos específicos.....	21
Alcance .....	22
Capítulo 2: estado del arte .....	23
Lodos de perforación .....	23
Reología.....	27
Definiciones.....	28
Fluidos Newtonianos .....	32
Fluidos No-Newtonianos .....	33
Reo-fluidificante (Shear Thinning).....	34
Reo-espesante (Shear Thickening).....	38
Viscoplástico.....	39
Visco elástico .....	42
Dependencia del Tiempo .....	46
Tixotrópico .....	46
Anti tixotrópico .....	46
Reometría.....	48
Efecto del pH en las propiedades de las soluciones de Bentonita.....	54
Destrucción, reconstrucción y efecto avalancha.....	56
Capítulo 3: materiales y métodos.....	57
Materiales .....	57
Bentonita.....	57
Identificación del producto y datos del fabricante .....	57
Identificación del producto y datos del fabricante .....	57
Composición e información de los componentes.....	57
Manipuleo y almacenamiento.....	57
Propiedades físicas y químicas .....	58

Polvo de Nano partículas de Dióxido de Titanio .....	58
Agua .....	59
Análisis físico del color .....	59
Análisis físico del olor.....	60
Análisis físico del sabor .....	60
Determinación del pH.....	60
Reactivos para ajustar pH.....	60
Equipos.....	60
Agitador Magnético digital de laboratorio con calefacción .....	60
Balanza.....	61
Reómetro .....	62
Especificaciones Técnicas .....	63
Geometrías utilizadas en el Reómetro .....	64
Preparación de muestras.....	67
Ensayos.....	74
Número de ensayos.....	75
Límite de reversibilidad .....	76
Tiempo de reposo.....	77
Curva de flujo estacionario (CFE) .....	78
Dependencia del tiempo .....	78
Oscilatorios (estudio de visco elasticidad).....	79
Medición de pH .....	80
Capítulo 4: resultados .....	82
Reversibilidad.....	82
Tiempo de reposo.....	82
Curva de flujo estacionario .....	84
Viscosidad vs velocidad de cizalla.....	85
Ajustes de curvas de flujo estacionario .....	86
Ensayo de Validación.....	91
Dependencia del tiempo.....	92
Viscosidad vs tiempo .....	93
Diferencia de temperatura.....	93
Diferencia de concentraciones.....	95
Diferencia de bentonitas.....	96
Viscoelasticidad .....	98
Barrido de amplitud .....	98
Barrido de frecuencia .....	102

<b>Ensayo de Validación</b> .....	103
<b>Problema de flujo</b> .....	105
<b>Medición de pH</b> .....	105
<b>Modificación de pH</b> .....	106
<b>Esfuerzo vs. Velocidad de cizalla</b> .....	106
<b>Viscosidad vs. Velocidad de cizalla</b> .....	107
<b>Nano partículas de Titanio</b> .....	109
<b>Dependencia del tiempo</b> .....	110
<b>Análisis costo – beneficio</b> .....	111
<b>Verificación del número de ensayos</b> .....	112
<b>Capítulo 5: conclusiones y recomendaciones</b> .....	113
<b>Bibliografía</b> .....	115
<b>Anexos</b> .....	119

**Índice de Tablas**

<b>Tabla 1:</b> Especificaciones Técnicas del Reómetro Discovery HR-2. ....	63
<b>Tabla 2:</b> Valores de coeficientes del ajuste realizado a las CFE con el modelo de Bingham modificado.....	90
<b>Tabla 3:</b> Tabla esfuerzo - Velocidad de cizalla. Comparación de pH. ....	107
<b>Tabla 4:</b> Tabla viscosidad - Velocidad de cizalla. Comparación de pH.....	108
<b>Tabla 5:</b> Tabla de análisis costo – beneficio de suspensiones de Bentonita .....	112

## Índice de Figuras

<b>Figura 1:</b> Flujo de fluido en placas planas. ....	30
<b>Figura 2:</b> Gradiente de velocidad entre placas paralelas.....	32
<b>Figura 3:</b> Gráfica Esfuerzo vs Velocidad de cizalla de distintos comportamientos observados en fluidos.....	33
<b>Figura 4:</b> Gráfica Viscosidad vs velocidad de cizalla de distintos comportamientos observados en fluidos.....	34
<b>Figura 5:</b> <i>Gráfica de suspensiones de arcilla des floculada a distintas concentraciones de sólidos.</i> ....	39
<b>Figura 6:</b> Representación del modelo de Bingham.....	39
<b>Figura 7:</b> Representación de modelo de Maxwell.....	43
<b>Figura 8:</b> Representación de modelo de Kelvin-Voigt.....	44
<b>Figura 9:</b> Respuesta de la viscosidad dependiente del tiempo (tixotrópico y anti tixotrópico). de fluidos reo fluidificantes (shear-thinning) y reo espesantes (shear-thickening). ....	47
<b>Figura 10:</b> <i>Geometría Plato-Plato</i> .....	49
<b>Figura 11:</b> Geometría Cono-Plato.....	51
<b>Figura 12:</b> Geometría de cilindros concéntricos.....	51
<b>Figura 13:</b> Geometría de cilindros concéntricos.....	53
<b>Figura 14:</b> Escala de pH.....	54
<b>Figura 15:</b> Comportamiento del esfuerzo de fluencia – pH en suspensiones de bentonita API 3wt% y 5wt%. ....	55
<b>Figura 16:</b> Comportamiento del esfuerzo de fluencia – pH en suspensiones de bentonita API 7wt% y 10 wt%. ....	55
<b>Figura 17:</b> Agua embotellada VIVANT.....	59
<b>Figura 18:</b> Agitador magnético digital.....	61

<b>Figura 19:</b> Balanza digital. ....	61
<b>Figura 20:</b> Reómetro Discovery Hybrid 2 de TA Instruments. ....	62
<b>Figura 21:</b> Sistema de temperatura, Peltier de Cilindros Concéntricos. ....	64
<b>Figura 22:</b> Accesorios de los cilindros concéntricos. ....	65
<b>Figura 23:</b> Sistema de temperatura, plato Peltier. ....	66
<b>Figura 24:</b> Mezcla 1 de solución de agua – bentonita. ....	68
<b>Figura 25:</b> Mezcla 2 de solución de agua – bentonita. ....	69
<b>Figura 26:</b> Mezcla 3 de solución de agua – bentonita. ....	70
<b>Figura 27:</b> Mezcla 4 de solución de agua – bentonita. ....	71
<b>Figura 28:</b> Mezcla 5 de solución de agua – bentonita. ....	72
<b>Figura 29:</b> Mezcla 6 de solución de agua – bentonita. ....	72
<b>Figura 30:</b> Mezcla 6 de solución de agua – bentonita. ....	73
<b>Figura 31:</b> Ensayo de límite de reversibilidad. ....	76
<b>Figura 32:</b> Ensayo de tiempo de reposo. ....	77
<b>Figura 33:</b> Ensayo de flujo estacionario. ....	78
<b>Figura 34:</b> Ensayo Step-Up y Step down. ....	79
<b>Figura 35:</b> Ensayos de barridos de amplitud y frecuencia ....	80
<b>Figura 36:</b> Tiras reactivas para medición de pH. ....	81
<b>Figura 37:</b> Límite de reversibilidad de suspensión de Bentonita. ....	82
<b>Figura 38:</b> Tiempo de reposo de suspensión de bentonita. ....	83
<b>Figura 39:</b> Curva de flujo estacionario en incremento/decremento de cizalla de solución de bentonita. ....	84
<b>Figura 40:</b> Viscosidad vs velocidad de cizalla de suspensión de bentonita MINPUL al 8%. ....	85
<b>Figura 41:</b> Viscosidad vs velocidad de cizalla de suspensión de bentonita MINMETEC al 8% y 14% w/w. ....	86
<b>Figura 42:</b> Curva de ajuste con modelo Bingham modificado en escala lineal ....	87

<b>Figura 43:</b> Ajuste de CFE de suspensión de bentonita MINMETEC al 8%w/w y 20°C.....	88
<b>Figura 44:</b> Ajuste de CFE de suspensión de bentonita MINMETEC al 8%w/w y 35°C.....	88
<b>Figura 45:</b> Ajuste de CFE de suspensión de bentonita MINPUL al 14%w/w y 20°C.....	89
<b>Figura 46:</b> Comparación de CFE de suspensiones de Bentonita (MINPUL) al 14% w/w y 20°C en geometrías cono - plato y cilindros concéntricos.....	92
<b>Figura 47:</b> Step Down y Step Up (Bentonita MINPUL) al 14% w/w y 20°C en geometría cono-plato (C-P).....	93
<b>Figura 48:</b> Step up (Bentonita MINPUL) al 14% w/w, diferencia de temperaturas.....	94
<b>Figura 49:</b> Step up (Bentonita MINPUL) al 14% w/w, diferencia de temperaturas. (Detalle). 95	
<b>Figura 50:</b> Step up (Bentonita MINPUL) al 14% w/w y 35°C en geometría cono-plato (C-P) . 96	
<b>Figura 51:</b> Comparación de soluciones de bentonita, saltos hacia arriba (step-up). ....	97
<b>Figura 52:</b> Comparación de soluciones de bentonita, saltos hacia abajo (step-down). ....	98
<b>Figura 53:</b> Barrido de amplitud de suspensiones de Bentonita (MINPUL) al 8% w/w, 20°C, en control de esfuerzo y control de velocidad .....	99
<b>Figura 54:</b> Barridos de amplitud de suspensiones de Bentonita (MINPUL) al 8% w/w y 35°C, comparación de frecuencias.....	100
<b>Figura 55:</b> Barridos de amplitud de suspensiones de Bentonita .....	101
<b>Figura 56:</b> Barridos de frecuencia de suspensiones de bentonita.....	102
<b>Figura 57:</b> Comparación de geometrías de Barridos de Frecuencia de suspensiones de Bentonita (MINPUL) al 14% w/w y 20°C .....	104
<b>Figura 58:</b> Barrido de Frecuencia de suspensión de Bentonita MINPUL al 14% w/w y 20°C.104	
<b>Figura 59:</b> Comparación de resultado de la medición de pH de solución acuosa de bentonita (MINPUL) con tiras reactivas. ....	106
<b>Figura 60:</b> Esfuerzo - Velocidad de cizalla. Comparación de pH.....	107
<b>Figura 61:</b> Viscosidad - Velocidad de cizalla. Comparación de pH.....	108

<b>Figura 62:</b> Curva de flujo estacionario de soluciones de Bentonita MINPUL al 14% w/w y Nano partículas de Dióxido de Titanio a 20 °C .....	109
<b>Figura 63:</b> Repetición de curva de flujo estacionario de soluciones de Bentonita MINPUL al 14% w/w y Nano partículas de Dióxido de Titanio a 20 °C .....	110
<b>Figura 64:</b> Step up – nano partículas de dióxido de titanio .....	111

## Resumen

La industria de petróleo es actualmente una de las más grandes a nivel mundial y con gran influencia sobre la economía de las naciones productoras del mismo, la región andina posee numerosos yacimientos de extracción de petróleo lo que lo convierte en una región dependiente de esta industria y otras industrias relacionadas de forma directa o indirectamente al proceso de extracción de petróleo.

Uno de los procesos es la perforación de los pozos utilizando equipos, herramientas y materiales específicos, entre ellos está el “lodo o fluido de perforación” que gracias a sus propiedades facilita este proceso. Los componentes más comunes de estos fluidos son agua, aceite, arcillas como la bentonita entre otros.

En países de la región andina existen zonas de extracción de bentonita, de estas se han seleccionado dos (MINPUL y MINMETEC) y fueron sometidas a distintas metodologías de mezclado para obtener una solución adecuada para la experimentación.

Los ensayos realizados en concentraciones de 8% y de 14% w/w fueron curvas de flujo estacionario, dependencia del tiempo y ensayos oscilatorios para analizar el comportamiento visco elástico, además de observar el cambio en el comportamiento al modificar el pH y al añadir nanopartículas de dióxido de titanio.

Ambas bentonitas presentaron un comportamiento reo fluidificante además de una gran capacidad de destrucción de su estructura cuando se ven expuestas a cualquier velocidad de cizalla, y una lenta recuperación de su estructura cuando está en reposo. Se obtuvieron dos comportamientos distintos en cuanto a la dependencia del tiempo, la bentonita MINMETEC con un comportamiento tixotrópico y la bentonita MINPUL con un comportamiento anti tixotrópico y mayor viscosidad.

En todos los ensayos se observa un incremento en la viscosidad al aumentar la temperatura de 20 a 35°C; en cuanto a los ensayos con modificación de pH, se obtuvo que la viscosidad y el esfuerzo aumentaron cuando la muestra fue alcalinizada y de forma opuesta cuando se acidificó la muestra.

Por último, el uso de las nanopartículas de dióxido de titanio se ve reflejado en un aumento de la viscosidad tanto en CFE, como en ensayos de dependencia del tiempo.

Palabras clave:

- **FLUIDO DE PERFORACIÓN**
- **BENTONITA**
- **TIXOTRÓPICO**
- **ANTI TIXOTRÓPICO**
- **VISCOELASTICO**

## Abstract

The oil industry is currently one of the largest in the world and with great influence on the economy of the producing nations, the Andean region has numerous oil extraction fields, which makes it a region dependent on this industry and other industries directly or indirectly related to the oil extraction process.

One of the processes is the drilling of wells using specific equipment, tools and materials, among them is the “drilling mud” which, thanks to its properties, facilitates this process. The most common components of these fluids are water, oil, clays such as bentonite, among others.

In countries of the Andean region there are bentonite extraction zones, of which two have been selected (MINPUL and MINMETEC) and they were subjected to different mixing methodologies to obtain a suitable mixture for experimentation.

The tests carried out at concentrations of 8% and 14% w / w were steady flow curves, time dependence and oscillatory tests to analyze the viscoelastic behavior, in addition to observing the change in the behavior when modifying the pH and when adding nano titanium dioxide particles.

Both bentonites showed a shear thinning behavior in addition to a great capacity to destroy their structure when exposed to any shear rate, and a slow recovery of their structure when at rest. Two different behaviors were obtained in terms of time dependence, MINMETEC bentonite with thixotropic behavior and MINPUL bentonite with anti-thixotropic behavior and higher viscosity.

In all the tests an increase of viscosity was observed when increasing the temperature from 20 to 35°C; Regarding the tests with pH modification, it was obtained that the viscosity and the stress increased when the sample was alkalinized and in the opposite way when the sample was acidified.

Finally, the use of titanium dioxide nanoparticles is reflected in an increase in viscosity both in SFC and in time dependence tests.

Key words:

- **DRILLING MUD**
- **BENTONITE**
- **THIXOTROPIC**
- **ANTI-THIXOTROPIC**
- **VISCOELASTIC**

## Capítulo 1: introducción

### Antecedentes

#### Historia de la Bentonita, aplicaciones y estudio en el país

El nombre bentonita fue sugerido inicialmente en Wyoming Estados Unidos. Estas arcillas que están compuestas predominantemente de minerales de arcilla de esmectita, y usualmente montmorillonitas de sodio y calcio tienen la propiedad de incrementar su volumen inicial al estar en contacto con agua. (Caenn, Darley, & Grey, 2016)

La bentonita sódica también conocida como arcilla coloidal es una arcilla natural compuesta principalmente por montmorillonitas y beidelita, formada de la descomposición de ceniza volcánica. (Luckham & Rossi, 1999)

Tanto naturalmente como en suspensión de partículas, la bentonita se usa en múltiples industrias como en la del petróleo, en las que al estar en soluciones acuosas también es conocida como lodo de perforación, es usado para enfriar y lubricar el taladro, también para controlar la formación de presiones y construir una capa impermeable en la pared del hueco para así impedir la penetración de agua del fluido de perforación hacia la formación. (Caenn, Darley, & Grey, 2016) (Bekkour K., 2001)

Para los lodos de perforación se utilizan diferentes modelos matemáticos para representar y explicar el comportamiento de la suspensión de bentonita, como el modelo Herschel-Bulkley, el modelo de Robertson y Stiff, el modelo de Quemada, etc., cuyos comportamientos se asemejan a los resultados arrojados de los estudios realizados con distintos acercamientos (diferentes temperaturas, bases agua o aceite, o el tipo de bentonita).

Mediante la investigación bibliográfica realizada en relación a soluciones acuosas de bentonita sudamericana (peruana) se puede hacer referencia al siguiente trabajo de titulación “ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE FLUIDOS DE PERFORACIÓN BASADOS EN AGUA Y BENTONITA SÓDICA NATURAL” realizado en la Universidad de las Fuerzas Armadas, el cual presenta un estudio experimental de la bentonita sódica peruana a diferentes concentraciones (3wt%, 4wt%, 6wt%, 8wt%, 10wt%) y la respuesta visco-elástica del fluido. (Pinzón, 2006).

La Universidad de las Fuerzas Armadas - ESPE cuenta con un laboratorio de Reología, con equipos como un Reómetro y mezclador, necesarios para realizar la caracterización de la bentonita sódica de la región en base de agua, caracterización que será de gran utilidad en nuestro país.

Empresas en Ecuador como GHOZANTY S.A., ofrece bentonita para lodos de perforación con características que cumplen con las especificaciones por la API (Estados Unidos) y OCMA (Europa). O como ECUASAND, empresa especializada en realizar estudios mineros, exportación, importación, explotación de minerales metálicos o no metálicos, entre los que disponen de bentonita Sódica. (Hevia, 2008) (Bekkour, Leyama, Benchabane, & Scrivener, 2005).

### **Industria del Petróleo.**

La industria del petróleo es una de las industrias más importantes del mundo, las rentas del petróleo como porcentaje del producto interno bruto del mundo fueron del 2.138% en 2014, luego el período entre 2015 y 2016 fue menos del 1%, pero para 2018 aumenta al 1,451%; la producción de petróleo va en aumento desde 2010 alcanzando aproximadamente la cantidad de 98,99 millones de barriles por día en 2019.

Los fluidos de perforación también llamados lodos de perforación, se utilizan en el proceso de perforación de pozos de petróleo para remover los recortes, mantener los fluidos de formación confinados a sus formaciones, lubricar el barreno y construir una capa impermeable en la pared del pozo con el fin de impedir la penetración de agua del fluido de perforación en la formación (Caenn, Darley, & Grey, 2016).

Los proyectos de perforación pueden costar fácilmente más de 4 o 5 millones de dólares, la selección, adquisición y programa de fluidos de perforación puede tener un costo que tiende al 6% del total correspondiente a todo el proyecto, es posible reducir los costos mencionados por análisis de los diferentes tipos de lodos de perforación y su correcta asignación a las etapas de perforación, el análisis debe realizarse sobre las propiedades de interés para este proceso como: viscosidad, límite elástico, tixotropía y su comportamiento dependiente de diferentes variables, para ello es absolutamente necesario un estudio reológico, considerando que existen diferentes tipos de bentonitas en todo el mundo.

### **Justificación**

#### **Justificación Técnica**

La caracterización reológica de suspensiones de bentonita en agua tratado o considerado como fluido de perforación, da pie a un posible desarrollo o diseño de un nuevo lodo de perforación que incluya adición de polímeros u otros aditivos que genere beneficios al minimizar costos con su correcta selección, disminuir el impacto al yacimiento y al ambiente, que facilite cementación y completación.

## **Justificación Académica**

La Reología como ciencia es relativamente nueva en comparación a otras, su estrecha relación con la Mecánica de fluidos debe ser considerada como vital y de estudio obligatorio para los estudiantes de Ingeniería Mecánica, los nuevos conocimientos que aporta permitirán una mejor comprensión de la naturaleza y su comportamiento.

En las diferentes industrias como la del petróleo, alimentos, construcción y cualquier otra de producción que involucre fluidos, soluciones, dispersiones, compuestos, etc. es necesario un entendimiento completo, por parte del ingeniero encargado del área, de las ventajas, desventajas, propiedades, características y aplicaciones de los fluidos utilizados en los procesos involucrados para el mejoramiento, innovación y solución de problemas de los mismos, ya que, en su gran mayoría, los productos que se consideran fluidos tienden a tener comportamientos no-Newtonianos.

## **Objetivos**

### **Objetivo general**

Caracterizar el comportamiento reológico de suspensiones acuosas de dos tipos de bentonita de la región y posteriormente aplicar un modelo matemático para resolver un problema de flujo.

### **Objetivos específicos**

- Determinar los parámetros respectivos para la experimentación mediante una investigación bibliográfica adecuada.
- Establecer el número de ensayos aplicando un método estadístico adecuado.

- Evaluar los resultados de los ensayos realizados haciendo uso de modelos matemáticos para la caracterización de fluidos no newtonianos.
- Resolver un problema de flujo dentro de una tubería considerando la caracterización previa del comportamiento de la suspensión.
- Comparar los resultados obtenidos de los ensayos reológicos de las dos bentonitas utilizadas.

### **Alcance**

El presente proyecto de grado pretende realizar la caracterización reológica de dos soluciones acuosas de bentonita proveniente de la región andina a diferentes concentraciones de sólidos, en un rango de velocidad y temperatura definido por la investigación bibliográfica relacionada con suspensiones de bentonita usadas en la industria petrolera conocidas como “lodos de perforación”; se debe considerar no alterar las propiedades de la solución por cualquier transformación o cambio físico/químico, garantizando la repetitividad de los ensayos realizados asegurando la condición de estado laminar del fluido y respetando las limitaciones de los equipos existentes en el Laboratorio de Reología de la Universidad de las Fuerzas Armadas - ESPE.

El número de ensayos se determinará aplicando un método estadístico adecuado y los resultados obtenidos de cada bentonita deberán ser comparados y analizados permitiendo finalmente resolver un problema de flujo con la caracterización previa utilizando modelos matemáticos.

## Capítulo 2: estado del arte

### Lodos de perforación

Conocidos también como fluidos de perforación es un compuesto formado por distintas fases, fase líquida (generalmente agua dulce o salada, aceite, o emulsión), fase coloidal o dispersa (partículas de arcilla), fase inerte (materiales para modificar el peso) y la fase química (aditivos usados para modificar sus propiedades reológicas) (Cabrera, 1981).

En las operaciones de perforación de pozos de petróleo, los fluidos experimentan altas velocidades de cizalla en la tubería de perforación, donde fluyen hacia abajo y velocidades de cizalla sumamente altas cuando pasan por las brocas. Allí la velocidad de cizalla es alta segundos antes de entrar al anillo, en donde los fluidos experimentan una baja velocidad de cizalla en su camino hacia la superficie (Kelessidis, 2008).

Es más común utilizar agua dulce, aunque también en perforaciones cercanas al mar se puede utilizar agua salada debido a su disponibilidad. Los lodos de perforación en base de agua pueden contener arcilla y sólidos reactivos e inertes.

Sólidos reactivos: pueden contener arcillas hidratables (bentonita sódica) y shales (recortes) de formaciones perforadas.

Sólidos inertes: sólidos provenientes de la perforación químicamente inactivos, que se suspenden en la solución como caliza, dolomita y arena, sólidos para controlar la densidad como barita ( $\text{BaSO}_4$  – Material no metálico, no tóxico y con alto peso específico, llegando hasta  $4.5 \text{ gr/cm}^3$ ) y galena ( $\text{PbS}$  - mineral del grupo de sulfuros, tiene un peso específico de 6.5 a 6.7. Usado para obtener densidades extremadamente altas). (Hawker, Vogt, & Robinson, 2001).

Polímeros: compuestos orgánicos que, en cantidades muy pequeñas, pueden aumentar la viscosidad significativamente, además permiten un excelente control contra la pérdida del filtrado. Más usados: Polímero XC, Celulosa drispac, Carboximethyl celulosa.

Aditivos: pueden encontrarse en estado sólido o líquido, con la diferencia que los líquidos tienen una mayor dispersión, uno de los aditivos más usados es el asbesto ( $Mg_6(OH)_8/Si_4O_{10}$ ) conocido también como amianto, nombre que se le da a un grupo de minerales metamórficos que generalmente son fibrosos. Estas fibras facilitan el transporte hacia la superficie. (Villegas, 2017).

Como ejemplo, una composición química de los lodos bentoníticos es:  $SiO_2$ : 49.40%,  $Al_2O_3$ : 14.95%,  $TiO_2$ : 0.78%,  $CaO$ : 7.76%,  $MgO$ : 2.35%,  $Fe_2O_3$ : 7.85%,  $Mn$ : 0.02%,  $SO_3$ : 0.1%,  $Na_2O$ : 1.25%,  $K_2O$ : 0.78%,  $P_2O_5$ : 0.020% y PPL: 13.5%. (Villegas, 2017).

Estos fluidos desempeñan diversas funciones durante el proceso de perforación:

- Refrigerar y lubricar la barrena y sarta de perforación: durante la perforación se generan grandes cantidades de calor por la fricción, el fluido absorbe el calor de la fuente y los distribuye en todo el pozo, además lubrica la barrena reduciendo aún más la fricción y por lo tanto el calor, los lodos de perforación en base de aceite ofrecen mayor lubricación, pero los de base de agua mayor capacidad refrigerante.
- Suspender y remover los recortes de perforación: los recortes que se dan durante la perforación deben ser removidos a fin de evitar la sedimentación de estos en condiciones estáticas y que no formen rellenos que produzcan atascamientos, esto

ocurre por la diferencia de densidad entre los recortes y el fluido, el cual debe tener propiedades tixotrópicas para mantener la suspensión cuando no hay movimiento.

- Transmitir energía hidráulica a la barrena: la energía de las bombas en la superficie es transmitida a la barrena permitiendo una mayor velocidad de penetración y remoción de los recortes, así el dimensionamiento de toberas en la barrena debe ser tal que permita aprovechar la potencia disponible optimizando el impacto del lodo en el fondo del pozo.
- Mantener la estabilidad del pozo: evitar el colapso de la pared del pozo gracias a la presión que ejerce el fluido sobre esta, en especial cuando la perforación se realiza en formaciones porosas, caso contrario se recurre al ensanchamiento del pozo.
- Soportar parte del peso de la sarta de perforación: gracias al desplazamiento del lodo de perforación, el peso de la sarta de perforación se reduce por su inmersión en el fluido.
- Control de presiones de la formación: la columna de lodo acumulada en el pozo ejerce una presión hidrostática, si esta es menor que la presión de formación los fluidos de formación continuarán fluyendo sin control al pozo, provocando un reventón ocasionando daño a equipos, personal y posible pérdida del pozo (Hawker, Vogt, & Robinson, 2001). Los tipos de fluidos de perforación ampliamente utilizados son:

Fluidos de perforación en base de agua: generalmente se utiliza agua dulce para la mayoría de las perforaciones por su bajo costo y fácil control; sin embargo, en perforaciones marinas se utiliza agua salada dado su fácil acceso o para usarla en domos salinos para estabilizar las formaciones.

Aunque sea de fácil acceso, los lodos en base de agua están sujetos a contaminación del ambiente y también se ven afectados por las altas temperaturas comprometiendo así la formación (Hawker, Vogt, & Robinson, 2001).

Fluidos de perforación en base de aceite: generalmente usados para perforaciones con temperaturas elevadas y para proveer mayor lubricación a la barrena, además de evitar corrosión de la tubería, esto implica que se deberá realizar una mayor inversión en el fluido de perforación, dado que puede inflamarse y en caso de derrames la contaminación ambiental ocasionada es mayor que al derramar un lodo en base de agua (Hawker, Vogt, & Robinson, 2001).

Fluidos de perforación en emulsión de aceite: estos son lodos en base de agua con una emulsión de aceite disperso, combinan parte de los beneficios de un lodo en base de aceite, pero a menor costo (Hawker, Vogt, & Robinson, 2001).

Entre las propiedades reológicas y características que poseen los lodos de perforación se destacan las siguientes:

- **Concentración:** cantidad de sólidos en el fluido, tiene afectación directa sobre las propiedades y características del lodo de perforación.
  
- **Densidad:** una propiedad muy importante pues tiene afectación directa en las presiones que ejerce el fluido sobre el pozo (presión hidrostática).

- Viscosidad: es la resistencia a fluir del lodo, tiene afectación sobre la velocidad de perforación siendo esta última mayor, cuando la viscosidad del lodo disminuye, pero provocando menores densidades equivalentes de circulación pudiendo producirse pérdidas de circulación (Hawker, Vogt, & Robinson, 2001).
  
- Nivel de pH: el nivel de pH de un lodo debe ser medido y controlado de forma constante para mantener su alcalinidad (capacidad de neutralizar ácidos) y así evitar corrosión de la tubería y una menor afectación ambiental del suelo (Hawker, Vogt, & Robinson, 2001).
  
- Tixotropía: implica el aumento de viscosidad del lodo en el tiempo cuando se encuentra en reposo, el fluido debe poder mantener en suspensión los recortes del pozo cuando no se encuentre en movimiento.
  
- Resistencia o fuerza de Gel: es la medida de la atracción física y química en condiciones estática, depende principalmente de la concentración, tiempo en reposo, temperatura y tratamientos químicos previos; la resistencia de gel debe ser lo suficientemente baja para permitir retirar los recortes en la superficie, pero también la suspensión de los mismos en reposo, en general se mide como la fuerza expresada en gramos necesaria para penetrar 4 mm. la superficie de un gel (Villegas, 2017).

### **Reología**

La reología (del griego, "Reos", fluir y "Logos", estudio) es la ciencia del flujo y la deformación de la materia, describe la interrelación entre fuerzas,

deformaciones y tiempo, el estudio reológico está centrado principalmente en fluidos complejos como emulsiones, suspensiones, polímeros, pastas, lodos entre otros (Morrison, 2001). Los aspectos u objetivos de la Reología son principalmente dos:

- Desarrollar ecuaciones de relación entre el esfuerzo y la deformación de un material haciendo uso de métodos experimentales, conocidas como ecuaciones constitutivas o de estado (García Quesada, Tema 1. Introducción. Reología, 2007).
  
- Desarrollar modelos matemáticos o relaciones que establezcan el efecto de parámetros como concentración, estructura, presión, temperatura, etc., en el comportamiento reológico de un material (García Quesada, Tema 1. Introducción. Reología, 2007).

### **Definiciones**

#### **❖ Consistencia**

La consistencia es la propiedad de un material por el cual puede resistir el cambio permanente de forma y es definido por la relación completa de flujo-fuerza. Si es un flujo no-turbulento y la relación de flujo a fuerza es constante, el material se lo dice que es fluido, caso contrario es plástico. (Bingham, 1930).

#### **❖ Fluido**

Una sustancia la cual es continuamente deformada bajo un esfuerzo cortante finito, siempre y cuando el esfuerzo sea mantenido, específicamente un gas o un líquido. (Bingham, 1930).

### ❖ **Fluidez**

La medida de la tasa con la cual un fluido es deformado continuamente por un esfuerzo cortante, la propiedad de fluir libremente, cuantitativamente la fluidez se mide por la velocidad relativa en centímetros separados por un esfuerzo cortante de una dina por centímetro cuadrado y así llenando el espacio entre los planos con el fluido. La unidad de medida es el *rhe*. (Bingham, 1930).

### ❖ **Plasticidad**

La plasticidad es la propiedad que permite a un material ser deformado permanentemente sin que exista una ruptura bajo la aplicación de presión, siempre que la relación de flujo con la fuerza sea variable. (Bingham, 1930).

### ❖ **Elasticidad**

Cuando las sustancias han sido comprimidas tienden a recuperar su volumen tan pronto como la compresión es retirada, todos los fluidos tienen una perfecta elasticidad de volumen, la elasticidad de forma se refiere al retorno espontáneo de una sustancia después de ser deformada a su forma anterior.

Una sustancia es altamente elástica cuando es fácilmente deformable y se recupera rápido, es decir depende de la cantidad de deformación o de recuperación. (Bingham, 1930).

### ❖ **Cohesión**

La fuerza, en origen molecular y tal vez el resultante de las atracciones y repulsiones entre las cargas eléctricas, lo que causa que las partículas de una sustancia se

atraigan una a la otra y tiendan a pegarse. (latín, *con* y *haereo*, Pegarse Juntas) (Bingham, 1930).

#### ❖ Adhesión

La fuerza la cual causa que las partículas como sustancias diferentes se atraigan la una a la otra y tiendan a pegarse. (latín, *ad* y *haereo*, Juntarse a) (Bingham, 1930).

#### ❖ Velocidad de cizalla (Shear rate, $\dot{\gamma}$ )

La cizalla se define como movimiento de una capa (fluido o material), relativo al de capas adyacentes paralelas (platos). Cuando las capas paralelas o platos están muy cercanas se requiere de un mayor esfuerzo sobre una unidad de material para la deformación, la medida de dicho trabajo es la velocidad de cizalla ( $\dot{\gamma}$ ) y se determina como la velocidad relativa sobre la distancia entre platos ( $h$ ) (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012) (ESPINOSA, 2017).

$$\dot{\gamma} = \frac{v}{h} \quad (1)$$

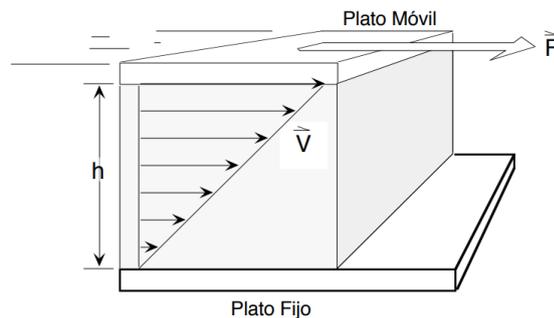
#### ❖ Esfuerzo de corte (Shear stress, $\tau$ )

La fuerza ( $F$ ) cortante esta aplicada a un plato móvil que se encuentra en contacto con la superficie del fluido o material, la medida específica resulta de dividir el total de la fuerza requerida para el total del área aplicada (ESPINOSA, 2017) (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012).

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (2)$$

**Figura 1**

### Flujo de fluido en placas planas.



*Nota:* El gráfico presenta el perfil de velocidad de un fluido entre dos placas paralelas, una fija y otra móvil. Tomado de (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012).

#### ❖ Esfuerzo de fluencia (Yield stress, $\tau_y$ )

Se entiende de forma general al esfuerzo de fluencia, como el esfuerzo con el que el material comienza a moverse. En el caso de los fluidos es el punto en el cual comienza a fluir pues su viscosidad ha descendido desde un valor muy grande, sin embargo, con el avance tecnológico se ha demostrado que a muy bajas velocidades de cizalla los fluidos no presentan esfuerzo de fluencia al utilizar reómetros de esfuerzo controlado, capaces de aplicar bajas tensiones y medir cizallas muy pequeñas, convirtiéndose en una discusión sobre su verdadera existencia (Rosales & Hernandez, 2010) (Barnes, 1999).

#### ❖ Viscosidad (Viscosity, $\eta$ )

Se conoce a la viscosidad como la resistencia del material (fluido) a fluir, la viscosidad y la forma en la que es afectada por distintos factores como: temperatura, presión, velocidad de cizalla, concentración, tiempo, etc., estableciendo una diferenciación de los fluidos en dos principales grupos: fluidos Newtonianos y No-Newtonianos (Polímeros, 2002).

## Fluidos Newtonianos

Isaac Newton estableció su ley de viscosidad en 1687 considerando el flujo de un fluido en el cual existe un gradiente de velocidad al aplicarse una fuerza sobre una superficie generando así un esfuerzo cortante, como se observa en la figura 1, el fluido se encuentra entre dos placas paralelas.

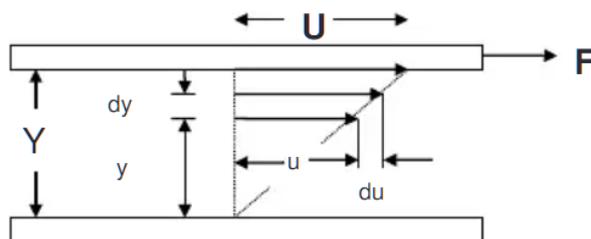
Newton estableció que la relación entre el esfuerzo aplicado y el gradiente de velocidad es directamente proporcional a la constante que relaciona a ambos es la viscosidad ( $\eta$ ).

$$\tau = \eta \frac{du}{dy} \quad (3)$$

Sin embargo, esta ley se aplica a los fluidos considerados ideales como el agua, en la realidad son pocos los fluidos que se pueden considerar Newtonianos (Domingo, 2011) (ESPINOSA, 2017).

**Figura 2**

*Gradiente de velocidad entre placas paralelas.*



*Nota:* Gradiente de velocidad  $U$  de un fluido entre placas paralelas, una fija y otra móvil. Tomado de (Marcano. 2016).

### **Fluidos No-Newtonianos**

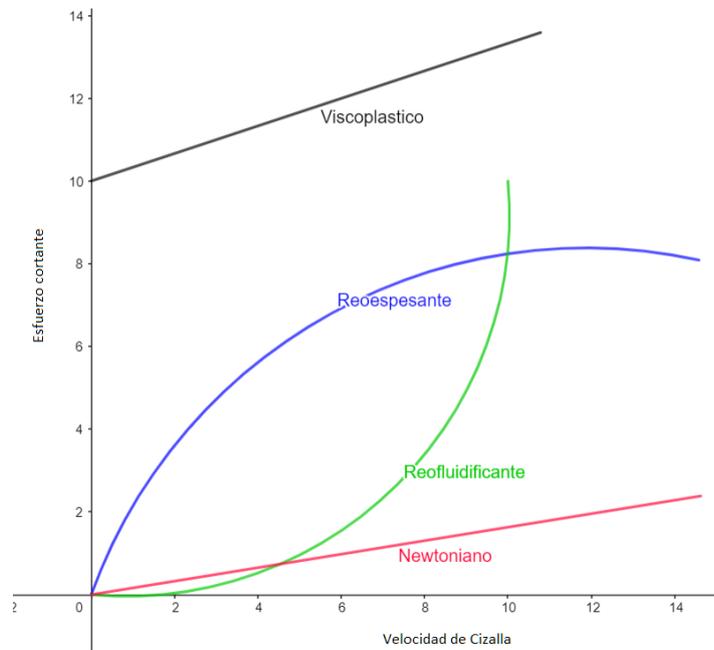
Son todos aquellos fluidos que no cumplen la ley de Newton. La relación de esfuerzo con la velocidad de deformación no es lineal, este es el comportamiento más común de los fluidos y materiales.

La viscosidad es entonces un parámetro dependiente de las condiciones de trabajo que aparte de la temperatura, presión, etc, también es dependiente de la deformación del propio material y del tiempo. Los fluidos no newtonianos presentan algún tipo de microestructura que tiene influencia directa con la viscosidad del material.

Los fluidos han sido clasificados de acuerdo al tipo de respuesta o comportamiento observado al realizar experimentación con los mismos, se debe aclarar que no es raro observar más de un tipo de comportamiento en una misma muestra de ensayo (ESPINOSA, 2017) (Domingo, 2011).

### **Figura 3**

*Gráfica Esfuerzo vs Velocidad de cizalla de distintos comportamientos observados en fluidos.*



*Nota:* La gráfica presenta respuestas típicas de esfuerzo vs velocidad de cizalla de los distintos comportamientos encontrados en fluidos. Elaboración propia.

### **Reo-fluidificante (Shear Thinning)**

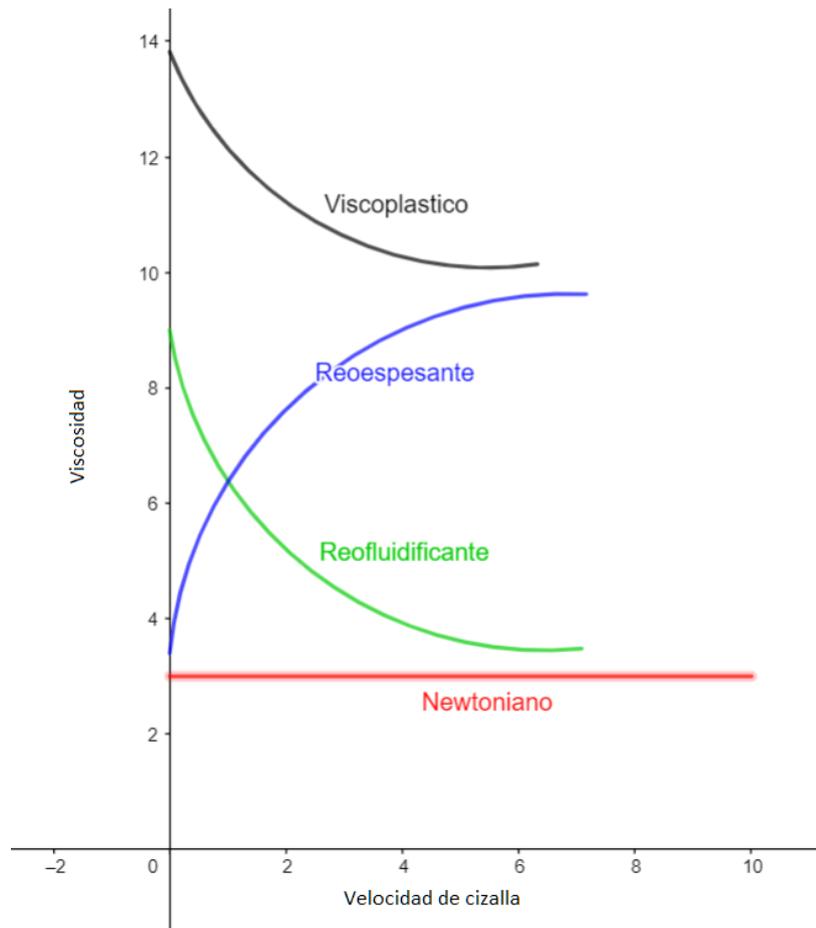
Estos fluidos presentan una disminución de la viscosidad al aumentar la velocidad de cizalla a la que es sometido como se observa en la figura 3, también se le llama a esto “adelgazamiento por cizalla”.

Este tipo de comportamiento es evidenciado en la mayoría de fluidos no Newtonianos, podemos poner como ejemplo lodos, soluciones de polímeros, emulsiones, biológicos, etc.

Tanto para este como para otros comportamientos podemos asociar distintos modelos matemáticos propuestos (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012):

### **Figura 4**

*Gráfica Viscosidad vs velocidad de cizalla de distintos comportamientos observados en fluidos.*



*Nota:* La gráfica presenta respuestas típicas de viscosidad vs velocidad de cizalla de los distintos comportamientos encontrados en fluidos. Elaboración propia.

❖ Modelo de Ostwald – de Waele o Ley de Potencia

$$\tau = K * \dot{\gamma}^n \quad (4)$$

$$\eta = K * \dot{\gamma}^{n-1} \quad (5)$$

Donde:

$K$ : se conoce como índice de consistencia

$n$ : índice de comportamiento

Ambos parámetros dependen de la naturaleza del fluido y condiciones de medición, para valores de  $n = 0$  la ley de potencia pasa a ser la ley de viscosidad de Newton, para valores  $n < 1$  se considera un fluido reo-fluidificante y para  $n > 1$  se lo considera reo-espesante (shear-thickening) (ESPINOSA, 2017).

#### ❖ Modelo de Carreau

Este modelo establece un comportamiento newtoniano cuando se trabaja con velocidades de deformación bajas, pero a mayores velocidades se asemeja al comportamiento de la ley de potencia. (ESPINOSA, 2017).

$$\tau = \left\{ \eta_{\infty} + (\eta_0 - \eta_{\infty}) \left[ 1 + (\lambda * \dot{\gamma})^2 \right]^{\frac{n-1}{2}} \right\} * (\dot{\gamma}) \quad (6)$$

Donde:

$\eta_{\infty}$ : es la viscosidad aparente a altas tasas de cizallamiento, plato newtoniano a alta velocidad de corte (Pa\*s).

$\eta_0$ : es la viscosidad aparente a bajas tasas de cizallamiento, plato newtoniano a baja velocidad de corte (Pa\*s).

$\lambda$ : tiempo de relajación (s).

$n$ : índice de comportamiento.

#### ❖ Modelo de Robertson – Stiff

$$\tau = a * (\dot{\gamma} + k)^b \quad (7)$$

Donde:

a y b: son parámetros propios del modelo, similares a la ley de potencia.

k: corrección de la velocidad de cizalla.

Este modelo fue desarrollado por R. E. Robertson y H. A. Stiff JR. En 1976 en un artículo que establece la utilización del modelo matemático en fluidos de perforación y lodos (lechadas) de cemento, dando “predicciones acertadas y consistentes de esfuerzos cortantes y viscosidades efectivas de los fluidos” usados en el ensayo (Robertson & Stiff, 1976).

#### ❖ Modelo de Sisko

Este modelo puede ser “considerado como generalización del modelo de potencia”, pues bajo condiciones propias del fluido y de la experimentación, este puede presentar varios tipos de comportamiento (Venegas, 2017) (Arias, Andaverde, Santoyo, & Urquiza, 2009).

$$\tau = (\eta_{\infty} + K * \dot{\gamma}^{n-1}) * \dot{\gamma} \quad (8)$$

Donde:

$K$ : se conoce como índice de consistencia

$n$ : índice de comportamiento

$\eta_{\infty}$ : es la viscosidad aparente a altas tasas de cizallamiento, plato newtoniano a alta velocidad de corte (Pa\*s)

### ❖ Modelo de Cross

$$\tau = \{\eta_{\infty} + (\eta_0 - \eta_{\infty})[1 + (\alpha * \dot{\gamma})^2]^{-2/3}\} * (\dot{\gamma}) \quad (9)$$

Donde:

$\alpha$ : constante asociada a la ruptura de enlaces.

$\eta_{\infty}$ : es la viscosidad aparente a altas tasas de cizallamiento, plato newtoniano a alta velocidad de corte (Pa\*s).

$\eta_0$ : es la viscosidad aparente a bajas tasas de cizallamiento, plato newtoniano a baja velocidad de corte (Pa\*s)

### **Reo-espesante (Shear Thickening)**

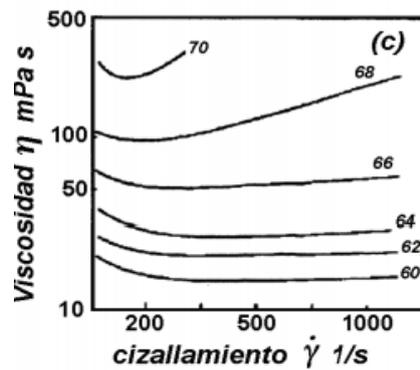
Son aquellos que al contrario de los reo-fluidificantes, estos aumentan su viscosidad con el aumento de la velocidad de cizalla, este comportamiento es mucho menos común que el anterior.

A pesar de ser un comportamiento diferente, este puede ser modelado con modelos matemáticos ya mencionados, como: modelo de Ostwald, modelo de Sisko, modelo de Carreau, modelo de Robertson – Stiff, esto gracias a que en dichos modelos el cambio radica en el exponente de la velocidad de cizalla o también llamado índice de comportamiento ( $n$ ).

Algunos fluidos reo-espesantes son: arena mojada, suspensiones concentradas de almidón, suspensión de partículas de arcilla des floculada (figura 4). (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012).

**Figura 5**

*Gráfica de suspensiones de arcilla des floclada a distintas concentraciones de sólidos.*



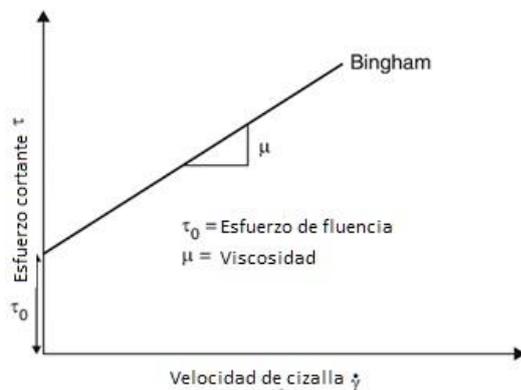
*Nota:* Tomado de (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012).

### Viscoplastico

En el comportamiento viscoplastico se puede apreciar la existencia del llamado “esfuerzo de fluencia”, este es un valor de esfuerzo umbral en el cual se considera (gracias a la observación y la capacidad de medición del equipo) que el fluido comienza a fluir, es decir que bajo dicho valor de esfuerzo el material estudiado no posee un comportamiento viscoso sino más bien uno elástico (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012). Algunos fluidos viscoplasticos son: espumas, pastas, cerámicos, aceites, lechadas, etc. (Farina & Fusi, 2018).

**Figura 6**

*Representación del modelo de Bingham.*



*Nota:* La gráfica representa el modelo matemático de Bingham usado en fluidos viscoplásticos (Farina & Fusi, 2018).

Es importante mencionar que este comportamiento se ha establecido en base a los resultados obtenidos, sin embargo, a medida que se da el avance tecnológico, las capacidades de medición de los instrumentos mejora notablemente y ha puesto en discusión la verdadera existencia del esfuerzo de fluencia en los fluidos.

Varios modelos matemáticos que consideran la existencia de un esfuerzo de fluencia son:

#### ❖ Modelo de Bingham

El modelo de Bingham establece un fluido que después de superar el esfuerzo umbral, este se comporta como un fluido newtoniano.

$$\tau = \tau_y + \eta_p * \dot{\gamma} \quad (10)$$

Donde:

$\eta_p$ : viscosidad plástica

$\tau_y$ : esfuerzo de fluencia

#### ❖ Modelo de Bingham modificado

Esta modificación al modelo original de Bingham se realiza con el propósito de modelar un fluido con comportamiento reo-espesante o reo-fluidificante después de superar el esfuerzo de fluencia. (ESPINOSA, 2017)

$$\tau = \tau_y + \eta_p * \dot{\gamma} + c * \dot{\gamma}^2 \quad (11)$$

Donde:

$\eta_p$ : viscosidad plástica

$\tau_y$ : esfuerzo de fluencia

$c$ : constante de segundo orden para establecer comportamiento reo-espesante o reo-fluidificante

#### ❖ Modelo de Herschel-Bulkley

El siguiente modelo establece la combinación del primer modelo de Bingham con el conocido modelo de Ostwald, estableciendo un modelo para fluidos viscoplásticos reo-fluidificantes o reo espesantes. (ESPINOSA, 2017) (Venegas, 2017)

$$\tau = \tau_y + \eta_p * \dot{\gamma}^n \quad (12)$$

Donde:

$K$ : se conoce como índice de consistencia

$n$ : índice de comportamiento

$\eta_p$ : viscosidad plástica

#### ❖ Modelo de Casson

Establecido para suspensiones de aceite de pigmento del tipo de tinta de impresión en 1959, este modelo ha sido utilizado en procesamiento de chocolate, espumas, jarabes y otros derivados. (Hussanan, Salleh, Khan, & Tahar, 2017)

$$\sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_y} + \sqrt{\eta_p * \dot{\gamma}} \quad (13)$$

Donde:

$\eta_p$ : viscosidad plástica

$\tau_y$ : esfuerzo de fluencia

### **Visco elástico**

El fluido visco elástico es aquel que presenta o posee propiedades viscosas de fluidos y también elásticas de sólidos (Polímeros, 2002). Algunos fluidos que presentan dichas propiedades son: emulsiones altamente concentradas, geles, pastas, polímeros, etc. (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012)

El origen del comportamiento viscoelástico radica en la estructura interna del material ya que esta posee la capacidad de almacenar energía cuando es deformado para luego ser liberada y regresar a estado previo; sin embargo, si la deformación alcanza un valor crítico la configuración interna no lo resiste y cede produciéndose el flujo como un fluido viscoso. (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012)

Este comportamiento es responsable de efectos tales como: memoria del fluido en el cual la estructura interna del material sostiene el esfuerzo aplicado sobre el mismo un periodo de tiempo después de que el esfuerzo externo sobre el material haya dejado de aplicarse, este tiempo es conocido como “tiempo de relajamiento”, así materiales como el llamado “Silly Putty” que al ser deformado y

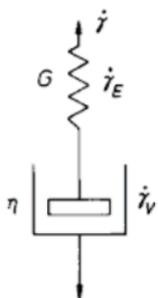
liberado, realiza por si sólo un flujo en dirección opuesta a la deformación original para disminuir el esfuerzo interno del material. (Morrison, 2001)

El modelo matemático de Maxwell, establece una descripción simple del comportamiento viscoelástico lineal de un fluido (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012), el modelo resulta de la combinación directa de los comportamientos elástico y viscoso en una ecuación constitutiva.

El comportamiento elástico representado utilizando la ley de Hooke y el viscoso utilizando la ley de viscosidad de Newton; se utiliza entonces un sistema en serie de resorte y amortiguador como se observa en la figura 7 (García Quesada, Tema 3. Viscoelasticidad, 2008).

**Figura 7**

*Representación de modelo de Maxwell.*



*Nota:* El modelo consta de un resorte con su respectiva constante elástica y un amortiguador al que le corresponde una constante viscosa, ambos elementos en serie. Tomado de (García Quesada, Tema 3. Viscoelasticidad, 2008)

$$\tau + \lambda * \frac{d\tau}{dt} = \eta * \dot{\gamma} \quad (14)$$

Donde:

$\tau$ : es el esfuerzo que por la configuración del sistema es:  $\tau = \tau_E = \tau_V$

$\dot{\gamma}$ : es la tasa de corte y es  $\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_v + \dot{\gamma}_\epsilon$

$\lambda$ : es el tiempo de relajación y es  $\lambda = \eta/G$

$G$ : es el módulo de elasticidad

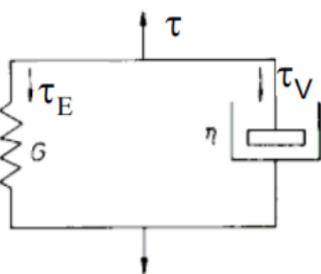
$\eta$ : es la viscosidad aparente

Ya que el modelo considera un fluido con viscoelasticidad lineal, no puede representar en su gran mayoría a estos fluidos. En su gran mayoría, los materiales como: pastas, shampoo, pinturas y algunos alimentos, presentan un comportamiento no lineal pues el efecto elástico de “resorte” es muy elevado, dando lugar a efectos talos como: hinchamiento en la extrusión, efecto Weissenberg (rod-climbing). (García Quesada, Tema 3. Viscoelasticidad, 2008).

Otro modelo similar que considera un sistema en paralelo de resorte amortiguador es el modelo de Kelvin-Voigt, figura 8. (ESPINOSA, 2017).

### Figura 8

*Representación de modelo de Kelvin-Voigt.*



*Nota: La disposición del resorte y el amortiguador es en paralelo. Tomado de (García Quesada, Tema 3. Viscoelasticidad, 2008)*

$$\tau = G * \gamma + \eta * \dot{\gamma} \quad (15)$$

Donde:

$\tau$ : es el esfuerzo que por la configuración del sistema es:  $\tau = \tau_E + \tau_V$

$\gamma$ : es la deformación dependiente del tiempo  $\gamma = \left(\frac{\tau}{G}\right) * \left(1 - e^{-\frac{t}{\lambda}}\right)$

$\dot{\gamma}$ : es la tasa de corte y es  $\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_v = \dot{\gamma}_\varepsilon$

$\lambda$ : es el tiempo de relajación y es  $\lambda = \eta/G$

$G$ : es el módulo de elasticidad

$\eta$ : es la viscosidad aparente

Existen distintos ensayos que permiten la evaluación y observación de la viscoelasticidad del material o fluido de estudio, estos son: relajación de esfuerzos, cedencia de deformación, recuperación de la deformación y los experimentos oscilatorios. (Rojas, Briceño, & Avedaño, 2012)

Los experimentos oscilatorios consisten en aplicar una deformación sinusoidal a la muestra, el esfuerzo resultante tenderá a variar con la misma frecuencia, pero presentando un desfase mediante la aplicación de las ecuaciones que describen el comportamiento (16) y (17) se ha desarrollado una ecuación constitutiva (18) (García Quesada, Tema 3. Viscoelasticidad, 2008).

$$\gamma = \gamma_o * \text{sen}(\omega t) \quad (16)$$

$$\sigma = \sigma_o * \text{sen}(\omega t) \quad (17)$$

$$\sigma = \gamma_o * (G' * \text{sen}(\omega t) + G'' * \text{cos}(\omega t)) \quad (18)$$

Así se ha establecido dos módulos: módulo de almacenamiento o módulo elástico  $G'$  y módulo de pérdida o módulo viscoso  $G''$ . El módulo  $G'$  está relacionado con la capacidad del material de absorber energía, mientras que el  $G''$  con la

capacidad del material para disipar energía (García Quesada, Tema 3. Viscoelasticidad, 2008).

### **Dependencia del Tiempo**

El estudio de la dependencia del tiempo del comportamiento de los fluidos es de gran interés en el área industrial pues está presente en muchos productos de consumo como: alimentos (yogurt, salsa de tomate, miel, etc.), productos para uso industrial (lodos de perforación, pinturas, hormigones, etc.) (Mewis & Wagner, 2009)

### **Tixotrópico**

Tixotropía es: “El decremento continuo de la viscosidad en el tiempo cuando un flujo es aplicado a una muestra previamente en reposo y la recuperación de la viscosidad en el tiempo cuando el flujo es interrumpido”. El efecto de tixotropía debe ser reversible tal y como se menciona en su definición.

Las partículas reconstruyen su estructura al formar enlaces cada vez más fuertes y en mayor número cuando el fluido es sometido a velocidades de cizalla cada vez menores o en reposo; sin embargo, esos enlaces son lo suficientemente débiles para romperse por esfuerzos mecánicos durante el flujo. (Mewis & Wagner, 2009)

### **Anti tixotrópico**

El opuesto de la tixotropía, anti tixotropía, establece el aumento reversible y en el tiempo de la viscosidad como se observa en la figura 9. Se puede distinguir la tixotropía y anti tixotropía en fluidos reo-espesantes (shear-thickening) y reo-

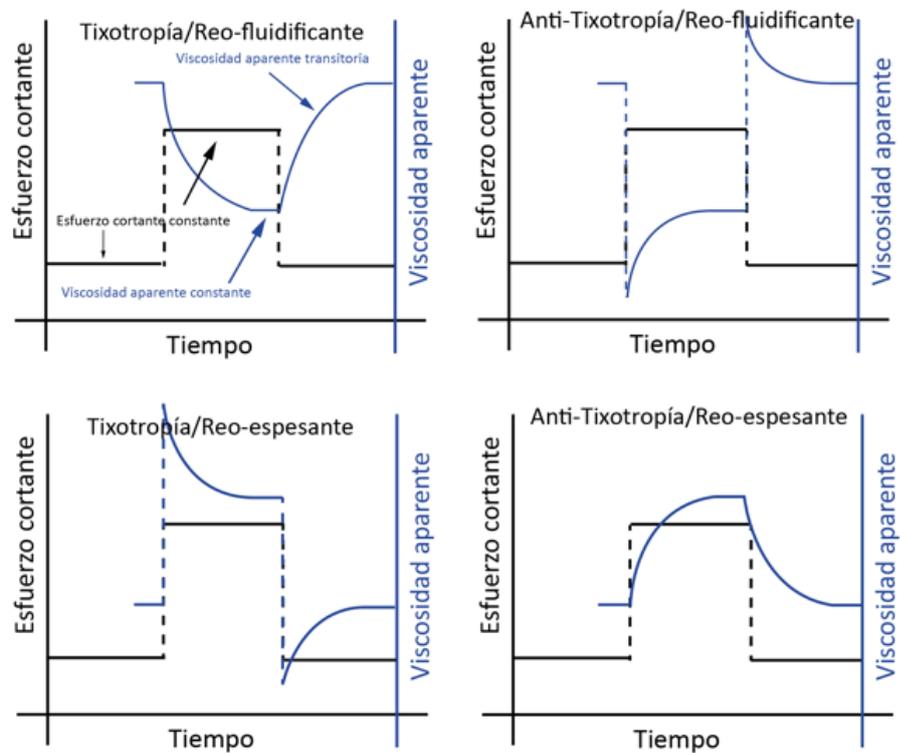
fluidificantes (shear-thinning), considerando flujos fluidos netamente viscosos.

(Hernandez, Toro, & Flor, 2020)

Es común pensar que los únicos comportamientos posibles serían: tixotrópico/shear-thinning y anti tixotrópico/shear-thickening. Autores han reportado comportamientos: tixotrópico/shear-thickening (W. H. Boersma, P. J. M. Baets, J. Laven, y H. N. Stein) y anti tixotrópico/shear-thinning (N. Calero, J. Santos, J. Muñoz) en sus respectivos artículos (“Time-dependent behavior and wall slip in concentrated shearthickening dispersions) y (Methodology to estimate the yield stress applied to ultraconcentrated detergents as model systems). (Hernandez, Toro, & Flor, 2020)

### Figura 9

*Respuesta de la viscosidad dependiente del tiempo (tixotrópico y anti tixotrópico). de fluidos reo fluidificantes (shear-thinning) y reo espesantes (shear-thickening).*



*Nota:* La gráfica presenta la respuesta de la viscosidad en dependencia del tiempo (tixotropía o anti tixotropía) en un fluido reo fluidificante y reo espesante, la muestra de material es sometida a saltos de esfuerzo o de velocidad de cizalla. Tomado de (Hernandez, Toro, & Flor, 2020).

### **Reometría**

Es la medición de las funciones y propiedades reológicas de un material, para ello se diseñan y establecen experimentos que permitan producir cinemática prescrita en la función del material, después se realizara la medición de los parámetros como esfuerzo, viscosidad, etc, necesarios para establecer la función del material. (Morrison, 2001)

El equipo principal de medición es el reómetro, el cual utiliza geometrías conformada por una parte fija y otra parte móvil, la parte móvil realiza un movimiento rotacional sobre el material de estudio, la rotación se realizará ya sea a una velocidad de cizalla establecida o a un torque establecido por el usuario.

(ESPINOSA, 2017)

Permitiendo así dos modos de ejecución del ensayo:

- Velocidad de cizalla controlada / Controlled shear rate (CSR)
- Esfuerzo de cizalla controlado / Controlled shear stress (CSS)

Las partes móviles y fijas del reómetro pueden tener distintas geometrías dependiendo del material que se desea estudiar, las distintas geometrías usadas son:

- I. Geometría de plato – plato

Es la geometría más simple para las mediciones realizadas en el reómetro, consiste en dos platos paralelos de los cuales el plato superior gira cizallando al material, ver figura 10.

La distancia entre los platos es conocida como Gap (brecha).

Dicha geometría no puede ser utilizada para mediciones de fluidos poco viscosos, además los parámetros como velocidad de deformación y esfuerzo, estudiados en esta geometría presentan una dependencia de la posición radial en la geometría. (Morrison, 2001) (ESPINOSA, 2017)

Para la geometría plato-plato:

$$\tau = \frac{2*T}{\pi*R^3} * \frac{1}{4} * \left[ 3 + \frac{d \ln(T/2\pi R^3)}{d \ln(\dot{\gamma})} \right] \quad (19)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{r*\Omega}{H} \quad (20)$$

$$\eta = \frac{2*T}{\pi*R^3*\dot{\gamma}} * \frac{1}{4} * \left[ 3 + \frac{d \ln(T/2\pi R^3)}{d \ln(\dot{\gamma})} \right] \quad (21)$$

Donde:

$R$ : radio

$T$ : torque

$\tau$ : esfuerzo cortante

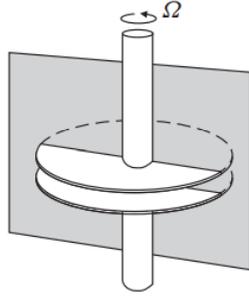
$H$ : gap (brecha)

$\dot{\gamma}$ : velocidad de cizalla

$\Omega$ : velocidad angular de plato superior

## Figura 10

*Geometría Plato-Plato.*



*Nota:* Geometría de platos paralelos uno fijo y otro móvil, usado con materiales moderadamente viscosos, presenta defecto de que el esfuerzo es función del radio.

Tomado de (Morrison, 2001)

## II. Geometría cono – plato

Como se observa en la figura 11, la geometría del plato superior es un cono con una ligera inclinación lo cual resuelve el problema presentado por la geometría plato-plato de dependencia del radio de la velocidad y del esfuerzo. Al igual que la geometría plato-plato no se pueden utilizar fluidos poco viscosos.

Para la geometría cono-plato:

$$\tau = \frac{3*T}{2*\pi*R^3} \quad (22)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\theta} \quad (23)$$

$$\eta = \frac{3*T*\theta}{2*\pi*R^3*\Omega} \quad (24)$$

Donde:

$R$ : radio

$T$ : torque

$\tau$ : esfuerzo cortante

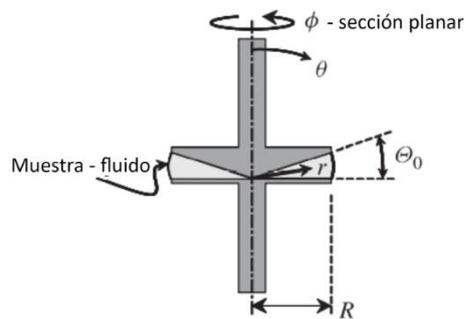
$\theta$ : ángulo del cono

$\dot{\gamma}$ : velocidad de cizalla

$\Omega$ : velocidad angular de plato superior

**Figura 11**

*Geometría Cono-Plato.*



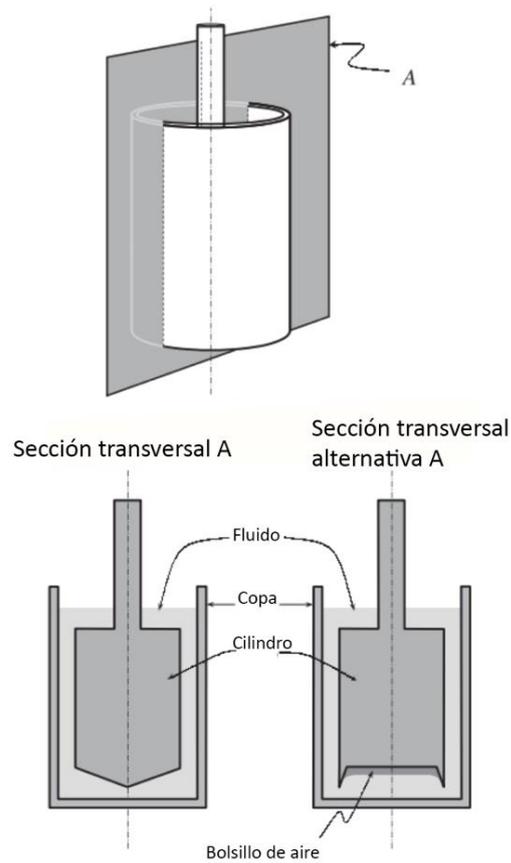
*Nota:* Geometría de cono y plato, recomendado para la mayoría de materiales, los resultados no son dependientes de la posición radial. Tomado de (Morrison, 2001)

### III. Geometría de cilindros concéntricos

Geometría utilizada para fluidos con bajas viscosidades, como se observa en la figura 12 pueden existir 2 variaciones en la forma del cilindro interno (Bob), requiere mayor cantidad del material de estudio en comparación con las geometrías de plato-plato y cono-plato. (Morrison, 2001)

**Figura 12**

*Geometría de cilindros concéntricos.*



*Nota:* Geometría de cilindro y copa usado para materiales que por su poca viscosidad no pueden ser ensayados en geometrías como – plato o plato – plato.

Tomado de (Morrison, 2001)

Para la geometría cilindros concéntricos:

$$\tau = \frac{-T}{2 * \pi * R_o^2 * L} \quad (25)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{R_i * \Omega}{R_o - R_i} \quad (26)$$

$$\eta = \frac{-T(R_o - R_i)}{2 * \pi * R_o^2 * L * \Omega} \quad (27)$$

Donde:

$R_o$ : radio cilindro externo (cup)

$R_i$ : radio cilindro interno (bob)

$T$ : torque

$\tau$ : esfuerzo cortante

$L$ : longitud del cilindro externo

$\dot{\gamma}$ : velocidad de cizalla

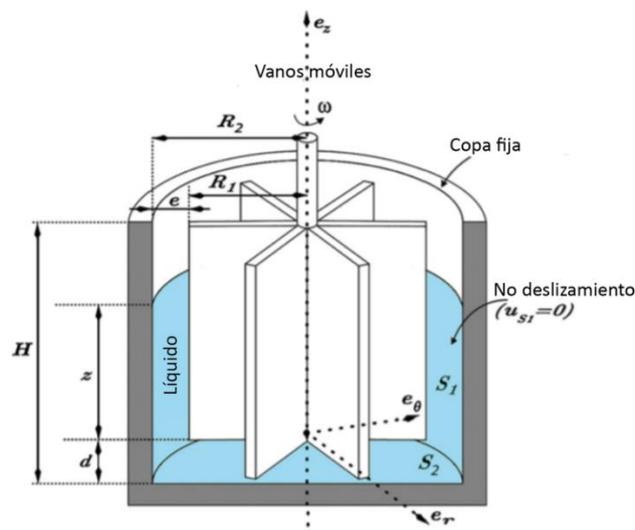
$\Omega$ : velocidad angular de plato superior

#### IV. Geometría de paletas (Vane)

De forma parecida a la geometría de cilindros concéntricos, esta geometría es utilizada para materiales que requieren de mezcla continua por problemas de sedimentación, para evitar el deslizamiento, para materiales con tamaños de partículas superiores (cementos). (ESPINOSA, 2017)

**Figura 13**

*Geometría de cilindros concéntricos.*



*Nota:* La geometría de pales similar es recomendada para materiales que tienden rápidamente a la sedimentación, separación de fases, u otros fenómenos que alteren los resultados obtenidos. Tomado de (Rabia, Yahiaoui, Djabourov, Feuillebois, & Lasuye, 2014)

### Efecto del pH en las propiedades de las soluciones de Bentonita

El pH nos indica una medida de la concentración de iones de hidrógeno que están presentes en una solución. Sus siglas pH representan *potencial de hidrógeno*.

Como se muestra en la Fig. 14 el pH de una solución se lo puede considerar neutro, ácido o alcalino (básico).

**Figura 14**

*Escala de pH.*

	$[H] = 10^{\text{pH}}$	pH = $-\log$ [H]	pOH = 14 - pH	$[OH] = 10^{\text{pOH}}$	
ÁCIDAS	1	0	14	1000000000000000	ÁCIDAS
	10	1	13	100000000000000	
	100	2	12	10000000000000	
	1000	3	11	1000000000000	
	10000	4	10	100000000000	
	100000	5	9	10000000000	
	1000000	6	8	1000000000	
NEUTRA	10000000	7	7	10000000	NEUTRA
BÁSICAS	100000000	8	6	1000000	BÁSICAS
	1000000000	9	5	100000	
	10000000000	10	4	10000	
	100000000000	11	3	1000	
	1000000000000	12	2	100	
	10000000000000	13	1	10	
	100000000000000	14	0	1	

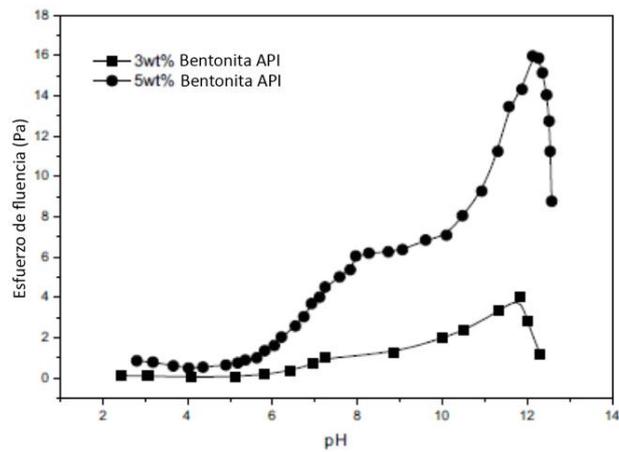
*Nota:* Escala de pH y pOH de materiales ácidos, bases y neutros, además de las cantidades representativas de ion H y ion OH. Tomado de (Contreras & Rokas Pérez, 2016).

Como se puede ver en las figuras 15 y 16 el esfuerzo de fluencia es mayor cuando se tiene un pH alto (entre 8 y 12) especialmente en soluciones de bentonita con concentración de sólidos de 8 wt%. Y el mínimo esfuerzo de fluencia y la

mínima viscosidad fueron observados en un pH de aproximadamente 4, es decir un pH ácido. (Huang, y otros, 2016)

**Figura 15**

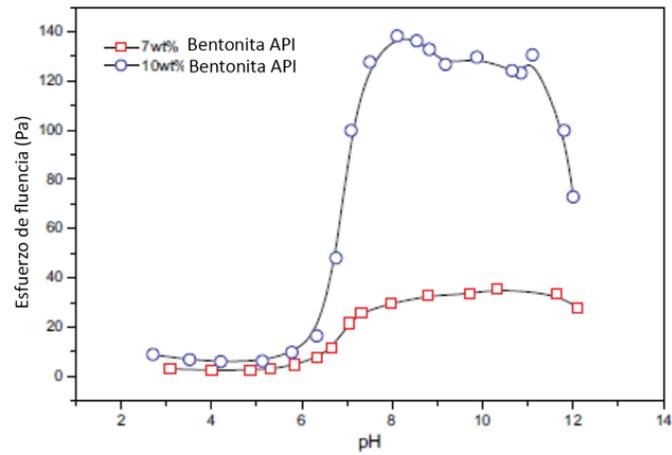
*Comportamiento del esfuerzo de fluencia – pH en suspensiones de bentonita API 3wt% y 5wt%.*



*Nota:* La gráfica presenta el esfuerzo de fluencia (Yield stress) vs pH de soluciones de bentonita API a concentraciones de sólidos de 3% y 5% en peso (wt). Tomado de (Huang, y otros, 2016)

**Figura 16**

*Comportamiento del esfuerzo de fluencia – pH en suspensiones de bentonita API 7wt% y 10 wt%.*



*Nota:* La gráfica presenta el esfuerzo de fluencia (Yield stress) vs pH de soluciones de bentonita API a concentraciones de sólidos de 7% y 10% en peso (wt). Tomado de (Huang, y otros, 2016)

### **Destrucción, reconstrucción y efecto avalancha**

Si el flujo de la suspensión de bentonita es lo suficientemente fuerte, va a destruir la estructura parcialmente, llevando a un decrecimiento de la viscosidad y por lo tanto permitiendo una destrucción de la estructura acelerada (conocido también como efecto avalancha). Mientras que ocurre lo contrario a bajas velocidades de cizalla donde la viscosidad aumenta mientras que la velocidad de cizalla disminuye (Kelessidis, 2008).

### Capítulo 3: materiales y métodos

#### Materiales

##### Bentonita

##### Identificación del producto y datos del fabricante

Nombre comercial:	Bentonita Sódica
Nombre genérico:	Bentonita
Elaborado por:	MINMETEC
Dirección:	Vía a Patamarca 4-141, Cuenca-Ecuador. (ECUAMINERALES, 2019)

##### Identificación del producto y datos del fabricante

Nombre comercial:	Bentonita Sódica
Nombre genérico:	Bentonita
Elaborado por:	MINPUL
Dirección:	Ambato, Ecuador.

##### Composición e información de los componentes

Nombre Químico:	Montmorillonita
Sinónimos:	Bentonita (ECUAMINERALES, 2019)

##### Manipuleo y almacenamiento

Manipulación:	Manipule con cuidado, evitando que se genere el polvo.
Almacenamiento:	Almacenar a temperaturas moderadas, en un área seca y bien ventilada. Guardar en el recipiente original. (ECUAMINERALES, 2019)

**Propiedades físicas y químicas****Apariencia**

Forma: Polvo

Color: beige

Olor: no

**Datos de seguridad**

Punto de evaporación: N/A

Límite inferior de explosión: No explosivo (carente de cualquier estructura química asociada a la explosión).

Inflamabilidad (sólido, gas): No se inflama

Propiedades oxidantes: No hay propiedades oxidantes

Temperatura de auto ignición: Método: DIR 92/69/EEC, Método A.16. Nota: no hay temperatura relativa de autoignición por debajo de 400 ° C

pH (Método: Suspensión acuosa): 8- 11 a 20 °C.

Densidad: 2,5 g/cm<sup>3</sup>

Densidad aparente: 500 - 1.100 Kg/m<sup>3</sup> (ECUAMINERALES, 2019)

**Polvo de Nano partículas de Dióxido de Titanio**

Marca: XFNANO

Estado:	Polvo blanco
Cristal:	Anatase
Pureza:	99.3 wt%
Tamaño de partícula:	5-10 nm

### Agua

Para preparar la solución de bentonita sódica a diferentes concentraciones, se utilizó agua embotellada VIVANT, con las siguientes características:

### Figura 17

*Agua embotellada VIVANT.*



*Nota:* Se usó agua embotellada para asegurar la utilización de agua de la misma calidad en todas las mezclas y evitar impurezas. Tomado de:

<https://www.vivantecuador.com/shop>

### Análisis físico del color

Es aceptable que el agua tenga una coloración de 0.2 como mínimo y máximo 12mg de platino por litro de agua.

Color dentro de los rangos establecidos de 4mg. (ZAMBRANO CENTENO, 2017)

#### **Análisis físico del olor**

Las aguas aceptables para el consumo no deben tener un olor perceptible, el agua VIVANT pasó el análisis de olor. (ZAMBRANO CENTENO, 2017)

#### **Análisis físico del sabor**

Sabor dado por las sales disueltas, el cual arrojó un resultado normal. (ZAMBRANO CENTENO, 2017)

#### **Determinación del pH**

pH agua VIVANT: 6.55

El agua debe tener un pH con valores entre 6.5 y 8.5, lo que significa que está entre neutra y ligeramente alcalina. (ZAMBRANO CENTENO, 2017)

#### **Reactivos para ajustar pH**

Para elevar el pH de una solución, es decir volver alcalina la muestra, se suelen usar bases como el Hidróxido de Sodio (NaOH) más conocido como Soda Cáustica, Óxido de Calcio o conocido como Cal (Cao), Lejía o Hipoclorito de Sodio (NaClO), Carbonato de Sodio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>).

Y para disminuir el pH de una solución, es decir volver ácida la muestra, se puede usar Ácido Clorhídrico (HCl), Ácido Nítrico (HNO<sub>3</sub>) (Cruz, Peng, Farrokhpay, & Bradshaw, 2013).

#### **Equipos**

##### **Agitador Magnético digital de laboratorio con calefacción**

Marca: FAITHFUL

Modelo:	SH-4C
Entrada:	110V/60Hz
Potencia:	600W
Velocidad:	100-2000 rpm
Tamaño de base:	19x19 cm

**Figura 18**

*Agitador magnético digital.*



*Nota:* Agitador magnético marca BIPEE con calefacción en la base, utilizado para la preparación de las muestras. Tomado de: <https://www.fairful.cc/Ceramic-Magnetic-Stirrer-pd6555981.html>

**Balanza**

Marca:	Shimadzu
Modelo:	TW423L
Capacidad:	420 g.
Resolución:	0.001 g.
Tamaño de base:	110 mm

**Figura 19**

*Balanza digital.*



*Nota: Balanza digital de marca SHIMADZU, utilizada para todas las mediciones*

*realizadas tanto de bentonita, agua y nano-partículas de titanio. Tomado de:*

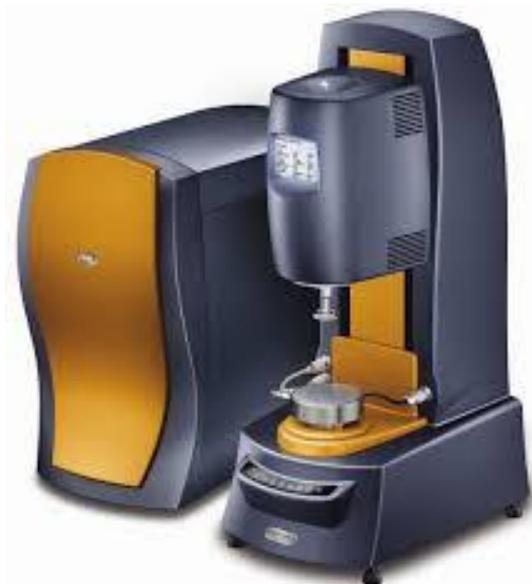
*<https://www.shimadzu.com/an/products/balances/electronic-balances/twtwc-series/index.html>*

### **Reómetro**

Discovery HR-2 TA. Instruments

### **Figura 20**

*Reómetro Discovery Hybrid 2 de TA Instruments.*



*Nota:* El reómetro es el equipo principal y único que permite realizar la totalidad de ensayos propuestos. Tomado de (TA. Instruments, 2016)

### Especificaciones Técnicas

**Tabla 1**

*Especificaciones Técnicas del Reómetro Discovery HR-2.*

<b>Tipo de Rodamiento, Empuje</b>	Magnético
<b>Tipo de Rodamiento, Radial</b>	Carbón Poroso
<b>Diseño del Motor</b>	Copa de Arrastre
<b>Torque Mínimo (nN.m) Oscilación</b>	2
<b>Torque Mínimo (nN.m) Cortante Constante</b>	10
<b>Torque Máximo (mN.m)</b>	200
<b>Resolución del Torque (nN.m)</b>	0.1
<b>Frecuencia Mínima (Hz)</b>	1.0 E-07
<b>Frecuencia Máxima (Hz)</b>	100
<b>Velocidad Angular Mínima (rad/s)</b>	0

<b>Velocidad Angular Máxima (rad/s)</b>	300
<b>Transductor de Desplazamiento</b>	Encoder óptico
<b>Resolución de Desplazamiento (nrad)</b>	10
<b>Tiempo de Paso, Deformación (ms)</b>	15
<b>Tiempo de Paso, Tasa (ms)</b>	5
<b>Fuerza Normal/Axial del Transductor</b>	FRT
<b>Fuerza Normal Máxima (N)</b>	50
<b>Sensibilidad de Fuerza Normal (N)</b>	0.005
<b>Resolución de Fuerza Normal (N)</b>	0.5

*Nota:* Tomado de (TA. Instruments, 2016)

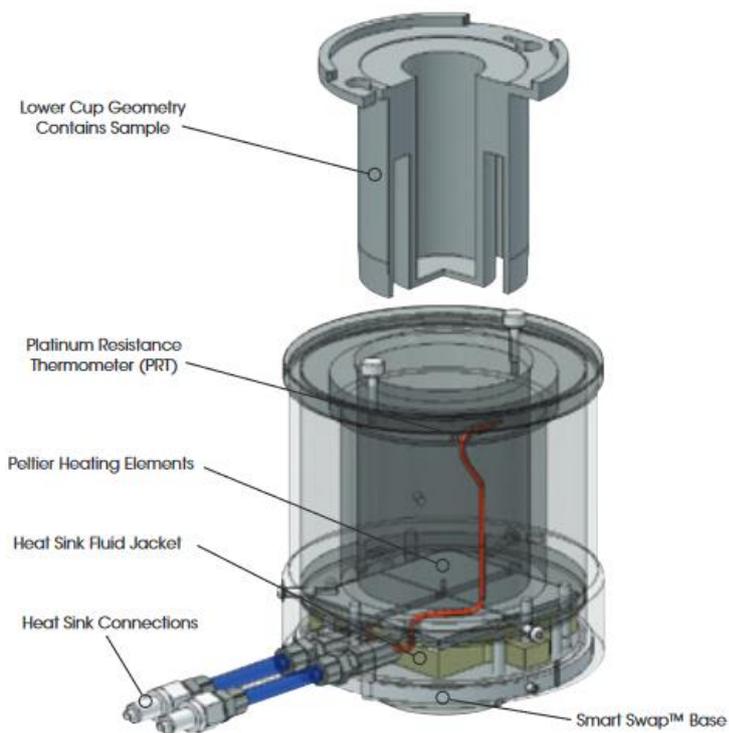
### Geometrías utilizadas en el Reómetro

#### *Geometría de Cilindros Concéntricos*

Diámetro del rotor:	28 mm
Longitud del rotor:	42.04 mm
Diámetro de la copa:	30.4 mm
Brecha de operación:	5917.1 $\mu\text{m}$
Material del rotor:	Acero
Sistema ambiental:	Peltier
Número serial:	104687

**Figura 21**

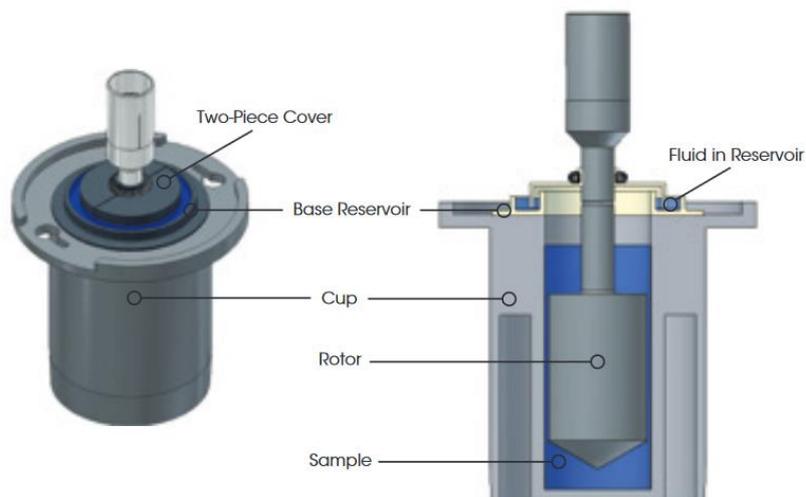
*Sistema de temperatura, Peltier de Cilindros Concéntricos.*



*Nota:* EL sistema de control de temperatura se compone de (de arriba hacia abajo): copa de geometría inferior, termómetro de resistencias de platino, elementos de calentamiento del peltier, chaqueta de fluido disipador de calor, conexión de disipador de calor, base de intercambio inteligente. Tomado de (TA. Instruments, 2018).

**Figura 22**

*Accesorios de los cilindros concéntricos.*



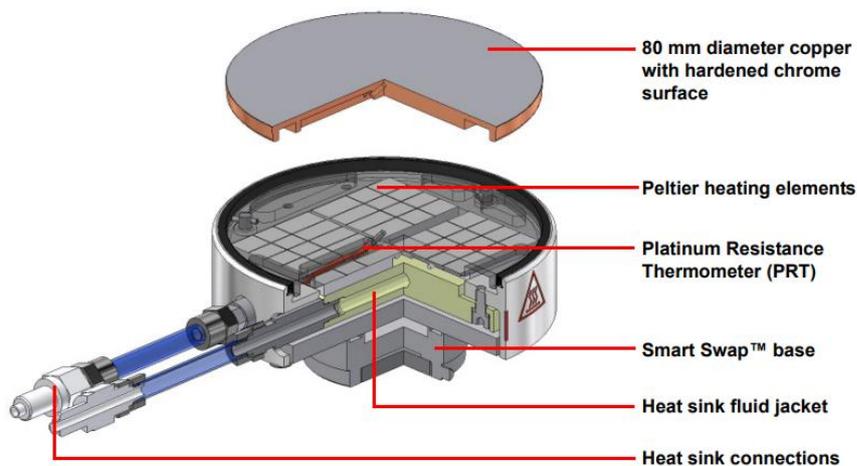
*Nota:* Los accesorios de la geometría son (de arriba hacia abajo): cubierta de dos piezas, fluido en reserva, base de reserva, copa, rotor, muestra. Tomado de (TA. Instruments, 2018).

**Geometría cono - plato**

Diámetro del rotor:	60 mm
Ángulo del cono:	1.99°
Diámetro de la copa:	30.4 mm
Brecha de operación:	20 $\mu$ m
Material del rotor:	Acero
Sistema ambiental:	Peltier
Número serial:	104981

**Figura 23**

*Sistema de temperatura, plato Peltier.*



*Nota:* El sistema de control de temperatura se compone de (de arriba hacia abajo): superficie de cobre con cromo endurecido de 80 mm. de diámetro, elementos de calentamiento de peltier, termómetro de resistencia de platino, base de intercambio inteligente, chaqueta de fluido disipador de calor, conexión de disipador de calor.

Tomado de (TA. Instruments, 2018)

### Preparación de muestras

Para asegurar la homogeneidad de la solución de bentonita sódica en una base acuosa, se probaron algunos procedimientos teniendo de esa manera diferentes resultados.

Para el proceso de mezclado se utilizaron los siguientes equipos:

- Agitador magnético digital de laboratorio con calefacción, BIPEE SH-4C
- Balanza, SHIMADZU TW423L
- Ultrasonido

**CONCENTRACIÓN DE 4% EN PESO.**

**Mezcla 1**

Bentonita: Minerales Pulverizados Minpul S.A.

Mezcla: Agua 2gr  
Bentonita 48 gr

Fases: 1. Mezclado por 30 min a 730 rpm.  
2. Mezclado por 60 min a 300 rpm.

Observaciones: La bentonita se agregó primero y después el agua, lo que provocó que se formen grumos muy grandes impidiendo formar una suspensión homogénea.

**Figura 24**

*Mezcla 1 de solución de agua – bentonita.*



*Nota: Fotografías de solución agua – bentonita.*

**Mezcla 2**

Bentonita: Minerales Pulverizados Minpul S.A.

Mezcla: Agua 1gr  
Bentonita 24 gr

Fases:

1. Mezclado por 30 min a 1000 rpm.
2. Mezclado por 60 min a 300 rpm.
3. Ultrasonido por 30 min.

Observaciones: Se observan impurezas en la muestra, después de 2 horas en reposo no se sedimentó la solución, pero en el lapso de 18 horas se observó un cambio de fase.

### Figura 25

*Mezcla 2 de solución de agua – bentonita.*



*Nota: Fotografías de solución agua – bentonita.*

### Mezcla 3

Bentonita: Minerales Pulverizados Minpul S.A.

Mezcla:

Agua	1gr
Bentonita	24 gr

Fases:

1. Mezclado por 60 min a 1000 rpm.
2. Mezclado por 60 min a 500 rpm.

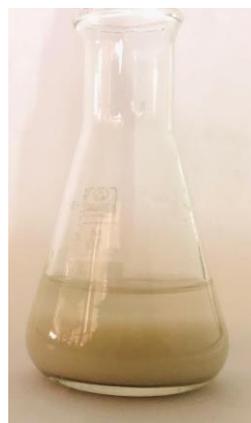
3. Reposo por 20 horas.

4. Mezclado por 30 min a 1000 rpm.

Observaciones: En reposo la humidificación no facilitó la separación de agregados de la manera que se tenía previsto, la muestra se sedimenta incluso después de mezclar nuevamente.

### Figura 26

*Mezcla 3 de solución de agua – bentonita.*



*Nota: Fotografías de solución agua – bentonita.*

### Mezcla 4

Bentonita: Minerales Pulverizados Minpul S.A.

Mezcla:	Agua	6 gr
	Bentonita	144 gr

Fases:

1. Mezclado por 60 min a 1300 rpm.
2. Mezclado por 16 h a 300 rpm.

Observaciones: El recipiente en el que se mezcló es muy grande, por lo que el agitador magnético en comparación a la base del

recipiente es muy pequeño y no logra mezclar de manera adecuada. También se debe tomar en cuenta el tamaño de la muestra. Si la muestra es muy grande como en este caso que existe mucho volumen, así se manejen velocidades altas el proceso de mezclado no es óptimo.

### Figura 27

*Mezcla 4 de solución de agua – bentonita.*



*Nota: Fotografías de solución agua – bentonita.*

### CONCENTRACIÓN DE 8% EN PESO.

#### Mezcla 5

Bentonita: Minerales Pulverizados Minpul S.A.

Mezcla: Agua 2gr  
Bentonita 23 gr

Fases: 1. Mezclado por 60 min a 2000 rpm.  
2. Mezclado por 24 h a 250 rpm.

Observaciones: Se observan impurezas en la muestra. Después de 2 horas en reposo no se sedimentó la solución, pero en el lapso de 18 horas se observó un cambio de fase.

### Figura 28

*Mezcla 5 de solución de agua – bentonita.*



*Nota: Fotografías de solución agua – bentonita.*

### Mezcla 6

Bentonita: Minerales Pulverizados Minpul S.A.

Mezcla: Agua 2gr  
Bentonita 23 gr

Fases: 1. Mezclado por 30 min a 800 rpm.  
2. Mezclado por 6 h a 300 rpm.

Observaciones: Se observan impurezas y aglomerados de bentonita en el fondo del recipiente, se nota que la mezcla rápida tiene que ser de al menos 1 hora.

### Figura 29

*Mezcla 6 de solución de agua – bentonita.*



*Nota: Fotografías de solución agua – bentonita.*

### **Mezcla 7**

Bentonita: Bentonita sódica – MINMETECECUADOR CIA LTDA

Mezcla: Agua 2gr  
Bentonita 23 gr

Fases: 1. Mezclado por 60 min a 540 rpm.  
2. Mezclado por 24 h a 350 rpm.

Observaciones: Mezcla homogénea, se mantiene sin sedimentación después de 2 horas, el nivel de impurezas es mucho menor al que se encuentra en la muestra con la bentonita de MINPUL.

### **Figura 30**

*Mezcla 6 de solución de agua – bentonita.*



*Nota:* Fotografías de solución agua – bentonita.

### Ensayos

Antes de realizar cualquier ensayo es necesario realizar la calibración y puesta a punto del equipo de medición (reómetro), además las muestras deben ser sometidas a una pre-cizalla con el propósito de romper totalmente la estructura actual del fluido y eliminar cualquier tensión interna del mismo y evitar errores en la medición por cualquier efecto debido a las propiedades visco elásticas que puede tener el fluido.

Se utilizó como referencia la norma API Specification 13<sup>a</sup>, para establecer la velocidad de cizalla de ensayos equivalente a los 600 rpm que especifica la norma ya mencionada y mediante los siguientes cálculos se establecerá la velocidad de cizalla y si la muestra utilizada alcanzará la turbulencia.

$$B_d = 28 \text{ mm} = 0.028 \text{ m}$$

$$C_d = 30.4 \text{ mm} = 0.0304 \text{ m}$$

$$\omega = 600 \text{ rpm}$$

$$\rho = 873 \frac{kg}{m^3}$$

$$\eta = 0.007822 Pa * s$$

$$\omega = 600 rpm * \frac{2\pi \frac{rad}{rev}}{60 \frac{seg}{min}} = 62.83 \frac{rad}{s}$$

$$B_r = \frac{B_d}{2} = 0.014 m$$

$$C_r = \frac{C_d}{2} = 0.0152 m$$

$$\dot{\gamma} = B_r * \frac{\omega}{C_r - B_r} = 0.014 m \frac{62.83 \frac{rad}{s}}{0.0152 m - 0.014 m} = 733.038 S^{-1}$$

$$v = \omega * B_r = 62.83 \frac{rad}{s} * 0.014 m = 0.88 \frac{m}{s}$$

$$d = C_r - B_r = 0.0012 m$$

$$Re = \frac{\rho * d * v}{\eta} = \frac{873 \frac{kg}{m^3} * 0.0012 m * 0.88 \frac{m}{s}}{0.007822 Pa * s} = 117.811$$

Por el número de Reynolds calculado menor a 10000, podemos decir que el flujo es laminar.

### Número de ensayos

El método estadístico para establecer el número de ensayos se basa en el análisis de los errores obtenidos durante la experimentación, estableciendo como base un mínimo de 3 repeticiones para cada ensayo, obteniendo un total de 192 experimentos a realizar. El límite de los errores relativos porcentuales tolerables es del 10% para la investigación en curso.

### Límite de reversibilidad

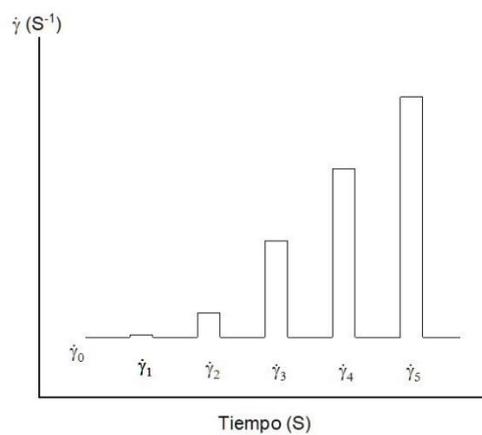
Con el propósito de garantizar que no existan cambios en las propiedades del fluido se realizará un ensayo para establecer hasta qué punto o valor de velocidad de cizalla puede ser sometida la muestra.

Se procede entonces a realizar el ensayo de límite de reversibilidad el cual consiste en dar saltos a velocidades de cizalla cada vez mayores y regresarlas a una velocidad de cizalla baja ( $1 \text{ S}^{-1}$ ) permitiendo que este alcance el equilibrio (ver figura 31)

Si la muestra es capaz de recuperar hasta el 90 % de su viscosidad entonces se ha alcanzado el límite de reversibilidad (Rosales & Hernandez, 2010).

**Figura 31**

*Ensayo de límite de reversibilidad.*



*Nota:* Representación del ensayo propuesto para establecer si existen o no cambio de propiedades del material en el rango de deformación que será aplicada durante los ensayos posteriores. Elaboración propia.

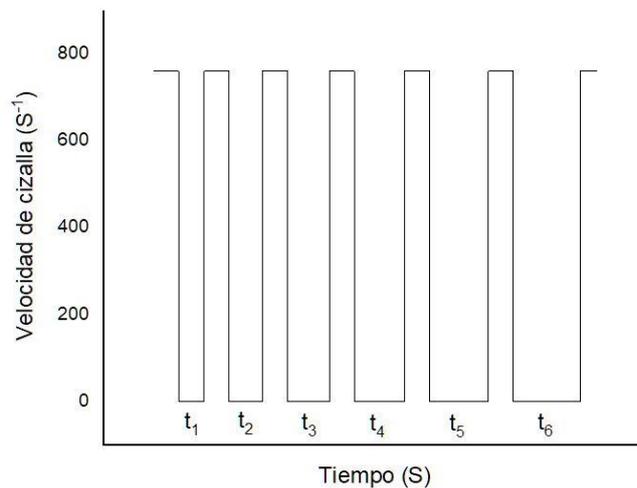
### Tiempo de reposo

Para la caracterización tixotrópica el tiempo de reposo es un parámetro necesario para las pruebas step-up (saltos hacia arriba) y step-down (saltos hacia abajo), para permitir la reconstrucción de la estructura se deja la muestra en reposo.

Existe un límite para esta reconstrucción de la microestructura, este tiempo en el cual la microestructura se ha reconstruido totalmente se puede encontrar observando y midiendo la respuesta de la muestra (esfuerzo) a la tasa de cizallamiento máxima para distintos tiempos de reposo ( $t_1, t_2, t_3, \dots$ ) o midiendo el tiempo en el cual la viscosidad alcanza un estado estacionario cuando se somete la muestra a velocidades de cizalla muy cercanas al reposo. (Rosales & Hernandez, 2010).

### Figura 32

*Ensayo de tiempo de reposo.*



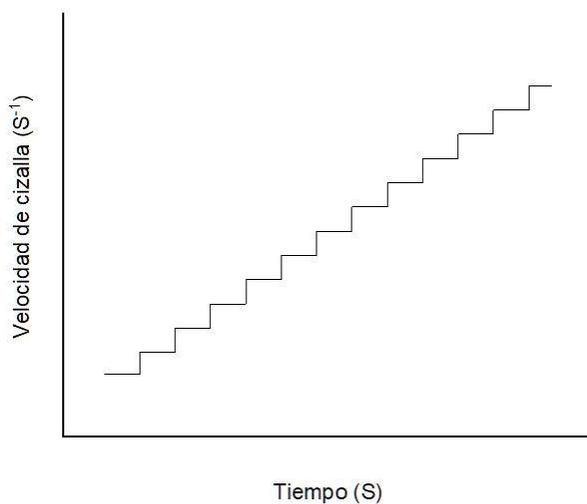
*Nota:* Representación del ensayo propuesto para establecer el tiempo mínimo para la reconstrucción total de la estructura del material. Elaboración propia.

### Curva de flujo estacionario (CFE)

La CFE se elabora al someter a la muestra a incrementos/decrementos de velocidad de cizalla, entre 0.01 y 760  $s^{-1}$  para la geometría de cilindros concéntricos y entre 0.1 y 1800  $s^{-1}$  para la geometría de cono plato, durante un periodo de tiempo prudente que permita alcanzar valores estacionarios a cada valor de cizalla. Y medir el cambio tanto en el esfuerzo de cizalla como en la viscosidad de la muestra

### Figura 33

*Ensayo de flujo estacionario.*



*Nota:* El tiempo entre los saltos de velocidad de cizalla, se establecen durante el ensayo considerando el tiempo en el que la muestra adquiere la estructura correspondiente a dicha velocidad. Elaboración propia.

### Dependencia del tiempo

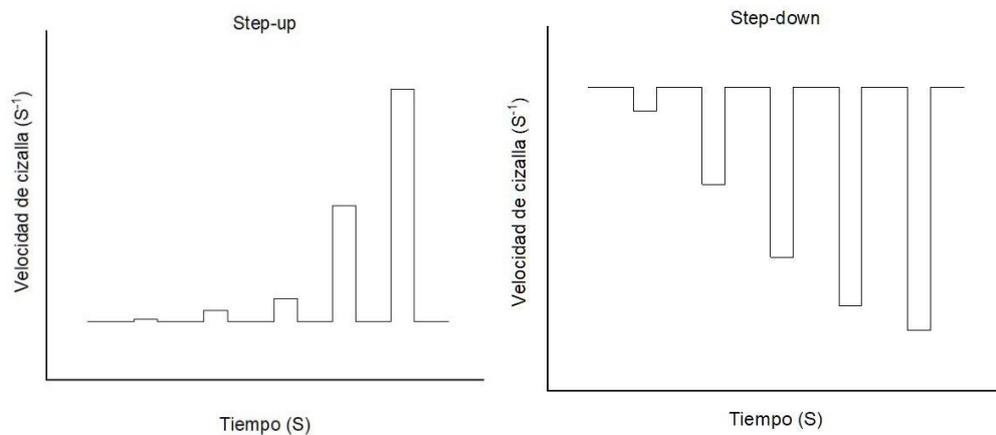
El comportamiento dependiente del tiempo de las muestras se analizará mediante experimentos de saltos hacia arriba (step-up) para romper la estructura de la muestra, y saltos hacia abajo (step-down) de velocidades de cizalla con tiempos

de reposo intermedios permitiendo la reconstrucción del material (Rosales & Hernández, 2006).

Al usar la geometría de cilindros concéntricos los saltos hacia arriba se realizarán a velocidades de cizalla de (2.3 s<sup>-1</sup>, 23.6 s<sup>-1</sup>, 236 s<sup>-1</sup>, 945 s<sup>-1</sup>, 1800 s<sup>-1</sup>), mientras que los saltos hacia abajo con cizallas de (600 s<sup>-1</sup>, 400 s<sup>-1</sup>, 100 s<sup>-1</sup>, 50 s<sup>-1</sup>, 10 s<sup>-1</sup>, 1 s<sup>-1</sup>, 0.1 s<sup>-1</sup>). Al usar la geometría de cono plato los saltos hacia arriba se realizarán a velocidades de cizalla de (1 s<sup>-1</sup>, 10 s<sup>-1</sup>, 100 s<sup>-1</sup>, 400 s<sup>-1</sup>, 760 s<sup>-1</sup>), mientras que los saltos hacia abajo con cizallas de (1800 s<sup>-1</sup>, 1400 s<sup>-1</sup>, 945 s<sup>-1</sup>, 236 s<sup>-1</sup>, 23.6 s<sup>-1</sup>, 2.3 s<sup>-1</sup>, 0.3 s<sup>-1</sup>)

**Figura 34**

*Ensayo Step-Up y Step down.*



*Nota:* Representación del ensayo de saltos hacia arriba (step-up) y saltos hacia abajo (step-down). Elaboración propia.

### **Oscilatorios (estudio de visco elasticidad)**

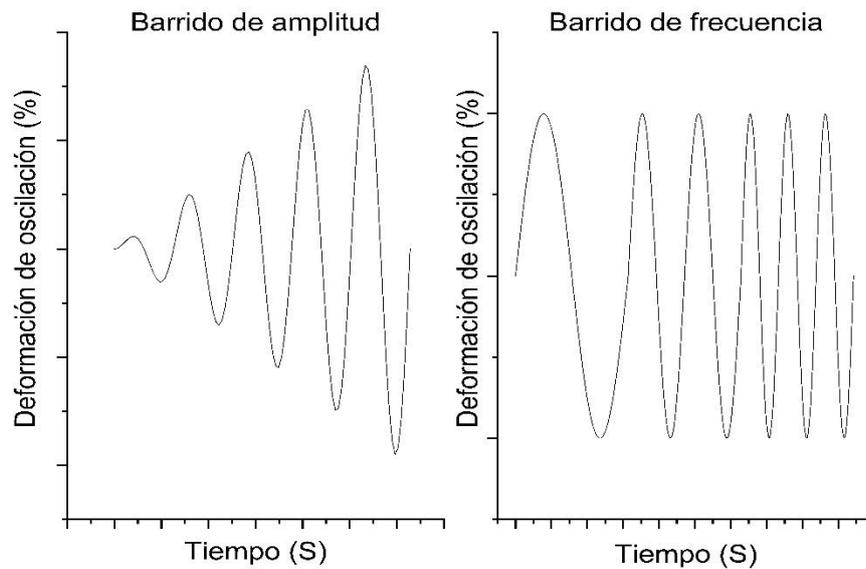
Se realizarán dos ensayos oscilatorios a cada muestra. El primero se ejecuta a dos frecuencias distintas (0.1, 10 Hz) (deformación de oscilación de 0.8 a 115 %) su

resultado para determinar el valor de esfuerzo que corresponda entre el 80-90 % de la viscoelasticidad lineal (Rosales & Hernández, 2006).

Se procede con los datos obtenidos de esfuerzo a realizar el barrido de frecuencia de 0.1– 10 Hz.

**Figura 35**

*Ensayos de barridos de amplitud y frecuencia*



*Nota:* Representación de los ensayos oscilatorios. Elaboración propia

### Medición de pH

Utilizando las tiras colorimétricas para medir el pH se sumergió una de ellas en la solución de bentonita hasta que los colores ya no varíen y se procedió a comparar con los patrones, obteniendo así un pH neutro de 7.

Para el ajuste del pH de las soluciones de bentonita al 14% se utilizó Ácido Clorhídrico (HCl) e hidróxido de sodio (NaOH). Es un proceso repetitivo de aplicar reactivo, mezclar y medir, hasta obtener el pH deseado.

**Figura 36**

*Tiras reactivas para medición de pH.*



*Nota:* La caja que almacena las tiras reactivas tiene impreso el patrón de colores correspondiente a cada valor de pH de 0 a 14 pero únicamente permite medir valores enteros del mismo.

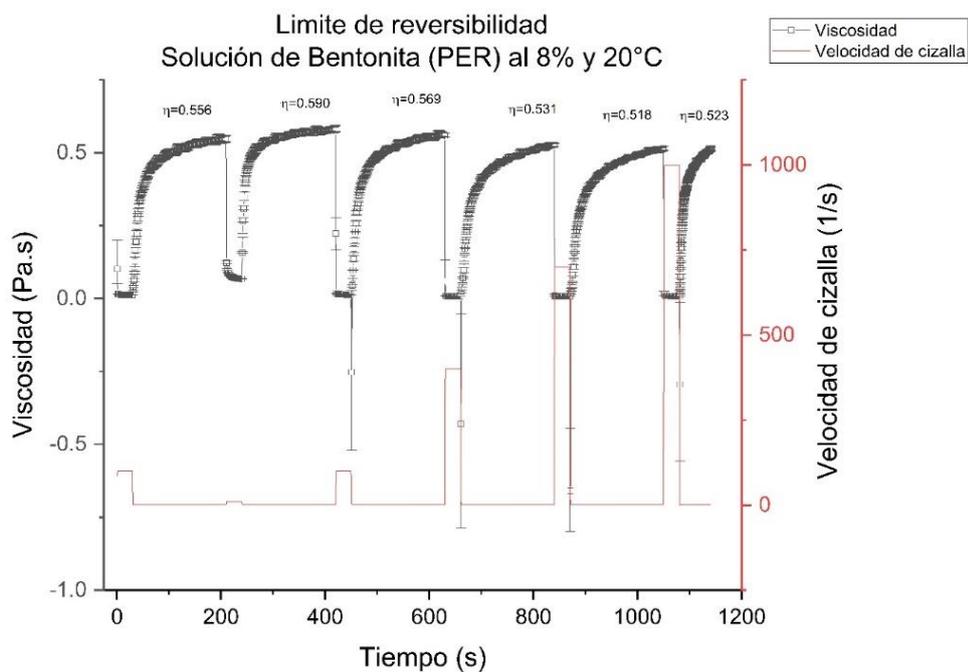
## Capítulo 4: resultados

### Reversibilidad

Como se observa en la figura 37 las variaciones de viscosidad de cada estado estacionario en relación con el primero (de 0 a 200 segundos) son de máximo 6.8 % (variación entre 0.558 y 0.518) demostrando que no existe cambio en las propiedades de la muestra cuando es sometida a cizallas de hasta  $1000 \text{ s}^{-1}$ .

### Figura 37

*Límite de reversibilidad de suspensión de Bentonita.*



*Nota:* Se utilizó bentonita MINPUL al 8% w/w y 20°C, con velocidad de cizalla inicial de  $1 \text{ s}^{-1}$  y final de  $1000 \text{ s}^{-1}$ . Elaboración propia.

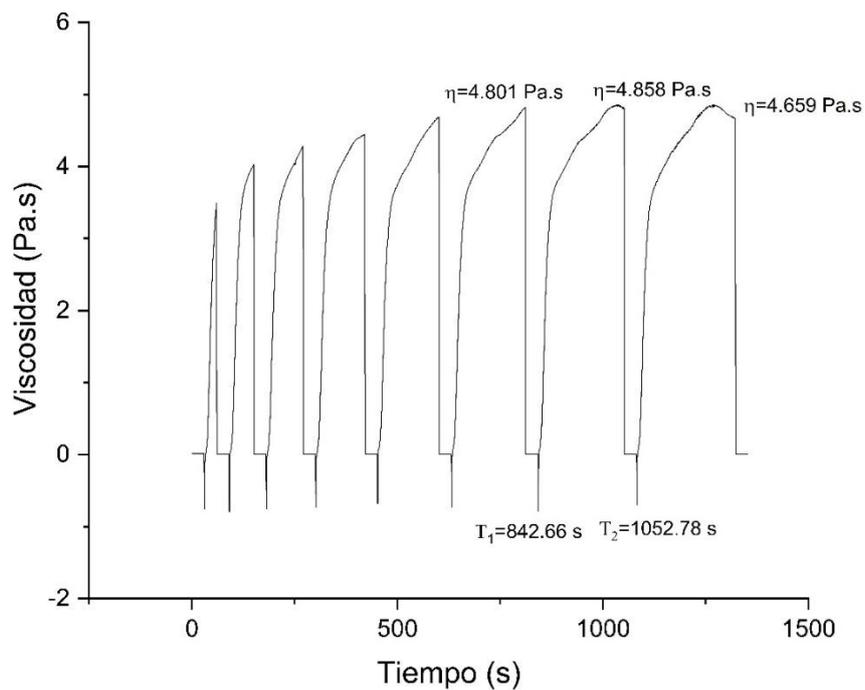
### Tiempo de reposo

Como se observa en la figura 38, la muestra presentó aumento de viscosidad (reconstrucción de la estructura) conforme se aumenta el tiempo de reposo, para

esta concentración (8% w/w) se estableció un tiempo de reposo de 210 segundos (diferencia entre  $T_2$  y  $T_1$ ) antes de comenzar la sedimentación.

**Figura 38**

*Tiempo de reposo de suspensión de bentonita.*

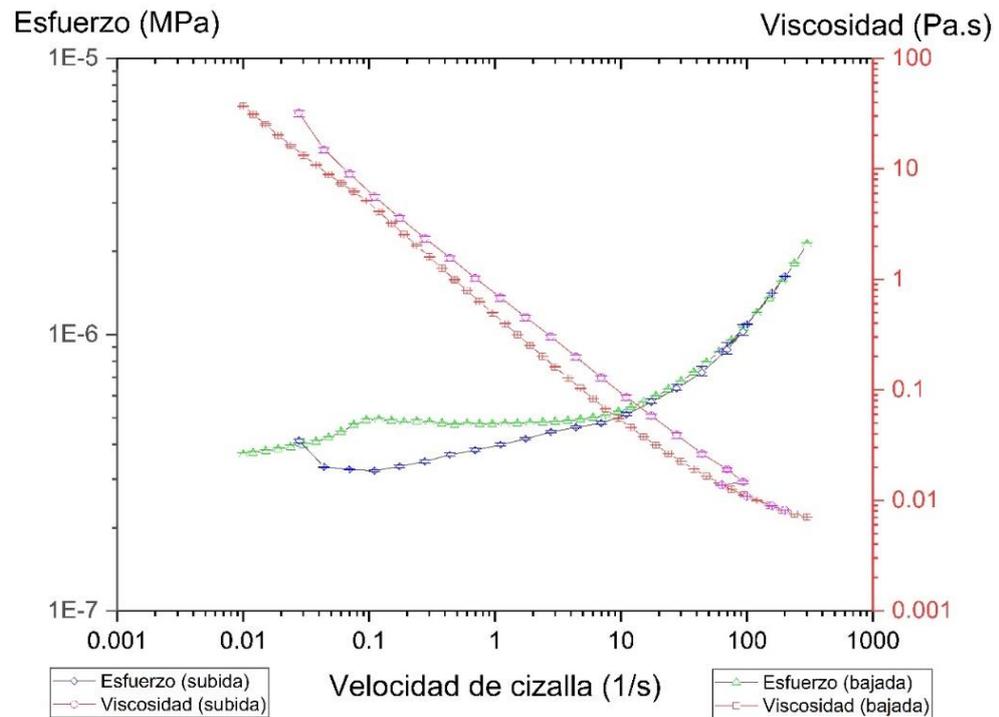


*Nota:* Tiempo de reposo de bentonita MINPUL al 8% w/w y 20°C. El tiempo entre cada salto va en aumento de 30 segundos a 240 segundos Elaboración propia

## Curva de flujo estacionario

**Figura 39**

*Curva de flujo estacionario en incremento/decremento de cizalla de solución de bentonita.*



*Nota:* La curva de flujo en incremento de velocidad de cizalla se denomina "subida" y la curva en decremento de velocidad de cizalla se denomina "bajada" Elaboración propia.

Como se observa en la figura 39, la tendencia del comportamiento en ambos casos, ascendente y descendente es la misma; sin embargo, a menores velocidades de cizalla se evidencia una diferencia en el esfuerzo y en la tendencia del valor conocido como esfuerzo de fluencia, esto puede deberse a la existencia de un esfuerzo de fluencia dinámico y estático encontrado en otros materiales como Aerosil 200. (Rosales & Hernandez, 2010)

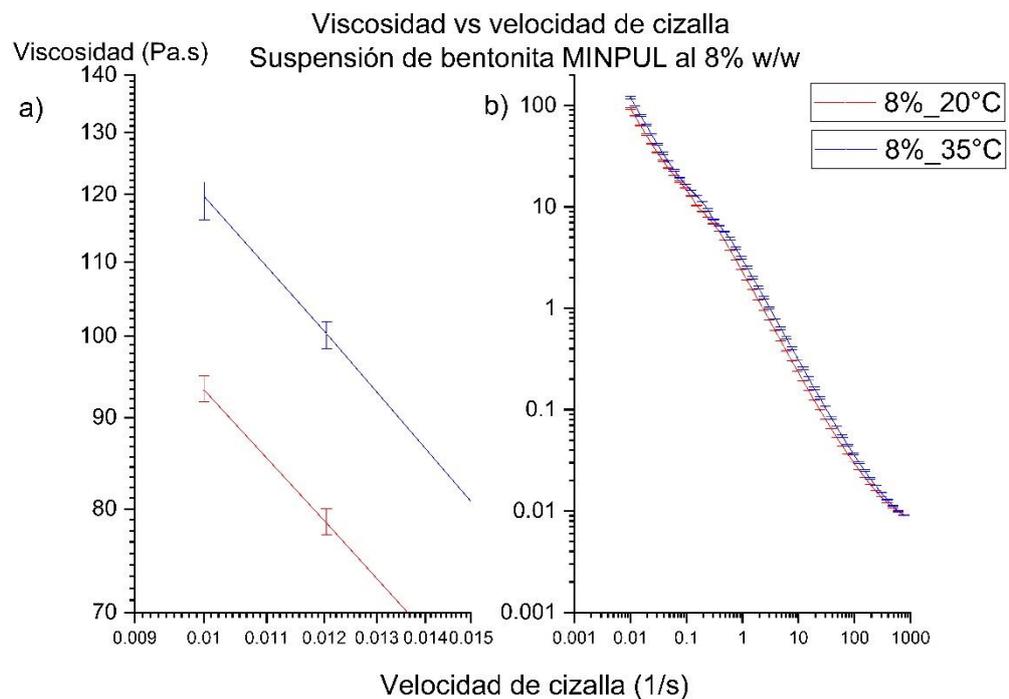
### Viscosidad vs velocidad de cizalla

De las figuras 40 y 41 podemos destacar:

- 1) Existe un aumento de viscosidad con el incremento de la concentración en peso de bentonita.
- 2) Aumento de viscosidad de las soluciones al ser sometidas a un incremento de temperatura (de 20°C a 35°C).
- 3) Independientemente de la concentración y de la temperatura, presenta un comportamiento shear thinning o reo-fluidificante.

#### Figura 40

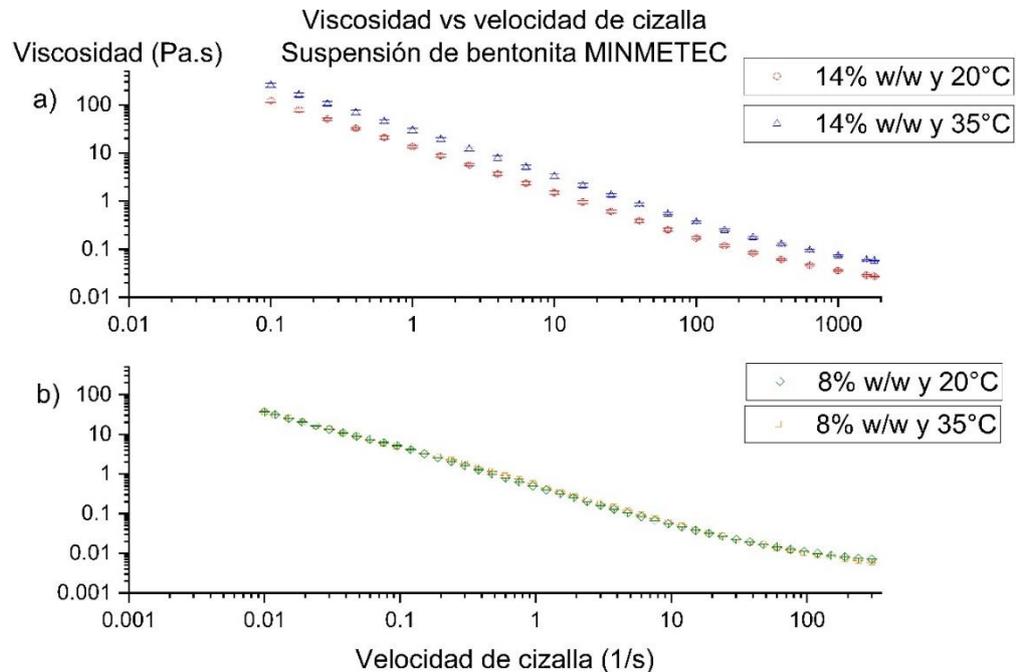
*Viscosidad vs velocidad de cizalla de suspensión de bentonita MINPUL al 8%.*



*Nota:* Aumento de escala de los primeros valores en la gráfica a), escala completa en la gráfica b). Elaboración propia.

**Figura 41**

Viscosidad vs velocidad de cizalla de suspensión de bentonita MINMETEC al 8% y 14% w/w.



*Nota:* Figura a) suspensiones de bentonita MINMETEC al 14% w/w, figura b) suspensiones de bentonita MINMETEC al 8% w/w. Elaboración propia

### Ajustes de curvas de flujo estacionario

El modelo seleccionado para realizar el ajuste de curvas fue Bingham modificado, para la elección del modelo se consideró:

- Modelo con pocas constantes independientes.
- Las constantes deben ser fáciles de evaluar.
- Debe permitir la comparación entre todos los ajustes realizados.
- Las constantes deben tener un significado físico.

$$y = A + B * \dot{\gamma} + C * \dot{\gamma}^2$$

Donde:

$A$  es el esfuerzo de fluencia  $\tau_y$

$B$  es la viscosidad plástica  $\eta_p$

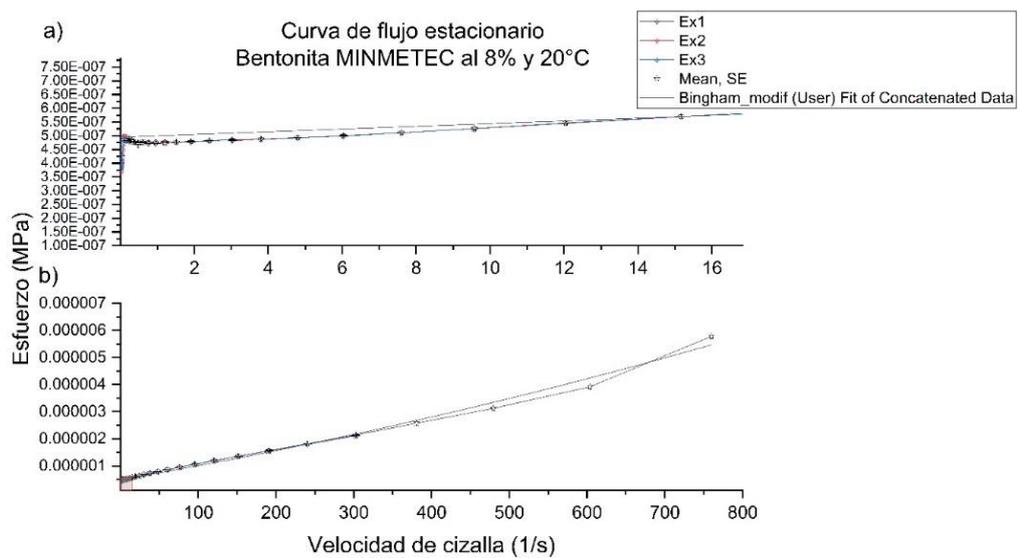
$C$  es el índice de comportamiento  $c$

$\gamma$  es el esfuerzo cortante  $\tau_{rz}$

$$\tau_{rz} = \tau_y + \eta_p * \dot{\gamma} + c * \dot{\gamma}^2$$

**Figura 42**

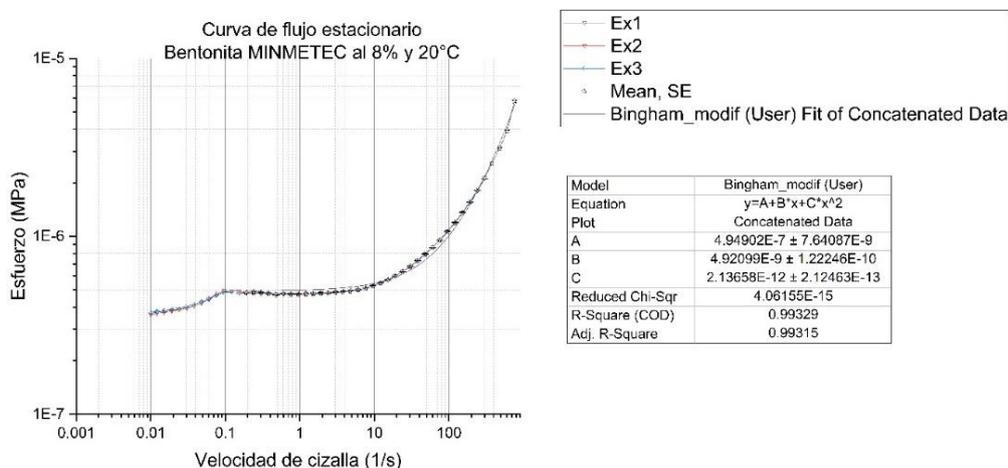
*Curva de ajuste con modelo Bingham modificado en escala lineal*



*Nota:* Gráfica a) acercamiento, b) escala completa. Los términos “Ex1, Ex2, Ex3”, son los tres ensayos realizados bajo las mismas condiciones con el propósito de establecer cotas de error. El término “mean” es la media de los ensayos mencionados que se presenta junto con las cotas de error. Elaboración propia

Figura 43

Ajuste de CFE de suspensión de bentonita MINMETEC al 8%w/w y 20°C



*Nota:* El modelo de ajuste al igual que en todas las CFE es Bingham modificado.

Elaboración propia

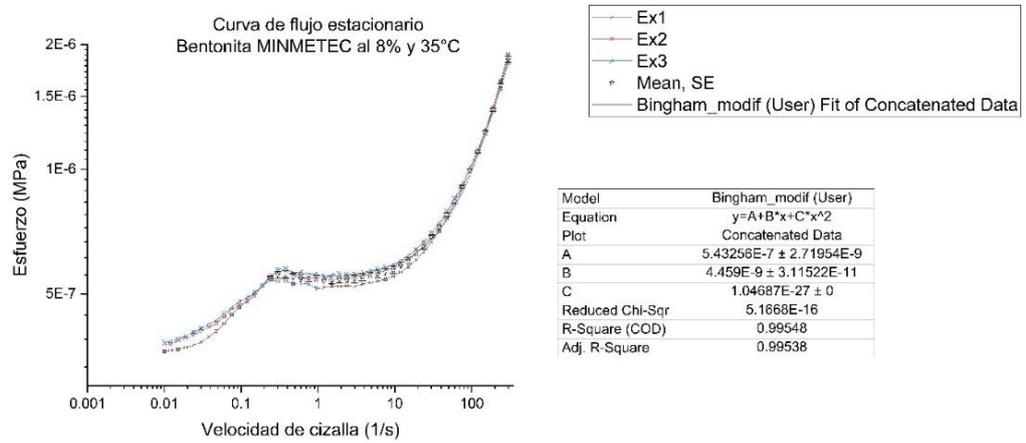
Como se observa en la figura 43, la CFE presenta tres regiones muy notables al graficar los datos en escala logarítmica en lugar de la escala lineal (figura 42), la primera donde existe un aumento de esfuerzo a bajas velocidades de cizalla (de 0.01 a  $0.1 \text{ S}^{-1}$  para este caso); una segunda región donde el esfuerzo forma una ligera curva a velocidades de cizalla bajas e intermedias (de 0.1 a  $6 \text{ S}^{-1}$  aproximadamente) y una tercera región donde el esfuerzo aumenta de forma no lineal con la velocidad de cizalla.

Dado este comportamiento se optó por realizar el ajuste desde el punto donde se observa que finaliza la primera región, esto con el objetivo de obtener un mejor ajuste con un solo modelo.

El comportamiento antes mencionado, fue más notorio cuando se aumentó la temperatura de 20°C a 35 °C (figura 44).

Figura 44

Ajuste de CFE de suspensión de bentonita MINMETEC al 8%w/w y 35°C

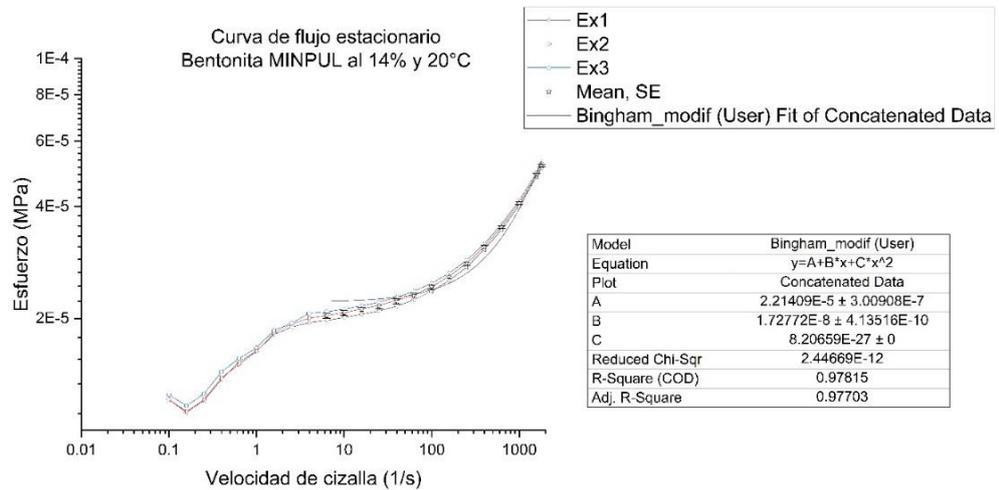


Nota: El modelo de ajuste al igual que en todas las CFE es Bingham modificado.

Elaboración propia

Figura 45

Ajuste de CFE de suspensión de bentonita MINPUL al 14%w/w y 20°C



Nota: El modelo de ajuste al igual que en todas las CFE es Bingham modificado.

Elaboración propia.

Cuando la concentración de sólidos de ambas bentonitas se aumentó de 8% a 14 % w/w, se evidenció que la segunda región es menos notable como se observa en la figura 45, esto se dio para ambas temperaturas (20°C y 35°C).

**Tabla 2**

*Valores de coeficientes del ajuste realizado a las CFE con el modelo de Bingham modificado.*

Bentonita	Conc. (%w/w)	Temp. (°C)	A (MPa)	B (Mpa.S)	C (Mpa.S <sup>2</sup> )	R <sup>2</sup>
MINPUL	8	20	2.277E-6 ± 3.530E-9	6.144E-9 ± 1.621E-11	1.1389E-25 ± 0	0.9993
		35	3.025E-6 ± 9.136E-9	5.081E-9 ± 4.066E-11	1.13769E-27 ± 0	0.9942
	14	20	2.214E-5 ± 3.009E-7	1.727E-8 ± 4.135E-10	8.2065E-27 ± 0	0.9781
		35	2.477E-5 ± 3.326E-7	1.415E-8 ± 4.571E-10	8.2078E-27 ± 0	0.9609
MINMETEC	8	20	4.949E-7 ± 7.640E-9	4.920E-9 ± 1.222E-10	2.136E-12 ± 2.124E-13	0.9932
		35	5.432E-7 ± 2.719E-9	4.459E-9 ± 3.115E-11	1.0467E-27 ± 0	0.9954
	14	20	1.532E-5 ± 2.581E-7	1.943E-8 ± 3.547E-10	2.3761E-27 ± 0	0.9871
		35	3.258E-5 ± 4.951E-7	3.941E-8 ± 6.804E-10	8.2079E-27 ± 0	0.9885

*Nota:* En la tabla los coeficientes son: A (esfuerzo de fluencia), B (viscosidad plástica), C (índice de comportamiento). Elaboración propia.

De la tabla 2, que resume todos los valores de los parámetros del modelo de Bingham modificado para cada muestra, podemos observar:

Aumento del esfuerzo de fluencia (A) cuando se aumenta la concentración (w/w) y la temperatura en soluciones de ambas bentonitas.

En cuanto a la “viscosidad plástica” (B), esta tiene una disminución con la temperatura y un aumento con la concentración de sólidos, salvo en el caso de la

bentonita MINMETEC al 14% w/w que, al ser sometida a una temperatura mayor, el valor de la viscosidad plástica aumentó.

El efecto del aumento de la temperatura sobre soluciones de bentonita sódica se ha atribuido a la formación de mayores grupos de partículas, esto se evidencia con el aumento del esfuerzo de fluencia y ha sido corroborado en artículos previos mediante microscopía electrónica de barrido (Vryzas, y otros, 2017), revisar anexo A.

Cabe destacar que los valores de los parámetros obtenidos en el ajuste poseen errores que no superan el 2.5% para la viscosidad plástica (B) y el esfuerzo de fluencia (A) y no más del 10% para el índice de comportamiento (C).

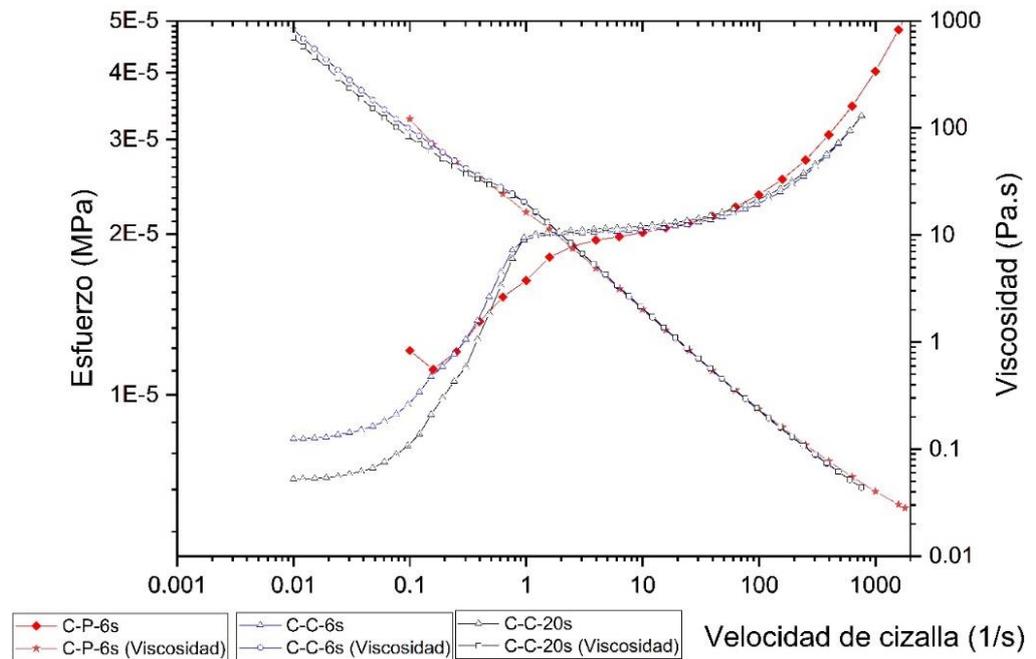
### **Ensayo de Validación**

En la figura 46, se evidencia que al aumentar el tiempo de adquisición de datos (de 6 a 20 segundos) la variación de viscosidad es mínima y el esfuerzo disminuye sus valores.

Comparando las gráficas de las dos geometrías (figura 46) (c-c y c-p), no existe diferencia en el tipo de comportamiento reo-fluidificante, los valores de viscosidad son muy similares y el esfuerzo presenta valores menores en cizallas por debajo de  $10 \text{ s}^{-1}$ .

**Figura 46**

*Comparación de CFE de suspensiones de Bentonita (MINPUL) al 14% w/w y 20°C en geometrías cono - plato y cilindros concéntricos.*



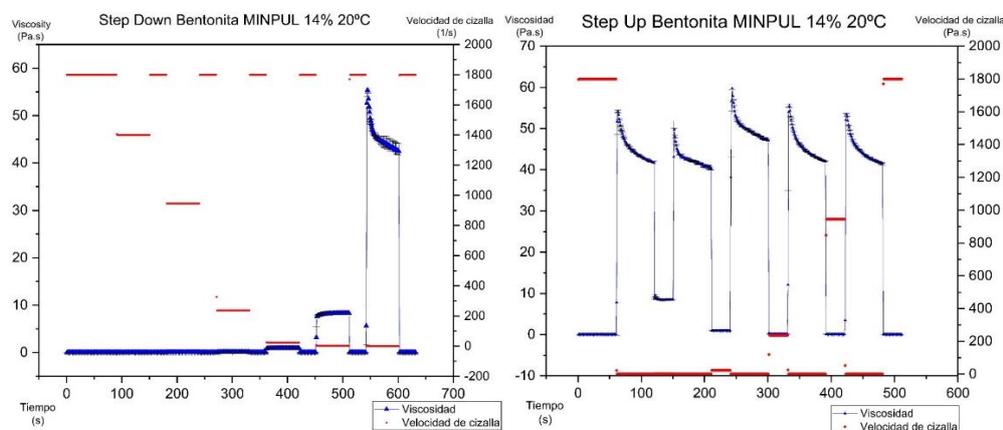
*Nota:* Las geometrías comparadas son: cono-plato (C-P) y cilindros concéntricos (C-C) en tiempos de adquisición de datos de 6 y 20 segundos para cada punto de la curva. Elaboración propia.

### Dependencia del tiempo

Se realizaron ensayos en los que se intercala entre el reposo y distintas velocidades de cizalla, Step up y Step down.

**Figura 47**

*Step Down y Step Up (Bentonita MINPUL) al 14% w/w y 20°C en geometría cono-plato (C-P)*



*Nota:* Ensayos de dependencia del tiempo; realizados con una geometría cono plato (C-P) con bentonita de la empresa MINPUL. Elaboración propia

### Viscosidad vs tiempo

En la Figura 47 se observa que tanto en el ensayo de Step Up como en el Step Down la reconstrucción del material (que se espera cuando el material está en reposo) es lenta, llegando a estabilizarse a partir de los 60s. También se puede observar claramente que la destrucción del material es muy rápida, notando que los valores de viscosidad se estabilizan aproximadamente en menos de 2s

### Diferencia de temperatura.

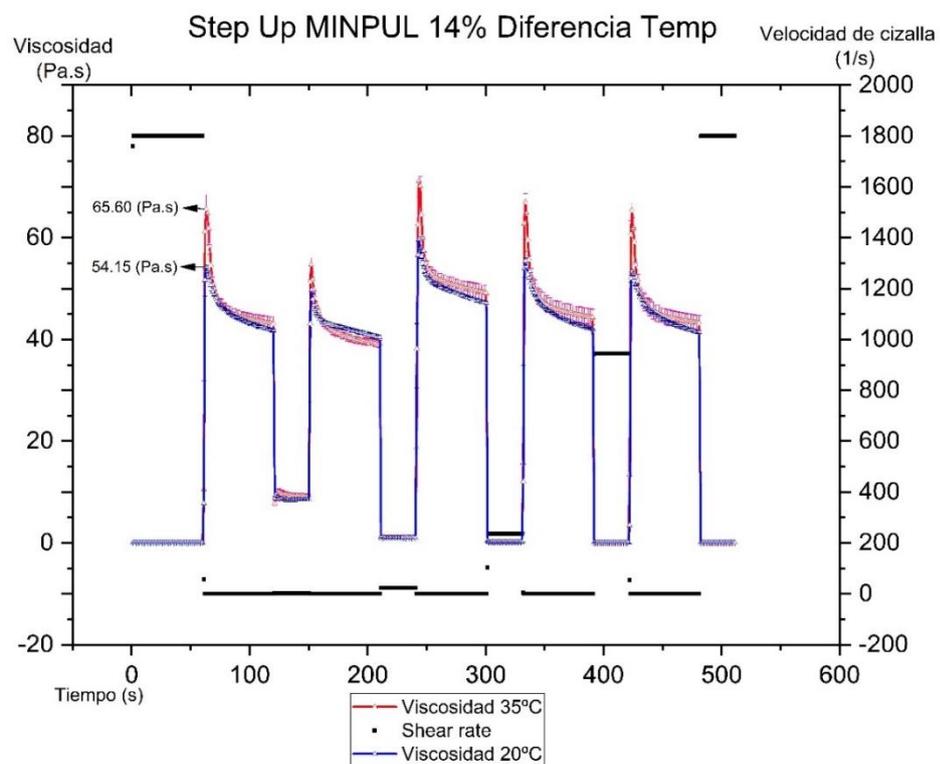
La tendencia de la viscosidad a 20°C y 35°C son similares, dicho esto, se nota que al aumentar la temperatura la viscosidad aumenta de forma significativa en los primeros 6s de reposo (es decir la muestra se comienza a reconstruir). En estos primeros segundos de reposo existe una diferencia de viscosidad alta, por ejemplo: en el primer periodo de reposo la variación de viscosidad es del 17.45% (54.15 – 65.60 Pa. s) y en el tercer periodo de reposo del 16.05% (59.71 – 71.13 Pa. s) como se observa claramente en la figura 48.

Después de estos primeros segundos en donde la variación de viscosidad es alta, los valores de viscosidad se vuelven similares, incluso las cotas de error de las dos curvas llegan a superponerse por lo que se puede decir que no existe una variación significativa.

En un periodo de reposo en específico (el segundo periodo: en el rango de tiempo 151.36 – 210.36 s.) las curvas se llegaron a intersecar.

**Figura 48**

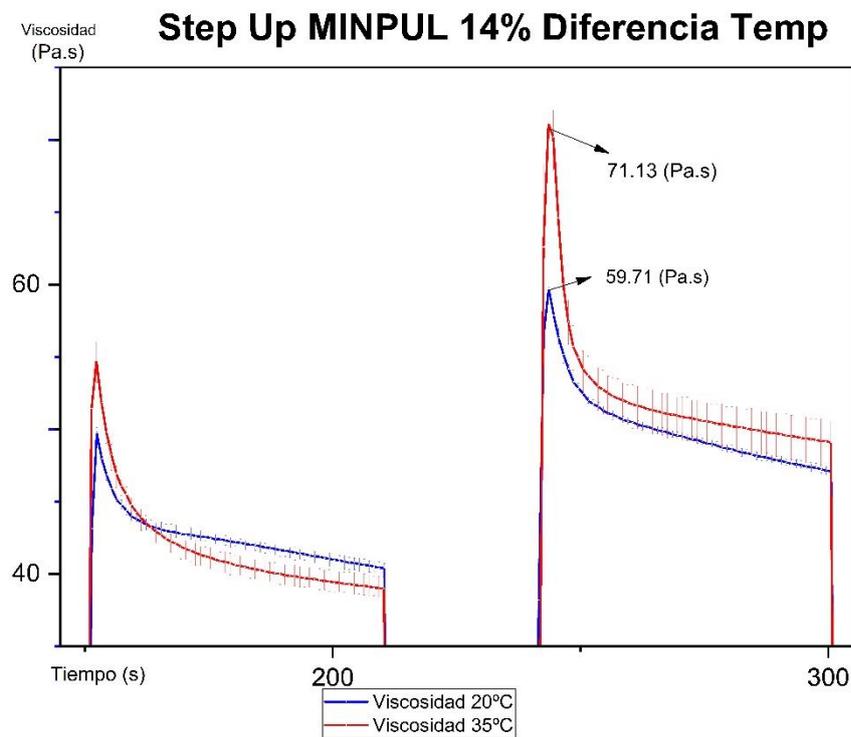
*Step up (Bentonita MINPUL) al 14% w/w, diferencia de temperaturas*



*Nota:* Ensayo realizado con una geometría cono plato (C-P) con bentonita de la empresa MINPUL. Elaboración propia.

**Figura 49**

*Step up (Bentonita MINPUL) al 14% w/w, diferencia de temperaturas. (Detalle)*



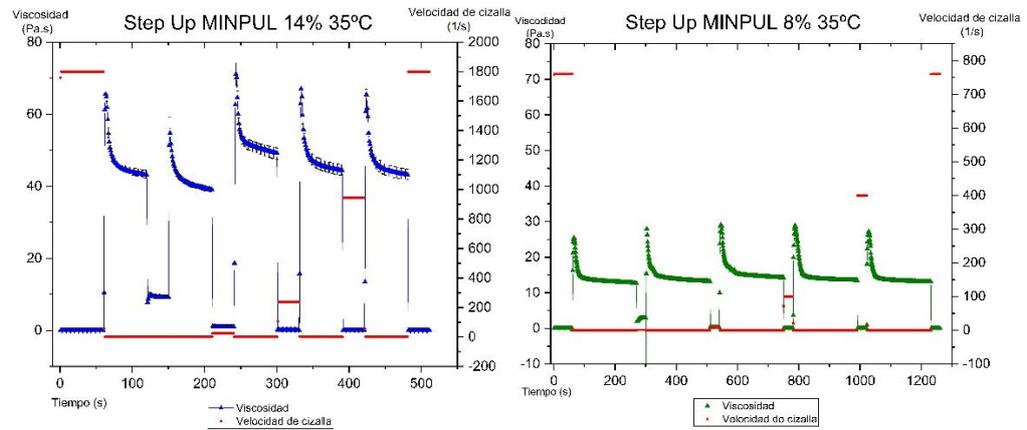
*Nota:* Ensayo realizado con una geometría cono plato (C-P) con bentonita de la empresa MINPUL, tiempo entre 151.36 y 210.36 segundos. Elaboración propia.

#### **Diferencia de concentraciones.**

En las dos concentraciones se puede observar la misma tendencia del comportamiento de la viscosidad, sin embargo, los valores de la viscosidad son mayores cuando la concentración de la solución es mayor.

**Figura 50**

*Step up (Bentonita MINPUL) al 14% w/w y 35°C en geometría cono-plato (C-P)*



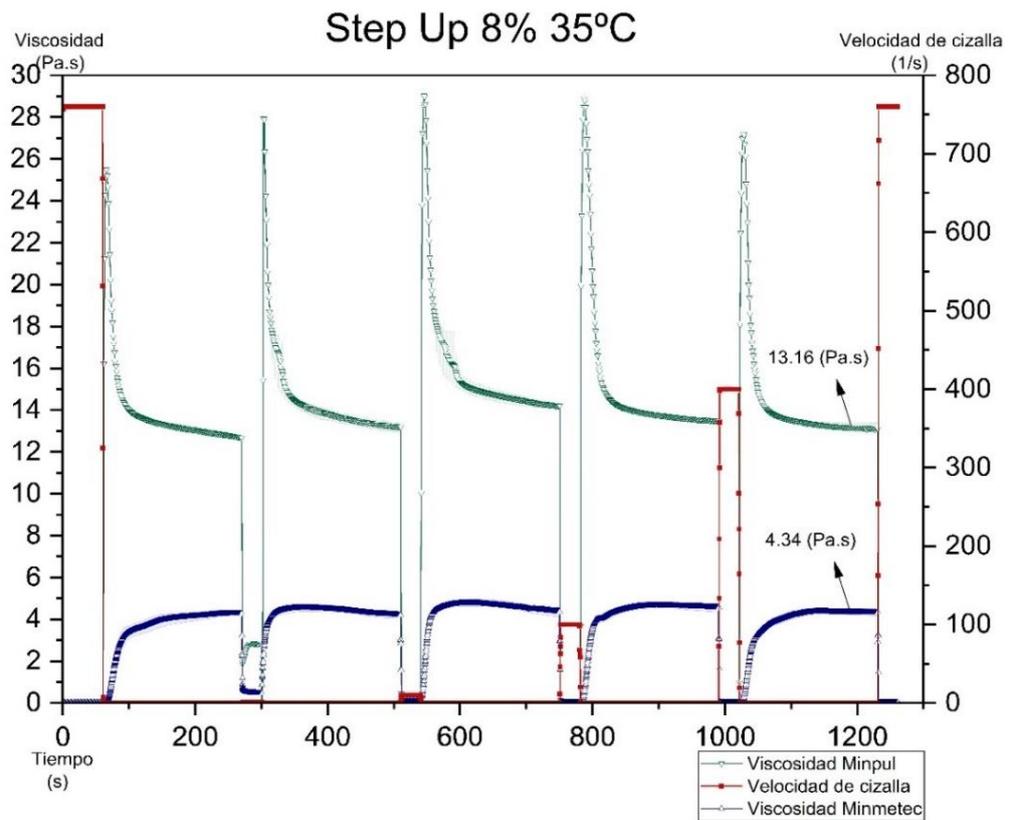
*Nota:* Step up realizado con una geometría cono plato (concentración del 14% w/w) y con una geometría de cilindros concéntricos (concentración del 8% w/w) a 35°C con bentonita de la empresa MINPUL. Elaboración propia

#### **Diferencia de bentonitas.**

En el ensayo de Step Up a 35°C, Figura 51, se puede ver que la bentonita MINPUL tiene una tendencia distinta a la bentonita de MINMETEC. Siendo las dos reo-fluidificantes (shear thinning). La bentonita MINPUL tiene un comportamiento anti-tixotrópico y la bentonita MINMETEC tiene un comportamiento tixotrópico. Existen diferencias en los valores de viscosidad, la bentonita MINPUL presenta una mayor viscosidad en reposo 13.16 (Pa. s), mientras que la bentonita MINMETEC presenta una viscosidad de 4.34 (Pa. s)

**Figura 51**

Comparación de soluciones de bentonita, saltos hacia arriba (step-up).



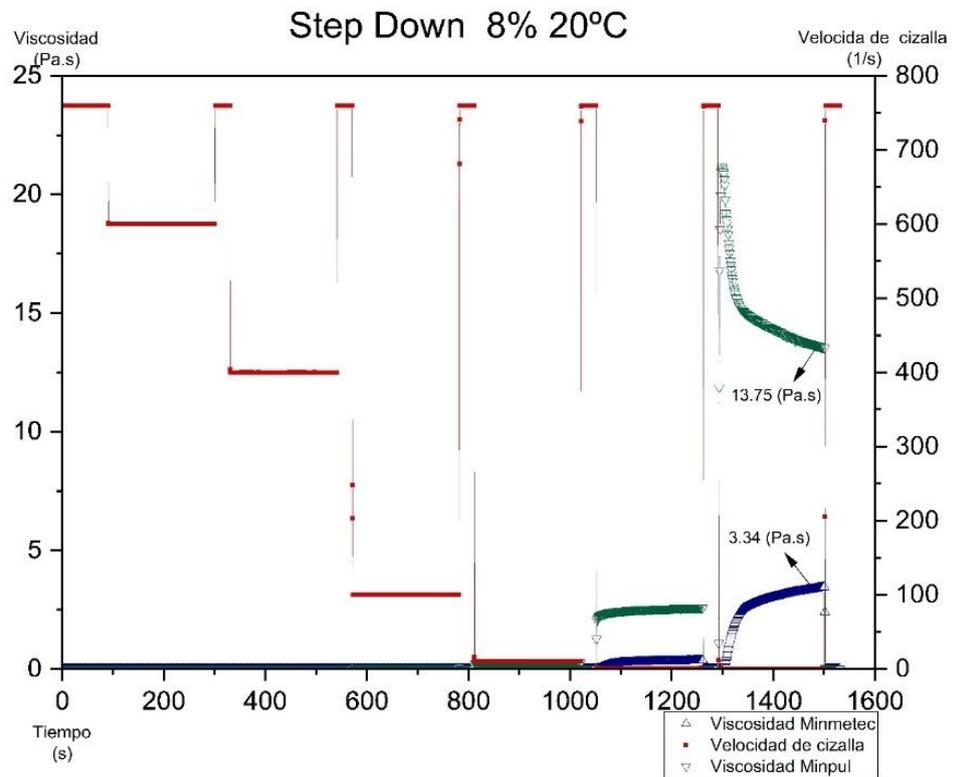
*Nota:* Ensayo realizado con una geometría de cilindros concéntricos (C-C) con concentración del 8% w/w y a 35°C comparando bentonita de MINPUL y MINMETEC.

Elaboración propia.

En el ensayo Step Down a 20°C, Figura 52, la bentonita MINMETEC presenta un comportamiento tixotrópico y la bentonita MINPUL tiene un comportamiento anti-tixotrópico. La bentonita MINPUL presenta una mayor viscosidad en reposo 13.75 (Pa. s), mientras que la bentonita MINMETEC presenta una viscosidad de 3.34 (Pa. s).

**Figura 52**

Comparación de soluciones de bentonita, saltos hacia abajo (step-down).



*Nota:* Ensayo realizado con una geometría de cilindros concéntricos (C-C) con concentración del 8% w/w y a 35°C comparando bentonita de MINPUL y MINMETEC.

Elaboración propia.

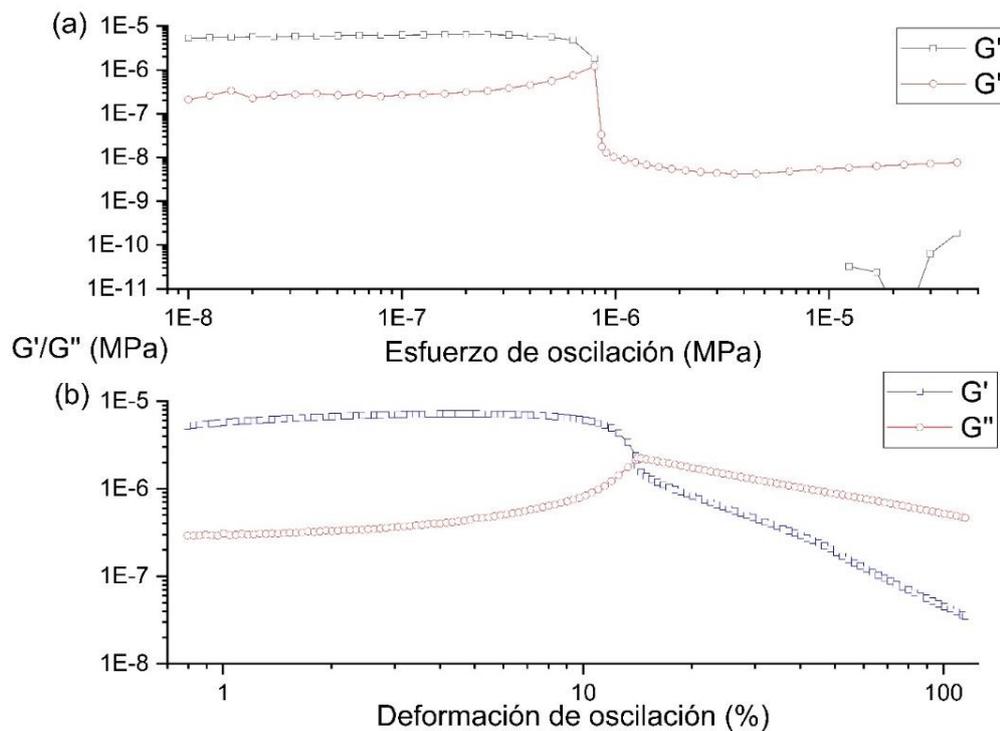
## Viscoelasticidad

### Barrido de amplitud

Los primeros ensayos de barrido de amplitud mostraron errores en la adquisición de datos por parte del equipo, las curvas del módulo de almacenamiento ( $G'$ ) presentaban cortes en su continuidad por la presencia repentina de valores negativos como se puede observar en la figura 53 (a).

**Figura 53**

*Barrido de amplitud de suspensiones de Bentonita (MINPUL) al 8% w/w, 20°C, en control de esfuerzo y control de velocidad*

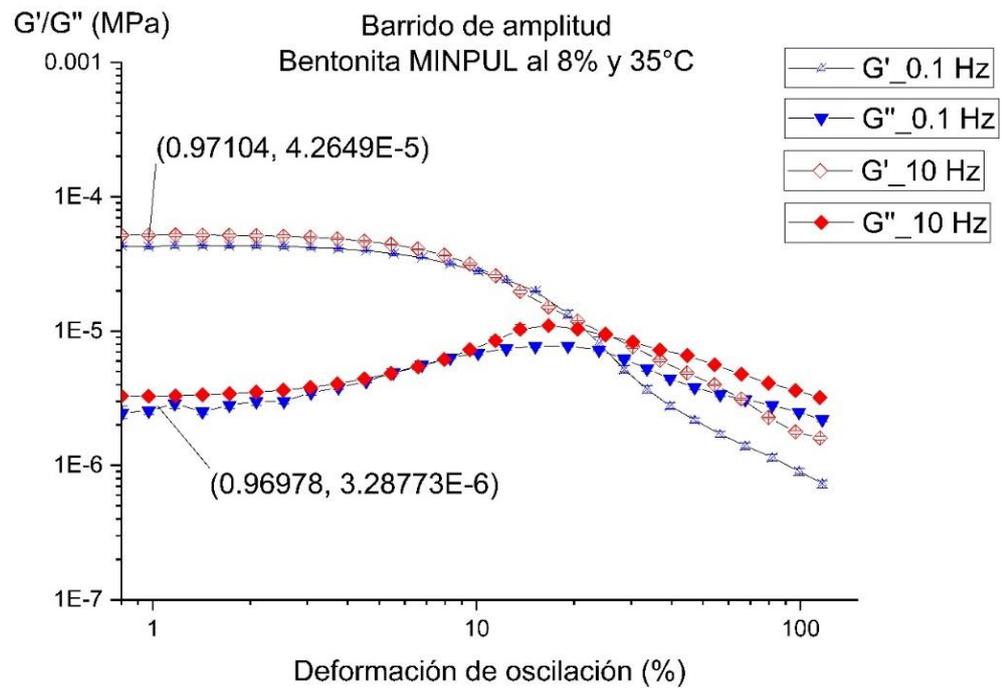


*Nota:* EL barrido de amplitud se realizó usando: (a) control de esfuerzo, los cortes en la curva del módulo de almacenamiento ( $G'$ ) se dan por valores negativos repentinos del mismo, (b) control de deformación. Elaboración propia

Como solución se realizó un cambio en la metodología, en lugar de utilizar el control de esfuerzo se cambió a un control de deformación y se programó valores de deformación porcentual de 0.8% a 115%, correspondientes a los de esfuerzo planificados inicialmente. El resultado de este cambio se observa en la figura 53 (b), donde ya no se presentan valores negativos repentinos.

**Figura 54**

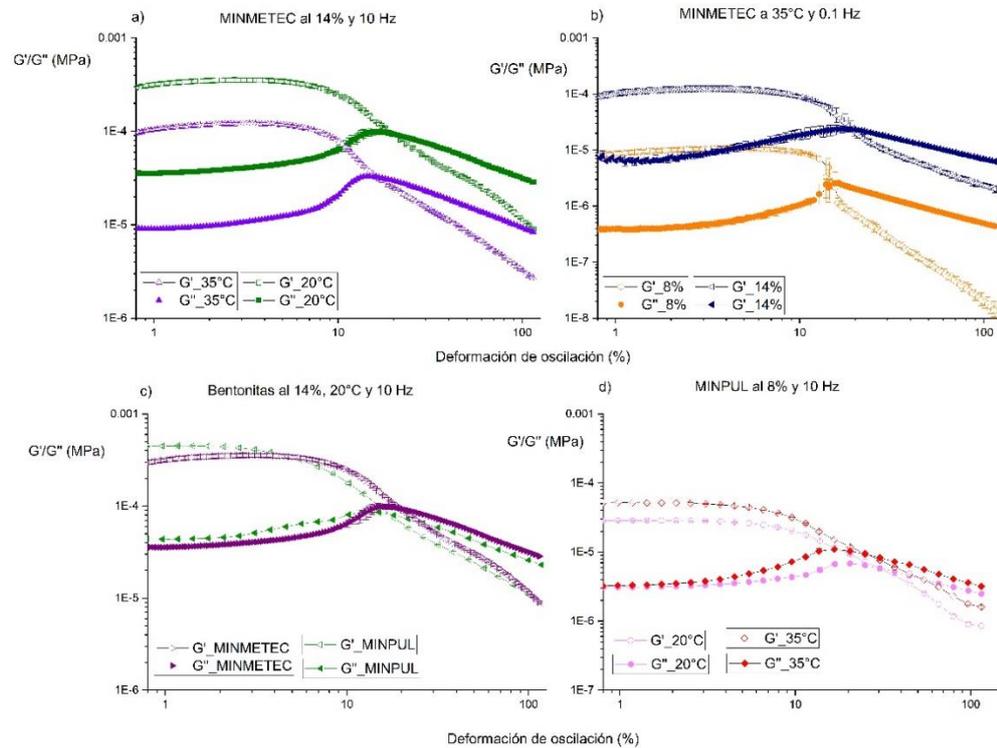
Barridos de amplitud de suspensiones de Bentonita (MINPUL) al 8% w/w y 35°C,  
comparación de frecuencias



*Nota:* El ensayo se llevó a cabo a frecuencias de 0.1Hz y 10Hz. Elaboración propia.

En la figura 54 se observa la existencia de un rango de viscoelasticidad lineal en el cual se puede realizar la caracterización como material visco elástico, el aumento de frecuencia del ensayo disminuye ligeramente el rango de viscoelasticidad lineal.

Figura 55

*Barridos de amplitud de suspensiones de Bentonita*

*Nota:* a) bentonita MINMETEC al 14% w/w, 20°C y 35°C, 10 Hz; b) bentonita MINMETEC al 8% y 14% w/w, 35°C, 0.1 Hz; c) bentonitas MINPUL y MINMETEC al 14% w/w, 20°C y 10Hz; d) bentonita MINPUL al 8% w/w, 20°C y 35°C, 10 Hz.

Elaboración propia

De la figura 55 podemos destacar lo siguiente:

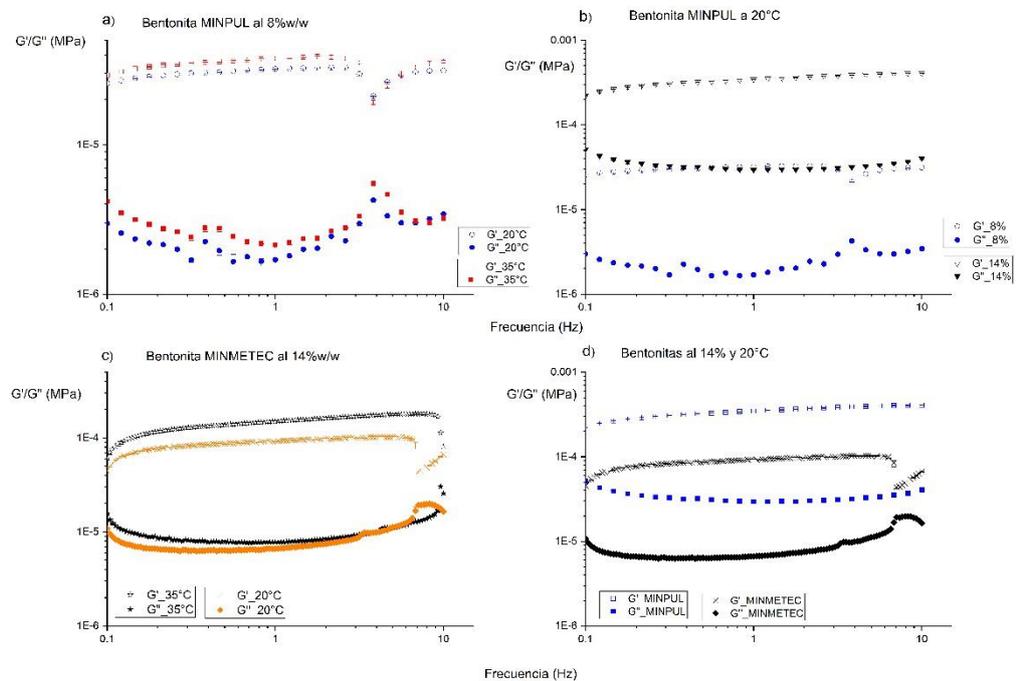
- a) Para la solución de bentonita MINETEC al 14% w/w y 10 Hz disminuyen los valores de  $G'$  y  $G''$  al aumentar la temperatura.
- b) El aumento de concentración incrementa todos los valores de  $G'$  y  $G''$  (aproximadamente 10 veces más para el módulo  $G'$  y 18 veces más para el módulo  $G''$ ).

- c) Ambas bentonitas presentan rangos de viscoelasticidad lineal similares en comportamiento con valores de  $G'$  aproximadamente 10 veces mayores que  $G''$ .
- d) Para la solución de bentonita MINPUL al 8% w/w y 10 Hz aumentan los valores de  $G'$  y  $G''$  a mayores temperaturas.

### Barrido de frecuencia

**Figura 56**

*Barridos de frecuencia de suspensiones de bentonita*



*Nota:* a) bentonita MINPUL al 8% w/w, 20°C y 35°C, 10 Hz; b) bentonita MINPUL al 8% y 14% w/w, 20°C; c) bentonitas MINMETEC al 14% w/w, 20°C 35°C; d) bentonitas MINPUL y MINMETEC al 14% w/w, 20°C. Elaboración propia

En la figura 56 se observa que:

- a) Los valores de  $G'$  y  $G''$  son mayores al aumentar la temperatura (de 20°C a 35°C)

- b) El aumento de concentración incrementa todos los valores de  $G'$  y  $G''$  (de forma similar que en los barridos de amplitud).
- c) Ambas bentonitas presentan rangos de viscoelasticidad lineal similares en comportamiento con valores de  $G'$  aproximadamente 10 veces mayores que  $G''$ .
- d) La bentonita MINPUL posee una mayor fuerza de tipo gel (mayor valor de  $G'$ ) en comparación con la bentonita MINMMETEC.

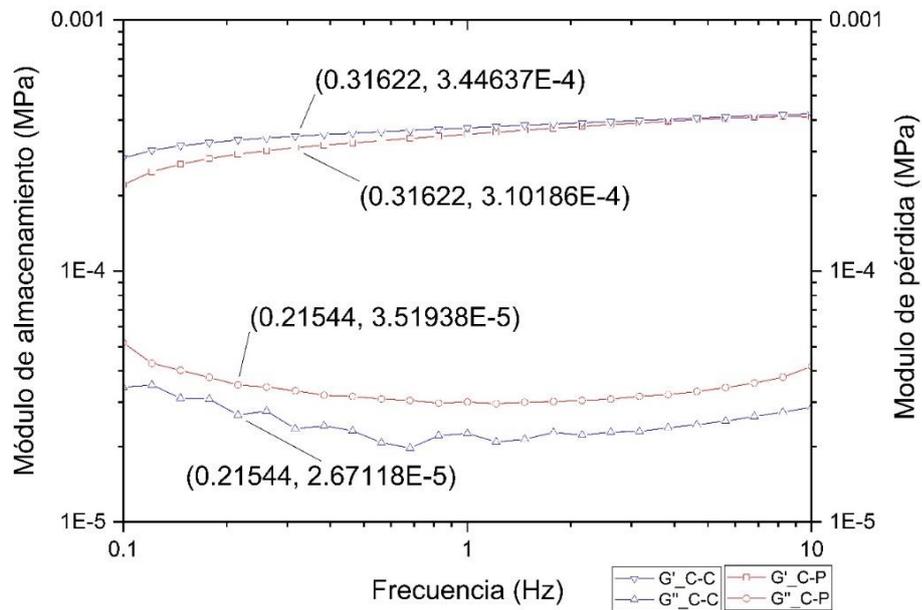
El aumento de la fuerza de gel, mayor esfuerzo de fluencia y altas viscosidades a bajas tasas de cizalla, se deben a que mayores temperaturas provocan la floculación de partículas de arcillas de bentonita, esta conclusión fue establecida por Max R. Annis en su artículo *High-temperature Flow Properties of Water-Based Drilling Fluids*. (Annis, 1967)

#### **Ensayo de Validación**

Al igual que en las CFE, se realizó una comparación entre geometrías con una misma muestra (Bentonita MINPUL al 14% y 20°C), en la figura 57 se puede observar que ambas curvas tanto el módulo de almacenamiento como de pérdida tienen las mismas tendencias con ligeras variaciones.

**Figura 57**

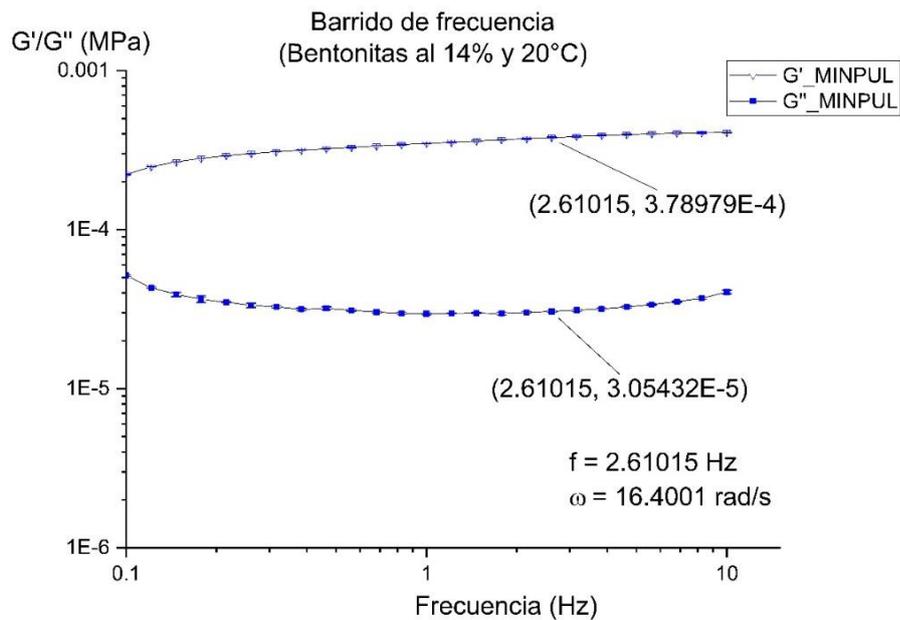
*Comparación de geometrías de Barridos de Frecuencia de suspensiones de Bentonita (MINPUL) al 14% w/w y 20°C*



*Nota:* Geometrías cono-plato (C-P) y cilindros concéntricos (C-C). Elaboración propia.

**Figura 58**

*Barrido de Frecuencia de suspensión de Bentonita MINPUL al 14% w/w y 20°C.*



*Nota:* Elaboración propia.

El modelo de viscoelasticidad de Maxwell puede aplicarse utilizando los datos obtenidos de los ensayos oscilatorios, como ejemplo tomaremos los valores de  $G'$ ,  $G''$  y  $\omega$  de la figura 58.

$$\tau + \lambda * \frac{d\tau}{dt} = \eta * \dot{\gamma}$$

$$G = G' = 3.78979 \times 10^{-4} \text{ MPa}$$

$$\eta = \frac{G''}{\omega} = \frac{3.05432 \times 10^{-5} \text{ MPa}}{16.4001 \text{ Rad/s}} = 1.86237 \times 10^{-6} \text{ MPa} * \text{seg}$$

$$\lambda = \frac{\eta}{G} = \frac{1.86237 \times 10^{-6} \text{ MPa} * \text{seg}}{3.78979 \times 10^{-4} \text{ MPa}} = 4.91417 \times 10^{-3} \text{ seg}$$

$$\tau + 4.91417 \times 10^{-3} * \frac{d\tau}{dt} = 1.86237 \times 10^{-6} * \dot{\gamma}$$

### Problema de flujo

El problema planteado es la obtención del perfil de velocidad utilizando el modelo de Bingham modificado de una de las muestras de las soluciones de agua – bentonita, la resolución se encuentra en el anexo B.

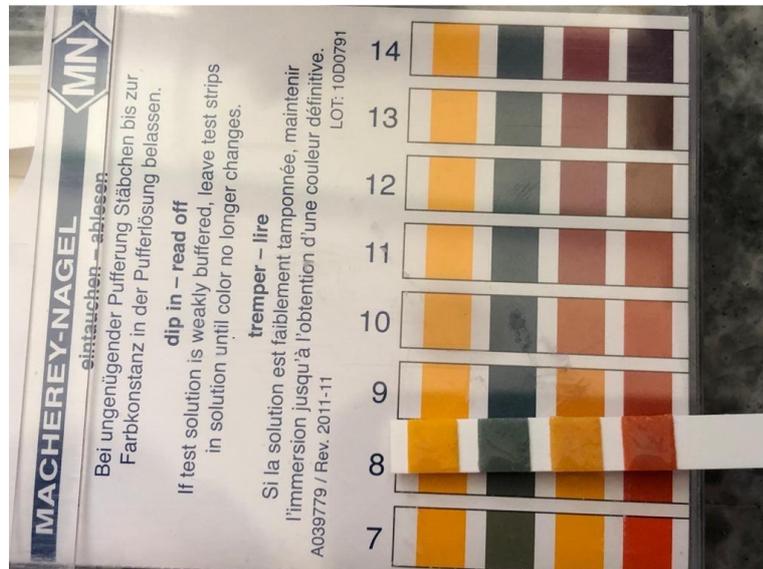
### Medición de pH

En la figura 59 se puede observar la comparación entre la tira reactiva utilizada para la medición de pH en una muestra de bentonita (MINPUL), la tira reactiva fue sumergida en la muestra hasta que los colores de las tiras dejaron de variar. El pH establecido mediante este método fue de 7.

En los casos de modificación de pH, se realizó el mismo procedimiento de medición obteniendo pH de 4 al acidificar y de 10 al alcalinizar.

**Figura 59**

*Comparación de resultado de la medición de pH de solución acuosa de bentonita (MINPUL) con tiras reactivas.*



*Nota:* Fotografía que compara la tira reactiva utilizada para medir el pH con los colores patrones indicados por el fabricante. Elaboración propia.

### **Modificación de pH**

En las dos Curvas de Flujo Estacionario (CFE), tanto la solución de bentonita con pH alcalino como la que tiene pH ácido tiene una tendencia similar en el comportamiento del esfuerzo y de la viscosidad.

### **Esfuerzo vs. Velocidad de cizalla**

A pesar de una tendencia similar, los valores del esfuerzo aumentaron al alcalinizar la muestra (pH 10) y disminuyeron al acidificar la misma (pH 4), según consta en la Figura 60. Estos valores tienen una diferencia de alrededor del 50% como se observa en la tabla 3.

**Tabla 3**

*Tabla esfuerzo - Velocidad de cizalla. Comparación de pH.*

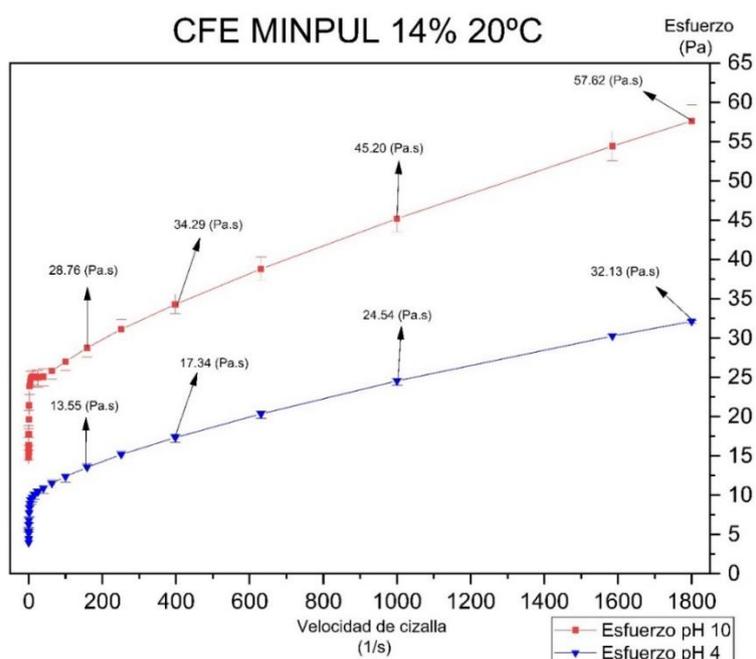
Velocidad de cizalla (1/s)	Esfuerzo (Pa)		Diferencia (%)
	pH 4	pH 10	
158.48	13.55	28.76	52.89
398.1	17.34	34.29	49.43
1000	24.54	45.2	45.71
1800	31.12	57.62	45.99

*Nota: Datos adquiridos de una solución al 14% w/w, con bentonita de origen*

*MINPUL a 20°C, variando el pH desde 4 a 10. Elaboración propia.*

**Figura 60**

*Esfuerzo - Velocidad de cizalla. Comparación de pH.*



*Nota: Concentración del 14% w/w, con bentonita de origen MINPUL a 20°C, variando el pH entre 4 y 10. Elaboración propia.*

### Viscosidad vs. Velocidad de cizalla

La viscosidad de las dos muestras a pesar de una tendencia similar, tiene valores mayores cuando la muestra fue (pH 10) y valores menores cuando la

muestra fue acidificada (pH 4) como se indica en la Figura 61, estos valores tienen una diferencia de alrededor del 55% como se observa en la tabla 4.

**Tabla 4**

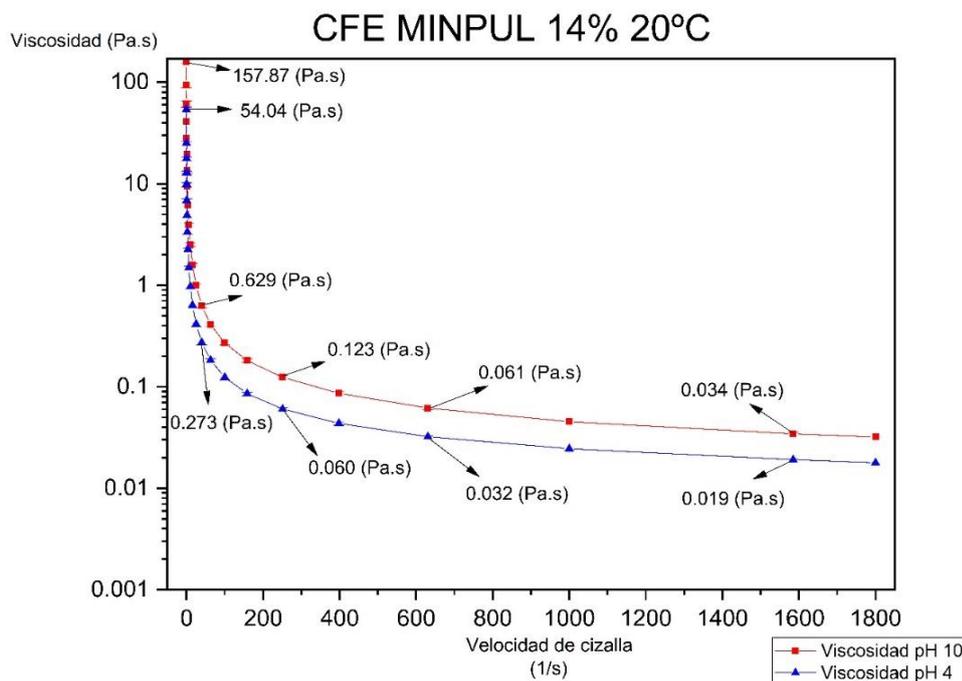
*Tabla viscosidad - Velocidad de cizalla. Comparación de pH.*

Velocidad de cizalla (1/s)	Viscosidad (Pa. s)		Diferencia (%)
	pH 4	pH 10	
0.1	54.04	157.87	65.77
39.81	0.273	0.629	56.60
251	0.06	0.123	51.22
630	0.032	0.061	47.54
1600	0.019	0.034	44.12

*Nota: Datos adquiridos de una solución al 14% w/w, con bentonita MINPUL a 20°C, variando el pH desde 4 a 10. Elaboración propia.*

**Figura 61**

*Viscosidad - Velocidad de cizalla. Comparación de pH.*



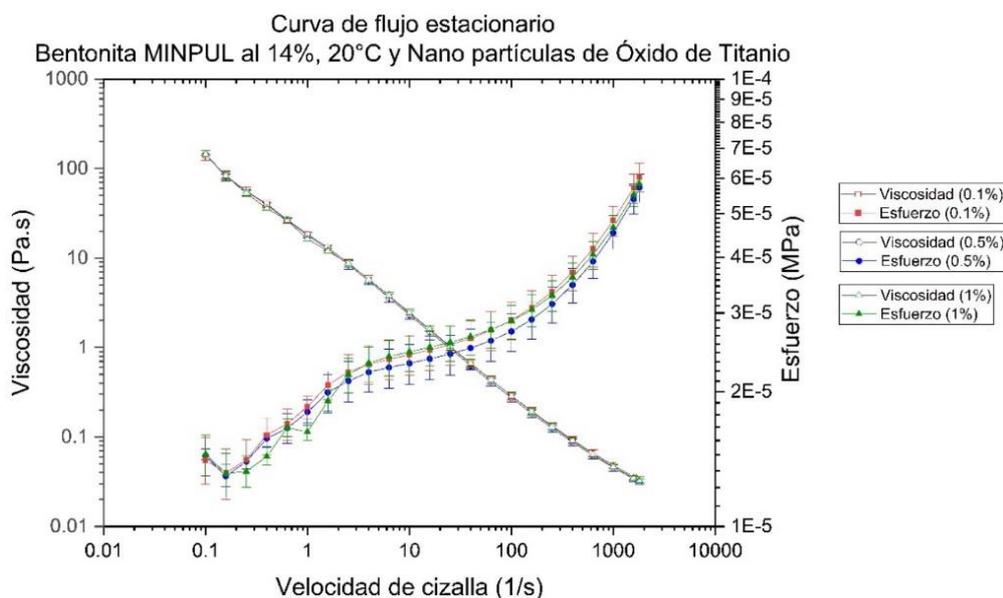
*Nota: Curvas de solución acuosa en concentración del 14% w/w, con bentonita MINPUL a 20°C, variando el pH desde 4 a 10. Elaboración propia.*

## Nano partículas de Titanio

Los resultados de la figura 62 muestran que la viscosidad no sufre cambio alguno al estar las 3 curvas montadas. El esfuerzo por su parte aunque presente variaciones en sus valores, estos se encuentran siempre dentro de la cota de error de las otras curvas de esfuerzo – velocidad de cizalla, así estas tres son prácticamente la misma curva.

**Figura 62**

*Curva de flujo estacionario de soluciones de Bentonita MINPUL al 14% w/w y Nano partículas de Dióxido de Titanio a 20 °C*



*Nota:* Concentraciones de dióxido de titanio a 0.1 % w/w, 0.5 % w/w y 1.0 %w/w.

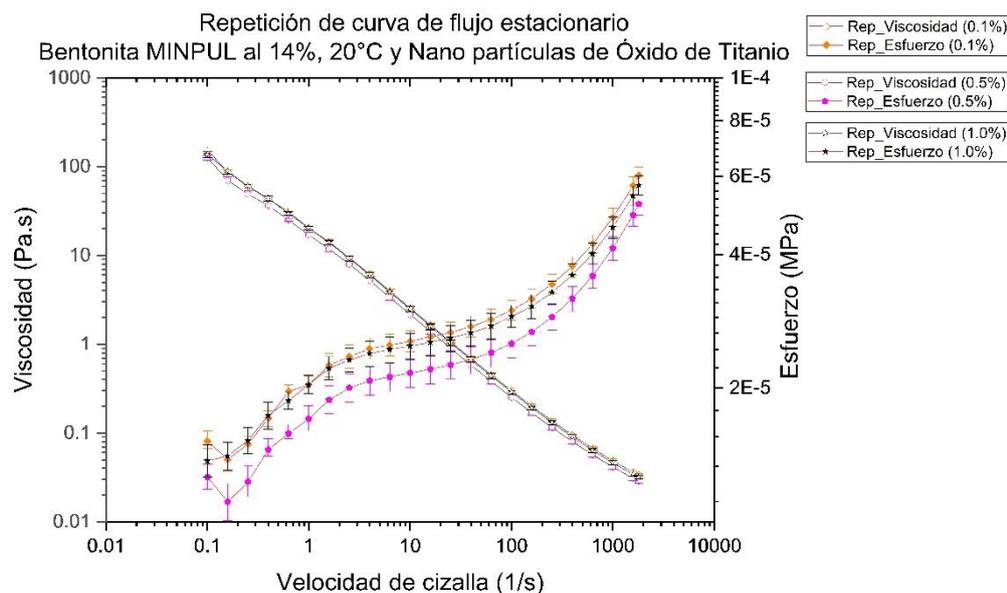
Elaboración propia.

Los ensayos fueron repetidos para las tres concentraciones de dióxido de titanio después de modificar la metodología de mezclado de las nano partículas, en la figura 63, se observa una variación ligera de la viscosidad para cada concentración, siendo la solución con 0.5% w/w de concentración de dióxido de

titanio la menos viscosa y que también presenta el menor esfuerzo. La tendencia de comportamiento es idéntica en todas las concentraciones.

### Figura 63

Repetición de curva de flujo estacionario de soluciones de Bentonita MINPUL al 14% w/w y Nano partículas de Dióxido de Titanio a 20 °C



*Nota:* Concentraciones de dióxido de titanio a 0.1 % w/w, 0.5 % w/w y 1.0 %w/w.

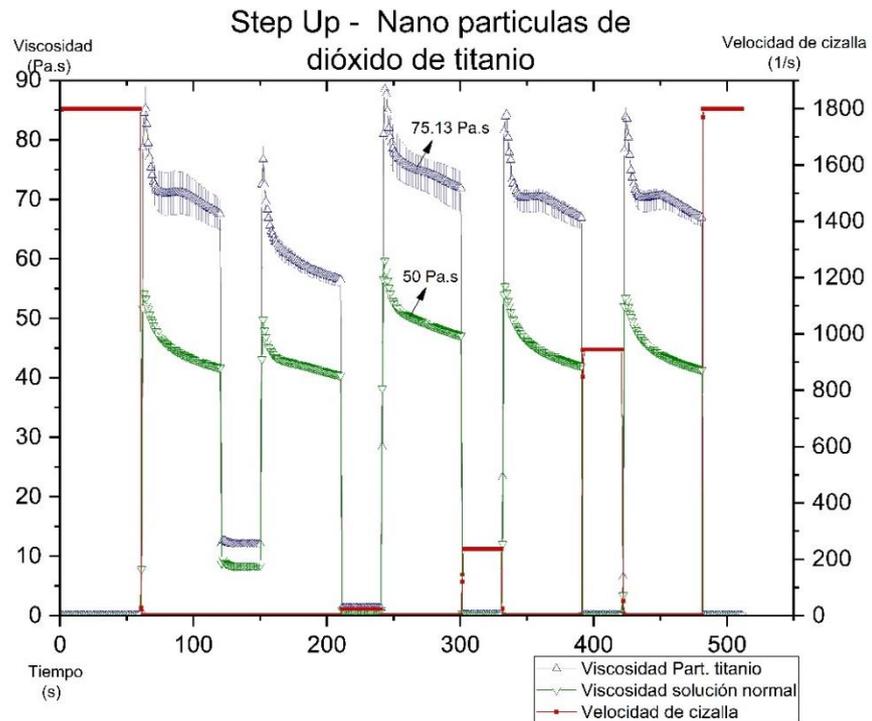
Elaboración propia.

### Dependencia del tiempo

En la Figura 64, en donde se compara la dependencia del tiempo de una muestra sin nano partículas de titanio y otra añadiendo las mismas en una concentración del 1% w/w, se observa que al añadir este compuesto la viscosidad aumenta en los periodos de reposo del ensayo. Por ejemplo, en el tercer periodo de reposo en el segundo 262 del ensayo existe una diferencia del 33.44% (75.13 - 50 Pa.s) entre las dos muestras, sin embargo, en las dos muestras se puede observar la misma tendencia de ser anti tixotrópicas (tendencia que se presenta con la bentonita MINPUL)

Figura 64

*Step up – nano partículas de dióxido de titanio*



*Nota: Ensayos realizados con dos muestras con concentraciones de bentonita (MINPUL) al 14% w/w y a 20°C, con la diferencia de que en una se añadió nano partículas de dióxido de titanio en concentración del 1% w/w. Elaboración propia.*

#### **Análisis costo – beneficio**

En la tabla 5 se puede observar que la solución de bentonita MINPUL con un incremento del pH al utilizar hidróxido de sodio permitió alcanzar la viscosidad mínima requerida por la API con un costo mínimo.

**Tabla 5***Tabla de análisis costo – beneficio de suspensiones de Bentonita*

Mezcla	Solo bentonita MINMETEC	Solo bentonita MINPUL	MINPUL + NaOH	MINPUL + TiO <sub>2</sub> al 0.1% w/w	MINPUL + TiO <sub>2</sub> al 0.5% w/w	MINPUL + TiO <sub>2</sub> al 1.0% w/w
Cantidad mezcla total (g)	75	75	75	75	75	75
Cantidad bentonita (g)	10.5	10.5	10.5	10.5	10.5	10.5
Cantidad NaOH (g)	0	0	0.153	0	0	0
Cantidad nanopartículas (g)	0	0	0	0.075	0.375	0.75
Costo total de mezcla (\$)	0.00399	0.00357	0.003646	0.06732	0.32232	0.64107
Viscosidad a 600 rpm (Pa. s)	0.027251	0.02863	0.032015	0.03343	0.02886	0.03183

Nota: La muestra con viscosidad mayor o igual a 0.03 Pa. s y menor costo es suspensión de bentonita con modificación de pH al agregar hidróxido de sodio y elevar el pH a 10.

Elaboración propia.

#### Verificación del número de ensayos

El error relativo porcentual de los ensayos realizados no supera el límite aceptable del 10%, la gran mayoría de los experimentos presentan errores entre el 5% y 6%, lo cual nos indica que la metodología y el número de experimentos establecidos son adecuados para la investigación realizada.

## Capítulo 5: conclusiones y recomendaciones

Las soluciones acuosas de ambas bentonitas poseen un comportamiento reo fluidificante requerido durante el proceso de perforación; sin embargo, la viscosidad mínima establecida por la API (30 cP a 600 rpm) no es alcanzada por ninguna muestra salvo en la solución de bentonita MINMETEC al 14% w/w y 35°C, lo cual hace evidente el requerimiento de un aditivo que aumente la viscosidad de las soluciones.

El hidróxido de sodio o soda caustica, óxido de calcio o cal, hipoclorito de sodio o lejía son aditivos capaces de elevar el pH de la solución de bentonita y con ello provocar un aumento de viscosidad y esfuerzo de las muestras.

El uso de nano partículas de dióxido de titanio supone una mayor capacidad de mantener en suspensión los recortes de la perforación, al poseer mayor viscosidad en periodos de reposo; sin embargo, al no ser un material de fácil acceso en la región no logra competir en precio con la soda cáustica para incrementar la viscosidad mínima requerida.

La bentonita MINPUL presenta un comportamiento anti tixotrópico no esperado en un fluido de perforación. Pero, sí una viscosidad elevada en condiciones de reposo facilitando la suspensión de recortes de la perforación, este comportamiento puede deberse a la composición específica de dicha bentonita o a su granulometría.

Los errores presentados durante los ensayos oscilatorios tienen relación al elevado comportamiento reo fluidificante de las soluciones ya que las muestras presentan más de un valor único de esfuerzo cortante para ciertas velocidades de

cizalla, provocando que el reómetro no sea capaz de aplicar el valor de esfuerzo establecido por el operador. Los valores negativos del módulo de almacenamiento en el barrido de amplitud al utilizar esfuerzo controlado, responden al aumento del desfase entre la deformación y el esfuerzo oscilatorio, siendo que este supera los 90°.

Se recomienda proponer y desarrollar como proyectos o artículos de investigación las siguientes líneas de investigación relacionadas al tema tratado:

- Estudio del esfuerzo de fluencia dinámico y estático en soluciones acuosas de bentonita provenientes de la región andina.
- Estudio de la suspensión de residuos de perforación en soluciones acuosas de bentonita mediante la técnica de mortero equivalente.
- Estudio de la influencia del pH en las propiedades reológicas de las soluciones acuosas de bentonita de la región andina.
- Estudio de la modificación de las propiedades reológicas de soluciones acuosas de bentonita de la región andina con nano partículas de dióxido de titano en concentraciones menores a 0.5% w/w
- Estudio de la relación entre la composición química o granulometría de bentonitas de la región andina y su comportamiento dependiente del tiempo en soluciones acuosas.

**Bibliografía**

- Annis, M. R. (1967). High-Temperature Flow Properties of Water-Base Drilling Fluids. *Journal of Petroleum Technology*, 19(08), 1074-1080.
- Arias, E. G., Andaverde, J., Santoyo, E., & Urquiza, G. (2009). Determinación de la viscosidad y su incertidumbre en fluidos de perforación usados en la construcción de pozos geotérmicos: aplicación en el campo de Los Humeros, Puebla, México. *Revista Mexicana de Ciencias Geológicas*, 26(2), 516-529.
- Barnes, H. A. (1999). The yield stress—a review or ‘παντα ρει’—everything flows? *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 81(1), 133-178.
- Bekkour K., S. O. (2001). Rheological characterization of bentonite suspensions and oil-in-water emulsions loaded with bentonite. *Applied Rheology*, 178-187.
- Bekkour, K., Leyama, M., Benchabane, A., & Scrivener, O. (2005). Time-dependent rheological behaviour of bentonite suspensions: An experimental study. *Journal of Rheology*, vol. 49(no. 6), 1329-1345.
- Bingham, E. C. (1930). Some Fundamental Definitions of Rheology. *Journal of Rheology*, Vol. 1(No. 5), 507-516.
- Cabrera, W. A. (1981). *Mejoramiento del uso de Fluidos de Perforación en el Oriente Ecuatoriano*. Guayaquil: Escuela Superior Politecnica del Litoral.
- Caenn, R., Darley, H. C., & Grey, G. R. (2016). *Composition and properties of Drilling and Completion Fluids*. Waltham: Gulf Professional Publishing.
- Contreras, E. V., & Rokas Pérez, T. (2016). *pH: Teoría y 232 problemas*. México D.F.: Universidad Autónoma Metropolitana.

- Cruz, N., Peng, Y., Farrokhpay, S., & Bradshaw, D. (2013). Interactions of clay minerals in copper–gold flotation: Part 1 – Rheological properties of clay mineral suspensions in the presence of flotation reagents. *Mineral Engineering*, 50-51(1), 30-37.
- Domingo, A. M. (2011). *Apuntes de Mecánica de Fluidos*. Madrid: Universidad Politécnica de Madrid.
- ECUAMINERALES. (2019). Hoja de Datos de Seguridad MSDS Bentonita. *Versión 1*. Cuenca.
- ESPINOSA, C. S. (2017). *ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE FLUIDOS DE PERFORACIÓN BASADOS EN AGUA Y BENTONITA SÓDICA NATURAL*. Sangolquí: Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE.
- Farina, A., & Fusi, L. (2018). Viscoplastic Fluids: Mathematical Modeling and Applications. *Non-Newtonian Fluid Mechanics and Complex Flows*, 229-298.
- García Quesada, J. C. (2007). *Tema 1. Introducción. Reología*. Alicante: Universidad de Alicante. Departamento de Ingeniería Química.
- García Quesada, J. C. (2008). *Tema 3. Viscoelasticidad*. Alicante: Universidad de Alicante. Departamento de Ingeniería Química.
- Hawker, D., Vogt, K., & Robinson, A. (2001). *MANUAL DE PERFORACIÓN: PROCEDIMIENTOS Y OPERACIONES EN EL POZO*. Calgary: DATALOG.
- Hernandez, F. J., Toro, J. H., & Flor, N. M. (2020). Testing shear thinning/thixotropy and shear thickening/antithixotropy relationships in a fumed silica suspension. *Journal of Rheology*, Vol. 64(N. 4), 785-797.
- Hevia, R. (2008). Bentonita Propiedades y usos industriales. Cerámica. *Cerámica y Cristal*, 49-52.

- Huang, W., Leong, Y.-K., Chen, T., Au, P.-I., X. L., & Qiu, Z. (2016). Surface Chemistry and rheological properties of API bentonite drilling fluid: pH effect, yield stress, zeta potential and ageing behaviour. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 146(1), 561-569.
- Hussanan, A., Salleh, M. Z., Khan, I., & Tahar, R. M. (2017). Heat Transfer in Magnetohydrodynamic Flow of a Casson Fluid with Porous Medium and Newtonian Heating. *Journal of Nanofluids*, Vol. 6(N. 1), 1-10.
- Kelessidis, V. C. (2008). Investigations on the Thixotropy of Bentonite Suspensions. *Energy Sources*, 27(13), 1729-1745.
- Luckham, P. F., & Rossi, S. (1999). The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 82, p. 43-92.
- Mewis, J., & Wagner, N. J. (2009). Thixotropy. *Advances in Colloid and Interface Science*, Vol. 1, 214-227.
- MORENO, M. I., & LAMPION, N. C. (2009). *ESTUDIO COMPARATIVO DE MODELOS REOLÓGICOS PARA LODOS DE PERFORACIÓN*. Medellín: UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA.
- Morrison, F. A. (2001). *UNDERSTANDING RHEOLOGY*. New York: Oxford University Press, Inc.
- Pinzón, J. (2006). Viscosidad de Suspensiones de una Bentonita en Estado atural y Organofilia. *Revista Colombiana de Química*, 225-232.
- Polímeros, R. I. (2002). GLOSARIO DE TERMINOLOGÍA REOLÓGICA. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 3(2), 55-77.
- Rabia, A., Yahiaoui, S., Djabourov, M., Feuillebois, F., & Lasuye, T. (2014). Optimization of the vane geometry. Applications to complex fluids. *Rheol Acta*, 53(1), 357-371.

- Robertson, R. F., & Stiff, H. A. (1976). An improved mathematical model for relating shear stress to shear rate in drilling fluid and cement slurries. *Society of Petroleum Engineers Journal*, 16(1), 31-36.
- Rojas, O., Briceño, M. I., & Avedaño, J. (2012). *Fundamentos de Reología*. Mérida: Universidad de los Andes.
- Rosales, F. G., & Hernández, F. R. (2006). Structural breakdown and build-up in bentonite dispersions. *Applied Clay Science*, 33, 109-115.
- Rosales, F. J., & Hernandez, F. J. (2010). Static and Dynamic Yield Stresses of Aerosil® 200 Suspensions. *Applied Rheology*, 20(2), 1-10.
- Stephanie, Z. C. (2017). *ANÁLISIS FÍSICO-QUÍMICO Y MICROBIOLÓGICO DE VARIAS MARCAS DE AGUA PURIFICADA Y ENVASADA DE VENTA EN LA COOP. "FLORIDANORTE" DE LA CIUDAD DE GUAYAQUIL, 2017*. Guayaquil: Universidad de Guayaquil.
- TA. Instruments. (2016). Discovery Hybrid Rheometer. New Castle.
- TA. Instruments. (2018). Discovery Hybrid Rheometers - Temperature Systems and Accesories. 19-22. New Castle.
- Venegas, L. C. (2017). *Determinación de Parámetros de Modelo y Flujo de Fluidos No Newtonianos*. Callao: Universidad Nacional del Callao.
- Villegas, R. R. (2017). *La Química de los lodos de perforación ejemplos y aplicaciones en Ciencias de la Tierra*. Ciudad de México: Universidad Nacional Autónoma de México.
- Vryzas, Z., Kelessidis, V., Nalbantian, L., Zaspalis, V., Gerogiorgis, D., & Wubulikasimu, Y. (2017). Effect of temperature on the rheological properties of neat aqueous Wyoming sodium bentonite dispersions. *Applied Clay Science*, 136(1), 26-36.

**Anexos**