



**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y  
MECÁNICA**

**CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA**

**TRABAJO DE TITULACIÓN, PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO  
DE INGENIERO MECÁNICO**

**TEMA: FORMULACIÓN Y CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE  
FLUIDOS COMPLEJOS BASADOS EN BIOPOLÍMEROS Y  
NANOESTRUCTURAS 2D**

**AUTOR: ROSERO YÉPEZ, ERIK ANDRÉS**

**DIRECTOR: Msc. NARVÁEZ MUÑOZ, CHRISTIAN PATRICIO**

**SANGOLQUÍ**

**2019**



**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA**

**CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA**

**CERTIFICACIÓN**

Certifico que el trabajo de titulación, "FORMULACIÓN Y CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE FLUIDOS COMPLEJOS BASADOS EN BIOPOLÍMEROS Y NANOESTRUCTURAS 2D" fue realizado por el señor ROSERO YÉPEZ, ERIK ANDRÉS el mismo que ha sido revisado en su totalidad, analizado por la herramienta de verificación de similitud de contenido; por lo tanto cumple con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, razón por la cual me permito acreditar y autorizar para que lo sustente públicamente.

Sangolquí, 19 de julio 2019

**Msc. NARVAEZ MUÑOZ, CHRISTIAN PATRICIO**

**DIRECTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN**



**DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA**

**CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA**

**AUTORÍA DE RESPONSABILIDAD**

Yo, **ROSERO YÉPEZ, ERIK ANDRÉS** declaro que el contenido, ideas y criterios del trabajo de titulación: **FORMULACIÓN Y CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE FLUIDOS COMPLEJOS BASADOS EN BIOPOLÍMEROS Y NANOESTRUCTURAS 2D** es de mi autoría y responsabilidad, cumpliendo con los requisitos teóricos, científicos, técnicos, metodológicos y legales establecidos por la Universidad de Fuerzas Armadas ESPE, respetando los derechos intelectuales de terceros y referenciando las citas bibliográficas.

Consecuentemente el contenido de la investigación mencionada es veraz.

Sangolquí, 19 de julio 2019



**ROSERO YÉPEZ, ERIK ANDRÉS**  
C.C. 0401422258



DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA ENERGÍA Y MECÁNICA

CARRERA DE INGENIERÍA MECÁNICA

AUTORIZACIÓN

Yo, ROSERO YÉPEZ, ERIK ANDRÉS autorizo a la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, publicar el trabajo de titulación: "FORMULACIÓN Y CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE FLUIDOS COMPLEJOS BASADOS EN BIOPOLÍMEROS Y NANOESTRUCTURAS 2D" en el Repositorio Institucional, cuyo contenido, ideas y criterios son de mi responsabilidad.

Sangolquí, 19 de julio 2019

ROSERO YÉPEZ, ERIK ANDRÉS

C.C. 0401422258

## **RECONOCIMIENTO**

A Camilo Zamora Ledezma, Ph.D, de la Universidad de Investigación de Tecnología Experimental (YACHAI TECH). Por su asistencia científica constante en el desarrollo del presente trabajo de titulación.

**Erik Rosero**

## **DEDICATORIA**

A mi madre, porque sé cuánto anheló este momento. Es una manera de retribuir lo más valioso que tú me diste, la vida, que se conforma de tiempo, el cual no espera, sé que no eres eterna, pero lo diera todo porque lo fueras.

**Erik Rosero**

## **AGRADECIMIENTOS**

Por estar siempre presente, ser un guía espiritual, proporcionar la dosis de fe necesaria para nunca rendirme, y las fuerzas para ser cada día una mejor persona, GRACIAS DIOS.

A mis padres por el apoyo, comprensión y esfuerzo que realizaron estos años para brindarme la oportunidad de obtener una formación profesional.

Es mi ejemplo a seguir, porque la considero una persona muy sabia, y ahora puedes presenciar la graduación de un nieto más, gracias abuelita Teri.

A Vanne y Cleo, mi pequeña familia de la Capital, por apoyarme siempre, por sobrellevar de forma positiva todo este proceso, porque no fueron las mejores noches para ti. Gracias hermana, te quiero demasiado.

A mi querido amigo, con quien he compartido momentos inolvidables, de quien aprendí muchos valores, y enseñanzas de madurez desde la adolescencia, y por estar siempre en los momentos que están los verdaderos amigos muchas gracias Damián Romo.

Quien siempre me apoyo en momentos donde sientes que la vida no tiene sentido, porque el deporte alivia el alma gracias amigo Tavo.

A Fernando y Diego, mis amigos y compañeros, amistad que construí gracias a esta carrera profesional, compañeros con quienes compartí desvelos de estudio, momentos de diversión y tiempo de calidad en la universidad.

A Alex por ser incondicional siempre, por ser un viejo amigo el cual aún frecuento.

A Gabriela y Carolina por su ayuda profesional y aporte en este proyecto, pero sobre todo por su amistad porque son bellas personas.

A esa persona especial, quien, a pesar de conocerte no desde hace mucho, fuiste un gran apoyo espiritual en el proceso de realización de este proyecto. Gracias Sarita.

A Daniela por guiarme en el proceso de exfoliación química de vermiculita, por ser paciente ya que no es el fuerte de un mecánico, por instruirme en la familiarización de los equipos e instrumentos de laboratorio de Química de la Universidad de investigación de tecnología experimental, (YACHAY-TECH). Por ayudarme y obsequiarme su tiempo cuando hubo situaciones adversas en el laboratorio con el equipo de reflujo, por confiar en mi cuando trabaje hasta tarde y sobre todo porque la considero una amiga, muchas gracias Dani.

A mi tutor Camilo Zamora, quien, desde el primer día que trabaje con él, me dijo; que ya me considera su colega, por todo el conocimiento impartido durante este proceso, por ser un guía académico de excelente calidad, pero sobre todo por ser una excelente persona, porque me ayudó cuando lo necesitaba, me dio una reprimenda cuando lo requerí, me felicitó cuando me esforcé, me orientó cuando no encontré el rumbo, me incentiva a

seguir superándome, y me encamina para abrirme nuevas puertas de éxito profesional, porque el simple hecho de conversar con el es aprender siempre. MUCHAS GRACIAS.

A los ingenieros Christian Narváez y Luis Carrión por su ayuda profesional, por motivarme para la culminación de este proyecto, pero sobre todo por ser unas excelentes personas.

A la Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, y sus docentes por el conocimiento impartido, enseñanzas de vida y valores aprendidos durante todo este tiempo.

A la Universidad de investigación de tecnología experimental, escuela de física y nanotecnología, (YACHAY-TECH), por abrirme las puertas confiar en mí, y por su apoyo brindado durante el proceso de titulación.

**Erik Rosero**

**TABLA DE CONTENIDO**

Certificación.....	ii
Autoria de responsabilidad .....	iii
Autorización.....	iv
Reconocimiento.....	v
Dedicatoria .....	vi
Agradecimientos .....	vii
Indice de figuras .....	xiii
Indice de tablas .....	xvi
Resumen .....	xvii
Abstract .....	xviii
1. Introducción.....	1
1.1. Antecedentes.....	1
1.2. Justificación e importancia.....	3
1.3. Objetivos.....	7
1.3.1. Objetivo general .....	7
1.4. Alcance del proyecto .....	8
1.5. Descripción del proyecto .....	9
2. Estado del arte .....	13
2.1. Introducción .....	13
2.1.1. Lodos de perforación.....	13
2.1.1. Formulación.....	14

2.1.2. Parametros de verificación .....	16
2.1.3. Viscosidad en lodos de perforación .....	17
2.1.4. Ph.....	17
2.1.5. Densidad .....	18
2.2. Vermiculita.....	19
2.2.1. Introducción.....	19
2.2.2. Exfoliación de nanopartículas de vermiculita.....	22
2.3. Xanthan gum .....	23
2.3.1. Introducción.....	23
2.3.2. Características.....	24
2.3.3. Antecedentes de xanthan gum en lodos de perforacion.....	25
2.3.4. Formulaciones de xhantan gum y bentonita.....	26
2.4. Óxido de grafeno .....	28
2.4.1. Sintesis y producción.....	28
2.4.1. Formulaciones de óxido de grafeno.....	30
2.5. Reologia .....	31
2.5.1. Tipos de fluidos .....	31
2.5.2. Variables.....	32
2.5.3. Viscoelasticidad.....	40
2.5.4. Geometria plato-cono .....	42
3. Experimentación.....	44
3.1. Materia prima.....	44
3.1.1. Vermiculita.....	44

3.1.2. Cloruro de litio .....	44
3.1.1. Cloruro de sodio (pureza de 99.5 %) .....	44
3.1.2. Cloruro de sodio comercial .....	45
3.1.3. Óxido de grafeno .....	45
3.1.4. Xantham gum .....	46
3.1.5. Agua destilada .....	47
3.1.6. Glicerina .....	47
3.2. Equipos e instrumentos .....	48
3.2.1. Equipo de reflujo.....	48
3.2.2. Equipo de filtración .....	49
3.2.3. Equipo metrológico .....	50
3.2.4. Equipo de microscopia óptica no polarizada .....	51
3.2.5. Equipo de espectroscopía .....	52
3.2.6. Equipo reológico.....	52
3.2.7. Instrumentación complementaria.....	52
3.3. Metodología de trabajo .....	55
3.3.1. Exfolicion de vermiculta .....	55
3.3.2. Extracto en seco.....	61
3.3.3. Experimentación reológica .....	62
3.3.4. Caracterización estructural .....	66
3.4. Resumen .....	66
4. Discusion de resultados.....	68
4.1. Formulacion de muestras .....	68

4.1.1. Protocolo de preparación de muestras .....	69
4.2. Estudio reológico .....	72
4.2.1. Curvas de flujo estacionario .....	72
4.2.2. Graficas dependientes de la temperatura .....	81
4.2.3. Viscoelasticidad .....	81
4.3. Caracterizacion estructural .....	85
4.3.1. Caracteristica estructural: xanthan gum .....	86
4.3.2. Caracteristica estructural: vermiculita-xanthan gum .....	86
4.3.1. Caracteristica estructural: óxido de grafeno-xanthangum.....	87
4.4. Microscopia electronica .....	88
4.5. Espctroscpia raman .....	89
4.6. Diseño de experiemtación “Anova” .....	90
4.6.1. Gráfica de intervalos.....	93
4.6.2. Gráfica de caja .....	93
4.6.3. Gráfica de probabilidad normal.....	94
4.6.4. Residuos vs ajustes.....	95
4.7. Aplicación .....	95
4.8. Resumen .....	96
5. Conclusiones y recomendaciones .....	98
5.1. Conclusiones .....	98
5.2. Recomendaciones .....	100
5.3. Trabajos futuros.....	101
6. Referencias .....	102

## INDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Escala nanométrica .....	2
<b>Figura 2.</b> Tipos de formaciones .....	4
<b>Figura 3.</b> Distribución deseada de nanoestructuras 2D .....	5
<b>Figura 4.</b> Derrumbamiento de pared en perforación .....	6
<b>Figura 5.</b> Partes del reómetro .....	8
<b>Figura 6.</b> Distribución de vermiculita. ....	10
<b>Figura 7.</b> Partes de un conjunto de perforación en un pozo .....	15
<b>Figura 8.</b> a) sedimentación de partículas, b) dispersión de partículas .....	18
<b>Figura 9.</b> Estructuras de vermiculita .....	21
<b>Figura 10.</b> SEM de vermiculita exfoliada .....	23
<b>Figura 11.</b> Xanthan Gum en estado natural .....	24
<b>Figura 12.</b> Curvas de flujo estacionario Bentonita-Xanthan Gum .....	27
<b>Figura 13.</b> Curvas de flujo estacionario Xanthan Gum (0,1 wt% a 0,5 wt%).....	28
<b>Figura 14.</b> Síntesis y reducción de Grafeno.....	29
<b>Figura 15.</b> Curva de flujo estacionario-Óxido de Grafeno .....	30
<b>Figura 16.</b> Estado de esfuerzo isotrópico y anisotrópico. ....	32
<b>Figura 17.</b> Flujo plano de Couette.....	33
<b>Figura 18.</b> Fluido de Bingham.....	36
<b>Figura 19.</b> Comparación Modelos Reológicos .....	37
<b>Figura 20.</b> Modelo Reológico de Casson .....	38
<b>Figura 21.</b> Geometría Cono-Plato.....	43
<b>Figura 22.</b> Vermiculita.....	44
<b>Figura 23.</b> Cloruro de Litio .....	45
<b>Figura 24.</b> Óxido de Grafeno 0,4 wt% .....	46

<b>Figura 25.</b> Xanthan Gum.....	47
<b>Figura 26.</b> Glicerina .....	47
<b>Figura 27.</b> Equipo de reflujo.....	48
<b>Figura 28.</b> Equipo de filtración .....	49
<b>Figura 29.</b> Balanza analítica electrónica .....	50
<b>Figura 30.</b> Termómetro laser .....	51
<b>Figura 31.</b> Agitación de soluciones .....	56
<b>Figura 32.</b> Producto de exfoliar con NaCl .....	58
<b>Figura 33.</b> Producto del proceso de exfoliación de Vermiculita .....	59
<b>Figura 34.</b> Muestra de extracto en seco .....	61
<b>Figura 35.</b> Curvas de flujo estacionario .....	63
<b>Figura 36.</b> Tipos de fluidos puramente viscoso.....	64
<b>Figura 37.</b> Formulación de muestra .....	70
<b>Figura 38.</b> Curvas de flujo estacionario de Xanthan gum .....	74
<b>Figura 39.</b> Curvas de flujo estacionario- Vermiculita exfolia .....	76
<b>Figura 40.</b> Curvas de flujo estacionario-Óxido de grafeno .....	77
<b>Figura 41.</b> Curvas de flujo estacionario-Xanthan gum y Vermiculita exfoliada .....	79
<b>Figura 42.</b> Curvas de flujo estacionario Xanthan gum-Óxido de grafeno.....	80
<b>Figura 43.</b> Influencia de la viscosidad en función de la temperatura de Xanthan Gum, vermiculita exfoliada y óxido de grafeno a un shear rate constante de 100 (1/s).....	81
<b>Figura 44.</b> Barrido de amplitud.....	84
<b>Figura 45.</b> Barrido de frecuencia.....	85
<b>Figura 46.</b> Caracterización estructural-Xanthan Gum.....	86
<b>Figura 47.</b> Caracterización estructural: Xanthan Gum- Vermiculita .....	87
<b>Figura 48.</b> Caracterización estructural: Xanthan Gum- Óxido de Grafeno.....	88
<b>Figura 49.</b> Microscopia electrónica de barrido (SEM): Óxido de Grafeno .....	89
<b>Figura 50.</b> Espectroscopía Raman: Óxido de Grafeno .....	90

<b>Figura 51.</b> Intervalos de Viscosidad plástica vs Muestra .....	93
<b>Figura 52.</b> Gráfica de caja de viscosidad plástica .....	94
<b>Figura 53.</b> Gráfica de probabilidad normal.....	94
<b>Figura 54.</b> Residuos vs Ajustes .....	95
<b>Figura 55.</b> Esquema de perfil de esfuerzos cortantes y velocidad-Fluido viscoelástico	96

## INDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> <i>Soluciones y sus porcentajes en peso disueltas en agua</i> .....	10
<b>Tabla 2.</b> <i>Combinaciones entre Oxido de grafeno, Vermiculita y xanthan gum al 0.3 % wt, disueltas en agua</i> .....	10
<b>Tabla 3.</b> <i>Soluciones sometidas a caracterización</i> .....	11
<b>Tabla 4.</b> <i>Combinaciones entre Oxido de grafeno, Vermiculita y xanthan gum al 0.3 % wt sometidas a caracterización</i> .....	11
<b>Tabla 5.</b> <i>Propiedades físicas de la Vermiculita</i> .....	19
<b>Tabla 6.</b> <i>Instrumentación complementaria</i> .....	53
<b>Tabla 7.</b> <i>Parámetros de curvas de flujo estacionario</i> .....	64
<b>Tabla 8.</b> <i>Parámetros barridos de amplitud</i> .....	65
<b>Tabla 9.</b> <i>Parámetros barridos de frecuencia</i> .....	66
<b>Tabla 10.</b> <i>Formulación de muestras</i> .....	72
<b>Tabla 11.</b> <i>Modelo Reológico - Xanthan Gum</i> .....	73
<b>Tabla 12.</b> <i>Modelo Reológico- Vermiculita exfoliada</i> .....	75
<b>Tabla 13.</b> <i>Modelo Reológico- Óxido de Grafeno</i> .....	76
<b>Tabla 14.</b> <i>Modelo Reológico: Xanthan Gum- Vermiculita</i> .....	78
<b>Tabla 15.</b> <i>Modelo Reológico: Xanthan Gum- Óxido de grafeno</i> .....	79
<b>Tabla 16.</b> <i>Régimen Viscoelástico lineal (LVE)</i> .....	82
<b>Tabla 17.</b> <i>Parámetros-ANOVA</i> .....	91
<b>Tabla 18.</b> <i>Parámetros método ANOVA</i> .....	91
<b>Tabla 19.</b> <i>Análisis de varianza</i> .....	92
<b>Tabla 20.</b> <i>Resumen del modelo</i> .....	92
<b>Tabla 21.</b> <i>Medias</i> .....	92

## RESUMEN

El presente proyecto de titulación aborda la formulación de fluidos de perforación a base de Xanthan Gum en concentraciones de: 0.05 wt%, 0.15 wt%, 0.3 wt%, 0.45 wt%, 0.60 wt%, Óxido de Grafeno en concentraciones de: 0.01 wt%, 0.10 wt%, 0.20 wt%, y Vermiculita exfoliada mediante procesos de reflujó químico con soluciones saturadas de NaCl y LiCl en concentraciones de: 0.01 wt%, 0.10 wt%, 0.20 wt%, posterior a esto se realizó la caracterización reológica mediante curvas de flujo estacionario robusteciendo los resultados obtenidos experimentalmente con modelamiento reológico, determinando la influencia de la concentración de cada material y comparando con estudios previos sobre fluidos de perforación. Además, se analizó la influencia de la temperatura sobre la viscosidad de compuestos como: Xanthan Gum al 0.30 wt%, Oxido de Grafeno al 0.20 wt%, Vermiculita exfoliada al 0,2 wt% y sus respetivas combinaciones. Subsiguiente a esto, se determinó el módulo viscoso y módulo elástico de estos últimos compuestos para decretar que compuestos son viscoelásticos. Por último, se contrastó su conformación estructural de los materiales mediante microscopia óptica no polarizada, y un análisis de microscopía electrónica (SEM) y espectroscopía Raman de Óxido de Grafeno.

## PALABRAS CLAVE

- **EXFOLIACIÓN**
- **VERMICULITA**
- **ÓXIDO DE GRAFENO**
- **XANTHAN GUM**

## **ABSTRACT**

The present titration project deals with the formulation of drilling fluids based on Xanthan Gum in concentrations of: 0.05 wt%, 0.15 wt%, 0.3 wt%, 0.45 wt%, 0.60 wt%, Graphene Oxide in concentrations of: 0.01 wt %, 0.10 wt%, 0.20 wt%, and Vermiculite exfoliated through chemical reflux processes with saturated solutions of NaCl and LiCl in concentrations of: 0.01 wt%, 0.10 wt%, 0.20 wt%, after this the rheological characterization was carried out using Stationary flow curves, reinforcing the results obtained experimentally with rheological modeling, determining the influence of the concentration of each material and comparing with previous studies on drilling fluids. In addition, the influence of temperature on the viscosity of compounds such as: Xanthan Gum at 0.30 wt%, Graphene Oxide at 0.20 wt%, Vermiculite exfoliated at 0.2 wt% and their respective combinations was analyzed. Subsequent to this was determined loss modulus and storage modulus of these latter compounds to decree that compounds are viscoelastic. Finally, the structural conformation of the materials was contrasted by non-polarized optical microscopy, and an electron microscopy (SEM) and Raman Graphene Oxide spectroscopy analysis.

## **KEY WORDS**

- **EXFOLIATION**
- **VERMICULITE**
- **GRAFEN OXIDE**
- **XANTHAN GUM**

# CAPÍTULO I

## INTRODUCCIÓN

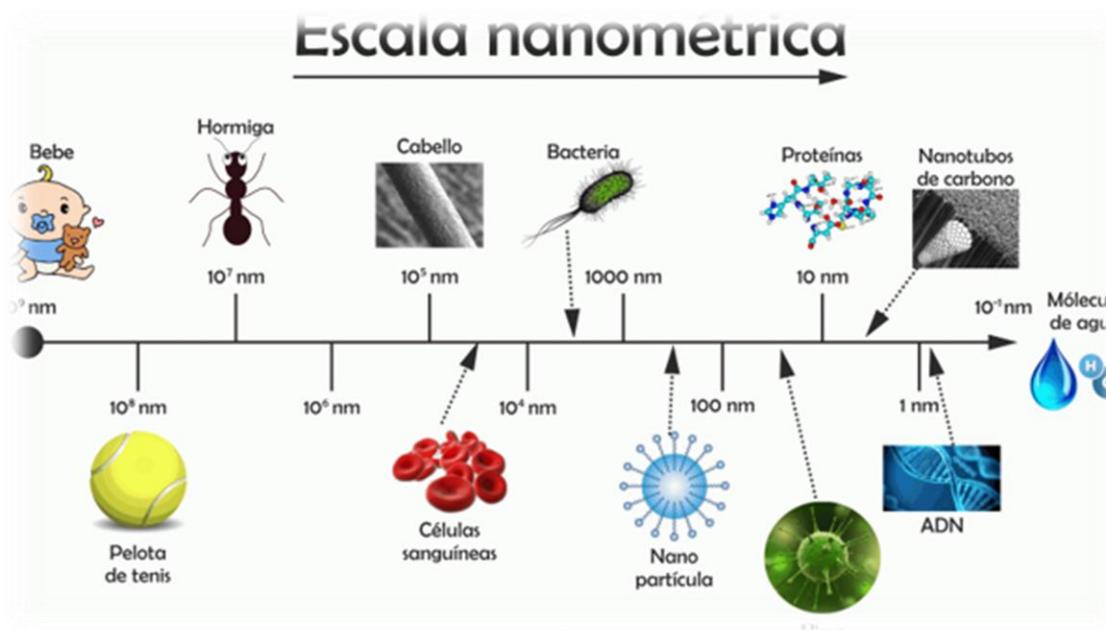
### 1.1. Antecedentes

La nanotecnología ha logrado avances impresionantes, tanto en el área industrial, como también en la medicina, la manipulación a nivel atómico, células de vida (ADN). Las cuales albergan mucha información y resultan de gran importancia en el funcionamiento del organismo (Risk, 2015).

La nanotecnología se basa en el estudio, síntesis, manipulación, y creación de materiales a través del control de la materia a una escala nanométrica, donde la Física, la Química y la Biología convergen (Sánchez C., 2017). Hablar de nanotecnología implica trabajar con materiales o estructuras en las cuales alguna de sus dimensiones están por debajo de los 100 nm. Teniendo en cuenta que un nanómetro está definido como la millonésima parte de un milímetro, la comparación puede observarse en la **Figura 1**.

Desde inicios de la industria petrolera las empresas han dedicado tiempo he invertido gran cantidad de recursos a la investigación, para mejorar los métodos de extracción de petróleo y que sus procesos sean más eficientes, entre estos, la perforación de pozos es uno de los más destacados, en el cual los fluidos de perforación juegan un papel importante, porque deben poseer propiedades físicas, químicas y reológicas particulares (Maldonado. 2006)

Los fluidos de perforación han sido el foco de estudios desde ya hace varios años, debido a varios factores como son; mejorar sus propiedades físicas, químicas o reológicas, disminuir el impacto ambiental que este causa o simplemente reducir costos de fabricación, por lo que varios estudios revelan mejoras en las propiedades mecánicas, optoelectrónicas y electroquímicas de algunos componentes de los fluidos de perforación como son los nano-fluidos (compuestos de nanoestructuras 2D) a partir de la exfoliación de vermiculita (Shao,2015).



**Figura 1.** Escala nanométrica

Fuente: (Passaretti, SR)

Existen distintos tipos de fluidos de perforación como son: aire- gas, de espuma o fluidos aireados y lodos, estos pueden formularse a base de agua o aceite, entre los más usados están los fluidos de perforación a base de agua, debido a su menor coste en el sistema de bombeo frente a los fluidos de perforación a base de aceite. Es más amigable

con el medio ambiente, y superiores características de lubricación sobre la tubería en comparación con los sistemas aire- gas o de espuma. (Vryzas, 2017)

Entre los componentes que tiene un fluido de perforación a base de agua, se encuentran las arcillas, la vermiculita es una de ellas y estudios revelan interesantes propiedades mecánicas y electroquímicas como lo explica J. Shao en su publicación (Shao, 2015). Entre las aplicaciones más importantes de estos fluidos está la perforación petrolera, con el fin de mejorar sus características reológicas, para conseguir una producción más eficiente.

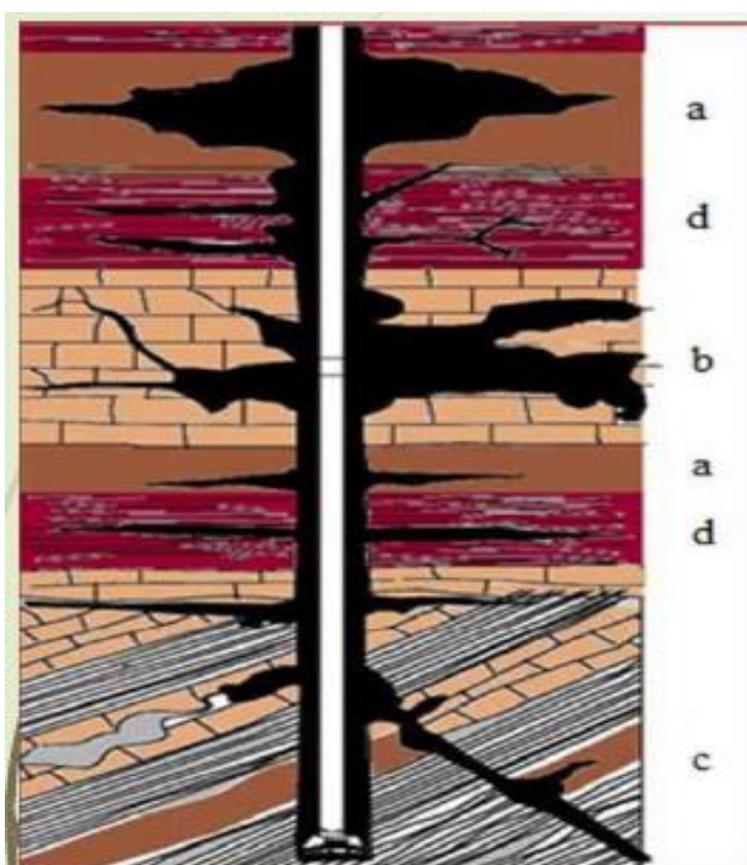
Por otra parte, la goma de xantana es un biopolímero (polisacárido), puesto que posee propiedades reológicas excepcionales, tiene un sin número de aplicaciones como son: en la industria alimenticia, aderezos para ensaladas, postres, salsas, productos lácteos, alimentos bajos en calorías, productos de limpieza, recubrimientos, y sin duda en fluidos de perforación (Katzbauer,1997). F. García y S. Rosalam han dedicado sus investigaciones a la producción de este biopolímero con el objetivo de mejorar sus propiedades para el uso industrial (García,2000; Rosalam, 2006).

## **1.2. Justificación e importancia**

Las funciones de los fluidos de perforación incluyen proporcionar presión hidrostática para evitar que los fluidos de formación entren en el pozo, prolongar el calentamiento de la roca por más tiempo y reducir la erosión en las paredes mientras se perfora, por otra parte, evita la corrosión de la tubería de perforación, facilita la adquisición de información sobre la formación del pozo ya que en los fluidos llegan a suspenderse sólidos inertes

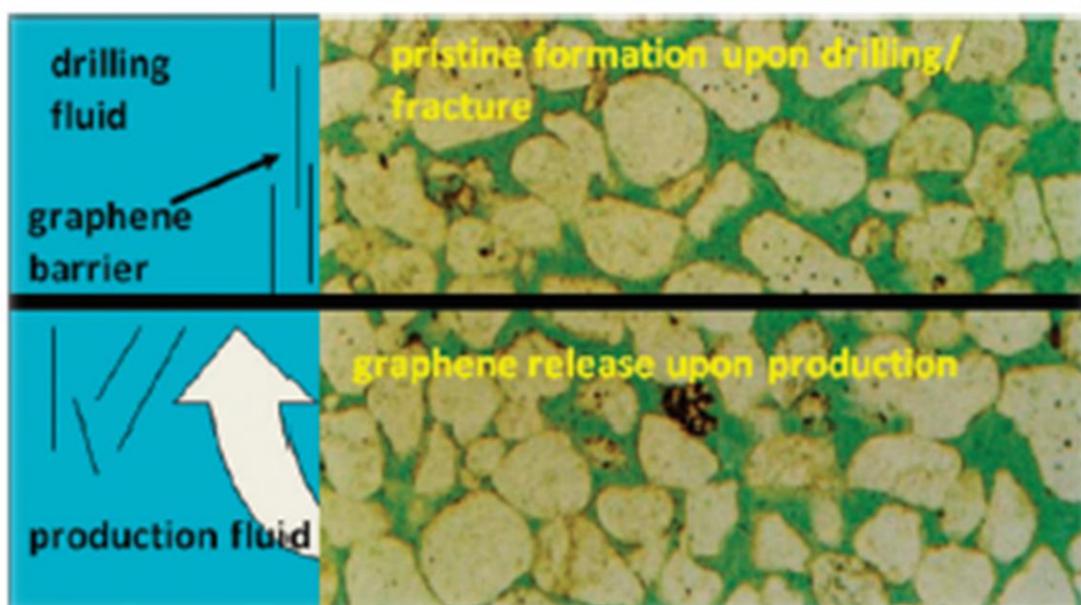
producto de la perforación, por lo que una perforación exitosa depende directamente de la efectividad del fluido de perforación en uso. (Vryzas,21017).

Un detractor a la hora de la perforación de un pozo es la filtración a través de las paredes, la cual corresponde a distintas causas como se muestra en la Figura 2, causando una pérdida del fluido y una consecuencia económica desfavorable, pese a



**Figura 2.** Tipos de formaciones a) Pérdidas en formaciones permeables poco consolidadas.  
b) Fracturas cavernosa. c) Fracturas creadas o inducidas. d) Fracturas naturales  
Fuente: (Acosta, 2017)

que los fluidos de perforación a base de agua se comportan de manera aceptable frente a la filtración ante otros tipos de fluidos ya mencionados como los fluidos a base de aceite, los fluidos a base de agua se filtran fácilmente en terrenos arenosos y formaciones abruptas, por ese motivo este proyecto se enfoca en usar nanoestructuras 2D con el propósito de disminuir estos efectos de filtración como se muestra en la **Figura 3** con el objetivo de tener un efecto positivo en sistemas de perforación.



**Figura 3.** a) Distribución deseada de nanoestructuras 2D.  
 b) Distribución ordinaria de partículas laminares en fluidos de perforación.  
 Fuente: (Kosynkin, 2011).

Un fluido de perforación debe tener las siguientes características:

- Transportar: Es decir, el transporte de sólidos inertes, lo cual denota que son químicamente inactivos, provenientes de la perforación como caliza, dolomita y arenas, por lo que el objetivo de la goma de xantana es incidir en la densidad y el

PH del fluido, en donde estas propiedades tienen incidencia directa con el transporte de sólidos. (Stewart, 2013)

- Enfriar y lubricar: Las tuberías, así como las brocas de un sistema de perforación necesitan ser lubricadas para tener una mayor eficiencia.
- Prevenir derrumbamiento: Como se aprecia en la **Figura 4** el derrumbamiento es el colapso de partículas ubicadas en la pared del pozo, el objetivo deseado de las nanoestructuras 2D es sellar poros en la pared a través de estas nanoestructuras, para que la presión del pozo no disminuya y sea propensa a derrumbamiento.



**Figura 4.** Derrumbamiento de pared en perforación

Fuente: (Portal del petróleo, 2016)

El tamaño, concentración volumétrica y forma de las nanopartículas así como también la adición de surfactantes influyen de manera directa en las propiedades macroscópicas de fluido como Vryzas documenta en su artículo (Vryzas, 2017). La formulación de fluidos

de perforación en base a nanopartículas tiene la finalidad de superar problemas técnicos actuales que muestra la industria petrolera.

### **1.3. Objetivos**

#### **1.3.1. Objetivo general**

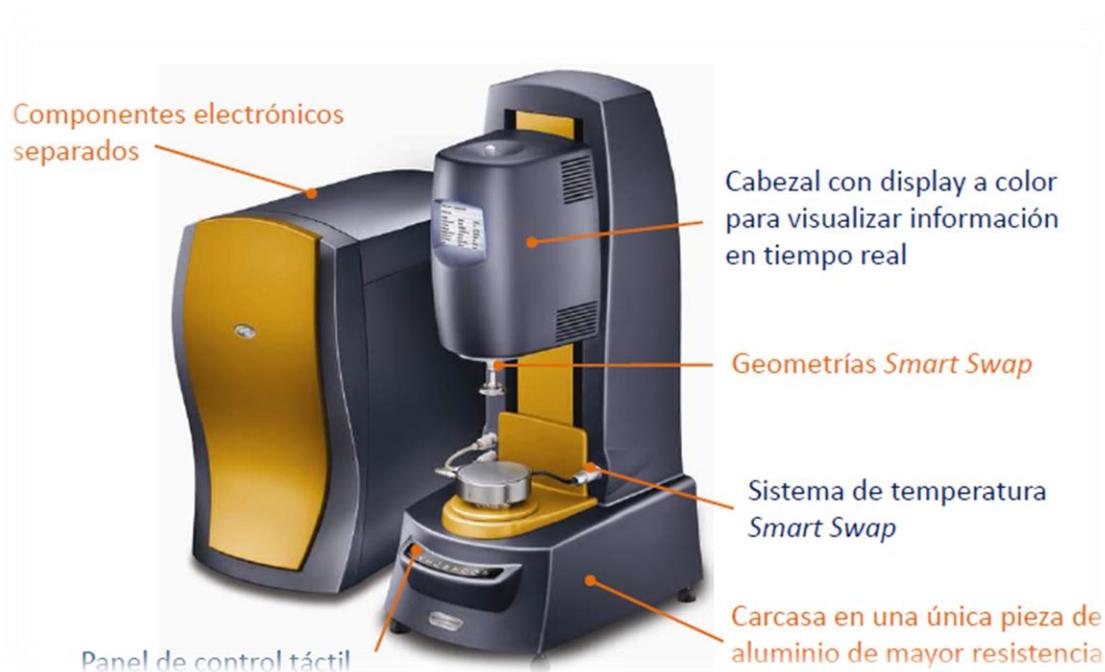
Caracterizar las propiedades reológicas y formular fluidos complejos basados en biopolímeros (Xanthan gum) y nanoestructuras 2D (óxido de grafeno y vermiculita).

#### **1.3.2. Objetivos específicos**

- Determinar la influencia de la concentración de Xanthan gum, óxido de grafeno y vermiculita exfoliada en la formulación de fluidos complejos basados en biopolímeros y nanoestructuras 2D enfocados a fluidos de perforación.
- Contrastar la conformación estructural de fluidos complejos basados en biopolímeros y nanoestructuras 2D mediante los siguientes métodos:
  - Microscopía óptica.
  - Microscopía electrónica.
  - Espectroscopía Raman.
- Relacionar el comportamiento de propiedades reológicas de fluidos complejos basados en biopolímeros y nanoestructuras 2D valorando los siguientes parámetros:
  - Concentración del biopolímero.
  - Concentración del dopante (óxido de grafeno y vermiculita).
  - Temperatura y tasas de corte.

#### 1.4. Alcance del proyecto

Para este proyecto se propone realizar la exfoliación de vermiculita mediante reacciones electroquímicas con la ayuda de sales saturadas para obtener nanoestructuras 2D usando el método propuesto por J. Shao en su publicación (Shao,2015), una vez concluido estos procesos, se realizará la formulación de fluidos complejos basados en biopolímeros, vermiculita y nanopartículas de óxido de grafeno, evaluando los siguientes parámetros: a) Concentración del biopolímero, b) Concentración del dopante.



**Figura 5.** Partes del reómetro

Fuente: (Noboa: 2013)

Consecuente a esto se llevará a cabo la caracterización estructural de estas soluciones mediante microscopía óptica de al menos cinco muestras, y la caracterización

mediante microscopía electrónica de barrido y espectroscopía Raman de óxido de grafeno.

Concurrente al proceso anterior se llevará a cabo la caracterización reológica las soluciones, valorando los siguientes parámetros: a), Concentración del biopolímero, b) Concentración del dopante (óxido de grafeno y vermiculita), c) Temperatura y tasas de corte. Para proceder a un análisis y discusión de resultados en base a investigaciones referentes a este tema.

Finalmente se realizará un diseño de experimentos de análisis de varianza (ANOVA) de un factor con el objetivo de observar las diferencias entre los distintos grupos de experimentación.

### **1.5. Descripción del proyecto**

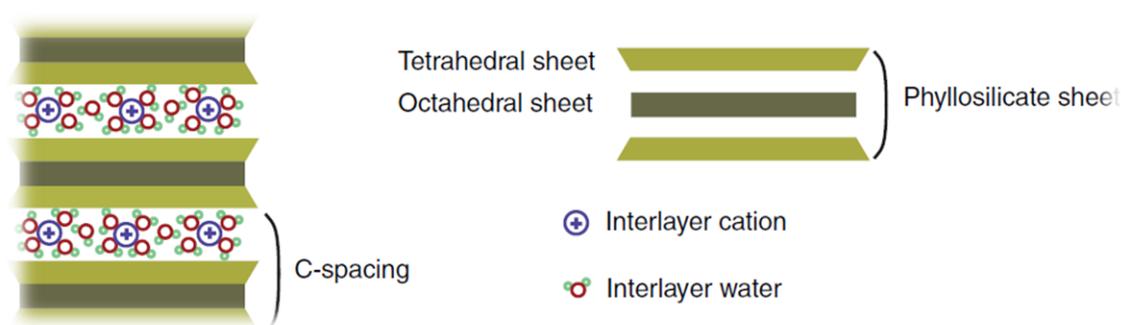
Los fluidos complejos tienen aplicaciones específicas, por ende para este proyecto la formulación de estos, basados en biopolímeros y nanoestructuras 2D (óxido de grafeno y vermiculita) involucra una secuencia de procesos los cuales se detallan a continuación:

**Exfoliación de Vermiculita:** La vermiculita es un compuesto de aluminosilicato de magnesio con una distribución en capas: una lámina octaédrica de Mg intercalada entre dos láminas de silicato tetraédrico. Al producir la exfoliación de esta arcilla, lo que sucede es que las capas se separan como podemos observar en la **Figura 6**.

Al tener una estructura laminar con enlaces formados por cationes, por lo tanto, para obtener nanoestructuras 2D de vermiculita se emplean reacciones electroquímicas con

la ayuda de sales saturadas en este caso usando el método descrito por J. Shao (Shao,2015).

**Formulación de fluidos complejos:** Para esta meta se procederá a realizar varias soluciones evaluando distintas concentraciones de biopolímero, y dopante (óxido de grafeno y vermiculita). Las cuales se presentan detalladas en la Tabla 1 y Tabla 2.



**Figura 6.** Distribución de vermiculita.  
Fuente: (Shao,2015)

**Tabla 1.**

*Soluciones y sus porcentajes en peso disueltas en agua*

<b>Porcentaje de concentración (% wt)</b>	<b>0.01</b>	<b>0.05</b>	<b>0.1</b>	<b>0.15</b>	<b>0.2</b>	<b>0.3</b>	<b>0.4</b>	<b>0.45</b>	<b>0.5</b>	<b>0,6</b>
<b>XANTHAN GUM</b>		X		X		X		X	X	X
<b>OXIDO DE GRAFENO</b>	X		X		X		X			
<b>VERMICULITA</b>	X		X		X		X			

wt%: porcentaje en peso.

**Tabla 2.**

*Combinaciones entre Oxido de grafeno, Vermiculita y xanthan gum al 0.3 % wt, disueltas en agua*

<b>Combinación</b>		<b>Porcentaje de concentración (% wt)</b>			
		0.01	0.1	0.2	0.4
<b>Xanthan gum al 0.3% wt</b>	Óxido de grafeno	X	X	X	X
	Vermiculita	X	X	X	X

wt%: porcentaje en peso.

**Caracterización estructural:** La caracterización estructural está basada en microscopías ópticas de las muestras detalladas en la Tabla 3 y Tabla 4, electrónicas y espectroscopía Raman del óxido de grafeno

**Tabla 3.**

*Soluciones sometidas a caracterización*

<b>% De concentración (%)</b>	<b>0.01</b>	<b>0.05</b>	<b>0.1</b>	<b>0.15</b>	<b>0.2</b>	<b>0.3</b>	<b>0.4</b>	<b>0.45</b>	<b>0.5</b>	<b>0,6</b>
<b>XANTHAN GUM</b>						X				
<b>OXIDO DE GRAFENO</b>					X					
<b>VERMICULITA</b>					X					

wt%: porcentaje en peso.

**Tabla 4.**

*Combinaciones entre Oxido de grafeno, Vermiculita y xanthan gum al 0.3 % wt sometidas a caracterización*

<b>Combinación</b>		<b>Porcentaje de concentración (% wt)</b>			
		0.01	0.1	0.2	0.4
<b>Xanthan gum al 0.3% wt</b>	Óxido de grafeno			X	
	Vermiculita			X	

wt%: porcentaje en peso.

**Caracterización de propiedades reológicas:** Esta etapa consiste en someter a las soluciones (fluido complejo), a tasas de cizallamiento en un reómetro (ver **Figura 5**) y así obtener el comportamiento de Viscosidad vs shear rate (0-200 s<sup>-1</sup>) para las soluciones propuestas en la Tabla 1 y Tabla 2. Así como el comportamiento de la viscosidad en función de la temperatura a un shear rate constante y su punto de fluidez (yield stress) de las soluciones detalladas en la Tabla 3 y Tabla 4, de manera que se pueda analizar y discutir los resultados obtenidos de las diferentes soluciones antes mencionadas.

## **CAPÍTULO II**

El presente capítulo comprende el estado del arte en referencia a Xanthan Gum, Vermiculita y Óxido de grafeno con su formulación, y exfoliación con respecto a la Vermiculita, así como conceptos de fluidos de perforación y su característica, modelos reológicos para fluidos no Newtonianos, y una recapitulación acerca del tipo de geometrías usadas en la recolección de datos.

### **ESTADO DEL ARTE**

#### **2.1. Introducción**

##### **2.1.1. Lodos de perforación**

Los lodos de perforación deben cumplir propiedades físicas, y mecánicas en este caso reológicas específicas para un buen desempeño en el proceso de perforación. En la industria petrolera los lodos de perforación a base de agua contienen porcentajes de bentonita en dispersión porque eleva la viscosidad, provoca un comportamiento reológico idóneo para esta aplicación, reduce la pérdida del fluido por las formaciones del pozo. Además, también cumple funciones de sedimentación para evitar derrumbamientos en las mismas (Navarrete M., 2011).

Las técnicas más usuales de perforación son del tipo rotativas con trépanos y sartas de perforación. Los primeros procesos documentados son a inicios del siglo XX. En Texas (Coussot et al, 2004). Los componentes en un proceso de perforación son: Máquinas perforadoras de empuje, una sarta de perforación y trepano. Por tanto, estas máquinas

permiten la constante circulación del fluido de control, una de las funciones que cumplen en campo son las siguientes (Dimitry V., 2011):

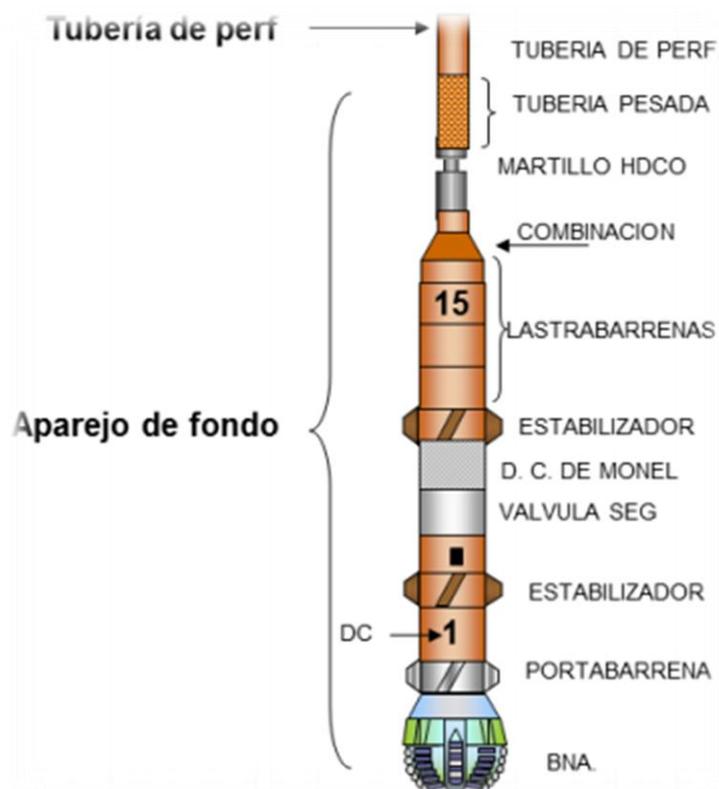
- Transportar: Es decir, el transporte hacia la superficie de sólidos inertes, lo cual denota que son químicamente inactivos, provenientes de la perforación como caliza, dolomita y arenas(Stewart, 2013).
- Extracción y limpieza del detritus en las profundidades del pozo.
- Enfriar y lubricar: Las tuberías, así como las brocas de un sistema de perforación necesitan ser lubricadas para tener una mayor eficiencia.
- Prevenir derrumbamiento: Como se aprecia en la **Figura 4** el derrumbamiento es el colapso de partículas ubicadas en la pared del pozo.
- Controlar las filtraciones del lodo de perforación a través de las paredes de formación.

En la **Figura 7** se especifica las partes del conjunto de perforación como es el detritus, broca, tubería y sarta de perforación.

### **2.1.1. Formulación**

La constante investigación reológica en lodos de perforación, usando distintas arcillas minerales, compuestos poliméricos además del fluido base como puede ser agua o aceite, es debido a las demandas del proceso y al ser una industria con una capacidad económica muy alta, la eficiencia en el proceso y la reducción de costos son lineamientos de interés para competir a nivel empresarial (Tehrani,2008).

Los lodos de perforación a base de agua, aceite o bases sintéticas. Los fluidos a base de aceite proporcionan excelentes propiedades de lubricación y buena estabilidad térmica,



**Figura 7.** Partes de un conjunto de perforación en un pozo

Fuente: (Alcantara C., 2013)

pero su desventaja son los impactos ambientales mientras que los que son a base de agua producen un menor daño ambiental, por ende, la tendencia es producir productos amigables para el medio ambiente (Dolz M., 2006).

En lodos de perforación a base de agua, sus solutos son los más importantes ya que la adición de los mismo, como aglutinantes, tensioactivos o el tamaño de grano de las

partículas es lo que genera cambios en las propiedades reológicas (Abu-Jdayil & Ghannam, 2014).

Las arcillas son por lo general formadas por capas delgadas de minerales, y se encuentran enlazadas químicamente y al reaccionar con el agua se desdoblán como se observa en la **Figura 6** formando un nuevo compuesto con características reológicas diferentes.

### **2.1.2. Parámetros de verificación**

Uno de los objetivos es transportar el detritus a la superficie, por lo tanto, una de las maneras de controlar la homogeneidad del fluido es retirar ese material con procesos mecánicos, así asegurar las propiedades reológicas en el fluido base, por otro lado, mientras más profundidad tenga el pozo se controlan parámetros como la velocidad de penetración, la tasa de deformación, temperatura de operación, presión hidrostática y alteraciones químicas en el lodo de perforación (Vryzas Z., 2017).

Un detractor en lodos de perforación son los esfuerzos mecánicos, la presión a la cual se somete y el deterioro del fluido por influencia de la temperatura. Es decir que esto altera su comportamiento reológico. Entonces los parámetros más usados en velocidades de formación varían desde  $10^3 \text{ s}^{-1}$  en las inmediaciones de la superficie, hasta  $10^5 \text{ s}^{-1}$  en las profundidades del pozo, y en el espacio anular de 0 a  $10^2 \text{ s}^{-1}$  dependiendo del diámetro de perforación (Tehrani C., 2008).

### **2.1.3. Viscosidad en lodos de perforación**

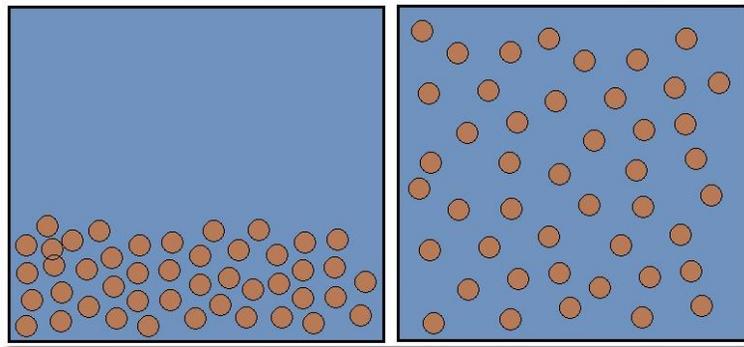
El aumento de la viscosidad para un fluido de perforación es desfavorable debido a que ocasionaría daños en la bomba y la sarta de perforación, porque su capacidad de arrastre del detritus aumenta y se vuelve más complicado retirar el lodo en los tamices vibratorios (Dolz M., 2006). Por otro lado, si el lodo de perforación es diluido, la resistencia que opone al arrastre del detritus es menor, resulta en un atascamiento entre la tubería y broca de perforación a causa de que el detritus se encuentra en el fondo del pozo y el lodo de perforación no cumple la función de llevarlo a la superficie. Por lo que hoy en día se usa bentonita sódica como el componente más usado en este tipo de proceso por presentar un comportamiento tixotrópico, ser hidrofílico y poseer propiedades de flotabilidad que permiten aumentar el arrastre de detritus hacia la superficie (Vryzas Z., 2017).

### **2.1.4. pH**

En lodo de perforación el valor de pH es primordial para que este tenga un desempeño óptimo, por tanto, su equilibrio químico cumple un rol fundamental en las características, si existe una variación en su pH por la presencia de sales propias de la perforación del pozo, esto produciría una sedimentación de arcillas o partículas no deseadas en lodos de perforación. (Sánchez C., 2017)

Los factores que intervienen para que exista una sedimentación son el nivel de pH y la carga de iones, esta se produce por la formación de flóculos que se depositan en el fondo de la perforación por gravedad notando una separación de fases como se presenta en la Figura 8a.

En la industria petrolera, específicamente en los lodos de perforación es necesario que el fluido conserve homogeneidad estructural, como se observa en la Figura 8b, ya que es una acción de repulsión uniforme entre partículas, es decir que evitan la sedimentación del detritus, facilitan el transporte a la superficie y lo mantienen en suspensión cuando la acción de perforación ha terminado, debido al nivel de pH (cantidad de iones de hidrógeno que presenta el fluido).



**Figura 8.** a) sedimentación de partículas, b) dispersión de partículas

Dependiendo del valor del pH de la solución esta puede ser:

- pH mayor a 7 se considera una solución básica o alcalina
- pH igual a 7 es considerada una solución neutra
- pH menor a 7 es una solución acida

### 2.1.5. Densidad

La densidad en un lodo de perforación es un factor importante, porque es directamente proporcional a la presión hidrostática y litostáticas que genera en las paredes del pozo (Miliarium, 2004). También tiene una influencia directa en el arrastre d detritus por su relación con la flotabilidad.

Generalmente un lodo de perforación contiene entre  $1 \text{ g/cm}^3$  y  $1,2 \text{ g/cm}^3$ , ya que al exceder un porcentaje del 20% la pérdida de fluido por filtración en las paredes del pozo se altera de manera desfavorable y puede producir daños en componentes del equipo de perforación y producir un proceso volátil.

Existen algunos métodos químicos y mecánicos para controlar la densidad de estos fluidos. Para disminuir su densidad puede adicionarse agua, eliminar el exceso de partículas sólidas mediante separación mecánica o usando adelgazantes químicos, por otro lado, se usa carbonato de calcio para elevar su densidad (slumberger, 2019).

## 2.2. Vermiculita

### 2.2.1. Introducción

Es un compuesto formado por aluminosilicatos de magnesio, es decir un silicato hidratado de magnesio, aluminio y hierro dispuesto en forma de capas paralelas, el nombre de vermiculita proviene del latín “Vermiculus” el cual significa pequeño (Fernández J. et al,2013), ya que este material se expande bajo choques térmicos en el cual suceden procesos de deslizamiento de partículas como se aprecia en la **Figura 9**. Las propiedades de superficie que posee, porosidad y carga superficial negativa detalladas en la **Tabla 5** hacen un material adecuado para la interacción con el agua, ya que puede retener humedad.

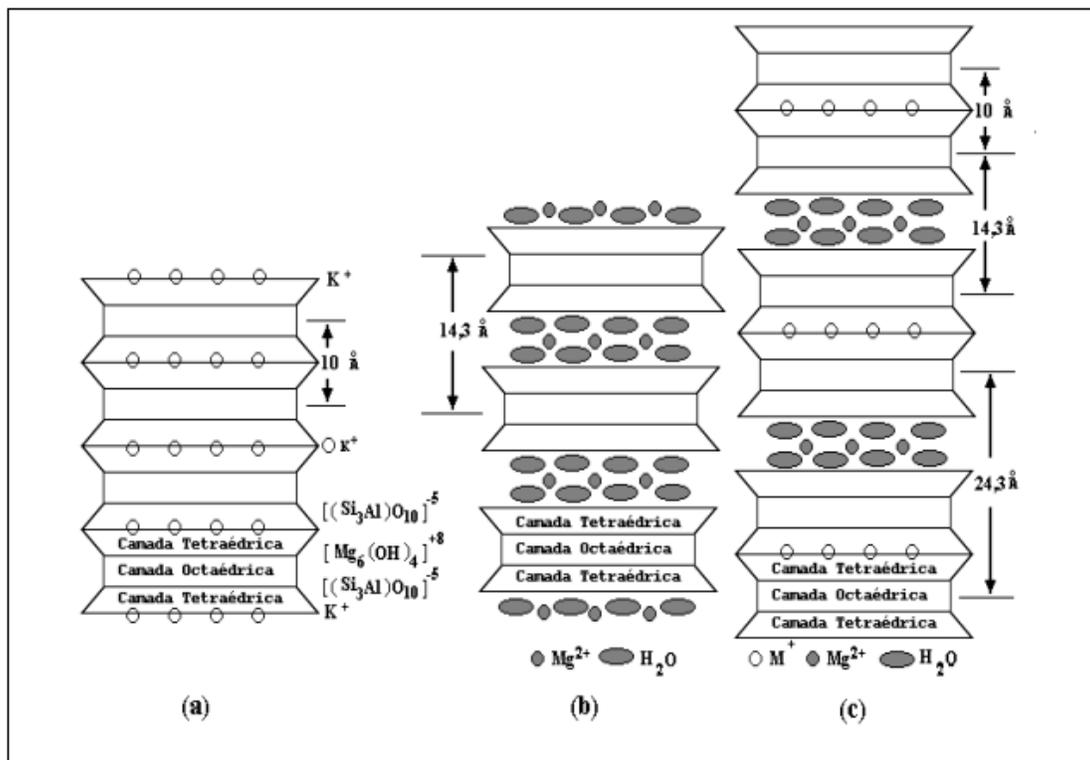
**Tabla 5.**  
*Propiedades físicas de la Vermiculita*

Color	Marrón claro a oscuro
-------	-----------------------

Continua

<b>Forma</b>	Granulado en forma de acordeón
<b>Densidad a granel (a):</b>	64-160 kg/m <sup>3</sup>
<b>Pérdida de humedad a 110°C</b>	4-10%
<b>pH (en agua):</b>	6-sep
<b>Inflamabilidad</b>	No inflamable
<b>Dureza MOH</b>	1-feb
<b>Temperatura de fusión</b>	1200-1320 °C
<b>Capacidad de intercambio de cationes (b):</b>	50-150 me/100g
<b>Calor específico:</b>	0.84-1.08 kJ/kgK
<b>Capacidad de retención de agua (a):</b>	220-325% (relación con el peso)
	20-50% (relación con el volumen)

Su capacidad de intercambio iónico está entre 100 a 130 (mEq/100g), su alta capacidad de retener humedad, baja densidad y su baja elasticidad hacen que esta arcilla sea empleada en la industria manufacturera para embalajes compuestos (ver Figura 9).



**Figura 9.** Estructuras de vermiculita a) hidropesía, b) Vermiculita con cationes de Mg hidratado, en las regiones entre capas de  $H_2O$ , c) Hidropesía estratificada de vermiculita.

Fuente: (Fernández J. et al, 2013)

El valor industrial de la vermiculita debido a que está compuesta de capas de aluminio y silicio entre moléculas de agua, es decir que tiene un elevado índice de expansión, Por lo tanto, cuando se somete a elevaciones de temperatura a la arcilla, se expanden produciendo un mayor volumen mineral, a este proceso se le conoce como expansión térmica. Y así se obtiene un producto idóneo para aplicaciones industriales como: construcción civil, agricultura, industria química, pinturas (Fernández J. et al,2013).

En la parte económica, el comercio del mineral está en valores de alrededor de 200 millones de dólares por año. Los mayores productores de vermiculita en el mundo son Sudáfrica y los Estados Unidos de América, seguido de productores como China,

Zimbabue, Australia e India. China provee alrededor del 50% de la demanda de Japón y Corea del Sur (Junyao, 2001).

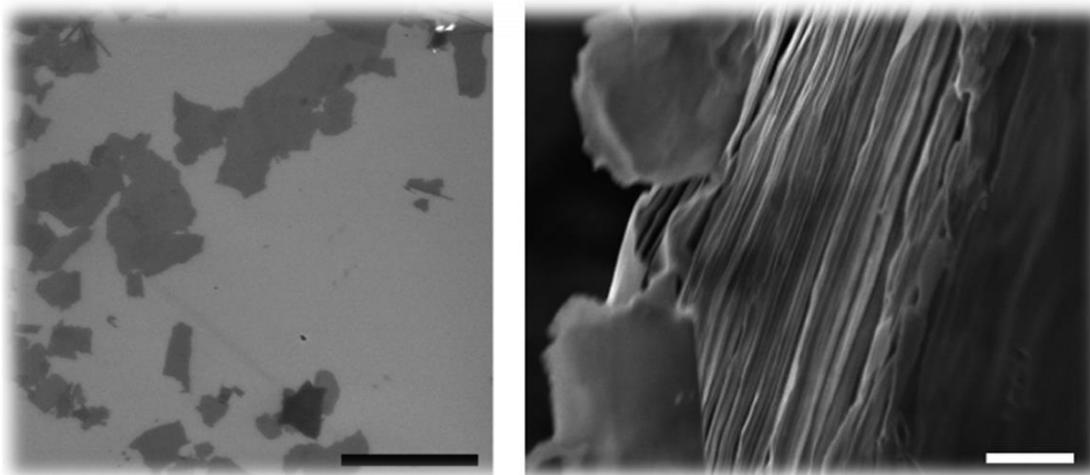
El consumo mundial aproximado de vermiculita fue de 516 mil toneladas en 2006, por tanto, la producción se divide entre un total de 200 mil toneladas por Sudáfrica, 100 mil toneladas por Estados Unidos de América y el resto por los países mencionados en el párrafo previo (Cavalcanti, 2007).

### **2.2.2. Exfoliación de nanopartículas de vermiculita**

Al ser un compuesto de aluminosilicatos dispuestos en capas compuesto de una lámina octaédrica de magnesio intercalada entre dos láminas de silicato tetraédrico como se aprecia en la **Figura 6**, En el interior las capas tetraédricas existen impurezas sustitutivas de  $Al^{+3}$  que generan cargas negativas, las cuales son equilibradas por cationes entre capas. (Shao J., 2015)

Entonces los cristales de vermiculita se pueden exfoliar secuencialmente, exponiéndola a un choque térmico que vaporiza el agua entre las capas intermedias y expandiendo los cristales. El mineral puede inflamarse mediante varios procesos de intercambio iónico para parcialmente reemplazar los cationes de la capa intermedia con  $Li^+$  ya que este contiene un diámetro de hidratación (Walker J., 1976)

La dimensión lateral de las capas es de unos pocos micrones mientras que el área lateral está en el orden de las decenas de micrones (Figura 10), por tanto, se puede considerar una estructura de dos dimensiones (Shao J., 2015)



**Figura 10.** SEM de vermiculita exfoliada a) Barra de escala de 50  $\mu\text{m}$  b) barra de escala de 1  $\mu\text{m}$   
Fuente: (Shao J., 20015)

## 2.3. Xanthan gum

### 2.3.1. Introducción

Este material es un polisacárido natural con un alto peso molecular, es producido a nivel industrial por métodos de fermentación de cultivos de microorganismos (*Xanthomonas Campestris*). Este cultivo permanece muy ventilado en un medio que contiene carbohidratos como fuente de nitrógeno, además de ser muy controlado en todas sus etapas de fermentación, el producto de estos microorganismos se esteriliza para evitar una contaminación bacteriana, después se precipita usando alcohol y finalmente se realiza un secado y molienda para obtener el producto final, un polvo de color blanco-crema y granulometría fina como se observa en la **Figura 11**.



**Figura 11.** Xanthan Gum en estado natural  
Fuente: (Hawthorne andevans S. A., 2019)

### **2.3.2. Características**

Los componentes que conforman el Xanthan Gum son en su mayoría D-glucosa y D-mannosa, además contiene ácido D-glucurónico en menor proporción. La rigidez de la estructura de sus moléculas genera propiedades poco convencionales como estabilidad al calor, comportamiento favorable frente a soluciones ácidas y básicas, estabilidad de la viscosidad en un rango amplio de temperatura, y resistencia al deterioro enzimático (García F., 2000).

#### **2.3.2.1. Solubilidad**

Es soluble en soluciones acuosas y tolera hasta un 60 % de concentración de solventes como isopropanol o etanol en agua antes de precipitarse o producir gelación en la solución. Para un correcto manejo de este material y no malograr las soluciones se recomienda disolver primero el Xanthan Gum en agua seguido de los solventes que se desee agregar (Chaisawang M., 2005).

### **2.3.2.2. Propiedades**

Posee propiedades pseudo-plásticas, que son de gran beneficio en la estabilización de suspensiones y emulsionantes. Es decir, cuando una tasa de corte es aplicada de manera proporcional sobre las soluciones su viscosidad reduce, por tanto, las operaciones de bombeo, combinación con otros compuestos o transporte tienen requerimientos de energía reducidos (Katzbauer B., 1997).

### **2.3.2.3. Aplicaciones**

Al ser un material hidrofílico, el Xanthan Gum cumple la función como espesamiento, suspensión y estabilización de fluidos a base de agua, las características poco convencionales de esta materia lo hacen rentable en formulaciones de la industria alimenticia, farmacéutica, cosméticos, agrícola entre otros.

### **2.3.3. Antecedentes de xanthan gum en lodos de perforacion**

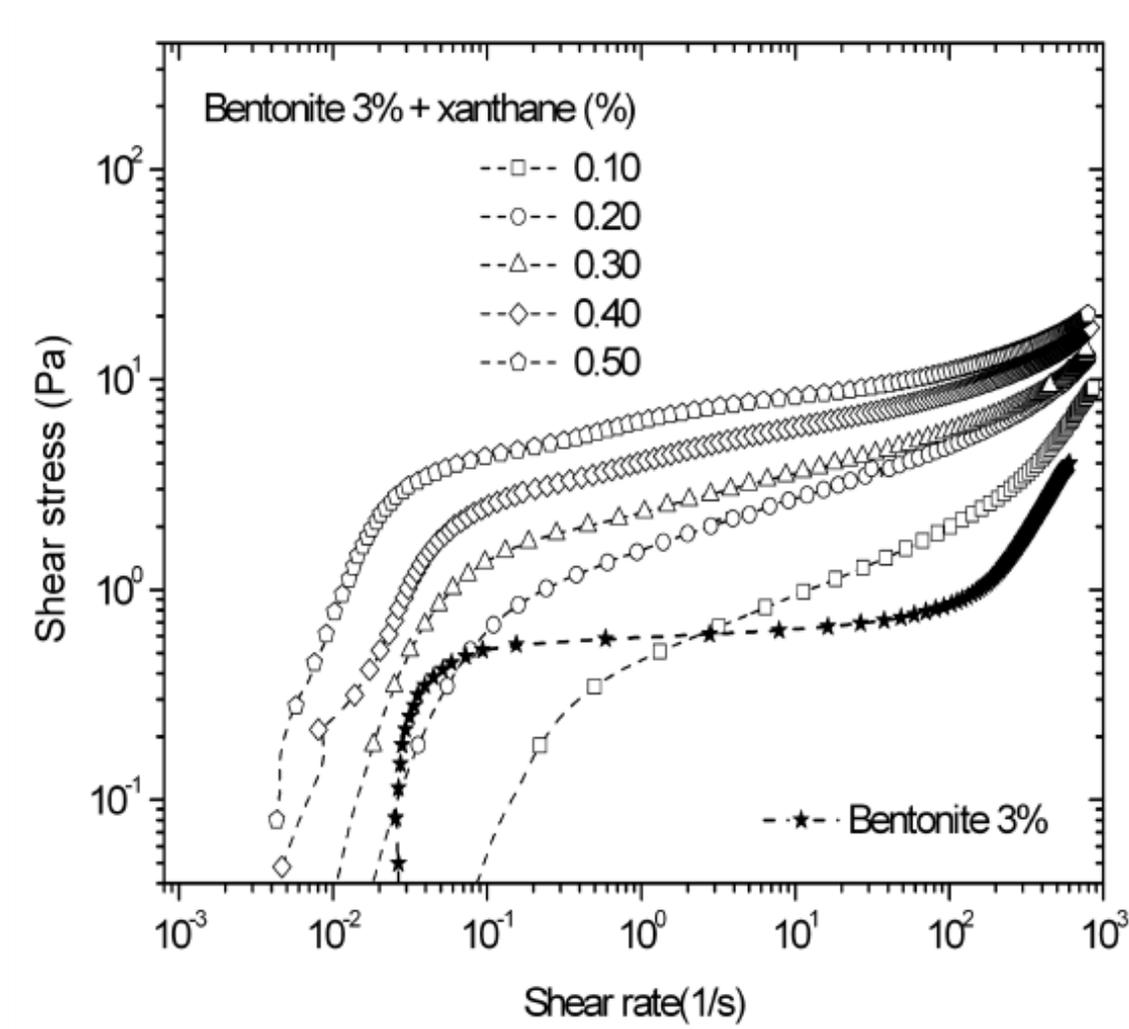
En operaciones de perforación petrolera, las técnicas han avanzado en los últimos años. Los beneficios de estudios para un proceso óptimo se focalizan en la formulación de lodos para la perforación, estudios recientes de materiales experimentales buscan mejorar propiedades reológicas (Bayounes K., 20010), para obtener un trabajo eficiente y reducción de costos asociados con la energía consumida para el transporte de los fluidos de perforación.

Para obtener un lodo de perforación idóneo, dependerá de la formación y la arquitectura del pozo, así como factores ambientales y económicos (Cartalos et al., 1997; Darley y Gray, 1988).

La tendencia mundial en la industria es la prioridad del cuidado del medio ambiente, ya sea con procesos menos contaminantes o con tratamiento de los desechos que recaen en el ambiente, por lo tanto los fluidos a base de agua causan un impacto ambiental menor en comparación con lodos de perforación a base de aceites, además de uso de polímeros naturales, entre los más estudiados está la carboximetilcelulosa (CMC), Xanthan Gum, almidón, celulosa polinómica, y algunas gomas naturales provenientes de árboles (Hughes et al., 1993).

#### **2.3.4. Formulaciones de xhantan gum y bentonita**

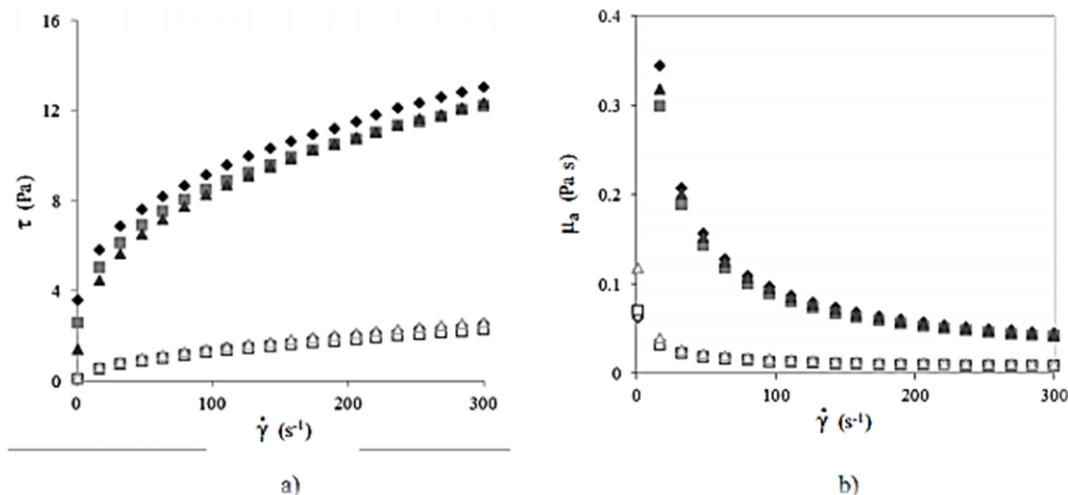
La combinación de Xanthan gum y bentonita en soluciones a base de agua permite relacionar características reológicas de ambos materiales en la Figura 12 se observa las curvas de flujo estacionario de esfuerzo vs tasas de deformación de diferentes concentraciones de Xhantan Gum con bentonita al 3 wt% notando un cambio en el comportamiento reológico frente a la concentración de 3 wt% de bentonita evidenciando esfuerzos de corte mayores conforme aumenta la tasa de corte (Beyounes K., 2015).



**Figura 12.** Curvas de flujo estacionario Bentonita-Xanthan Gum

Fuente: (Beyounes K., 2015)

También se puede observar un aumento en la viscosidad plástica, así como el predominio del Xanthan Gum en el comportamiento reológico en comparación con dispersiones solas de Xanthan Gum (ver Figura 13) o la bentonita.



**Figura 13.** Curvas de flujo estacionario Xanthan Gum (0,1 wt% a 0,5 wt%)

Fuente: (Caballero S., 2016)

## 2.4. Óxido de grafeno

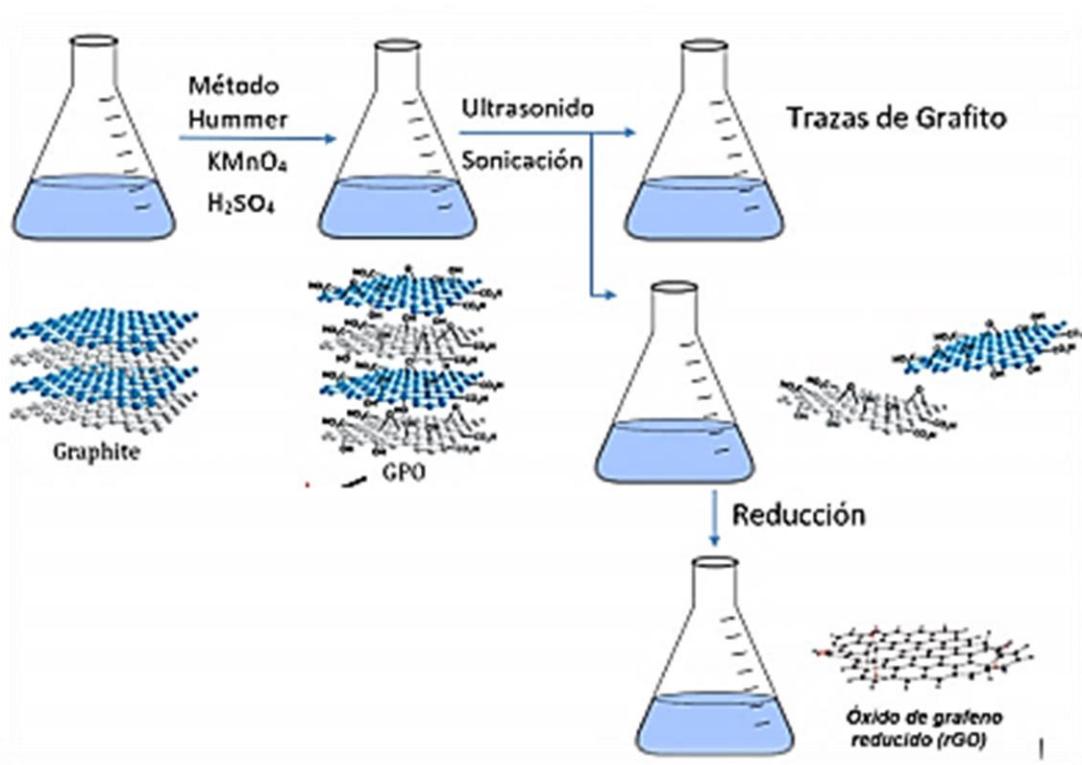
### 2.4.1. Síntesis y producción

La síntesis del grafeno es un proceso dificultoso por el hecho de separar la lámina de carbono en un mineral como es el grafito, uno de los métodos se designa “Solución de exfoliación”. En el cual se obtiene Óxido de Grafeno como se aprecia en la **Figura 14**. Esta técnica emplea polvo de grafito, el cual es oxidado usando la técnica de Hummer (Kosinskin D., 2011), que radica en oxidar el polvo de grafito con  $NaNO_3$  y  $H_2SO_4$ , continuo a este paso se añade  $KMnO_4$ , agua destilada y como ultimo paso se agrega  $H_2O_2$ , este último paso para suprimir residuos de  $KMnO_4$ , y el resultado de estas reacciones químicas es Óxido de Grafeno soluble en agua (Rodríguez A., 2016).

El proceso consecuente es un proceso mecánico conocido como sonicación, que consiente en la interacción de los grupos funcionales de oxígeno, generados en el

proceso de oxidación. Ahora se separa el Óxido de grafeno derivado de las trazas de grafito por medio de un proceso de centrifugación (Bepete G., 2016).

El Óxido de grafeno se puede reducir o restaurar por procesos térmicos o químicos empleando agentes reductores, a este compuesto se le conoce como “Óxido de Grafeno Reducido” (rGO). El proceso de síntesis y reducción se puede apreciar en la **Figura 14**.



**Figura 14.** Síntesis y reducción de Grafeno

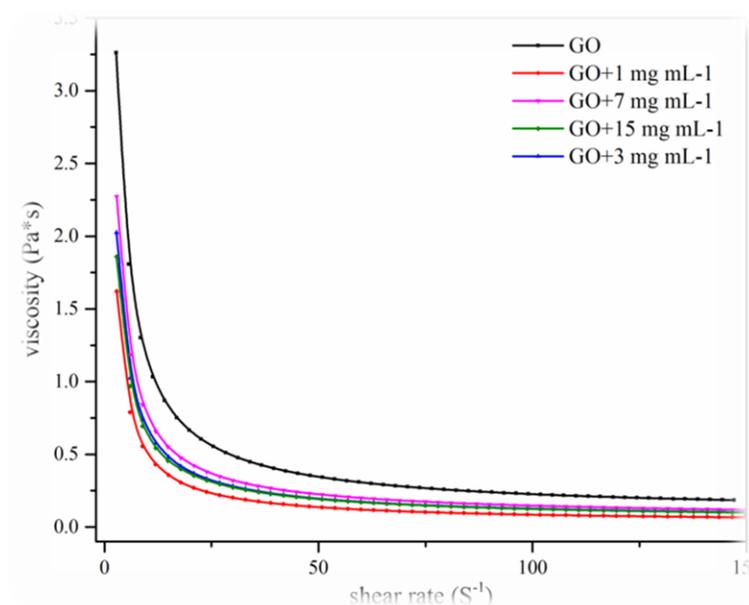
Fuente: (Rodríguez A., 2016)

La exfoliación de grafito en fase líquida realizada por sonicación o mezcla de alto cizallamiento generalmente introduce defectos estructurales en la malla de grafeno (Bepete G., 2016).

Existe una gran cantidad de aplicaciones viables, tales como portadores de fármacos, dispositivos biocompatibles estudios de toxicología, compuestos, depósitos con patrones que explotan el rendimiento electrocatalítico superior de las superficies de carbono en general y del grafeno en particular, supercapacitores y Otras aplicaciones relacionadas con la energía (Bepete G., 2016).

#### 2.4.1. Formulaciones de óxido de grafeno

El Óxido de Grafeno se desempeña bien como aditivo de filtración en fluidos de perforación a base de agua en concentraciones tan bajas como 0.2 wt% por contenido de carbono y en la **Figura 15** se observa su comportamiento reológico en curvas de flujo estacionario con sus respectivas concentraciones.



**Figura 15.** Curva de flujo estacionario-Óxido de Grafeno  
Fuente: (Giudice F., 2017)

## 2.5. Reología

### 2.5.1. Tipos de fluidos

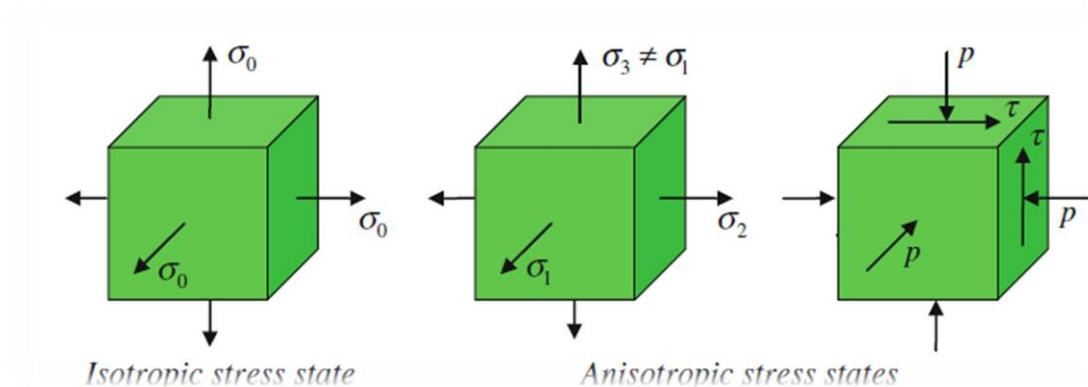
#### 2.5.1.1. Definición de fluido

Existen tres estados de la materia: Sólido líquido y gaseoso, cada uno ocupa un volumen definido, en el caso de los gases toman la forma y volumen del recipiente que los contenga, por tanto, el estado en el que se encuentren dependerá de la temperatura y fuerzas que estén actuando sobre el material (Fridtjov I., 2014).

Entonces los materiales líquidos tienen definido un volumen por el recipiente que la contiene, pero no una forma, como la materia está definida por átomos y moléculas, las últimas enlazadas por fuerzas de interacción entre átomos. La propiedad más común en los líquidos es que solo pueden transmitir presión normal cuando hay una interacción con una superficie o límites donde este se encuentre

Si se toma un volumen de control de un fluido, una densidad constante, así se puede considerar como un fluido incompresible, por tanto, las ecuaciones de movimiento y energía en la Mecánica de Fluidos son una técnica macro mecánica para su modelamiento (Fridtjov I., 2014).

La **Figura 16** muestra la diferencia entre un estado de esfuerzo isotrópico y anisotrópico, es decir un estado de esfuerzo isotrópico es cuando la superficie del volumen de control corresponde a un esfuerzo normal de tensión o compresión despreciando sus esfuerzos cortantes, mientras que un estado anisotrópico es cuando intervienen esfuerzos normales y de corte.



**Figura 16.** Estado de esfuerzo isotrópico y anisotrópico  
Fuente: (Fridtjov I., 2014).

### 2.5.1.2. Fluidos no newtoneanos

Los fluidos que no presentan un comportamiento de flujo ideal, se denominan fluidos no newtonianos, es decir que la relación entre la velocidad de deformación y el esfuerzo de corte no es lineal, por lo general casi la totalidad de los fluidos son no newtonianos. Por lo tanto, un comportamiento reológico de un fluido está representado por características viscosa, plásticas y elásticas e influenciado por la estructuración del mismo (Sánchez C., 2017).

## 2.5.2. Variables

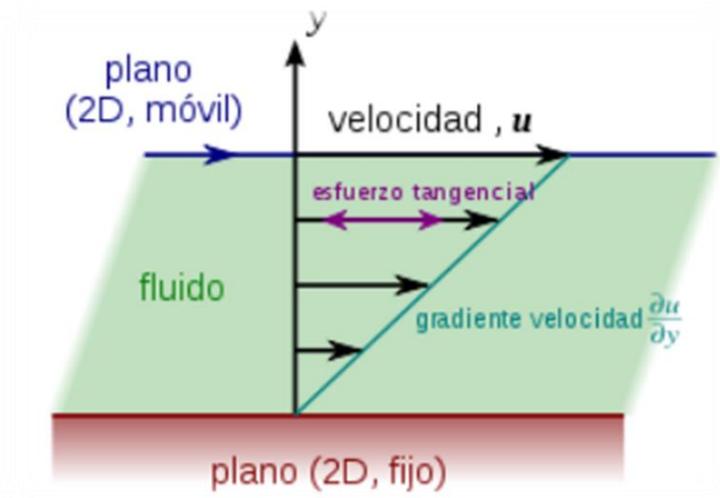
### 2.5.2.1. Esfuerzo cortante “shear stress”

Si una fuerza externa se aplica de forma tangencial sobre un área como se presenta en la Ecuación 1, como se observa en la **Figura 17** la placa superior genera esfuerzos de corte sobre las capas adyacentes del fluido lo que genera un estado de esfuerzos anisotrópicos, por tanto, estos esfuerzos son función la velocidad de deformación que se aplique al fluido.

$$\tau = \frac{\text{Fuerza}}{\text{Area}} = \frac{N}{m^2} = [Pa] \quad [1]$$

### 2.5.2.2. Velocidad de deformación “shear rate”

Esta magnitud evalúa la deformación en función del tiempo, es decir que la velocidad de flujo es máxima en las cercanías de la placa superior mientras que decrece hasta su mínimo valor en la placa inferior como se observa en la Figura 17.



**Figura 17.** Flujo plano de Couette  
Fuente: (Medina E., 2015)

La velocidad tangencial de la placa y es el espaciamiento generalmente conocido como Gap, la relación de estos parámetros se denominó velocidad de deformación y se presenta en la Ecuación 2.

$$\dot{\gamma} = \frac{dV}{dy} = \frac{\text{Velocidad}}{\text{gap}} = \frac{m/s}{m} = \frac{1}{s} = [s^{-1}] \quad [2]$$

Donde:

- $\dot{\gamma}$  es la velocidad de deformación

- V es la velocidad tangencial de la placa
- Y es el gap o la altura entre placas

### 2.5.2.3. Deformación de corte “shear strain”

La deformación está relacionada con el movimiento relativo en capas que conforman el fluido de análisis, es la fracción entre el desplazamiento relativo de la palca móvil y la variación del espaciamento y se expresa en la Ecuación 3.

$$\gamma = \frac{\text{deformación}}{\text{gap}} = \frac{m}{m} = [\text{adimensional}] \quad [3]$$

### 2.5.2.4. Viscosidad

La viscosidad en un fluido es dependiente de varios factores como son:

- la concentración del fluido, ya que el material analizado puede contener micro o macro estructuras y alterar dicha propiedad.
- La temperatura altera las viscosidades como lo explica (Caballero M., 2016).
- La presión a la cual está sometida el fluido también altera este parámetro debido a que genera esfuerzos adicionales al análisis,
- La velocidad es uno de los parámetros más importantes a la hora de determinar su viscosidad, porque una variación en este parámetro puede aumentar o disminuir la viscosidad de un fluido no newtoniano.
- El tiempo puede influir dependiendo del historial de corte, es decir la fracción de tiempo que se somete a una tasa de corte y su periodo de estructuración. (Schramm, 2004)

### 2.5.2.5. Modelos reológicos

Estos modelos son una relación matemática que ayuda a representar su comportamiento reológico experimental, analizando el esfuerzo de deformación a una tasa de deformación solicitada.

La reología es muy útil para el análisis de hidráulica en la perforación rotatoria, para esto existen modelos reológicos que por lo general son: “Plástico de Bingham”, “Ley de potencia” por su amigable modelamiento de curvas de flujo estacionario, ya que facilita la interpretación de los parámetros que intervienen. Además, existen modelos más complejos usados para analizar el comportamiento de lodos con parámetros de operación más amplios, y estos son: “Ley de potencia modificada o de Herschel-Bulkley”, “Robertson-Stiff” y “Ecuación de Casson”. Los modelos son válidos si se considera que no existen cambios por efectos de la variación de temperatura conforme a la profundidad de la perforación y la representación gráfica de los más usados se observa en la **Figura 19**.

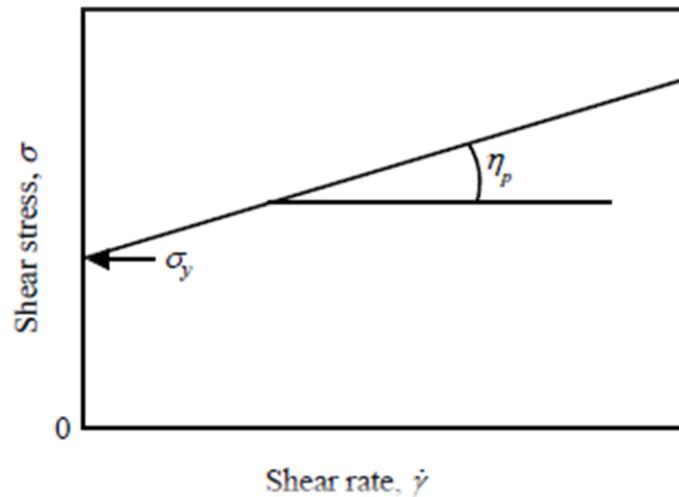
#### Modelo plástico de bingham

Este es un modelo de dos parámetros, además de ser muy empleado en la industria, la Ecuación 4 precisa estos parámetros. Los fluidos representados por este modelo no empiezan a fluir hasta ser sometido a un esfuerzo mayor que  $\tau_Y$  y desde este punto el esfuerzo de corte es proporcional a la velocidad de deformación como se muestra en la **Figura 18** (Barnes H., 2000).

$$\tau = \tau_Y + \mu_p * \dot{\gamma} \quad [4]$$

Donde:

- $\tau_Y$  es el esfuerzo de fluencia.
- $\mu_p$  es la viscosidad plástica
- $\tau$  es el esfuerzo de corte dado por un valor de tasa de corte.
- $\dot{\gamma}$  Es la velocidad de deformación o tasa de corte.



**Figura 18.** Fluido de Bingham  
Fuente: (Barnes H., 2000)

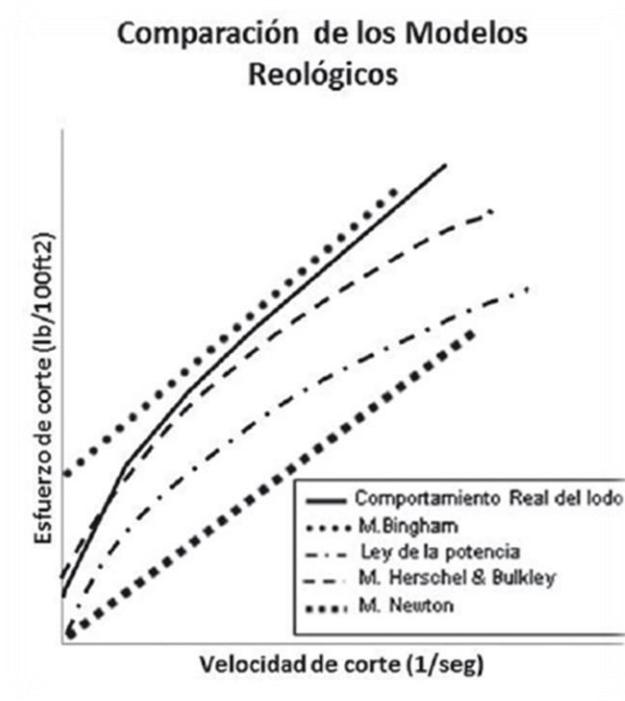
### Ley de potencia

Al igual que el modelo reológico de Bingham este también cuenta con dos parámetros, y este presenta un aumento exponencial del esfuerzo en función de la tasa de corte como se observa en la Figura 19 y su representación matemática puede apreciarse en la Ecuación 5. El modelo de Ley de potencia es idéntico al modelo reológico de Herschel-Bulkey con un esfuerzo de fluencia  $\tau_Y = 0$ .

$$\tau = K * \dot{\gamma}^n \quad [5]$$

Donde:

- $K$  simboliza el índice de consistencia, esta es una constante semejante a la viscosidad plástica, y valores elevados de este índice representarían físicamente que el fluido es espeso o viscoso.
- $n$  es el índice de comportamiento de flujo, el cual revela el grado de desviación con relación a un comportamiento newtoniano, es decir si  $n$  es igual a 1 el fluido tendrá un comportamiento newtoniano, si  $n > 1$  tendrá un comportamiento de fluido dilatante, aumentando su viscosidad en a medida que incrementa la tasa de corte y si  $n < 1$  el fluido poseerá un comportamiento pseudoplástico, disminuyendo su viscosidad en función de la tasa de corte
- $\dot{\gamma}$  Es la velocidad de deformación o tasa de corte.



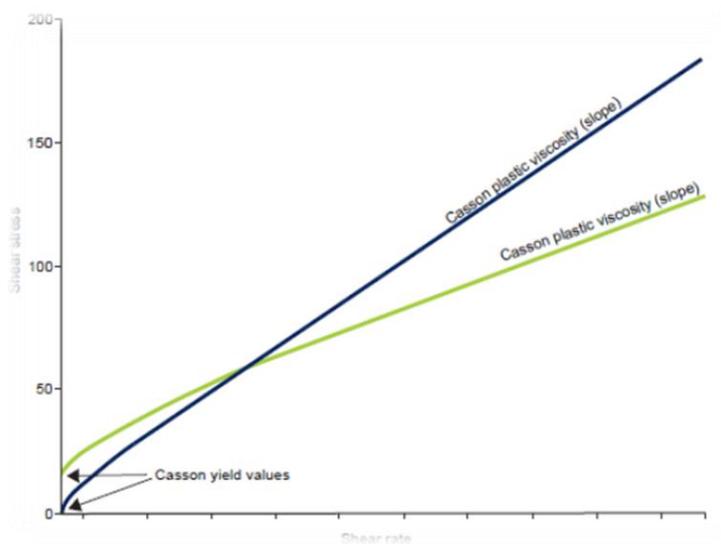
**Figura 19.** Comparación Modelos Reológicos  
Fuente: (Cárdenas C., 2013)

Este modelo describe de mejor manera el comportamiento reológico a bajas tasa de corte en comparación con el modelo de Bingham, pero con el esfuerzo de fluencia igual a cero (Cárdenas C., 2013).

### Modelo de casson

Considerado un modelo adecuado para caracterizar el comportamiento reológico en curvas de flujo estacionario de fluidos de perforación a temperaturas cercanas al ambiente y presiones relativamente bajas, su ecuación constitutiva se presenta a continuación y en la Figura 20 su representación gráfica (Ciro H., 2006).

$$\tau^{1/2} = \tau_Y^{1/2} + (\mu_p * \dot{\gamma})^{1/2} \quad [6]$$



**Figura 20.** Modelo Reológico de Casson

Fuente: (Menzger T., 2015)

### Modelo de herschel-bulkley

Conocido también como “Ley de la Potencia modificada” ya que su expresión matemática expresada en la ecuación 7 es similar a la de la ley de potencia con un

término extra que es el esfuerzo de corte inicial o esfuerzo de fluencia y su representación gráfica se encuentra en la Figura 19 (Cárdenas C., 2013).

$$\tau = \tau_Y + (\mu_P * \dot{\gamma})^n \quad [7]$$

Donde:

- $K$  simboliza el índice de consistencia, esta es una constante semejante a la viscosidad plástica, y valores elevados de este índice representarían físicamente que el fluido es espeso o viscoso.
- $n$  es el índice de comportamiento de flujo, el cual revela el grado de desviación con relación a un comportamiento newtoniano, es decir si  $n$  es igual a 1 el fluido tendrá un comportamiento newtoniano, si  $n > 1$  tendrá un comportamiento de fluido dilatante, aumentando su viscosidad en a medida que incrementa la tasa de corte y si  $n < 1$  el fluido poseerá un comportamiento pseudoplástico, disminuyendo su viscosidad en función de la tasa de corte
- $\dot{\gamma}$  es la velocidad de deformación o tasa de corte.
- $\tau_Y$  es el esfuerzo de fluencia.

### **Modelo de robertson-stiff**

Es una combinación del modelo “Plástico de Bingham” y el de la “Ley de potencia” principalmente para modelar vaciadas de cemento y lodos. Su expresión matemática está en la Ecuación 8 como puede observarse si partimos de una velocidad de deformación igual a cero este modelo se convierte en la “La Ley de Potencia” (Bedoya M. et al, 2006).

$$\tau = k(\dot{\gamma}_o + \dot{\gamma})^n \quad [8]$$

Donde:

- $\dot{\gamma}_o$  es la tasa de deformación inicial.
- $k$  es el índice de consistencia, esta es una constante semejante a la viscosidad plástica, y valores elevados de este índice representarían físicamente que el fluido es espeso o viscoso.
- $\tau$  es el esfuerzo de corte dado por un valor de tasa de corte.
- $\dot{\gamma}$  Es la velocidad de deformación o tasa de corte.

### 2.5.3. Viscoelasticidad

La viscoelasticidad en un fluido puede cuantificarse realizando pruebas oscilatorias, ejecutándolas en un régimen viscoelástico lineal (LVE) por sus siglas en inglés. Si bien los modelos viscoelásticos se presentan en una relación entre el esfuerzo de deformación y las deformaciones, para obtener un valor que exprese su comportamiento dependiente solo del material y no de la deformación, se debe considerar el rango de deformación de dicho régimen, preferentemente el 80% del valor máximo (Sánchez C., 2017).

Para analizar los parámetros en modelos viscoelásticos, se interpreta la respuesta de las deformaciones y el esfuerzo de deformación, ya que estas magnitudes se encuentran en desfase. Por lo tanto, en la Ecuación 9 se presenta la deformación en función del tiempo.

$$\gamma(t) = \gamma_o * \cos \omega t \quad [9]$$

Donde:

- $\gamma_o$  representa la amplitud de deformación.

- $\omega$  es la frecuencia.

Si derivamos la ecuación anterior obtenemos las velocidades de deformación expresada en la Ecuación 10.

$$\dot{\gamma}(t) = -\gamma_o * \omega * \text{sen } \omega t \quad [10]$$

Para la obtención del módulo complejo, primero se reemplaza la tasa de deformación con el “Modelo de Maxwell”, su resultado es una ecuación diferencial de primer orden con una solución que se muestra en la ecuación 11.

$$\sigma = \frac{\eta\omega\gamma_o}{1+\omega^2\lambda^2} * (\omega * \lambda_m * \cos\omega t - \sin\omega t) \quad [11]$$

Si consideramos que  $(\sigma = G' * \gamma)$  ,  $(\sigma = \frac{G'}{\omega} * \dot{\gamma})$ . Para obtener  $G'$  se considera el desfase entre el esfuerzo y la deformación es cero, es decir  $\sin\omega t = 0$ , mientras que para obtener  $G''$  se considera que esfuerzo se encuentra en fase con la deformación, es decir  $\cos\omega t = 0$ . En resumen, el módulo viscoso  $G''$  se encuentra desfasado con la deformación, mientras que el módulo elástico  $G'$  se encuentra en fase con la deformación y las respectivas soluciones se muestran en las Ecuación 12 (Schramm G., 2004).

$$G' = \frac{\eta*\lambda_m*\omega^2}{1+\omega^2*\lambda_m^2} \quad \wedge \quad G'' = \frac{\eta*\omega}{1+\omega^2*\lambda_m^2} \quad [12]$$

Por lo tanto, el módulo complejo ( $G^*$ ) puede expresarse como:

$$G^* = G' + i * G'' \quad [13]$$

El Módulo asáltico  $G'$  representa la energía almacenada que acumuló el fluido después de exponerlo a una deformación, mientras que el módulo viscoso  $G''$  o también

conocido como módulo de pérdida representa la energía disipada del fluido (Sánchez C., 2017).

Otra forma de expresar el módulo elástico es en función del ángulo de desfase que existe entre el esfuerzo de corte y la deformación.

$$G' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cos \delta \quad \wedge \quad G'' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \sin \delta \quad [14]$$

La fracción entre el módulo viscoso y el módulo elástico como se observa en la ecuación 15 ayuda a despejar el ángulo de fase para interpretar si el material es viscoelástico.

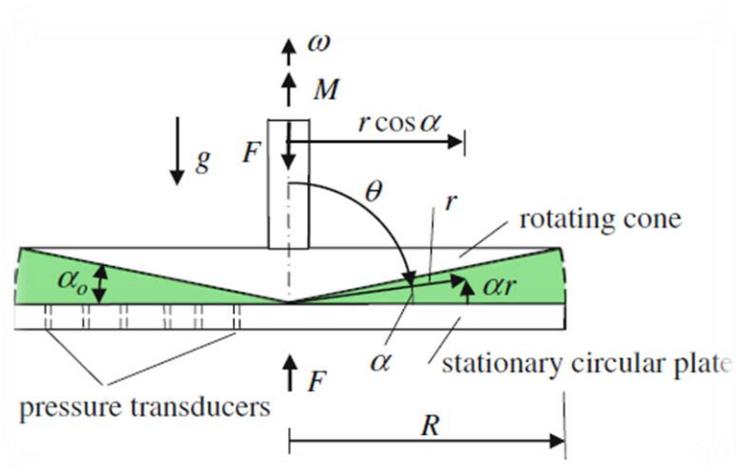
$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \quad [15]$$

Donde:

- Si  $\delta \cong 0^\circ$  El material tiene un comportamiento elástico
- Si  $\delta \cong 90^\circ$  El material se comporta como viscoso.
- Si  $0^\circ < \delta < 90^\circ$  El material tiene un comportamiento viscoelástico

#### 2.5.4. Geometría plato-cono

Es una de las geometrías más usadas en experimentación por el poco volumen que necesita la muestras, ya que en algunos compuestos volúmenes pequeños representan costos bajos, se puede observar en la Figura 21 que la geometría plato-cono se basa en una placa circular estacionaria y un cono giratorio que tiene una inclinación menor a  $4^\circ$  por lo general, el fluido de análisis se coloca sobre el plato y se puede proceder con la investigación (Irgens F., 2014).



**Figura 21.** Geometría Cono-Plato.  
Fuente: (Irgen F., 2014)

## CAPÍTULO III

### EXPERIMENTACIÓN

#### 3.1. Materia prima

##### 3.1.1. Vermiculita

Se obtuvo de forma comercial, la marca es termolita, el producto se encuentra en estado en forma de granos de tamaño en el rango de unos milímetros como se aprecia en la **Figura 22**, de color marrón.



**Figura 22.** Vermiculita

##### 3.1.2. Cloruro de litio

El cloruro de litio que se usó tiene una pureza del 99% el nombre del proveedor es Lobachemie posee un peso molecular aproximado de 42,394 g/mol, su presentación es en estado sólido (gránulos) de color blanco como se aprecia en la **Figura 23**.

##### 3.1.1. Cloruro de sodio (pureza de 99.5 %)

Conocida comúnmente como sal, este es un producto de uso químico por su alto nivel de pureza (99,5%), de color blanco, se encuentra en estado sólido, el nombre del proveedor es Lobachemie, además posee un peso molecular aproximado de 58,44 g/mol.



**Figura 23.** Cloruro de Litio

### 3.1.2. Cloruro de sodio comercial

Se adquirió de forma comercial y uso alimenticio por el costo en comparación con el NaCl al 99,5 % de pureza y se realizó exfoliación con ambos productos.

### 3.1.3. Óxido de grafeno

La procedencia de Óxido de grafeno de la empresa Graphenea, su ficha técnica se encuentra en el Anexo 2.



**Figura 24.** Óxido de Grafeno 0,4 wt%  
Fuente: (Graphenea)

#### 3.1.4. Xantham gum

Este es un producto por lo general es de uso alimenticio por su excelente función como espesante en concentraciones muy bajas menores a 1 wt%, es un polisacárido de alto peso molecular (poner peso molecular), se produce mediante fermentación de cultivos de microorganismos llamados Xantomonas campestris. En la **Figura 25** se denota su apariencia similar a la de un polvo fino de color blanco crema, es soluble en agua, se obtiene mejores resultados cuando se lo realiza a temperaturas mayos a 60°C (Melo K., 2013) su ficha técnica se encuentra en el Anexo 2.



**Figura 25.** Xanthan Gum

### 3.1.5. Agua destilada

Para el 100% de las muestras se empleó agua destilada proveniente del destilador del laboratorio de Química de la universidad de Yachay Tech

### 3.1.6. Glicerina

Esta sustancia es un alcohol líquido, su proveedor es Loba Chemie, de aspecto incoloro y textura grasosa, el producto se indica en la **Figura 26**.

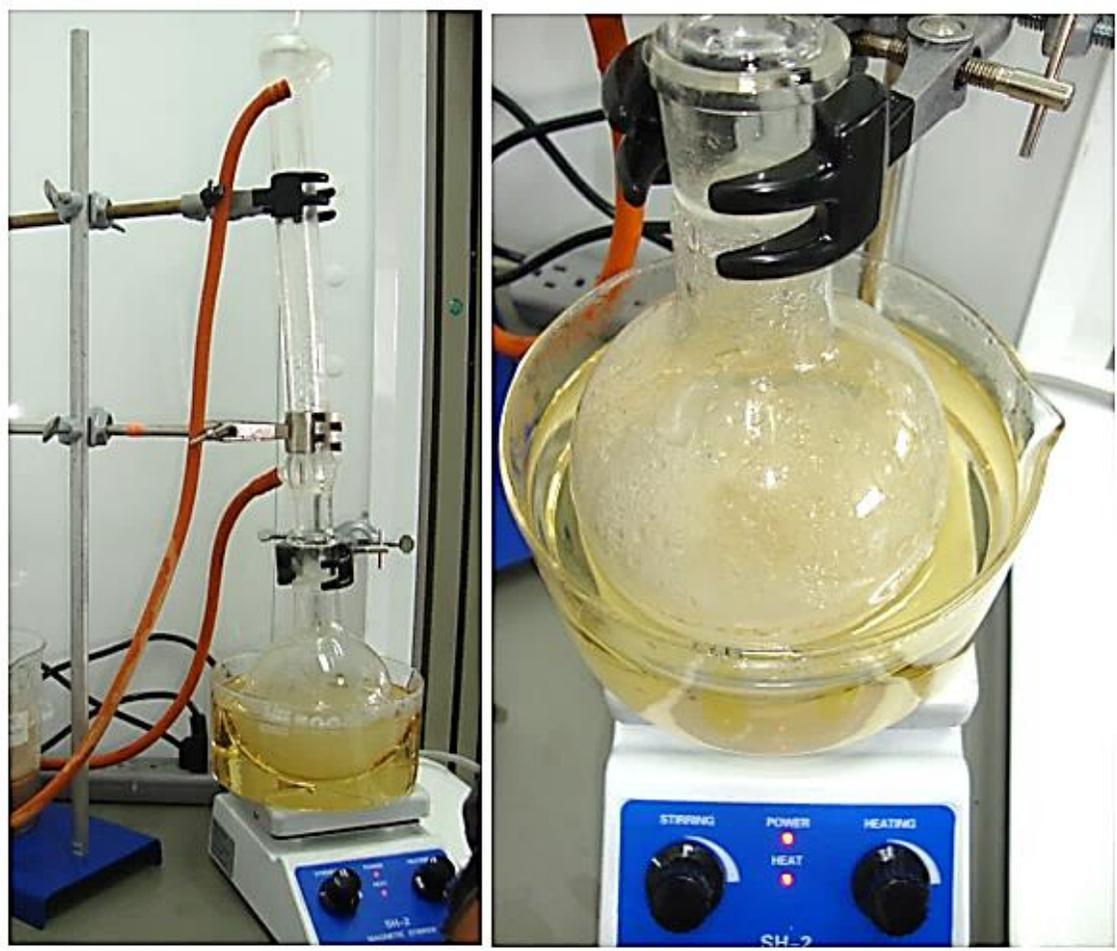


**Figura 26.** Glicerina  
Fuente: (Loba Chemie)

## 3.2. Equipos e instrumentos

### 3.2.1. Equipo de reflujo

El equipo de reflujo consta de un plancha calefactora en la parte inferior, un balón inmerso en un recipiente con glicerina para tener un calentamiento uniforme sobre la muestra, el balón está conectado a un condensador Liebig que tiene un flujo constante de agua para garantizar que el agua en muestra no se evapore mientras se procesa la muestra, esto se puede observar en la Figura 27.



**Figura 27.** Equipo de reflujo

### 3.2.2. Equipo de filtración

Como se observa en la Figura 28 este equipo cuenta como elemento principal un matraz kitosato acoplado a un equipo de filtración y hacia la fuente de vacío, con el objetivo de conseguir un proceso de filtración más acelerado que a presión ambiental, en la parte izquierda se observa al comenzar la filtración y en la parte derecha cuando el proceso está avanzado aproximadamente después de una hora de filtración.

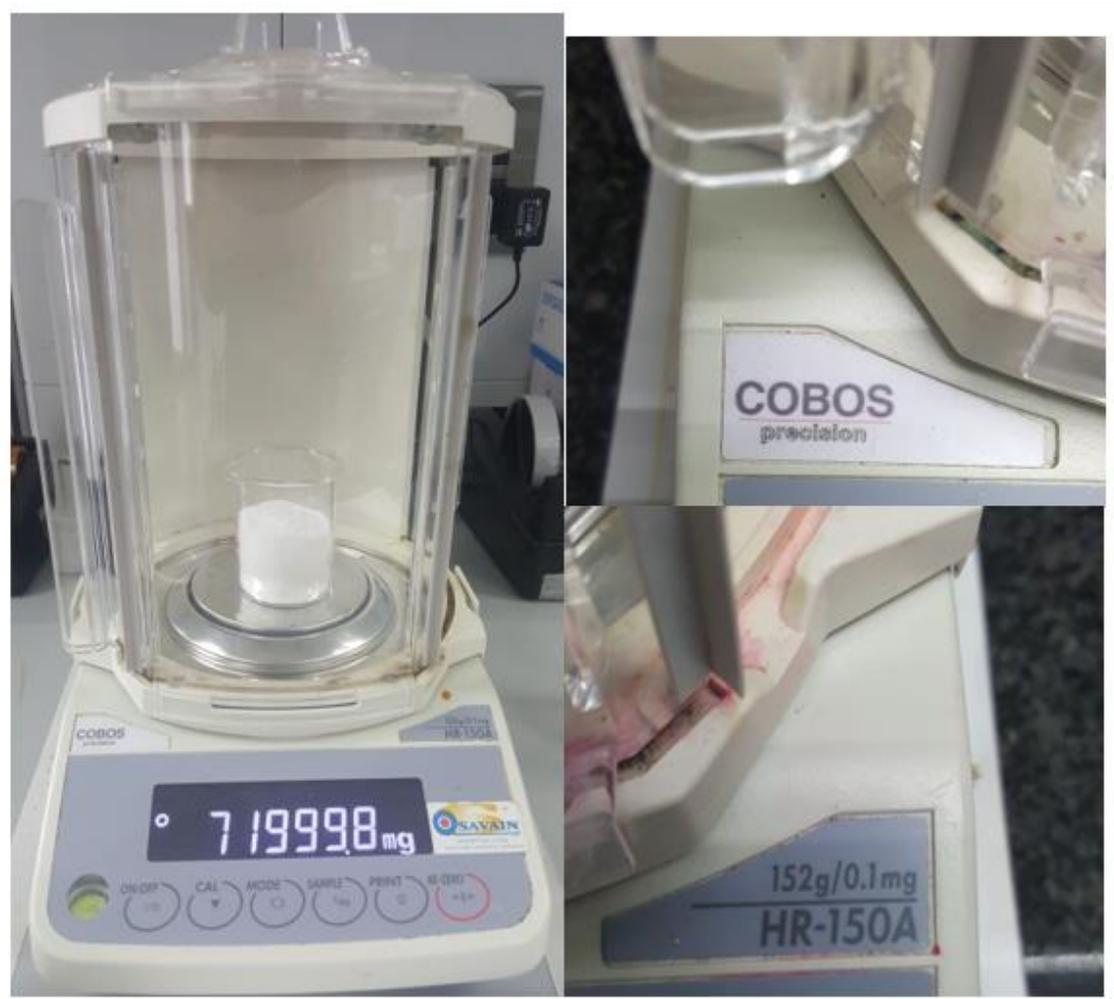


**Figura 28.** Equipo de filtración

### 3.2.3. Equipo metrológico

#### 3.2.3.1. Balanza analítica electrónica

Se uso la balanza analítica de marca COBOS del laboratorio de Química de la universidad de Yachay Tech, este tiene una apreciación de 0,1 mg, un alcance de 152 gramos como se señala en la Figura 29



**Figura 29.** Balanza analítica electrónica

### 3.2.3.2. Termómetro láser

En la **Figura 30** se observa el termómetro usado para el control de las operaciones de reflujo y las disoluciones de algunos químicos que producen reacciones exotérmicas en contacto con el agua, el cual cuenta con un alcance de  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $380\text{ }^{\circ}\text{C}$  y su apreciación es de  $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



**Figura 30.** Termómetro laser

### 3.2.4. Equipo de microscopía óptica no polarizada

La observación y análisis morfológico de las muestras formuladas en la **Tabla 3** y **Tabla 4** contribuye a reconocer la morfología de las muestras que son difíciles de percibir para el ojo humano, para esto se usó el microscopio con un aumento de 20X, iluminación de luz reflejada modelo PCE-TM 2000 de la escuelas de Química de la Universidad Yachay Tech.

### **3.2.5. Equipo de espectroscopía**

El equipo utilizado consta de fuentes de luz monocromática que se pueden intercambiar, acoplados a una fibra óptica de excitación que cumple la función de guiar la luz hasta el cabezal óptico que a su vez la focaliza en la muestra de estudio. Esta cantidad de luz dispersada es recolecta por una fibra óptica de recolección por medio de un cabezal óptico, y así en este equipo se computa en el visible o UV donde los factores tienen más sensibilidad. Una dispersión Raman del agua es muy débil, no recomendable para un análisis de este tipo.

### **3.2.6. Equipo reológico**

El reómetro híbrido Discovery modelo DHR 3 se encuentra ubicado en el laboratorio de Reología y Fluidos Complejos de la universidad de las fuerzas armadas-ESPE, este equipo se observa en la **Figura 5**, El reómetro trabaja con dos modos de prueba: Control de velocidad de deformación (CSR) por sus siglas en inglés, en donde se censa el torque al aplicar un torque sobre la muestra y un control de esfuerzo de corte (CSS), el cual censa la velocidad al aplicar torque al objeto de análisis (Barnes, 1989). Las pruebas se realizaron a una temperatura de  $25 \pm 0.1$  °C y fueron preparadas.

### **3.2.7. Instrumentación complementaria**

En la Tabla 6 puede detallarse equipo complementario para la experimentación del proyecto.

**Tabla 6.**  
*Instrumentación complementaria*

Denominación	Finalidad	Imagen
<b>Espátula</b>	Suministrar los compuestos en los recipientes.	
<b>Plancha calefactora/ agitadora</b>	Calentamiento y homogeneización de soluciones.	
<b>Jeringas</b>	Suministro y manipulación de muestras.	

Continúa ➡

---

**beakers**

Formulación de compuestos



---

**Viales de 10 ml**Titulación de las muestras  
producidas

---

**Porta viales**

Transporte



---

**Guantes de latex**

EPP's



---

**Continua** →

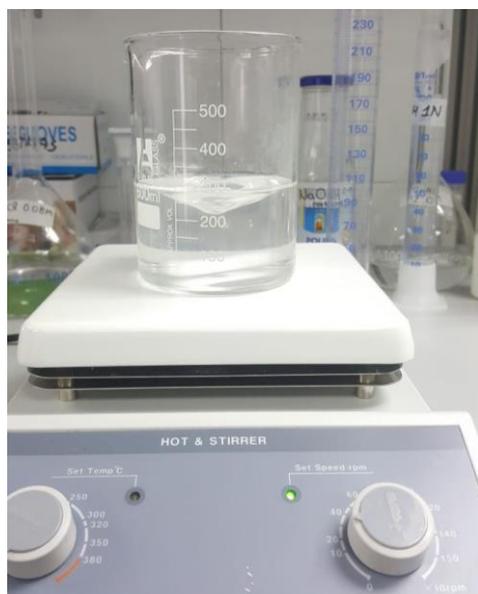


### 3.3.1.1. Exfoliación con NaCl

La exfoliación con NaCl es un procedimiento en el que alejamos las capas de magnesio y silicato (ver **Figura 6**), para esto se usó los siguiente consumibles en las cantidades mencionadas a continuación:

- 100 mg de vermiculita
- 72 gramos de NaCl
- 175 de H<sub>2</sub>O destilada

Se ponderó la cantidad especificada de Vermiculita y NaCl en la balanza analítica y el agua destilada en la balanza electrónica, a continuación, se colocó en vasos de precipitado, el paso subsiguiente es usar una placa de agitación como se muestra en la **Figura 31**, introduciendo el agitador magnético para disolver la mayor cantidad posible de NaCl en agua destilada antes de introducir a solución al balón de 250 ml de capacidad.



**Figura 31.** Agitación de soluciones

Se colocó la solución de NaCl en el balón incluyendo la sal que no se diluyó en la placa de calentamiento, esto con el propósito de tener una solución sobresaturada, puesto que se necesita intercambiar iones de las capas de arcilla para lograr dispersar estas y aunque el sobresaturar no favorece a la agitación durante el proceso, asegura que se encuentra en un ambiente óptimo para el proceso, teniendo una solución sobresaturada.

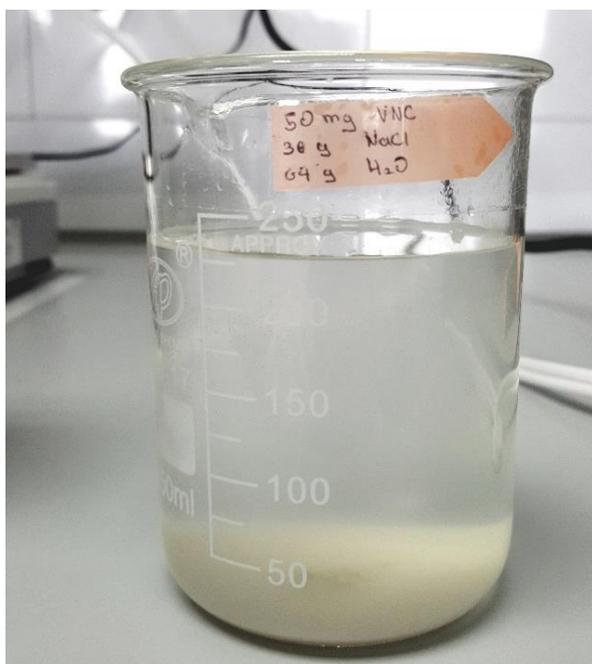
Con la solución preparada se procedió a montar el equipo de reflujo el cual se muestra en la **Figura 27**. Esta solución es ubicada en un recipiente con glicerina en su interior, y está en la placa de calentamiento, para obtener un baño de calor y asegurar que la solución se establezca en una temperatura constante y ebuliendo durante 24 horas. Se puede observar un condensador Liebig ubicado sobre el balón (ver **Figura 27**), este intercambiador de calor condensa el vapor de agua de la solución durante las 24 horas de reflujo en la placa para mantener el volumen de solución constante y producir un ambiente de experimentación estable.

#### **3.3.1.2. Filtración del producto después de exfoliar con NaCl**

Después de haber mantenido esta solución en reflujo durante 24 horas, trasladamos la solución a un vaso de precipitación para su manipulación como se muestra en la **Figura 32**, se disolvió todo el soluto en la solución agregando agua destilada y usando un agitador de vidrio, para garantizar que todo el NaCl sea filtrado.

Ahora, el proceso de filtración consiste, primero en montar el equipo como se presenta en la **Figura 28**, lo cual involucra seguir los siguientes pasos:

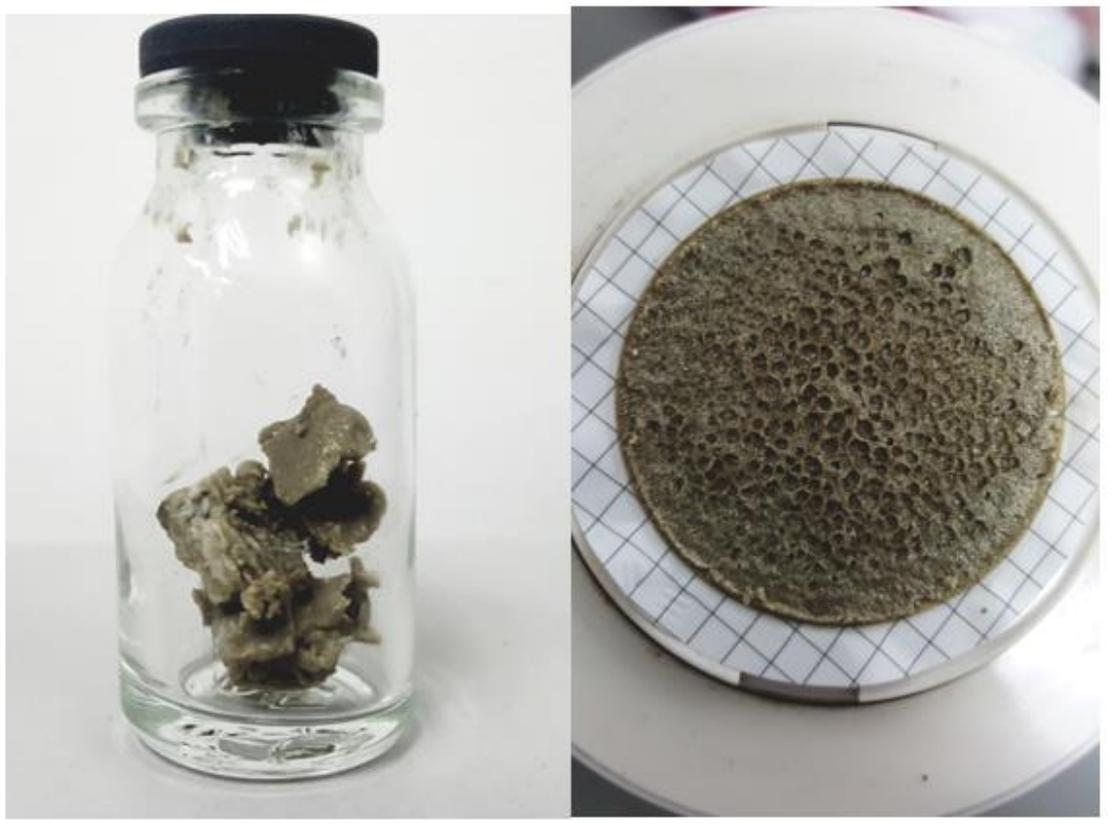
- Se acopló el matraz Kitasato de 1000 ml hacia la fuente de vacío y a la base del kit de filtración.
- Se agregó el filtro nanométrico estéril con un tamaño de poro de 0,45  $\mu\text{m}$  y un diámetro de 47 mm.



**Figura 32.** Producto de exfoliar con NaCl

- Se aplica la solución dentro del recipiente del kit de Filtración de manera pausada y con agitación constante para evitar la saturación del filtro.
- Posteriormente se realizó un lavado exhaustivo con agua destilada y etanol con el fin de disolver y filtrar partículas no deseadas.

Cuando se culminó todo el proceso de filtración el resultado fue una pasta de color ocre como se observa en la **Figura 33**.



**Figura 33.** Producto del proceso de exfoliación de Vermiculita

### 3.3.1.3. Exfoliación con LiCl

Cumple la misma función que la exfoliación con NaCl, sin embargo, la exfoliación con LiCl produce un particulado más fino de producto separando de las capas de aluminosilicatos de magnesio que forman la vermiculita. Aquí se usó los siguientes consumibles en las dosis mencionadas a continuación:

- 100 mg de vermiculita exfoliada con NaCl.
- 21.197 gramos de LiCl.
- 250 g de H<sub>2</sub>O destilada.

Se ponderó en la balanza analítica el LiCl y en la balanza electrónica el agua destilada, después se usó la placa de agitación con un agitador magnético y se disolvió el LiCl en agua destilada y obtener una solución 2 molar (Shao J, 2017).

Luego se montó el equipo de reflujo para realizar la exfoliación, mostrado en la **Figura 27**, primero se coloca la solución 2 molar de LiCl en el balón de 500 ml. De la misma manera que se hizo con la solución de saturada de NaCl. Esta solución es ubicada en la placa de calentamiento sobre el recipiente lleno de glicerina, acoplamos un condensador Liebig para obtener los mismos efectos mencionados en el proceso de exfoliación con NaCl.

#### **3.3.1.4. Filtración del producto después de exfoliar con LiCl**

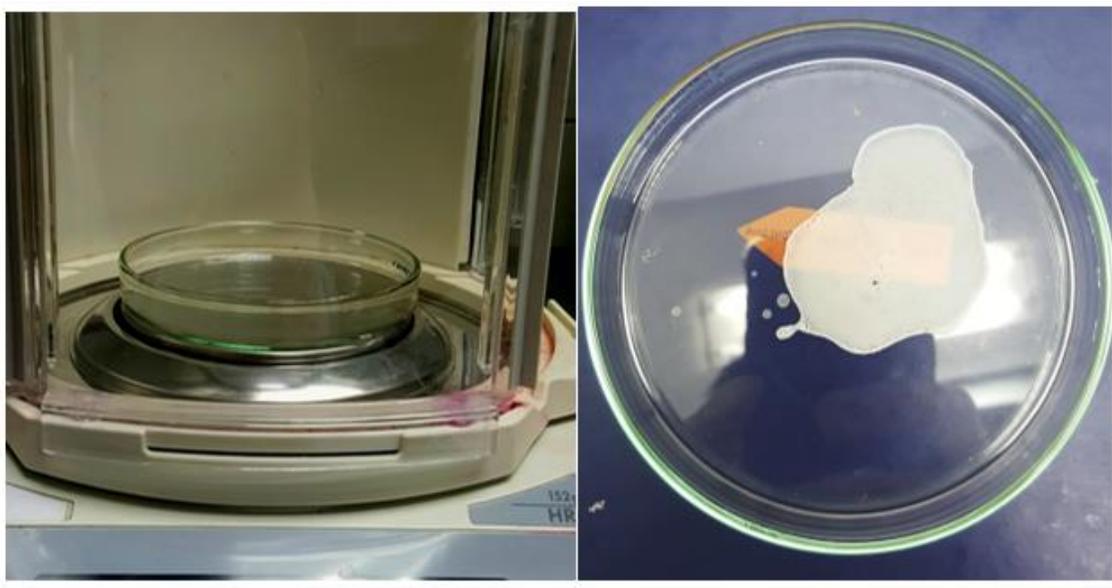
Después de mantener la solución 2 molar con el producto de vermiculita exfoliada con la solución saturada de NaCl durante 24 horas se desmonta el equipo de reflujo, se transfiere la solución a un vaso de precipitado.

Una vez montado el equipo de filtración, se sujetó con un soporte para su mejor manipulación al momento de agitar la solución, por último, se efectuó un lavado exhaustivo con agua destilada y etanol. Este proceso se reprodujo hasta obtener 60 ml de Vermiculita exfoliada a un 1.023 wt%.

Cuando se culmina todo el proceso de filtración de la solución de LiCl 2 molar, el resultado es una pasta de color ocre muy similar a la obtenida por el proceso de filtración previo. La solución se almacena en un envase añadiendo agua destilada para mantener el producto hidratado.

### 3.3.2. Extracto en seco

Es un método usado para conocer la concentración exacta de un compuesto, en este caso vermiculita exfoliada obtenida después del proceso de exfoliación y su posterior filtración, ya que en el transcurso de estos pueden producirse pérdidas en relación a la cantidad inicial de Vermiculita o la existencia de impurezas. Además, que no se comprende el nivel de hidratación de la muestra.



**Figura 34.** Muestra de extracto en seco

Se coloca 200 mg del producto obtenido en una caja Petri como se muestra en la **Figura 34**, se usa la balanza analítica para conocer el pese de tara, de la muestra y el total después del proceso de deshidratación, el mismo que consiste en mantener la muestra en una estufa u horno de laboratorio a una temperatura constante de 60 °C y ambiente seco durante 72 horas. Después de transcurrido el tiempo se obtiene un producto totalmente deshidratado como se observa en la parte derecha de la **Figura 34**.

El proceso se realiza a esta temperatura para sostener una evaporación lenta y precautelar que la muestra no se malogre y queme durante la deshidratación.

Transcurrido este tiempo, se procede a sacar la muestra de la estufa, se espera que su temperatura sea ambiental y procede a tomar datos de su peso luego del proceso. Evaluamos la diferencia entre el peso total después de 72 horas y el peso de tara inicial y se calcula el porcentaje de concentración de nuestra solución de vermiculita exfoliada mediante la Ecuación 16

$$\%wt VNC = \frac{\text{Peso de extracto en seco}(mg)}{\text{Peso inicial de la muestra}(mg)} * 100\% = \frac{11.5mg}{1117,6 mg} = 1,029 wt\% \quad [16]$$

### 3.3.3. Experimentación reológica

#### 3.3.3.1. Protocolo de preparación y pre-cizalla y reversibilidad

La influencia de los parámetros de preparación y morfología de los materiales empleados sobre el comportamiento reológico, las muestras fueron formulados bajo los mismos parámetros (Benchabane & Bekkour, 2006). Por lo tanto, después de formular las muestras detallado en la sección 2, el primer paso en la caracterización reológica es realizar una pre-cizalla de forma preliminar a la adquisición de datos de flujo estacionario, con el propósito de iniciar con un nivel de desestructuración de las muestras para conseguir repetibilidad y reproducibilidad en los datos obtenidos. Pero además de esto, las mediciones ser realizaron cuando el fluido estaba en un estado de equilibrio.

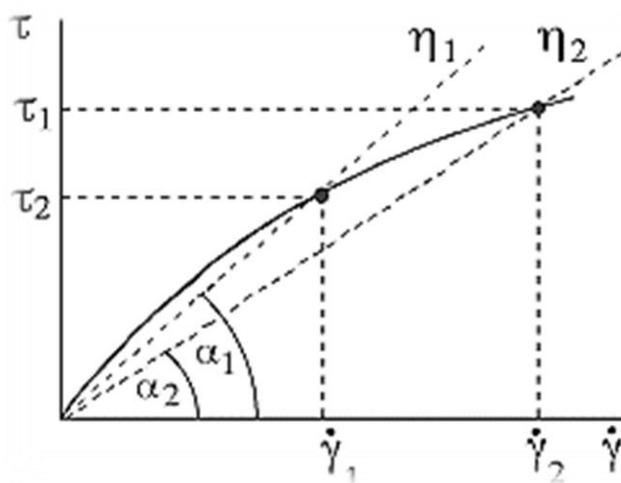
Para este protocolo se consideró una tasa de deformación de 100 1/s durante 60 s generalmente esta es la tasa de deformación más usada en pruebas reológicas según

Tehrani esta velocidad es habitual en procesos de perforación en el ascenso del fluido por el espacio anular de la sarta de perforación (Tehrani, 2008).

El último paso fue analizar la reversibilidad de para determinar un rango de tasas de deformación adecuado y en base a las muestras más sensibles a este parámetro y para motivos de un análisis ecuánime entre todas las muestras se estandarizo en rango entre 0,1 1/s a 200 1/s

### 3.3.3.2. Curvas de flujo estacionario

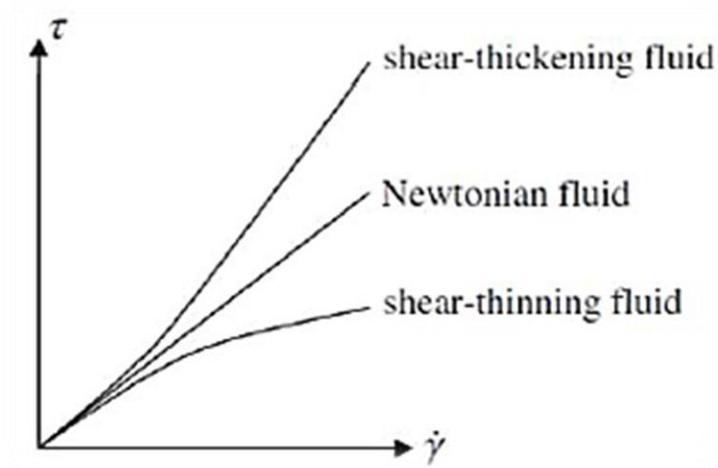
La relación que tiene el esfuerzo de corte ( $\tau$ ) en el eje de las ordenadas y la tasa de deformación ( $\dot{\gamma}$ ) en el eje de las abscisas, habitualmente el eje en el cual se presentan los resultados es el eje de las ordenadas y la variable independiente en el ejes de las abscisas como se observa en la **Figura 35** (Schramm,2004).



**Figura 35.** Curvas de flujo estacionario  
Fuente: (Rojas O., 2012)

Para una caracterización reológica correcta es primordial obtener las gráficas de flujo estacionario y viscosidad ya que estas graficas nos presentan el comportamiento no-

Newtoniano puramente viscoso propio de cada muestra, ya que puede tener comportamiento shear thinning o shear thickening (ver **Figura 36**).



**Figura 36.** Tipos de fluidos puramente viscoso  
Fuente: (Irgens F., 2014)

Una vez realizado la pre-cizalla y en análisis de reversibilidad obteniendo información de estas mediciones como el tiempo necesario para alcanzar el estado estacionario, tiempo para su estructuración. Los parámetros de medición para todas las muestras de estandarizaron a mostrados en la Tabla 7 en base a la muestra más crítica. Para comprobar una reproducibilidad del ensayo se realizó tres curvas de flujo estacionario por muestras

#### **Tabla 7.**

##### *Parámetros de curvas de flujo estacionario*

Tasa de deformación (rango) (1/s)	0,1 a 200
Tiempo de integración (s)	20
Tiempo de medición en estado estacionario (s)	20
Cantidad de datos (puntos)	20

### 3.3.3.3. Viscoelasticidad

Se determinó la viscoelasticidad de las muestras estudiadas mediante una prueba oscilatoria, ya que los modelos se basan en una relación entre el esfuerzo de corte y la deformación. Esta prueba consta de un barrido de amplitud para obtener la deformación en un régimen línea y uno de frecuencia.

Si la deformación del fluido es un valor reducido y la misma frecuencia, el esfuerzo tiene un comportamiento oscilatorio, es decir que el fluido está en un régimen viscoelástico lineal (Ancy,2005).

#### Barrido de amplitud

Los parámetros que se determinó para esta prueba se muestran en la **Tabla 8** de esta manera tenemos tres gráficas y podemos tener más precisión a la hora de delimitarlo de manera visual el régimen viscoelástico lineal en un rango de deformación de 0.01 hasta 1.

**Tabla 8.**  
*Parámetros barridos de amplitud*

Frecuencia (Hz)	0,1 - 1 - 10
Tiempo de reposo (s)	20 s
Cantidad de datos (puntos/década)	3
Rango de deformación	De 0.01 hasta 1

### Barrido de frecuencia

Cuando se determinó el régimen lineal en el barrido de amplitud se toma el 85% del límite superior esto se debe a que la deformación se encuentra dentro de la zona lineal viscoelástica y los parámetros del ensayo se detalla en la **Tabla 9**.

**Tabla 9.**

*Parámetros barridos de frecuencia*

Rango de Frecuencia (Hz)	De 0,1 hasta 10
Tiempo de reposo (s)	20
Cantidad de datos (puntos/década)	3
Deformación	Depende de cada muestra

#### 3.3.4. Caracterización estructural

Para esta sección se usó las muestras de la **Tabla 3** y **Tabla 4** para un caracterización en el microscopio óptico con acercamientos de 20X, así se diferenció los detalles en la morfología de cada compuesto, un análisis en el microscopio electrónico de barrido (SEM) y espectroscopia raman del Óxido de Grafeno.

#### 3.4. Resumen

La metodología de trabajo se basó en los siguientes puntos:

- La exfoliación de Vermiculita mediante un proceso de reflujo durante 24 horas en una solución saturada de NaCl para realizar una filtración al vacío ocupando un filtro nanométrico con sus características especificadas en la sección 3.3.1, posteriormente se repitió el mismo proceso, pero esta vez con una solución 2

molar de LiCl y al igual que con el NaCl se realizó una filtración, el producto obtenido fue hidratado, además se realizó la prueba de extracto en seco para conocer su concentración.

- Se formuló todos los compuestos precisados en la **Figura 37**, posteriormente se hizo el estudio reológico de curvas de flujo estacionario y viscosidad características, así como también pruebas de barrido de amplitud para conocer su deformación en la zona lineal (LVE) y frecuencia para detallar el comportamiento viscoelástico con el módulo elástico ( $G'$ ) y el módulo viscoso ( $G''$ ).
- Finalmente, se caracterizó las muestras mediante una crioscopia óptica, microscopio electrónico de barrido (SEM) y espectroscopia Raman.

## CAPITULO IV

En el presente capítulo se exhibe: el diseño y proporción en la formulación de las muestras basadas en Xanthan gum, óxido de grafeno y vermiculita exfoliada, así como el análisis de resultados de experimentación mediante curvas de flujo estacionario, barridos de frecuencia y amplitud, estas dos últimas para observar el comportamiento viscoelástico de los materiales, y finalmente un diseño de experimentos “ANOVA” para observar el grado de influencia de cada material sobre la propiedades reológicas.

### DISCUSIÓN DE RESULTADOS

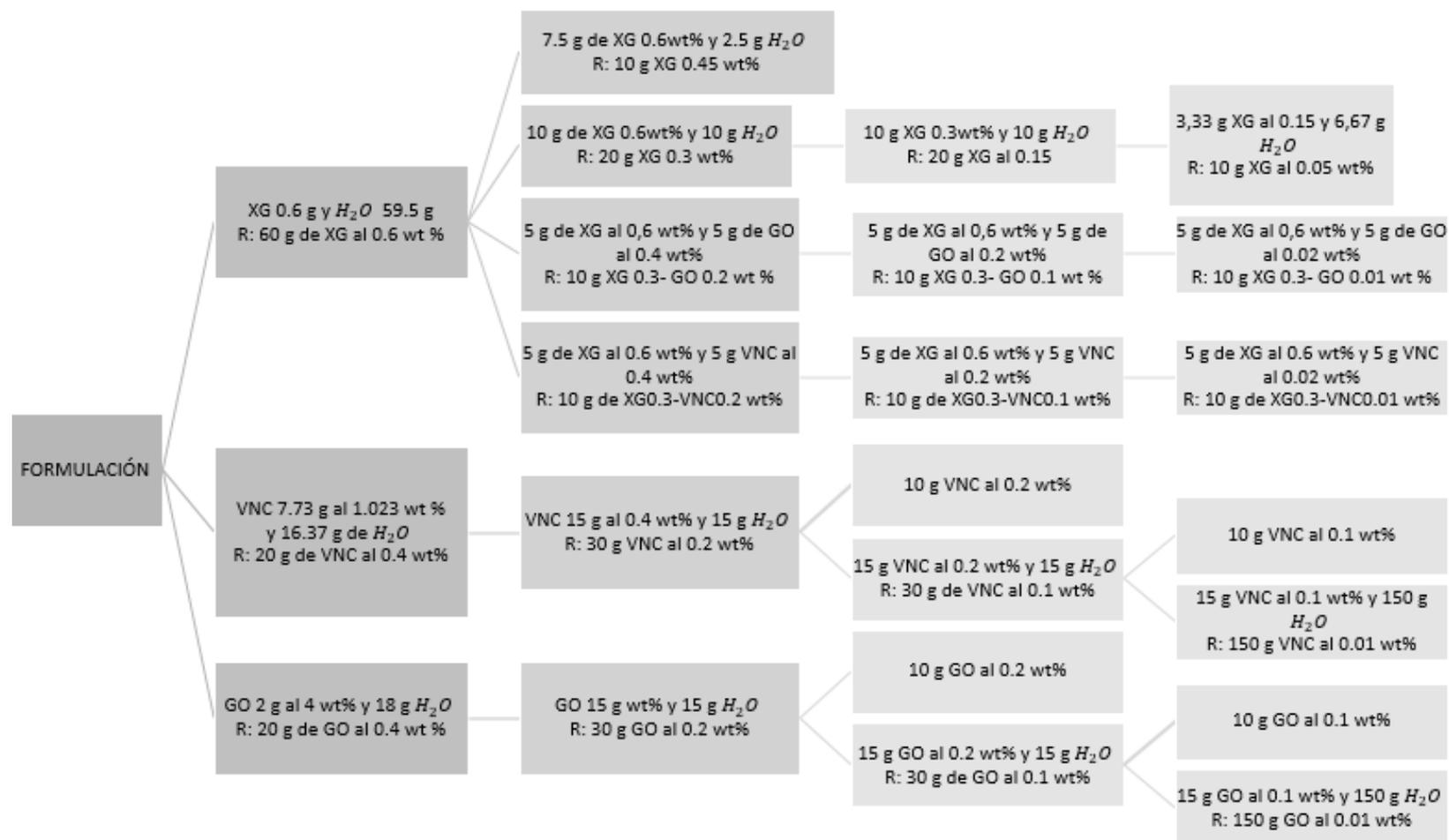
Una vez obtenido el porcentaje de 1.023 wt % de vermiculita diluido en agua destilada procedente del proceso de exfoliación, además de Oxido de grafeno a 4% (Graphenea) y Xanthan Gum en estado sólido, se formuló las diferentes concentraciones de los compuestos presentadas en la Figura 37

#### 4.1. Formulación de muestras

La concentración de biopolímero y dopante generó un cambio importante sobre el comportamiento de la viscosidad en función de la tasa de corte, este es un factor importante debido a las altas tasas de corte en perforaciones petroleras (Vryzas Z., 2017). La arcilla usada frecuentemente es bentonita en concentraciones de 3 wt% (Magnin, & Bergaya, 1999), la combinación de Xanthan Gum y Vermiculita en concentraciones menores alcanzan efectos similares en el estudio reológico.

#### **4.1.1. Protocolo de preparación de muestras**

La concentración de biopolímero y dopantes se muestra en la Figura 37, el procedimiento usado consistió en la preparación de muestras al doble de la concentración deseada y en forma descendente hasta conseguir la muestra más diluida, mostrando las



**Figura 37.** Formulación de muestra

concentraciones de mayor magnitud usadas en los ensayos reológicos en porcentaje en peso/peso de Xanthan Gu, oxido de grafeno y vermiculita de 0.6, 0.2 y 0.2 respectivamente.

Para garantizar muestras homogéneas para el análisis dependiendo del compuesto se realizó las siguientes acciones:

- **Xanthan gum:** se usó una placa calefactora de laboratorio, un agitador magnético para provocar una temperatura del agua destilada de aproximadamente 60°C en un vaso biker, posteriormente se adiciona Xanthan gum progresivamente para evitar la formación de grumos en la muestra, se cubre el biker mientras se agita para evitar la evaporación.
- **Oxido de grafeno:** Se empleó una placa de agitación y un agitador magnético, se agregó óxido de grafeno (Graphenea) se selló para evitar si evaporación
- **Vermiculita:** Cuando se obtuvo la concentración al 0.4 wt% proveniente del proceso de exfoliación se realiza el mismo procedimiento empleado para el Óxido de grafeno, al ser un compuesto hidrofóbico, fue necesario realizar el mismo proceso previo al empleo de las muestras en el reómetro.

En la **Tabla 10** se observan los tipos de muestras: su concentración, el pH, la cantidad de agua destilada y la temperatura a la cual se formularon.

**Tabla 10.**  
*Formulación de muestras*

Muestra	Solvente (agua)	pH	Temperatura ambiente	Soluto (Xanthan Gum)	Soluto (Vermiculita)	Soluto (óxido de grafeno)
Unidades	gramos		°C	%	%	%
<b>XG 0,05</b>	10	7	25±1	0,05	0,00	0,00
<b>XG 0,15</b>	10	7	25±1	0,15	0,00	0,00
<b>XG 0,30</b>	10	7	25±1	0,30	0,00	0,00
<b>XG 0,45</b>	10	7	25±1	0,45	0,00	0,00
<b>XG 0,60</b>	10	7	25±1	0,60	0,00	0,00
<b>VNC 0,01</b>	10	7	25±1	0,00	0,01	0,00
<b>VNC 0,1</b>	10	8	25±1	0,00	0,10	0,00
<b>VNC 0,20</b>	10	8	25±1	0,00	0,20	0,00
<b>GO 0,01</b>	10	7	25±1	0,00	0,00	0,01
<b>GO 0,10</b>	10	7	25±1	0,00	0,00	0,10
<b>GO 0,20</b>	10	7	25±1	0,00	0,00	0,20
<b>XG 0,30 VNC 0,01</b>	10	7	25±1	0,30	0,01	0,00
<b>XG 0,30 VNC 0,10</b>	10	7	25±1	0,30	0,10	0,00
<b>XG 0,30 VNC 0,20</b>	10	7	25±1	0,30	0,20	0,00
<b>XG 0,30 GO 0,01</b>	10	7	25±1	0,30	0,00	0,01
<b>XG 0,30 GO 0,10</b>	10	7	25±1	0,30	0,00	0,10
<b>XG 0,30 GO 0,20</b>	10	7	25±1	0,30	0,00	0,20

## 4.2. Estudio reológico

### 4.2.1. Curvas de flujo estacionario

Se han recolectado datos experimentales provenientes del software TRIOS del reómetro híbrido Discovery (HRD) por sus siglas en inglés, posterior a esto se realizó la

discretización de los datos en el software Origin 8 para obtener el comportamiento puramente viscoso de cada muestra mencionada en la Tabla 10.

La dispersión de datos para curvas de flujo estacionario se realizó valorando los siguientes parámetros: tasas de deformación de 0.1 1/s a 20 1/s, con 21 puntos de análisis, un tiempo de reposo de 20 s para que la adquisición de datos sea en estado estacionario, esta medida se estandarizó para todos los ensayos puesto que la totalidad de las muestras alcanzaron un estado estacionario en un tiempo no mayor a este y un tiempo de integración de 20 s.

#### 4.2.1.1. Xanthan gum

El comportamiento de estas muestras se ajustó mediante al modelo reológico de “La ley de potencia” (ver Ecuación 5) en la **Tabla 11** se presenta la constante  $k$ ,  $n$  y la correlación de este modelo para las distintas concentraciones. Además, se puede denotar en la Figura 38 que el esfuerzo es directamente proporcional a la cantidad de concentración mientras que la viscosidad se reduce al aumentar la tasa de cote y los porcentajes de reducción de viscosidad se expresan en la **Tabla 11**.

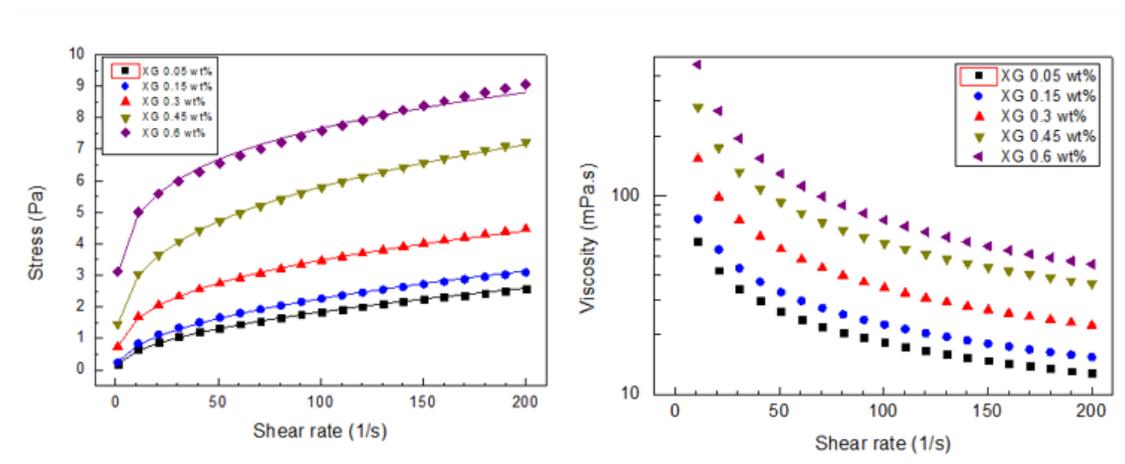
**Tabla 11.**  
*Modelo Reológico - Xanthan Gum*

Muestra	Modelo de la Ley de Potencia			Viscosidad a 0,1 (1/s)	Viscosidad a 200 (1/s)	Reducción n
	K	n	Ajuste R <sup>2</sup>			
Unidades	Pa			mPa.s	mPa.s	%
<b>XG 0,05</b>	0,189	0,494	0,999	59	13	78,042
<b>XG 0,15</b>	0,256	0,473	0,998	77	15	80,519
<b>XG 0,30</b>	0,716	0,339	0,995	154	22	85,714

Continua →

<b>XG 0,45</b>	1,454	0,301	1,000	278	36	87,050
<b>XG 0,60</b>	3,054	0,200	0,996	457	45	90,153
		PROM.	0,997			

De la misma manera el esfuerzo cortante es proporcional a la cantidad de concentración, ya que al aumentar la cantidad de Xanthan gum en la muestra, más altos serán los esfuerzos cortantes en función de la tasa de corte, y por otro lado la viscosidad sufre reducción al aumento de la tasa de corte y los porcentajes de reducción de viscosidad se expresan en la **Tabla 11**. Para el cálculo de las curvas se ensayó 3 pruebas con su respectivo promedio y eso se puede observar en los anexos 7.1 al 7.10



**Figura 38.** Curvas de flujo estacionario de Xanthan gum

#### 4.2.1.2. Vermiculita exfoliada

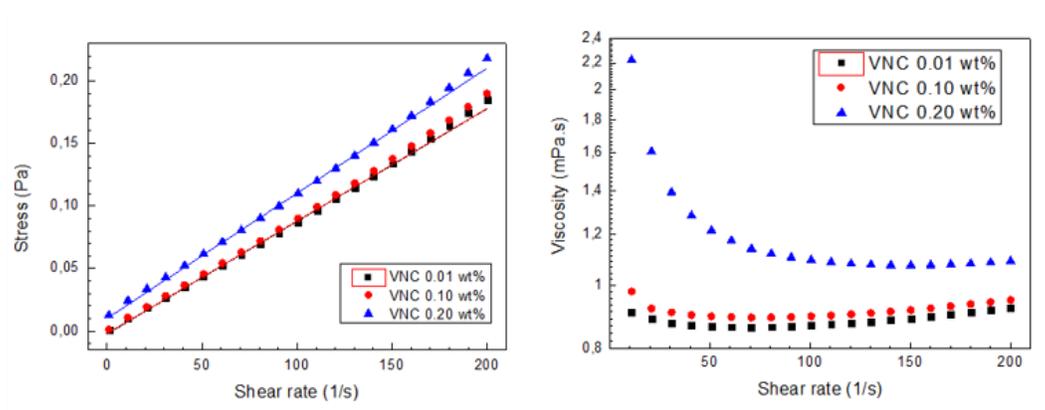
De acuerdo a la Figura 39 se han realizado las curvas de flujo estacionario de vermiculita para observar su comportamiento puramente viscoso. El comportamiento de estas muestras se acopló al modelo reológico de Bingham (ver Ecuación 4), se usó este modelo para correlacionar los datos obtenidos, de modo que en la

Tabla 12 se aprecia su esfuerzo de fluencia, Viscosidad plástica y coeficiente de correlación R2.

**Tabla 12.**  
*Modelo Reológico- Vermiculita exfoliada*

Muestra	Modelo de Bingham			Viscosidad a 0,1	Viscosidad a 200	Reducción
	Esfuerzo de fluencia ( $\tau_y$ )	Viscosidad Plástica ( $\mu_p$ )	Ajuste $R^2$	(1/s)	(1/s)	n
Unidades	Pa	Pa.s		mPa.s	mPa.s	%
VNC 0,01	0,0023	0,0009	0,9987	0,9095	0,9000	1,05
VNC 0,1	0,0020	0,0009	0,9989	0,9793	0,6667	31,92
VNC 0,2	0,0100	0,0010	0,9988	2,2211	1,0899	50,93
		PROM.	0,999			

Además el esfuerzo cortante es proporcional a la cantidad de concentración, es decir entre más concentración de Vermiculita exfoliada disponga la muestra, más altos serán los esfuerzos cortantes en función de la tasa de corte en tanto la viscosidad sufre reducción al aumento de la tasa de corte y los porcentajes de reducción de viscosidad reducen mientras aumenta la concentración de vermiculita exfoliada y se expresan en la Tabla 12. Para el cálculo de las curvas se ensayó 3 pruebas con su respectivo promedio y eso se puede observar en los anexos 7.12 al 7.17



**Figura 39.** Curvas de flujo estacionario- Vermiculita exfolia

#### 4.2.1.3. Óxido de grafeno

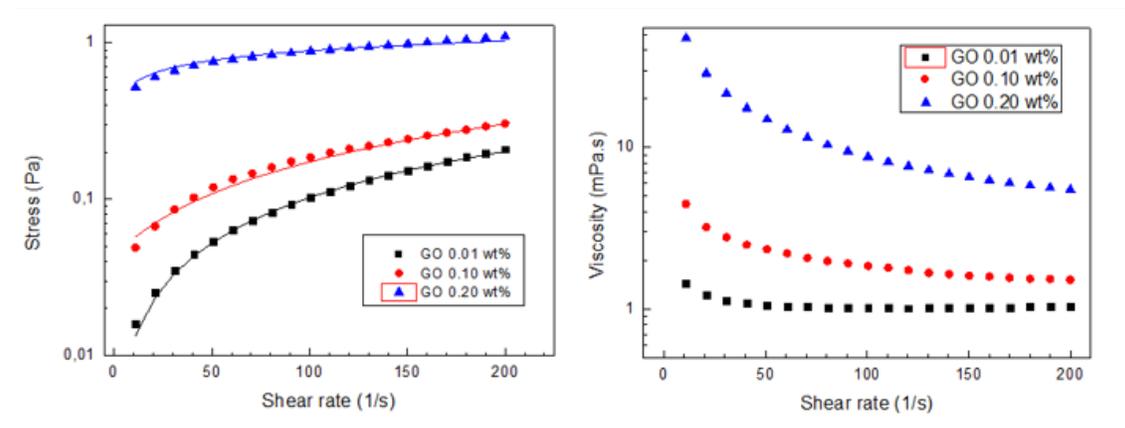
Se elaboraron las curvas de flujo estacionario de óxido de grafeno mostradas en la Figura 40 para observar su comportamiento puramente viscoso. El comportamiento de estas muestras se acopla al modelo reológico Bingham (ver Ecuación 4) para las dos primeras muestras (0,01 wt% y 0,1 wt% de Óxido de grafeno). El modelo reológico que se ajustó a la muestra de 0,20 wt% es la Ley de Potencia. Se usaron estos modelos para correlacionar los datos obtenidos (Munawar K., 2011), y así en la Tabla 13 se aprecia su esfuerzo de fluencia, Viscosidad plástica y coeficiente de correlación R<sup>2</sup>.

**Tabla 13.**  
*Modelo Reológico- Óxido de Grafeno*

Muestra	Modelo de Bingham			Viscosidad a 0,1	Viscosidad a 200	Reducción
	Esfuerzo de fluencia ( $\tau_y$ )	Viscosidad Plástica ( $\mu_p$ )	Ajuste $R^2$	(1/s)	(1/s)	n
<b>Unidades</b>	Pa	Pa.s		mPa.s	mPa.s	%
<b>GO 0,01</b>	0,003	0,001	0,999	1,454	1,043	28,217
<b>GO 0,1</b>	0,043	0,001	0,998	4,471	1,521	65,971

Modelo de la Ley de Potencia						
Muestra	K	n	Ajuste $R^2$	mPa.s	mPa.s	%
GO 0,2	0,206	0,346	0,995	47,485	5,485	88,450
		PROM.	0,997			

Además, el esfuerzo cortante en función de la tasa de corte es proporcional a la cantidad de concentración sin embargo su porcentaje de aumento disminuye conforme más concentración de óxido de grafeno posea la muestra mientras tanto la viscosidad sufre reducción al aumentar de la tasa de corte y los porcentajes de reducción de viscosidad disminuyen conforme aumenta la concentración y se expresan en la **Tabla 13**. Para el cálculo de las curvas se ensayó 3 pruebas con su respectivo promedio y eso se puede observar en los anexos 7.26 al 7.29



**Figura 40.** Curvas de flujo estacionario-Óxido de grafeno

#### 4.2.1.4. Xanthan gum y Vermiculita

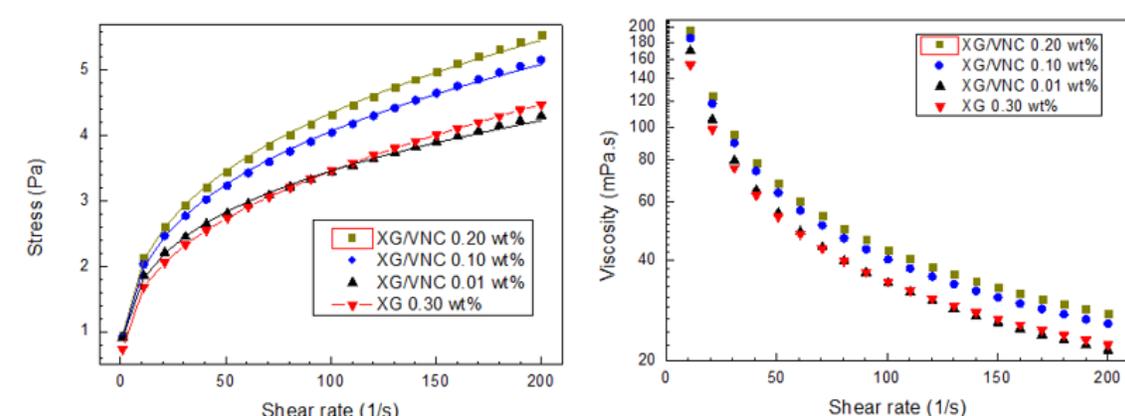
Se elaboró las curvas de flujo estacionario de vermiculita exfoliada en concentraciones denotadas en la Tabla 10 y Xanthan gum al 0.3 wt%, para observar su comportamiento puramente viscoso. Esta dispersión de datos se ajustó al modelo

reológico de La ley de potencia (ver Ecuación 5). Se usó este modelo para correlacionar los datos obtenidos (Munawar K., 2011), por tanto, la **Tabla 14** detalla su esfuerzo de fluencia, Viscosidad plástica y coeficiente de correlación R<sup>2</sup>.

**Tabla 14.**  
*Modelo Reológico: Xanthan Gum- Vermiculita*

Modelo de la Ley de Potencia				Viscosidad a 0,1 (1/s)	Viscosidad a 200 (1/s)	Reducción n
Muestra	K	n	Ajuste R <sup>2</sup>			
Unidades	Pa			mPa.s	mPa.s	%
<b>XG 0,3 VNV 0,01</b>	0,953	0,329	0,999	195	28	86
<b>XG 0,3 VNV 0,10</b>	0,919	0,323	0,998	185	26	86
<b>XG 0,3 VNV 0,20</b>	0,909	0,290	0,995	170	22	Continua →
<b>XG 0,30</b>	0,716	0,339	0,995	154	22	
		PROM.	0,997			

Además, el esfuerzo cortante en función de la tasa de corte aumenta entre más concentración de vermiculita exfoliada contenga muestra, mientras tanto la viscosidad sufre reducción al aumento de la tasa de corte y los porcentajes de reducción de viscosidad también se señalan en la **Tabla 14**. Para el cálculo de las curvas se ensayó 3 pruebas con su respectivo promedio y eso se puede observar en los anexos 7.19 al 7.24



**Figura 41.** Curvas de flujo estacionario-Xanthan gum y Vermiculita exfoliada

#### 4.2.1.5. Xanthan gum y Óxido de grafeno

Se elaboraron las curvas de flujo estacionario de óxido de grafeno en concentraciones especificadas en la Tabla 10 y Xanthan gum al 0.3 wt% , estas curvas con su comportamiento puramente viscoso se ajustaron al modelo reológico de “La ley de potencia” (ver Ecuación 5) y se marcan en la Figura 42. Los resultados obtenidos se describen en la

Tabla 15 donde se expresa su esfuerzo de fluencia, Viscosidad plástica y coeficiente de correlación R2.

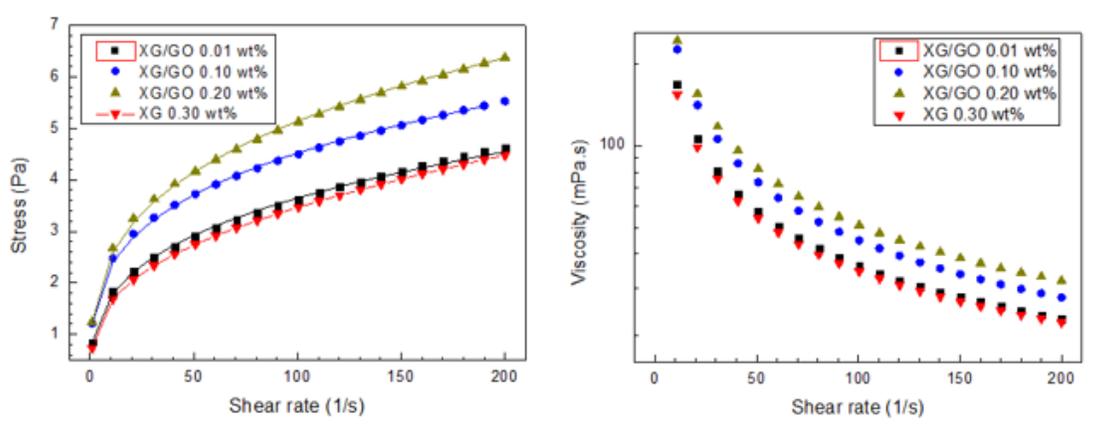
**Tabla 15.**  
*Modelo Reológico: Xanthan Gum- Óxido de grafeno*

Modelo de la Ley de Potencia				Viscosidad a 0,1 (1/s)	Viscosidad a 200 (1/s)	Reducción n
Muestra	K	n	Ajuste R <sup>2</sup>	mPa.s	mPa.s	%
Unidades	Pa					

<b>XG 0,3 GO 0,01</b>	0,848	0,318	0,999	168	23	86
<b>XG 0,3 GO 0,10</b>	1,214	0,285	0,998	226	28	88
<b>XG 0,3 GO 0,20</b>	1,239	0,309	0,995	244	32	87
<b>XG 0,30</b>	0,716	0,339	0,995	154	22	86
		PROM.	0,997			

Del mismo modo el esfuerzo cortante en función de la tasa de corte aumenta conforme más concentrada de óxido de grafeno esté la muestra, mientras que la viscosidad sufre reducción al aumento de la tasa de corte y los porcentajes de reducción de viscosidad son muy similares entre las muestras incluyendo el XG 0.3 por tanto la influencia de vermiculita exfoliada hasta estas concentraciones no tiene influencia en la reducción de su viscosidad y estos valores se precisan en la

Tabla 15. Para el cálculo de las curvas se ensayó 3 pruebas con su respectivo promedio y eso se puede observar en los anexos 7.31 al 7.36

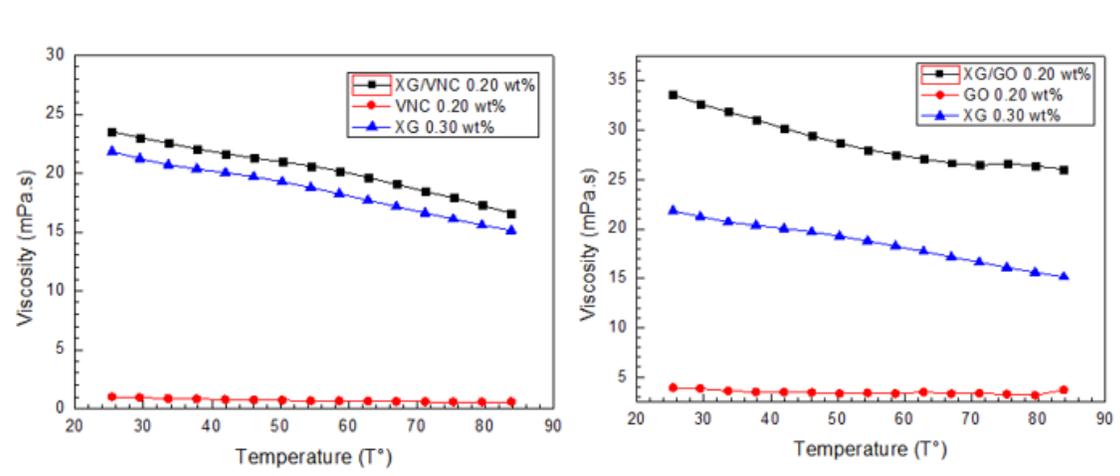


**Figura 42.** Curvas de flujo estacionario Xanthan gum-Óxido de grafeno

#### 4.2.2. Graficas dependientes de la temperatura

La temperatura en un fluido de perforación es variable y directamente proporcional a la profundidad del pozo ya que incrementa aproximadamente  $30\text{C}^\circ/\text{km}$  de profundidad (Sanchas C., 2017).

En la **Figura 43** se relacionó la dependencia de la viscosidad en función de la temperatura de las muestras mencionadas en la **Tabla 3** y **Tabla 4** para obtener un juicio acerca del comportamiento de la viscosidad con temperaturas de trabajo en perforaciones, debido al aumento de temperatura conforme aumenta la profundidad de perforación.



**Figura 43.** Influencia de la viscosidad en función de la temperatura de Xanthan Gum, vermiculita exfoliada y óxido de grafeno a un shear rate constante de 100 (1/s)

#### 4.2.3. Viscoelasticidad

En este análisis se realizó pruebas oscilatorias con el objetivo de relacionar el módulo viscoso con el módulo elástico por ende señalar el ángulo de fase que caracteriza a un fluido viscoelástico (Mezger T., 2014).

### 4.2.3.1. Barrido de Amplitud

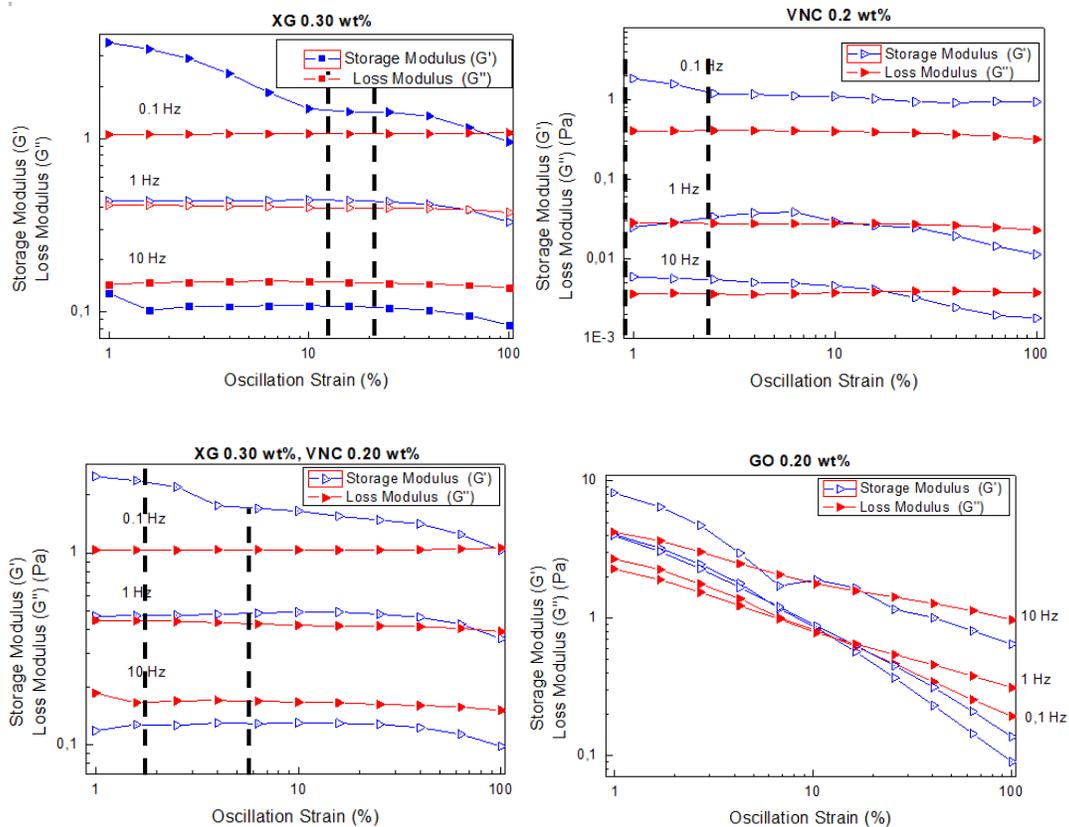
Después de conocer el tiempo de reposo para que el fluido alcance la estructuración, se somete la muestra a barridos de amplitud con frecuencias de 0.1 Hz, 1 Hz, y 10 Hz, para detectar de manera visual el régimen lineal viscoelástico que compartan los tres grupos de dispersión de datos, el rango de fluctuación de deformación en porcentaje fue de 1 % a 100 %, un tiempo de reposo de 20 s en una escala logarítmica con 11 puntos de observación, de tal manera que la deformación no influya en el comportamiento viscoelástico de manera que el comportamiento dependa solo del material.

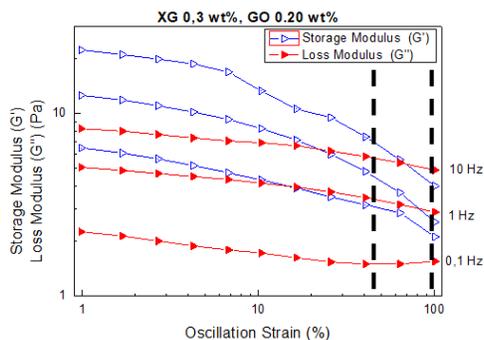
Para la localización de la deformación dentro del régimen se calculó el 85 % del valor del límite lineal obtenido experimentalmente. (Sánchez C., 2017)

En la Figura 44 se observa el régimen lineal viscoelástico con sus límites y en la **Tabla 16** se detallan los límites de deformación obtenidos experimentalmente y el cálculo del 85% de su límite superior.

**Tabla 16.**  
*Régimen Viscoelástico lineal (LVE)*

<b>Regimen lineal viscoelástico</b>			
<b>Material</b>	Deformación inicial (%)	Deformación Final (%)	85 % del limite final
<b>XG</b>	30	46	39,0
<b>VNC</b>	3	8	6,3
<b>GO</b>	-	-	6,3
<b>XG-VNC</b>	4	18	15,4
<b>XG-GO</b>	40	92	78.5



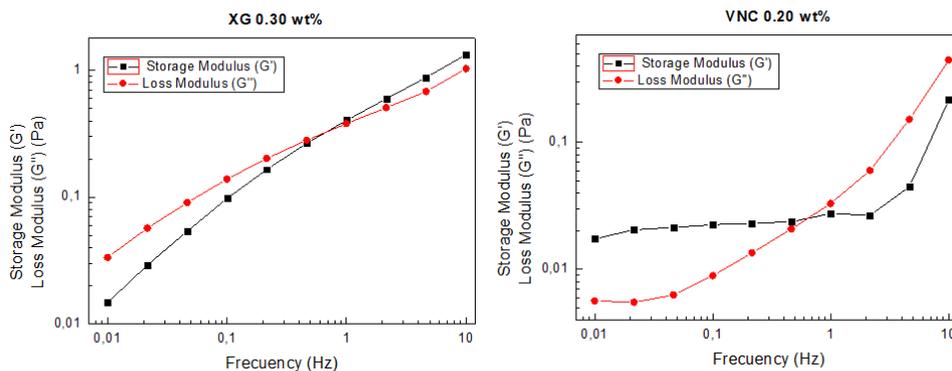


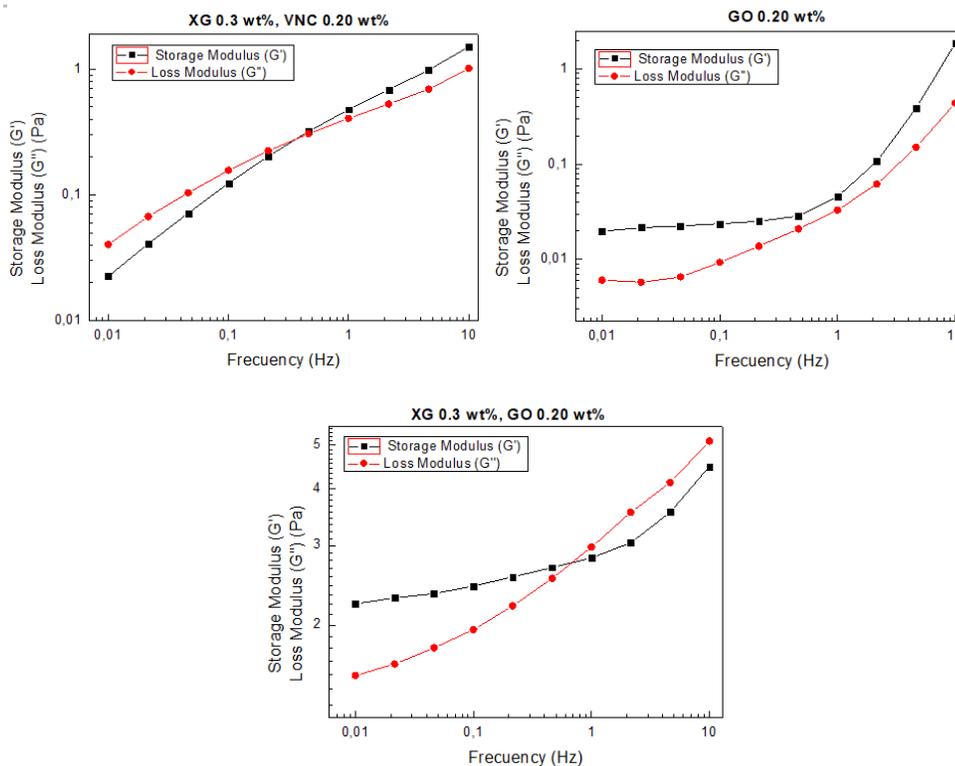
**Figura 44.** Barrido de amplitud

Después de analizar la región lineal viscoelástica se observó que el Óxido de grafeno a diferencia del resto de muestras, no presenta una región lineal, lo que conlleva que el análisis de un barrido de frecuencia precisa una influencia de la deformación, por ende, no se podría corroborar la viscoelasticidad del material.

#### 4.2.3.2. Barrido de frecuencia

Una vez obtenida la deformación en el régimen lineal, se realizó Barridos de frecuencia en un rango de 0.1 Hz a 10 Hz, con 11 datos de dispersión, tiempo de reposo de 20 s. Se puede observar gráficamente un punto de intersección de cada muestra indicando la frecuencia donde el ángulo de desfase es  $45^\circ$ , comprobando la viscoelasticidad del material





**Figura 45.** Barrido de frecuencia

El punto de observación del barrido de frecuencias de los materiales de la Tabla 3 y Tabla 4 es su intersección, por el hecho de que el valor del módulo viscoso y módulo elástico es igual, es decir que el ángulo de fase equivale a  $45^\circ$  confirmando un comportamiento viscoelástico, a diferencia del Óxido de grafeno disperso en agua que no presenta una intersección entre módulos.

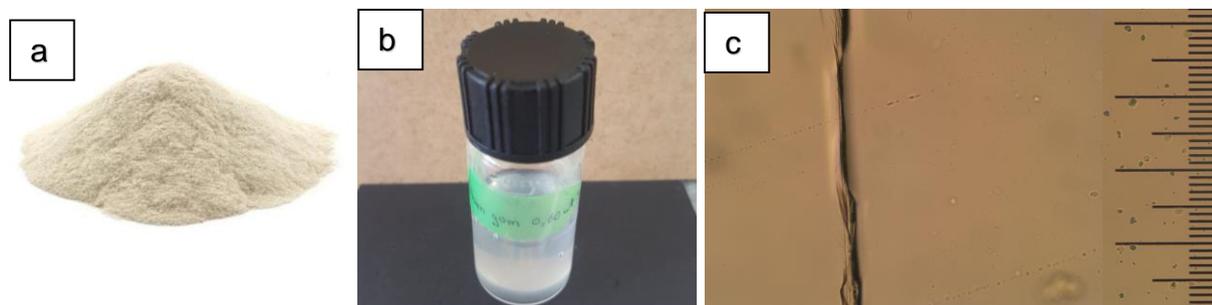
### 4.3. Caracterización estructural

Las de Vermiculita exfoliada, Xanthan Gum y Óxido de Grafeno fueron determinadas por microscopía óptica, en aquellas se presenta la morfología de las partículas a 20X.

El análisis morfológico de las muestras, así como los compuestos en su estado natural (antes de ser hidratados) y en el caso de la vermiculita, su morfología antes y después de su proceso de exfoliación.

#### 4.3.1. Característica estructural: xanthan gum

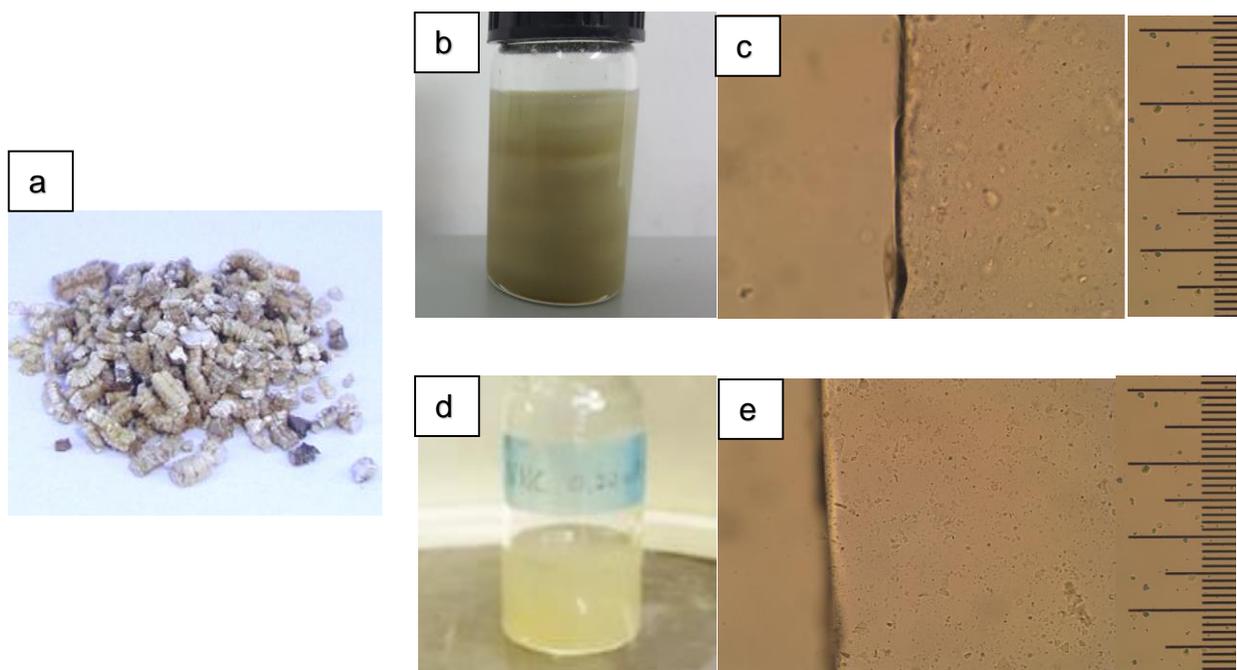
En la **Figura 46a** se muestra Xanthan Gum en estado sólido, su color es blanco, granulometría fina, en la **Figura 46b** se puede observar una muestra de Xanthan GUm al 0.6 wt% después de haber sido diluida en agua y en la **Figura 46c** se considera un acercamiento de 20X en el microscopio óptico mostrando ser una solución homogénea



**Figura 46.** Caracterización estructural-Xanthan Gum

#### 4.3.2. Característica estructural: vermiculita-xanthan gum

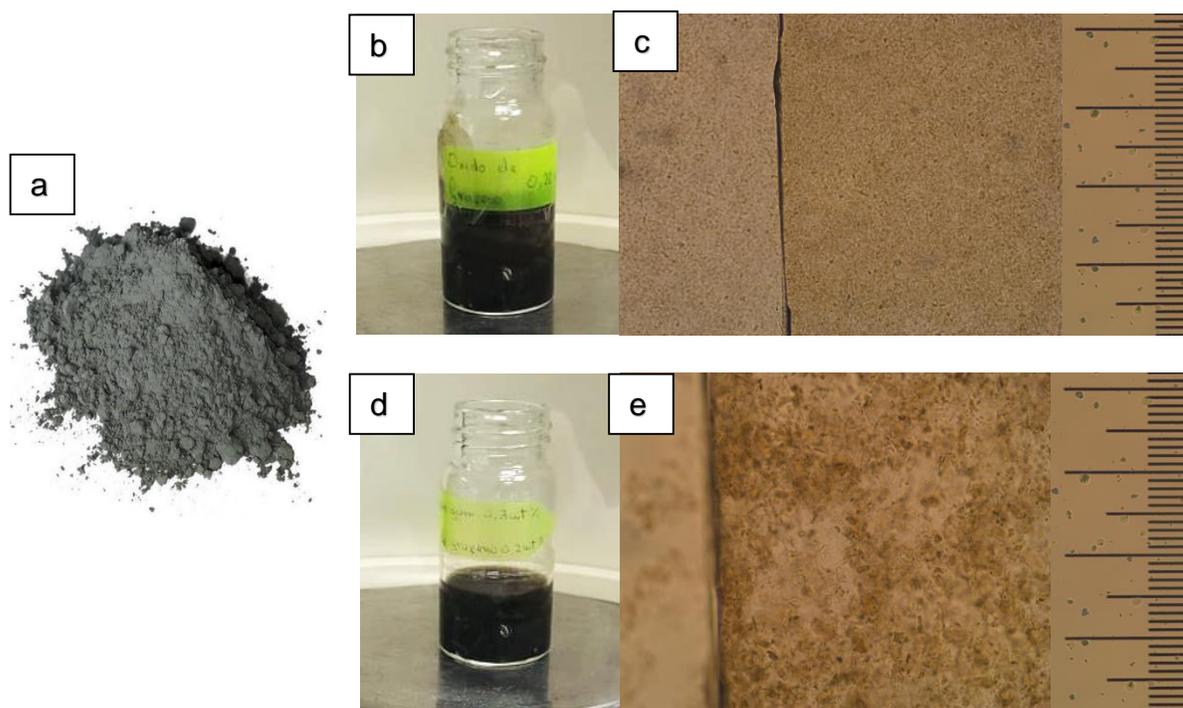
En la **Figura 47a** se muestra el mineral de Vermiculita en estado natural, de apariencia color miel, su tamaño antes de la exfoliación es en promedio de dos a tres milímetros. En la **Figura 47b**, se observó la vermiculita exfoliada usando reflujo a temperaturas en el rango de 80°C a 90°C y en la **Figura 47d** se considera un acercamiento de 20X.



**Figura 47.** Caracterización estructural: Xanthan Gum- Vermiculita

#### 4.3.3. Característica estructural: óxido de grafeno-xanthan gum

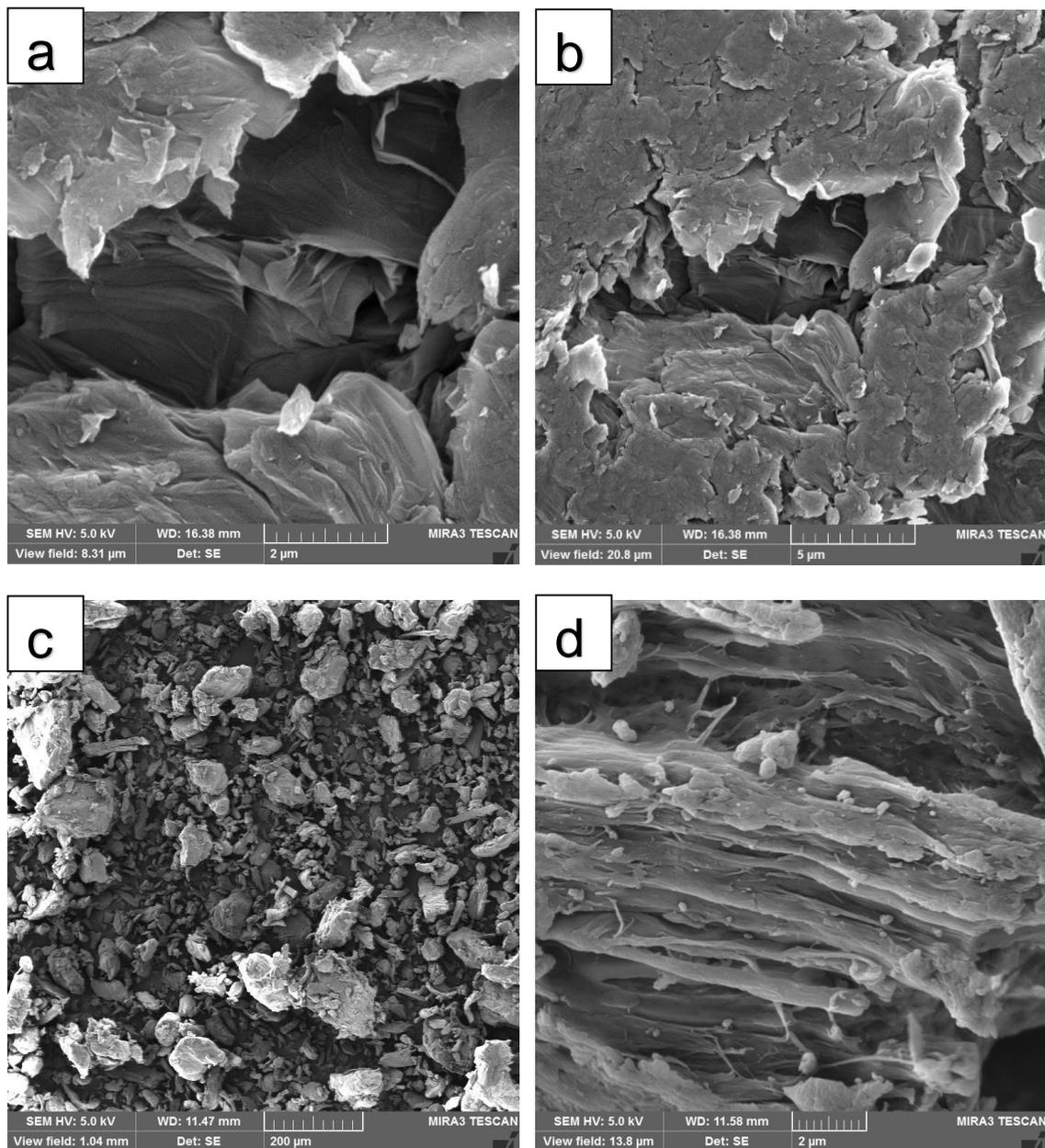
El Óxido de Grafeno se puede distinguir en distintos estados en la **Figura 48a**, se observa en estado natural, de color negro, en la **Figura 48b** y **Figura 48d** se precisa las muestras de Óxido de Grafeno al 0.20 wt% y la combinación de Xanthan Gum al 0.3 wt% y oxido de grafeno al 0.20 wt% respetivamente y finalmente en la **Figura 48c** y **Figura 48e** se analizó en un microscopio óptico con un acercamiento de 20X observando pequeños puntos a diferencia de la microscopia de xanthan gum.



**Figura 48.** Caracterización estructural: Xanthan Gum- Óxido de Grafeno

#### 4.4. Microscopía electrónica

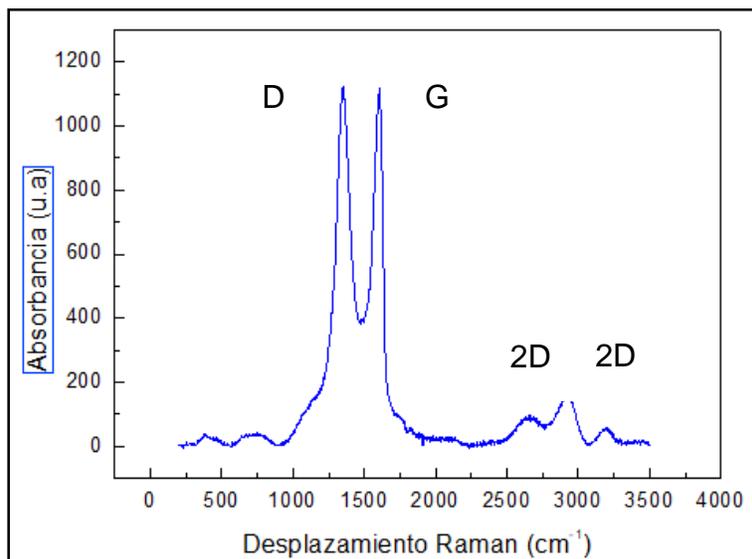
Conocido por su abreviatura en ingles SEM (Scanning Electron Microscope), usa electrones de luz para conformar la imagen, ya que el equipo posee un filamento generados de electrones que iluminan e interaccionan con la muestra y luego son recolectados por sensores de alta precisión para generar una imagen que replica las características superficiales del material (Del Giudice F., 2017) suministrando información acerca de su textura, forma a niveles nanométricos, en sustento al alcance de este proyecto el material que se seleccionó para el análisis fue el Óxido de grafeno observado en la Figura 49 a escalas de 2  $\mu\text{m}$ , en el fragmento a y d y 10  $\mu\text{m}$  y 200  $\mu\text{m}$  en el fragmento b y c respectivamente, logrando observar una textura rugosa similar a la de un papel estrujado.



**Figura 49.** Microscopia electrónica de barrido (SEM): Óxido de Grafeno

#### 4.5. Espectroscopía raman

Se presenta el espectro Raman del Óxido de grafeno obtenido con la técnica Raman en el infrarrojo cercano y empleando el programa Origin 8 se presenta en la **Figura 50** el resultado obtenido.



**Figura 50.** Espectroscopía Raman: Óxido de Grafeno

En la Figura 50 se marcan señales características de óxido de grafeno. Además de la señal G asociada a vibrones moleculares de los gases atmosféricos (Señal de  $O_2$  a  $1600\text{ cm}^{-1}$ ), y las bandas 2D ( $2700\text{ cm}^{-1}$ ) y ( $3200\text{ cm}^{-1}$ ) que corresponde a los fenómenos de doble resonancia. Y reflejando defectos en la estructura cristalina con una señal de banda D de  $1350\text{ cm}^{-1}$ ,

#### 4.6. Diseño de experimentación “ANOVA”

El análisis de varianza ayuda a interpretar los siguientes argumentos:

- Que influencia tiene cada material sobre la viscosidad plástica
- Si es así, que grupos tienen similitud y cuáles no.
- ¿hay evidencia significativa entre las medias de la viscosidad plástica de cada material, lo cual repercute en el comportamiento reológico de los materiales?

- ¿La combinación de materiales genera un comportamiento diferente?

En la Tabla 17 se detallan los diferentes tratamientos considerados para el análisis de varianza, mientras que en la

**Tabla 18** se presenta los parámetros del método “ANOVA”.

**Tabla 17.**  
*Parámetros-ANOVA*

<b>Viscosidad Plástica (Pa.s)</b>				
<b>XG</b>	<b>VNC</b>	<b>GO</b>	<b>XG-VNC</b>	<b>XG-GO</b>
<b>0,494</b>	0,0009	0,494	0,329	0,494
<b>0,473</b>	0,0009	0,473	0,323	0,473
<b>0,339</b>	0,001	0,339	0,29	0,339
<b>0,301</b>				
<b>0,2</b>				

**Tabla 18.**  
*Parámetros método ANOVA*

<b>Parámetro</b>	<b>Estimación</b>
<b>Hipótesis nula</b>	Todas las medias son iguales
<b>Hipótesis alterna</b>	No todas las medias son iguales
<b>Nivel de significancia</b>	0,05
<b>Se propuso igualdad de medias</b>	

El análisis de varianza nos presenta los siguientes resultados señalados en la Tabla 19 y Tabla 20. Se analizó dependiendo de las siguientes cuestiones:

- Si  $p <$  nivel de significancia aceptamos la hipótesis alternativa (H1).
- Si  $p >$  nivel de significancia aceptamos la hipótesis nula (Ho).

Como  $p = 0,144 > 0,05$  entonces se acepta la hipótesis nula, lo que demuestra que no hay cambios significativos entre las medias de la viscosidad plástica de cada material.

**Tabla 19.**  
*Análisis de varianza*

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
MUESTRA	4	4,063	1,0158	2,10	0,144
Error	12	5,802	0,4835		
Total	16	9,865			

**Tabla 20.**  
*Resumen del modelo*

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
0,695344	41,19%	21,58%	6,88%

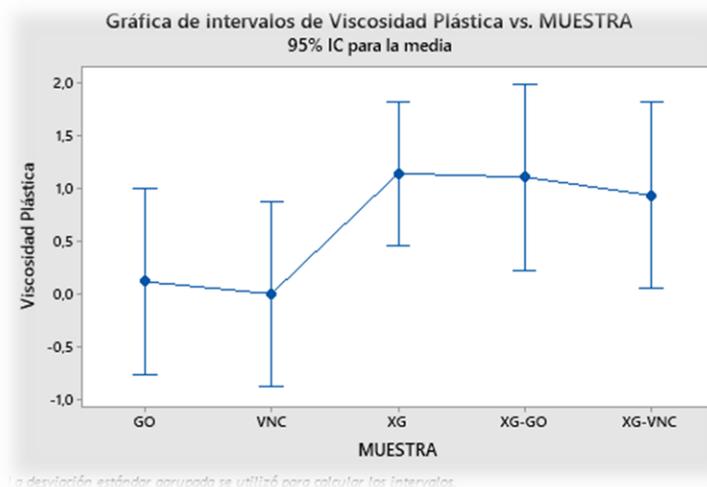
**Tabla 21.**  
*Medias*

MUESTRA	N	Media	Desv.Est.	IC de 95%
GO	3	0,116	0,199	(-0,759; 0,991)
VNC	3	0,000933	0,000058	(-0,873767; 0,875634)
XG	5	1,134	1,186	(0,456; 1,811)
XG-GO	3	1,100	0,219	(0,225; 1,975)
XG-VNC	3	0,9270	0,0232	(0,0523; 1,8017)

*Desv.Est. agrupada = 0,695344*

#### 4.6.1. Gráfica de intervalos

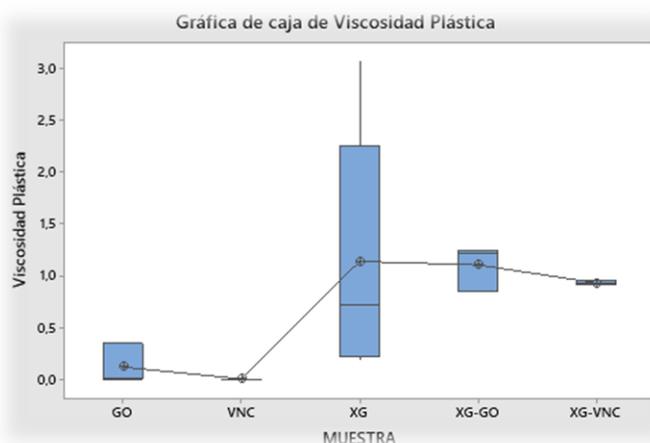
En la Figura 51 se observó que la media entre materiales difiere. Siendo así la mínima media perteneciente a las soluciones de Vermiculita Exfoliada y la máxima media a las soluciones de Xanthan Gum. Pero no se puede concluir en base a esta gráfica si existe una diferencia estadística significativa, ya que para determinar la significancia estadística se evalúa los intervalos de confianza de las diferentes medias. Además, se detalló que las viscosidades plásticas más altas las poseen los materiales combinados.



**Figura 51.** Intervalos de Viscosidad plástica vs Muestra

#### 4.6.2. Gráfica de caja

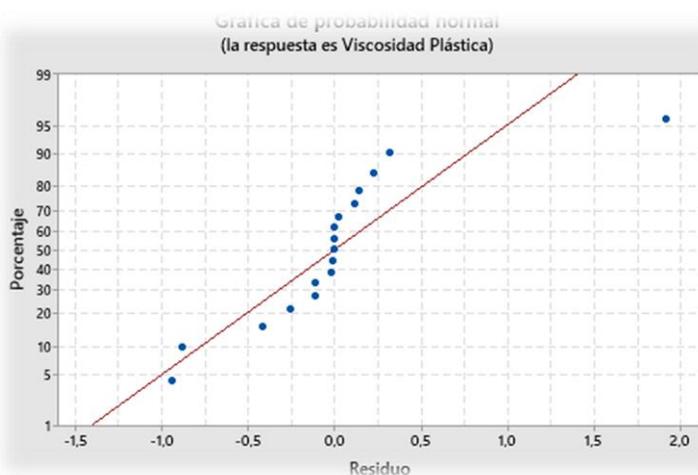
Como se observó en la **Figura 52** Los valores son asimétricos, el grosor de caja es diferente entre grupos, y los grosos medios también difieren presentando viscosidades plásticas mayores entre los materiales compuestos y el Xanthan Gum.



**Figura 52.** Grafica de caja de viscosidad plástica

#### 4.6.3. Gráfica de probabilidad normal

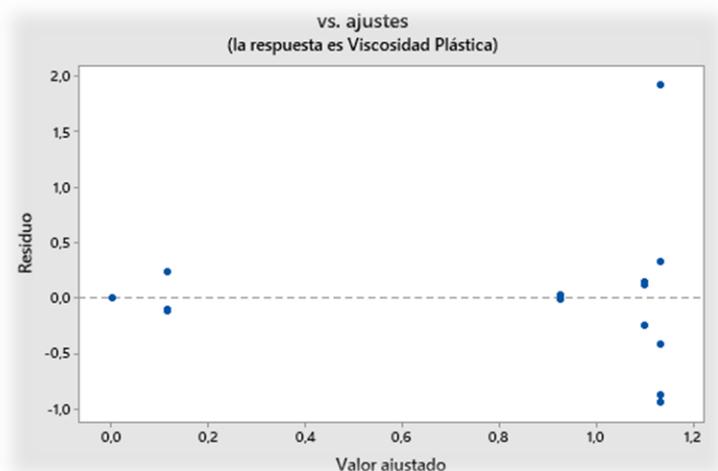
La gráfica de “Probabilidad Normal” representa la distribución acumulada de los residuos sobre papel de probabilidad normal, esto significa que tiene una escala logarítmica sobre las ordenadas para obtener una recta como resultado. Los residuos de los materiales analizados (ver **Figura 53**) no se ajustaron adecuadamente ya que presentan una trayectoria en forma de “S” por lo que se estaría violando la hipótesis de normalidad, es decir la falta de normalidad influye los estimadores mínimos cuadráticos volviéndolos ineficientes y en los intervalos de confianza haciendo que sean aproximados y no exactos.



**Figura 53.** Gráfica de probabilidad normal

#### 4.6.4. Residuos vs ajustes

La Figura 54 presenta patrones de simetría respecto al eje de las abscisas, esto indicó que la suposición de linealidad no se satisface, corroborando el análisis de la Figura 53 que la varianza no es constante. Pero además se observó que existen dos poblaciones, esto quiere decir que las observaciones de la izquierda pueden considerarse como valores de influencia por estar alejados del resto en el eje de las abscisas. Y finalmente el punto más distanciado de la gráfica que representa un valor atípico.

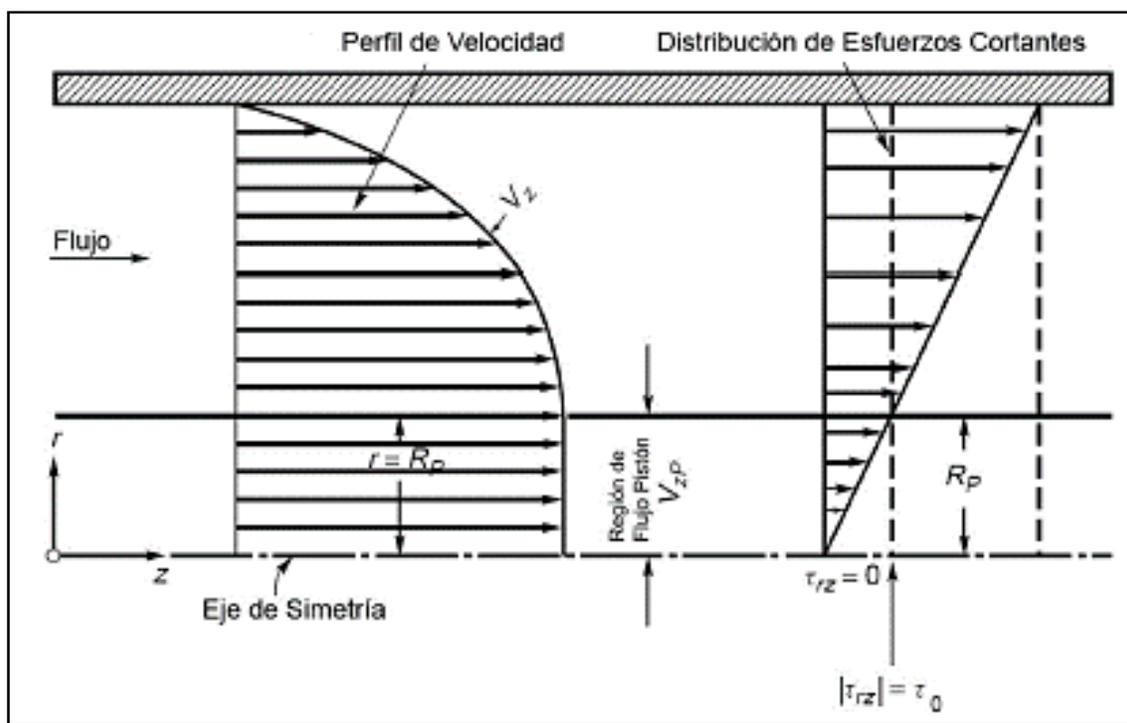


**Figura 54.** Residuos vs Ajustes

#### 4.7. Aplicación

Comprobado la hipótesis de los compuestos de estudio, señalando que los compuestos de mayor interés son viscoelásticos y tienen un comportamiento shear thinning simultáneamente, esto comprende que el comportamiento de los fluidos es fragmentado se comporta como un sólido en el eje central y en la superficie o pared de la perforación se comporta como un fluido. Por tanto, el caso más favorable es tener esfuerzos de fluencia bajos, debido que el cálculo de una bomba trabaja con estos valores y un

esfuerzo mayor implica más potencia en una bomba, consecuentemente mayor costo, los valores de esfuerzo de fluencia se presentan en la sección 4.2.1 (tablas reología flujo estacionario). La **Figura 55** muestra el perfil de velocidad y esfuerzos cortantes de un fluido viscoelástico con comportamiento shear thinning en una tubería y un régimen laminar y se aprecia el límite  $R_p$  donde el fluido varío de un comportamiento plástico a un viscoso, este límite debe ser lo más cercano al eje de perforación para beneficiar el proceso de bombeo, hacia requerimientos bajos en cuanto a la potencia de la bomba.



**Figura 55.** Esquema del perfil de esfuerzos cortantes y velocidad-Fluido viscoelástico  
Fuente: (Sanches C., 2017)

#### 4.8. Resumen

En este capítulo se analizó el comportamiento reológico mediante curvas de flujo estacionario a las muestras de la **Tabla 1** y **Tabla 2**, como siguiente paso se discutió

acerca del tipo de comportamiento que posee cada muestra, el modelo reológico al que se ajusta cada material y su porcentaje de reducción de viscosidad en función al aumento de la tasa de corte.

Además, se obtuvo mediante barridos de amplitud, el régimen laminar viscoelástico de las muestras expuestas en la **Tabla 3** y **Tabla 4**, subsiguientemente por medio de barridos de frecuencia se determinó el punto de intersección del módulo viscoso y módulo elástico donde el ángulo de fase equivale  $\pi/4$ , demostrando viscoelasticidad en la mayoría de los materiales experimentados.

Finalmente se realizó la caracterización estructural observando los compuestos en estado sólido, después de la formulación y bajo un acercamiento de 20X en el microscopio óptico, como también un análisis de espectroscopia Raman y microscopio electrónico de barrido (SEM) del Óxido de grafeno.

## CAPITULO V

En el presente capítulo se detalla las conclusiones y recomendaciones en base a los lineamientos y objetivos de este proyecto. Así como también enfoques de investigación a partir de los resultados obtenidos con los distintos materiales analizados.

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### 5.1. Conclusiones

- Se determinó la influencia en la concentración de materiales en dispersiones a base de agua, notándose valores de “Viscosidad Plástica” más elevados como se observa en la **Figura 51** para el Xanthan Gum, con sus combinaciones con Vermiculita exfoliada y Óxido de Grafeno. Además presentando un comportamiento reológico adecuado para el trabajo en perforación de pozos, debido a que su esfuerzo en función de la tasa de deformación tiene un

comportamiento exponencial en la totalidad de las muestras de la **Tabla 3** y **Tabla 4**, estimadas como las de mayor investigación en este proyecto .

- Se caracterizó una muestra de cada material bajo el microscopio óptico notando diferencias en su morfología con acercamientos de 20X, siendo el Xanthan gum un material uniforme por ser un compuesto hidrofílico, mientras que la vermiculita exfoliada al ser un material hidrofóbico se aprecia partículas en suspensión. Además de describir las características estructurales del Óxido de grafeno bajo microscopía SEM observando su textura y forma a escalas de 2  $\mu\text{m}$ , 10  $\mu\text{m}$  y 200  $\mu\text{m}$ , mostrando una textura superficial en forma de papel corrugado, y verificando ser una estructura considerada 2D por su relación entre el área de la superficie y su espesor (ver **Figura 49**).
- Se relacionó el comportamiento de las propiedades reológicas de los materiales experimentados en este proyecto mediante modelos reológicos basados en curvas de flujo estacionario como son el “Modelo de Bingham” para las formulaciones de la Tabla 12 y Tabla 13 y un modelo de “La Ley de Potencia” para las formulaciones de las Tabla 11, Tabla 13, Tabla 14 y Tabla 15 mostrando un comportamiento donde los esfuerzos aumentan de manera proporcional con respecto a dos factores: Acrecentar la concentración de las muestras y elevar tasa de corte para todos los tipos de compuesto excepto las combinaciones de Xanthan Gum-Vermiculita exfoliada en donde la adición de vermiculita al xanthan gum proporciona una disminución de su esfuerzo de corte desde velocidades de corte mayores a 100 1/s como se observa en la Figura 41.

- Una vez que se detalló las curvas del “Módulo Viscoso” y “Módulo Elástico” en función de la frecuencia (ver Figura 45) sobre un “régimen lineal viscoelástico” donde estos módulos son independientes de la deformación, se precisa el lugar de intersección de estos módulos con ángulo de fase es igual a  $45^\circ$ , verificando así la viscoelasticidad de los fluidos de estudio, es decir que estos compuestos admiten la suspensión de sólidos, favoreciendo al proceso de perforación el cual necesita mantener en suspensión el detritus. Excepto para la dispersión de Óxido de Grafeno, donde se observa que no posee un “régimen lineal de viscoelasticidad” (LVE) por ende el análisis de su comportamiento viscoelástico se ve influenciado por la deformación.

## **5.2. Recomendaciones**

- En la formulación de muestras se recomienda realizarlas en forma escalonada iniciando en las concentraciones más altas, diluir la solución hasta completar la elaboración de estas con un error menor en la proporción entre concentraciones.
- En la caracterización estructural es recomendable trabajar con escalas de medición, para apreciar además de su textura y forma percibir un tamaño de partículas aproximado.
- En la determinación de la viscoelasticidad de un material es recomendable trabajar sobre un régimen lineal para que su comportamiento de los módulos viscoso y elástico dependa exclusivamente del material y no de la deformación.

### 5.3. Trabajos futuros

- Se puede analizar la influencia en curvas de flujo estacionario de distintas concentraciones de Xanthan Gum y Vermiculita exfoliada en dispersiones de agua, debido a que este compuesto que tuvo un comportamiento atípico frente a las formulaciones por separado de estos materiales.
- Se puede estudiar la influencia de la pérdida por filtración del fluido, debido a que es una característica fundamental el lodos de perforación y a causa de usar nanopartículas con un área superficial amplia en relación a su espesor como se observó en la **Figura 10** y **Figura 49** sospechando efectos positivos en la sedimentación de la paredes del pozo.

## REFERENCIAS

- Agarwal, S., Tran, P., Soong, Y., Martello, D., & Gupta, R. (2011). Flow Behavior of Nanoparticle Stabilized Drilling Fluids and Effect of High Temperature Aging. *American association of drilling engineers*, 6.
- Benyounes , K., Mellak , A., & Benchabane , A. (2010). The Effect of Carboxymethylcellulose and Xanthan on the Rheology of Bentonite Suspensions. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 12.
- Bepete, G., Anglare, E., Ortolani , L., Morandi, V., & Huang, K. (2016). Surfactant-free single-layer graphene in water. *Nature Chemistry*, 6.
- Borisov, A., Husein, M., & Hareland, G. (2015). A field application of nanoparticle-based invert emulsion drilling fluids. *CrossMark*, 13.
- Gallardo, F., Erdmann , E., & Abalos, R. (2018). Evaluación reológica de fluidos de perforación base agua con nanosílice. *Revista Materia*, 11.
- Katzbauer , B. (1997). Properties and applications of xanthan gum. *Elsevier*, 4.
- Bedoya , M., & Lampion, N. (2009). Estudio Comparativo De Modelos Reológicos Para Lodos De Perforación. *Universidad Nacional De Colombia*, 37.
- Besq, A., Malfoy, C., Pantet, A., Monnet, P., & Righi, D. (2003). Physicochemical characterisation and flow properties of some bentonite muds. *Elsevier*, 12.

- Dae Han , C., & Myung S., J. (1986). Correlations of the First Normal Stress Difference Shear Stress and of the Storage Modulus with Loss Modulus for Homopolymers. *Journal & Applied Polymer Science*, 32.
- Días, A., Cerpa, A., Rodríguez , M. L., & Valverde, J. (2018). Estudio Reológico De Suspensiones De Carboximetilcelulosa En Presencia De Nanomateriales. *Revista De La Sociedad Española De Materiales*, 21.
- Dolz, M., Jiménez, J., Hernández, M., Delegido, J., & Casanovas, A. (2006). Flow and thixotropyof non-contaminating oil drilling fluids formulated with bentonite and sodium carboxymethyl cellulose. *Elsevier*, 9.
- Friedheim, J., Young, S., de Stefano, G., Lee, J., & Guo, Q. (2012). Nanotechnology for oilfield applications- Hype or reality? *SPE International*, 7.
- Garcia, F., Santos, V., Casas, J., & Gómez, E. (2000). Xanthan gum: production, recovery, and properties. *ELSEVIER*, 31.
- Ismail, A., Aftab, A., Ibupoto, Z., & Zolkifile, N. (2016). The novel approach for the enhancement of rheological properties of water-based drilling fluids by using multi-walled carbon nanotube, nanosilica and glass beads. *Journal of pretroleum Science anf Engineering*, 12.
- Ismail, A., Rashid, N., Jaafar, M., Wan Sulaiman, W., & Buang, N. (2014). Efec of nanomaterial on the Rheology of drilling fluids. *Journal of applied sciences*, 6.

- Juan, C. (2006). Nanotecnología: ¿hacia dónde nos llevará? *Congreso Iberoamericano De Ciencia, Tecnologia Einnovacion Cts+1* (Pág. 10). Palacio De La Minería: Congreso Iberoamericano De Ciencia, Tecnologia Einnovacion Cts+1.
- Kelessidis, V., Maglione, R., C., T., & Y., A. (2005). Optimal determination of rheological parameters for Herschel–Bulkley drilling fluids and impact on pressure drop, velocity profiles and penetration rates during drilling. *ELSEVIER*, 22.
- Khail , M., Mohamen, B., & Abdul , A. (2001). Rheological and statistical evaluation of nontraditional lightweight completion fluid. *ELSEVIER*, 7.
- Kosynkin, D., Ceriotti, G., Wilson, K., Lomeda, J., Scorsone, J., Patel, A., . . . Tour, J. (s.f.). Graphene Oxide as a High-Performance Fluid-Loss-Control Additive in Water-Based Drilling Fluids. *Applied materials & interfaces*, 6.
- Lee , C., Wei , X., Kysar, J., & Hone, J. (2008). Measurement of the Elastic Properties and Intrinsic Strength of Monolayer Graphene. *Science AAAS*, 5.
- Liu, S., Yao , F., Kang , M., Zhao, S., & Huang, Q. (2016). Hierarchical xanthan gum/graphene oxide nanocomposite film induced by ferric ions coordination. *ELSEVIER*, 8.
- Luckham, P., & Rossi, S. (1999). The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. *Elsevier*, 50.
- Mei, X., & Ouyang , J. (2009). Gels of carbon nanotubes and a nonionic surfactant prepared by mechanical grinding. *Elsevier*, 7.

- Melo, K., Dantas, T., & Barros Neto, E. (2013). Influência Da Temperatura Na Reologia De Fluidos De Perfuração Preparados Com Carboximetilcelulose, Goma Xantana E Bentonita. *Holos*, 16.
- Migel, A. (2007). Nanotecnología la ciencia de la miniaturización extrema. *Terap Dermatol*, 11.
- Mondragon , R., Barba, A., Juliá, E., & Jarque, J. (2014). Preparación y caracterización de nanofluidos: Influencia de variables sobre su estabilidad, estado de aglomeración y propiedades físicas. *Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 11.
- Rafati, R., Smith, S., Haddad, A., Novara, R., & Hamidi , H. (2017). Effect of nanoparticles on the modifications of drilling fluids properties: A review of recent advances. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 37.
- Raúl, R. M. (2015). Nanobioingeniería: Historia y futuro. *Tecno Lógicas*, 3.
- Riveiro , L., Arres, G., Figueired, R., Ramo, A., Rodriguez, D., & Vieira, N. (2012). Ajuste Dos Parâmetros Reológicos De Polpas De Acerola, Caju E Manga Em Função Da Temperatura: Modelos De Ostwald-De-Waelle, Herschel-Bulkley E Casson. *Revista Brasileira De Produtos Adroindustriais*, 14.
- Rosalan , S., & England, R. (2004). Review of xanthan gum production from unmodified starches by *Xanthomonas compestris* sp. *Elsevier*, 11.

- Samauri, a., & Hamzah, A. (2011). Water based mud lifting capacity improvement by multiwall carbon nanotubes additive. *Journal of Petroleum and Gas Engineering*, 9.
- Schumberger. (2013). Oilfield Review. *Slumberger*, 68.
- Shao, J., Roidongia, K., Koltonow, A., & Huang, J. (2015). Self-assembled two-dimensional nanofluidic proton channels with high thermal stability. *Nature Communication*, 7.
- Taha , N., Lee, S., & KMC, S. (2015). channels with high thermal stability. *International Petroleum Technology Conference* , 16.
- Tako, M. (2015). The Principle of Polysaccharide Gels . *SciRes*, 16.
- Velásquez , J., & Galindo , F. (2007). Thixotropix Characterzation of Fresh Cement Pastes. *Annual Transaction Of The Nordic Rheology Society*, 8.
- Vryzas , Z., & Kelessidis, V. (2017). Nano-Based Drilling Fluids: A Review. *MDPI*, 34.
- Williamson, D. (2013). Fundamentos de los fluidos de perforación. *Definición de fluidos de perforación*, 1.
- William, J., Ponmani, S., Samuel, R., Nagarajan, R., & Sangwai, J. (2014). Effect of CuO and ZnO nanofluids in xanthan gum on thermal, electrical and high pressure rheology of water-based drilling fluids. *Elsevier*, 13.

Gutiérrez Pulido, H., & de la Vara Salazar, R. (2008). *Análisis y diseño de experimentos*. México, D.F.: Mc Graw Hill.

Barnes, H. (2000). *A Handbook of Elementary Rheology*. Aberystwyth: Cambrian Printers.

de Oliveira Ugarte, J., Sampaio, J., & Alves França, S. (2008). *Rochas e Minerais Industriais*. Brasil: CETEM.

Domingo, A. (2011). *Apuntes de Mecánica de Fluidos*. Madrid.

Granja Tapia, A., & Herrera Carrilo, D. (2018). *Obtención y caracterización de fibras submicrométricas de quitosano mediante la técnica de electrohilado*. Sangolquí: ESPE.

Irgens, F. (2014). *Rheology and Non-Newtonian Fluids*. Trondheim: Springer.

Jejen Salinas, P., & Lucich Rojas, G. (2018). *Diseño De Una Metodología Para El Seguimiento De La Estabilidad Mecánica Durante La Perforación De Un Pozo En El Campo Castilla*. Bogotá: Fundación Universidad De América.

López Muñoz, M. (2017). *Estudio reológico y caracterización de nuevas dispersiones de nanofluidos*. Cartagena: Universidad Politécnica de Cartagena.

Maldonado Bautista, Á. (2008). *Formulación y evaluación de fluidos de perforación de base agua de alto rendimiento aplicados al campo balón como sustitutos de lodo base aceite*. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander.

- Medina Bañuelos, E. (2016). *Cinemática de flujo de un hidrogel en un reómetro de couette*. Ciudad de México: Instituto Politécnico Nacional.
- Mellín De La O , J. (2012). *Estudio Experimental Para La Evaluación De Hundimiento De Barita Y Acreción En Sistemas Base No Acuosa Empleados En La Perforación De Aguas Profundas*. México, D.F.: Universidad Nacional Autónoma De México .
- Mezger, T. (2014). *Applied Rheology*. Austria: Anton Paar.
- Mezger, T. (2014). *The Rheology Handbook*. Hannover: European Coatings Tech Files.
- Navarrete Aceldo, M. (Quito). *Estudio de problemas presentados en la perforación de dos pozos y selección de fluidos de perforación para pozos de desarrollo del campo Orellana*. 2011: Escuela Politécnica Nacional.
- Rojas, O. (1999). *Introducción a la reología*. Mérida: F.R.I.P.
- Sánchez Espinosa, C. (2017). *Estudio Y Caracterización Reológica De Fluidos De Perforación Basados En Agua Y Bentonita Sódica Natural*. Sangolquí: Espe.
- Sánchez Mejía, E. (2014). *Estudio para optimizar las operaciones de perforación de largo alcance utilizando un sistema de fluido de perforación de alto rendimiento base agua*. Quito: Escuela Politécnica Nacional.
- Schramm, G. (2004). *A practical approach to Rheology and Rheometry*. Alemania: Thermo Electron .

Vélez Agudelo, C. (2018). *Conductividades térmicas de sistemas con cambio de fase: nano-fluidos y nano-compuestos*. Madrid: Universidad Complutense De Madrid