

**EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO DE NANOMATERIALES OBTENIDOS A
PARTIR DE BOTELLAS PET PARA LA REDUCCIÓN DEL VOLUMEN DE FILTRADO
EN UN FLUIDO DE PERFORACIÓN BASE AGUA.**

**NICOLÁS MATEO NOY ROJAS
KEVIN AUGUSTO PORTELA MOLANO**

**Proyecto integral de grado para optar al título de:
INGENIERO QUÍMICO E INGENIERO DE PETRÓLEOS**

Director:

Camilo Andrés Franco Ariza

Ingeniero de Petróleos

Co-Directora:

Adriana Milena Henao

Geóloga

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMAS DE INGENIERÍA QUÍMICA E INGENIERÍA DE PETRÓLEOS
BOGOTÁ D. C.**

2021

NOTA DE ACEPTACIÓN

Nombre

Firma del Director

Nombre

Firma del presidente jurado

Nombre

Firma Jurado

Nombre

Firma Jurado

Bogotá, D.C., Julio de 2021

DIRECTIVOS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. MARIO POSADA GARCÍA-PEÑA

Consejero Institucional

Dr. LUIS JAIME POSADA GARCÍA-PEÑA

Vicerrectora Académica y de Investigaciones

Dra. ALEXANDRA MEJIA GUZMAN

Vicerrector Administrativo y Financiero

Dr. RICARDO ALFONSO PEÑARANDA CASTRO

Secretario General

Dr. JOSE LUIS MACIAS RODRIGUEZ

Decano de la Facultad de ingenierías

Ing. JULIO CESAR FUENTES ARISMENDI

Director del Programa de Ingeniería Química

Ing. NUBIA LILIANA BECERRA OSPINA

Director del Programa de Ingeniería de Petróleos

Ing. JUAN CARLOS RODRIGUEZ ESPARZA

Las directivas de la Universidad de América, los jurados y el cuerpo docente no se hacen responsables por los criterios e indicios expuestos en este documento, esta responsabilidad corresponde únicamente a los autores.

DEDICATORIA

Dedico este trabajo principalmente a Dios, por haberme dado la vida, por acompañarme durante este hermoso proceso y por rodearme de hermosas personas que sin duda, me han impulsado a dar lo mejor de mí.

A mi padre, por ser mi ejemplo a seguir, mi gran amigo y por enseñarme tanto hasta el final. A pesar de nuestra distancia física sé que estás orgulloso y disfrutas de este nuevo logro. Para ti y por ti. Algún día volveremos a estar juntos.

A mi madre, por su constante apoyo, por su amor y enseñanzas que han hecho de mi quien soy hoy. A mi hermanito, por ser mi motor y por ser fuente de alegría en momentos de tristeza. Para ustedes y por ustedes.

Por último, pero no menos importante, dedicó este trabajo a las personas que me han apoyado en este inolvidable recorrido.

-Kevin Augusto Portela Molano
Ingeniero de Petróleos

DEDICATORIA

Hoy, usted querido lector, será testigo no de un simple proyecto de grado, sino de la anhelada victoria simbólica tanto de un fin como de un comienzo, que para cualquier universitario constituye una renovación y también un cambio. Pues, en el origen de este extenso, tormentoso, pero finalmente glorioso sendero, ante Dios todopoderoso y ante nosotros mismos, juramos solemnemente llegar hasta el final por una causa, aquella por la que incluso cada padre y madre se han entregado, vernos convertidos en todos unos profesionales.

El mundo es muy diferente ahora, sencillamente, porque cada uno tiene en sus manos el poder de contribuir hacia una transformación social, donde la conciencia por una vida digna, la equidad e inclusión, y el respeto por una casa común como lo es el medio ambiente, han prendido como una antorcha en esta nueva generación, o por el contrario, permitir una vez más, que la idiosincrasia siga tomando las riendas de un camino fugaz pero tan efímero a la vez, templado por el egoísmo y la amargura. En nuestro caso, expresamos con orgullo y euforia, el haber tenido la oportunidad de educarnos en tan honrosas ingenierías, e igualmente el no estar dispuestos a presenciar cualquier tipo de mancha que atente contra la ética universal, con la que nuestros sucesores, se supone, han estado siempre comprometidos, y con los que en el presente año nos comprometemos para con estas industrias del mundo actual.

Hoy todos han de saber, familiares, amigos, maestros y compañeros, que sobrellevaremos cualquier carga de aquí en adelante, afrontaremos todo tipo de dificultad, nos apoyaremos prácticamente como hermanos, pero también, nos opondremos al conformismo educativo sinónimo de ignorancia. Esto, y mucho más, es lo que hoy prometemos.

A nuestras familias, alma máter, colegas y por supuesto admirables disciplinas, les prometemos la lealtad de fieles amigos, porque no cabe la menor duda que, estando unidos en emprendimientos de cooperación, es mucho más lo que podemos hacer comparado con la inclemencia de los desafíos en caso de estar divididos. En un comienzo la mayoría puede percibir un proyecto como una utopía, sin embargo, hoy podemos decir que convertimos nuestras palabras en hechos. Por lo anterior y las incontables experiencias vividas, es claro para cada uno de nosotros que no hay que dejarse infundir miedo, ni tampoco desesperanza, la invitación hoy es a que osemos al cambio, un cambio en el que seamos luz para las próximas generaciones, desde la defensa en la primera línea por la incursión y el fortalecimiento del desarrollo sostenible, hasta permitir, el que sigan siendo invocadas las maravillas de las diferentes ramas de la ciencia y el arte. A nosotros no nos asusta esta responsabilidad, es más, le damos la bienvenida, por eso mismo buscamos incentivar mediante este proyecto, la creatividad, la innovación, un rumbo consagrado a Dios y la compasión humana, en pro del avance tecnológico y optimización de procesos.

Con una conciencia tranquila, como una de las principales recompensas en este grado, y con el infinito agradecimiento por el incondicional apoyo familiar y de amigos, seguiremos al frente con la bendición y ayuda de Dios conscientes y confiados de que aquí en la Tierra se haga su voluntad.

“Loyalty is a two-way street. If I’m asking for it from you, then You’re getting it from me.”-Harvey Specter.

-Nicolás Mateo Noy Rojas.
Ingeniero Químico

AGRADECIMIENTOS

Queremos expresar nuestro más sincero agradecimiento al director y codirectora de esta Tesis, Ph. D. Camilo A. Franco Ariza y Ph. D. Adriana M. Henao Bejarano por su constante apoyo, orientación y dedicación durante el desarrollo del mismo proyecto de grado, el cual, es para nosotros un gran paso para nuestras vidas profesionales.

A la Facultad de Ingenierías, al Departamento de Ingeniería Química, al Departamento de Ingeniería de Petróleos y en general a la Fundación Universidad de América, por su formación académica durante el transcurso de estos años.

A la empresa QMAX Solutions Colombia, por facilitarnos las instalaciones del laboratorio y contar con su apoyo para el desarrollo experimental de este proyecto.

TABLA DE CONTENIDO

	pág.
1. NANOTECNOLOGÍA	16
1.1. Nanomateriales	17
1.2. Nanotubos de carbono	17
1.2.1. <i>Nanotubos de carbono de pared simple</i>	18
1.2.2. <i>Nanotubos de carbono de múltiple pared</i>	18
1.3. Síntesis del nanomaterial	21
1.3.1. <i>Deposición química de vapor</i>	21
1.4. Caracterización del nanomaterial	23
1.4.1. <i>Dispersión dinámica de luz (DLS)</i>	23
1.4.2. <i>Microscopio electrónico de barrido (SEM)</i>	24
1.4.3. <i>Microscopio electrónico de transición (TEM)</i>	24
1.4.4. <i>Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)</i>	25
2. POLIETILENO TEREFALATO	26
2.1. Toxicidad	27
3. FLUIDO DE PERFORACIÓN	28
3.1. Fluidos de perforación base agua	29
4. METODOLOGÍA	31
4.1. Síntesis de nanomateriales	32
4.1.1. <i>Degradación del PET</i>	32
4.1.2. <i>Deposición química de vapor</i>	34
4.2. Formulación del fluido de perforación base agua	35
4.2.1. <i>Elaboración del fluido de perforación base agua</i>	37
4.2.2. <i>Caracterización del fluido de perforación base agua</i>	40
4.3. Diseño de experimentos de tipo factorial	47
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS	51
5.1. Síntesis y caracterización de nanomateriales	51
5.2. Caracterización del fluido de perforación base agua	52
5.3. Nanomateriales en las propiedades reológicas del fluido de perforación	57
5.4. Diseños factoriales del volumen de filtrado	65
6. CONCLUSIONES	85
BIBLIOGRAFÍA	88
ANEXOS	97

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Tipos de nanotubos de carbono	19
Figura 2. Morfología de los CNTs	20
Figura 3. Mecanismos de crecimiento de CNTs	23
Figura 4. Clasificación de los fluidos de perforación	29
Figura 5. Metodología generalizada del proyecto ejecutado	31
Figura 6. Resumen de la Degradación del PET	33
Figura 7. Arreglo factorial para la prueba de filtrado HTHP	49
Figura 8. Arreglo factorial para la prueba de filtrado PPT	50
Figura 9. Caracterización DLS del nanomaterial	51
Figura 10. Comportamiento reológico	55
Figura 11. Efecto de la concentración de nanomateriales en la viscosidad plástica	60
Figura 12. Efecto de la concentración de nanomateriales en el yield point	61
Figura 13. Efecto de la concentración de nanomateriales en el yield strength	62
Figura 14. Efecto de la concentración de nanomateriales en los geles antes de rolar	63
Figura 15. Efecto de la concentración de nanomateriales en los geles después de rolar	64
Figura 16. Diseño factorial antes y después de rolado para la prueba de filtrado HPHT	72
Figura 17. Diseño factorial antes y después de rolado para la prueba de filtrado PPT	78
Figura 18. Resumen del modelo de diseño factorial de la prueba HTHP antes de rolado	98
Figura 19. Resumen del modelo de diseño factorial de la prueba HTHP después de rolado	99
Figura 20. Resumen del modelo de diseño factorial de la prueba PPT antes de rolado	99
Figura 21. Resumen del modelo de diseño factorial de la prueba PPT después de rolado	100
Figura 22. Tortas de revoque de las pruebas HPHT y PPT sin la adición de nanomateriales	101
Figura 23. Tortas de revoque de las pruebas HPHT y PPT con la adición de nanomateriales	102

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Selección del fluido de perforación base agua	37
Tabla 2. Elaboración del fluido de perforación base agua	38
Tabla 3. Balance de materia del fluido de perforación base agua	39
Tabla 4. Variables independientes del diseño factorial	49
Tabla 5. Caracterización DLS del nanomaterial	52
Tabla 6. Caracterización del fluido de perforación base agua	52
Tabla 7. Evaluación de las propiedades reológicas del fluido sin nanomateriales	57
Tabla 8. Evaluación de las propiedades reológicas del fluido de perforación con una concentración de nanomateriales de 50 ppm	58
Tabla 9. Evaluación de las propiedades reológicas del fluido de perforación con una concentración de nanomateriales de 100 ppm	59
Tabla 10. Evaluación de las pruebas de filtrado del fluido de perforación sin nanomateriales	65
Tabla 11. Evaluación de las pruebas de filtrado del fluido de perforación con una concentración de nanomateriales de 50 ppm	66
Tabla 12. Evaluación de las pruebas de filtrado del fluido de perforación con una concentración de nanomateriales de 100 ppm	67
Tabla 13. Análisis de varianza del diseño factorial para la prueba de filtrado HPHT del fluido de perforación antes de rolado	68
Tabla 14. Análisis de varianza del diseño factorial para la prueba de filtrado HPHT del fluido de perforación después de rolado	70
Tabla 15. Análisis de varianza del diseño factorial para la prueba de filtrado PPT del fluido de perforación antes de rolado	74
Tabla 16. Análisis de varianza del diseño factorial para la prueba de filtrado PPT del fluido de perforación después de rolado	76
Tabla 17. Resumen del análisis de varianza	80
Tabla 18. Comparación del volumen de filtrado con la adición en distintas concentraciones de nanomateriales (Pruebas HPHT y PPT a 200 °F)	81
Tabla 19. Comparación del volumen de filtrado con la adición en distintas concentraciones de nanomateriales (Pruebas HPHT y PPT a 250 °F)	83

RESUMEN

Actualmente, la disposición de residuos plásticos sin un proceso adecuado que acelere la degradación o un posterior reciclaje, no es viable, lo que conlleva a que las investigaciones estén enfocadas a brindar una solución gradual a este inconveniente. Cabalmente, herramientas como la nanotecnología han impulsado la conversión de diversos materiales a escala nanométrica que pueden desempeñar numerosas funcionalidades para crear y mejorar productos, tecnologías o procesos de fabricación.

Proyectos como este, propone el uso de nanomateriales con un diámetro que oscila entre 21.7 y 25.4 nm, sintetizados mediante la técnica de Deposición Química de Vapor (CVD), para reducir el volumen de filtrado de un fluido de perforación base agua. Para llevar a cabo el proceso de síntesis, se implementó el polietileno de tereftalato (PET) como fuente de carbono, obtenida por medio del procedimiento de hidrólisis alcalina.

Los resultados muestran mejoras en la propiedad de filtrado del lodo base agua con la adición de nanomateriales para este estudio en una concentración de 0.004% y 0.009% en peso. La concentración óptima para el caso de la prueba API fue la de 50 ppm (0.01752 lbm/gal), con un porcentaje de reducción del volumen de filtrado de 13.79%, mientras que para las pruebas HPHT y PPT, fue la concentración de 100 ppm (0.03505 lbm/gal), dando los mejores porcentajes de reducción, respectivamente, 35.71% y 21.62% a 200 °F antes de rolado, y asimismo 25% y 2.94% a 200 °F después de rolado.

Los nanomateriales empleados en esta investigación pueden desempeñar un papel vital para la reducción de los problemas de perforación asociados tanto al volumen de filtrado, como a la reología del fluido de acarreo, gracias a que, a concentraciones bajas, pueden ser controladas de forma constante dichas propiedades.

Palabras claves: Nanotecnología, Nanomateriales, Deposición Química de Vapor, Fluido de Perforación, Volumen de filtrado.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad, los desechos plásticos en su mayoría no son biodegradables ya que su fuente principal son los recursos fósiles, y dado que su consumo es masivo, son considerados por estos motivos como un riesgo medioambiental importante. Por otro lado, la vida útil de estos productos es considerablemente extensa, por lo que, aunque sufrirán los fenómenos físicos y químicos tales como la biodegradación u oxidación, esto sucederá después de miles de años. Es por esta razón que hoy en día un reto para la ingeniería es encontrar nuevas alternativas que permitan reciclar y/o reemplazar este tipo de materiales, de tal modo que, sea provechoso desecharlos en el medio ambiente o aún más destacable, ver en aquellos volúmenes de residuos, por lo general de polietileno (HDPE o LDPE), polipropileno (PP) y polietileno tereftalato (PET), un recurso potencial por ejemplo de hidrocarburos que mediante técnicas especializadas podrían ser reutilizados como un insumo quizás en cualquier otro proceso productivo o asimismo para la síntesis de productos de valor agregado a nivel industrial [1] [2].

Aunque es claro que la invención de estos materiales ha traído numerosos beneficios, lo cual hizo que fuera bien acogido en cada escala del consumismo global, los atribuidos inconvenientes son fruto esencialmente de incorrectos sistemas de gestión de residuos sólidos. En la presente revolución 4.0 de la tecnológica y la ciencia, ya no es aceptable procesos donde el producto se acumule al final de la vida útil y peor aún que se filtren entre cada ecosistema existente. Colombia, un país donde el volumen anual de consumo de plásticos es aproximadamente de 1250000 t, el 56% corresponden a plásticos de uso único, es decir, empaques, botellas etc., y del cual el 74% de dichos envases van a parar en rellenos sanitarios [3], es evidente que en el campo de reciclaje hace falta una gran investigación e inversión para ir brindando alternativas a este problema.

Dentro de las soluciones radicales se encuentra el empezar a desarrollar modelos de economía circulares y no únicamente en un contexto industrial, dando apertura de esta manera, a la posibilidad para que demás sectores empresariales se animen a incluir en sus proyectos, por ejemplo, la reutilización de este tipo de materiales. Cabalmente, la ingeniería de perforación, siendo la encargada de verificar la existencia del petróleo y su

posterior extracción mediante la realización de un pozo rentable, y por ello, consolidándose como una de las más relevantes ramas de la industria petrolera, actualmente apuesta por innovadoras ciencias como la nanotecnología para potencializar compuestos fundamentales durante su ejecución, entre ellos el fluido de perforación. Precisamente, investigaciones recientes como la de A. Ismail (2014), han demostrado una efectiva mejora en la reología de un fluido de perforación base agua y base éster mediante la adición de nanotubos de carbono de múltiples paredes (MWCNT), a una concentración baja de hasta 0.01 ppb [4]. De este modo, el reemplazar la fuente inicial de hidrocarburo con PET a lo mejor, para generar nanomateriales y emplearlos en este contexto, es sin duda alguna una oportunidad de mejora tanto en el aspecto ambiental, como inclusive en la optimización del proceso de perforación, ya sea levantando los recortes generados y llevarlos a superficie, controlando las presiones del subsuelo, inhibiendo el hinchamiento de la formación o evitando posibles derrumbes de formaciones poco consolidadas.

Una operación exitosa de perforación depende en gran medida de la efectividad del fluido de perforación y en este orden de ideas, la nanotecnología le puede brindar las perspectivas más prometedoras. Además, teniendo en cuenta que el desafío por naturaleza al cual se enfrenta esta rama del sector energético es la formulación del lodo, el uso de nanomateriales le permite a este tipo de fluidos de perforación inteligentes lograr propiedades óptimas en una amplia gama de condiciones de operación [5]. Otros estudios como el de K. Prince Hoelscher (2012), demuestra que el uso de nanopartículas de sílice puede llegar a ser una opción viable para aplicar con confianza fluidos inteligentes base agua a formaciones de lutitas con el fin de tapar físicamente los poros nanométricos que esta posee y brindar así una mayor estabilidad al pozo elaborado [6]. Por lo tanto, el estar a la vanguardia de la información, de seguro le brindará un alto rendimiento a los fluidos de perforación, que le facilitarán superar los desafíos técnicos y funcionales que enfrenta la industria de perforación actualmente y en un futuro [7].

En este estudio, justamente se evaluará el comportamiento de nanomateriales provenientes de botellas PET respecto a la posible mejora del volumen de filtrado en un fluido de perforación base agua variando factores tales como la presión, la temperatura

y la concentración. Por tal razón, el principal objetivo se enmarca como: Evaluar el comportamiento de nanomateriales obtenidos a partir de botellas PET para la reducción del volumen de filtrado en un fluido de perforación base agua, y a su vez, como objetivos específicos se determinaron los siguientes:

- ♠ Sintetizar nanomateriales obtenidos a partir de botellas PET.
- ♠ Preparar el fluido de perforación base agua para el estudio.
- ♠ Evaluar el efecto de los nanomateriales en la reología del fluido de perforación.
- ♠ Evaluar el efecto de los nanomateriales en la propiedad de filtrado del fluido de perforación.

1. NANOTECNOLOGÍA

La Nanotecnología es una ciencia de uso general que, sin duda alguna, es capaz de satisfacer con gran potencial la mayoría de las necesidades de la sociedad en cualquier sector industrial, en principio, gracias a que puede desenvolverse dentro de un rango de escala entre 1 y 100 nanómetros. En otras palabras, la nanotecnología es el estudio y aplicación de materia extremadamente pequeña en campos de la ciencia, como la biología, la química, la física, la ciencia de los materiales y la ingeniería. El concepto de nanotecnología fue introducido por primera vez por Richard Feynman en 1959, en su clásica conferencia titulada "There is a plenty room at the bottom" [8].

La precisa manipulación y control de la materia en menores magnitudes como los nanomateriales, bien sean nanopartículas, CNTs o nanoplacas, dependiendo de las especificaciones de sus dimensiones, hoy en día exhiben características distintivas, únicas y excepcionales tales como una mayor área de superficie por unidad de volumen, una elevada reactividad química comparada con otras partículas o una excelente capacidad de adsorción y conductividad térmica, puesto que los diferentes métodos de síntesis, junto con demás factores que interactúan en estos procesos, han permitido obtener una amplia diversidad de estos productos desde su forma y tamaño, hasta sus propiedades fisicoquímicas [7] [9].

Constantes avances de la ingeniería en el sector energético, están enfocando la aplicación de la nanotecnología en la industria del petróleo y gas, en diferentes disciplinas como la exploración, hasta posteriormente, la perforación, producción, ingeniería de yacimientos, procesamiento e incluso en la refinería, esto con el fin de lograr una mejor eficiencia en las etapas, por ejemplo, dentro de producción y perforación, se está apuntando principalmente al incremento del rendimiento y la calidad de los fluidos de perforación, procesos de cementación o de herramientas como las tuberías. Respecto a los fluidos de perforación, el nanomaterial añadido se espera funcione esencialmente como un aditivo controlador de filtrado minimizando la permeabilidad del lodo hacia la formación, mediante el surgimiento de una torta de filtrado, la cual idealmente se espera, sea delgada, estable y de distribución uniforme [10] [11] [12].

1.1. Nanomateriales

La Comisión Europea recomendó como definición de nanomaterial, aquel material natural o intencionalmente fabricado que, contenga partículas sueltas o aglomeradas donde el 50% o más de las partículas en la granulometría numérica, presenten una o más dimensiones externas en el intervalo de tamaño comprendido entre el mismo rango nanométrico antes mencionado. Por otro lado, la Organización Internacional para la Estandarización (ISO), en su documento ISO/TS 27687, establece la definición tanto de nanoescala, nano-objeto, como la de nanopartícula, con el fin de intentar normalizar un concepto a nivel global. De este modo, basados en dicho rango o escala general, aplicado a una dimensión se podrían catalogar los nanoplatos, a dos dimensiones los nanoalambres y nanotubos, mientras que a tres dimensiones se abarcarían desde nanoesferas hasta cualquier otra morfología de nanopartículas [13].

El acelerado avance en la investigación y el uso de los nanomateriales, ha provocado a la sociedad a relacionarse, en algunos países podría decirse por necesidad, con los distintos escenarios y evoluciones industriales en las cuales se ha empezado a construir aquella transición hacia nuevas ciencias como la nanotecnología. Es precisamente por ello, que hoy día se enfatiza tanto en el deber de estipular definiciones claras y armonizadas a nivel internacional sobre el concepto, la clasificación, los instrumentos legales y la normatividad, para la producción, control y disposición de estos productos con el propósito de ayudar a los gestores de riesgos, esencialmente, en el contextos social y medioambiental. Colombia, como respuesta a eso, fundó recientemente el Consejo Nacional Asesor de Nanociencia y Nanotecnología, así como en el año 2014 el Comité Técnico de Normalización 243-Nanotecnología del ICONTEC [13].

1.2. Nanotubos de carbono

Los CNTs consisten en una hoja de grafito enrollada en sí misma hasta formar un cilindro concéntrico, con diámetros exteriores que varían dentro del rango de 0.4 nm a 5nm, dependiendo del tipo de estructura que se forme, bien sea, nanotubos de carbono de pared simple (SWCNTs) o nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNTs), tal y como se muestran en la ilustración 1 [14] [15]. Su descubrimiento se le atribuye a lijima

en el año 1991. Como tal, la estructura de estas dos variedades, gracias a la alotropía del carbono, consta de enlaces covalentes entre átomos de dicho elemento, que le brindan al material propiedades tanto eléctricas, mecánicas, ópticas y térmicas inusuales. No obstante, el ángulo de enrollamiento de los mismos, determina también la clase de morfología a la que pertenece: zig-zag, quiral o armchair, reflejados en la Ilustración 2, y así mismo, características diferentes entre sí [14] [16].

1.2.1. Nanotubos de carbono de pared simple

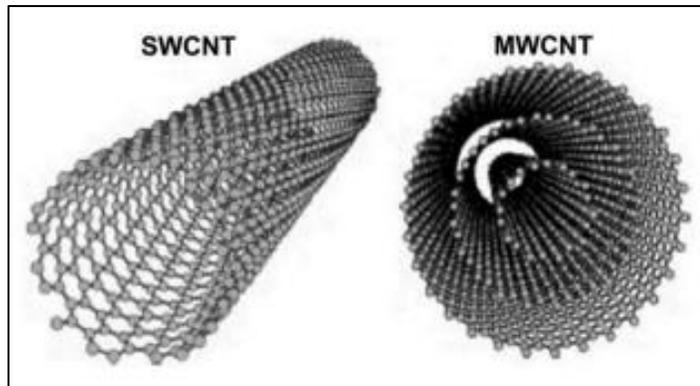
Como tal, este tipo de nanotubos de carbono de pared simple (SWCNTs), consisten en un cilindro que resulta del enrollamiento de una lámina de grafeno sobre sí misma, donde, la medida del largo en comparación con el diámetro del nanotubo, es considerablemente mayor, y por lo tanto, suelen considerarse como si fueran elementos de una sola dimensión. No obstante, para esta clase de nanomateriales, existe igualmente una subdivisión basada en el diámetro del tubo que se forma y respecto a su ángulo quiral o de enrollamiento, encontrándose esta gran variedad de morfologías precisamente en cada una de las muestras obtenidas de SWCNTs en la actualidad, ya que por ahora, no se ha desarrollado una técnica mediante la cual se permita controlar la formación de una única especie [15].

1.2.2. Nanotubos de carbono de múltiple pared

Este tipo de estructura se diferencia de la anterior en que estos nanotubos de carbono de múltiple pared (MWCNTs), se componen básicamente de varios tubos concéntricos de grafeno encajados uno dentro de otro, o en otras palabras, podrían describirse como un conjunto de SWCNTs separados radialmente por aproximadamente 0.34 nanómetros. Dentro de sus características más relevantes, se destaca que su diámetro externo va desde los 10 a los 50 nanómetros [15].

Figura 1.

Tipos de nanotubos de carbono.

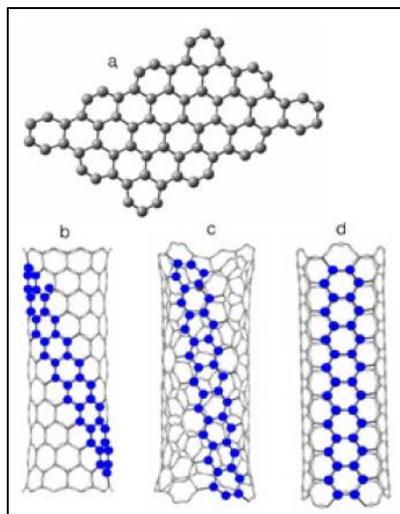


Nota. Dependiendo del grado de enrollamiento de la hoja de grafeno existen dos tipos de CNTs, bien sean de pared simple (SWCNTs) o de múltiple pared (MWCNTs). Tomado de: S. En, C. Anal, N. Basdedi, and P. Julio, “Síntesis , caracterización y empleo de nanopartículas de carbono dopadas con nitrógeno como fases sensoras para metales,” 2015, [Online]. Available:

https://digibuo.uniovi.es/dspace/bitstream/handle/10651/32099/TFM_NuriaBasdedios.pdf;jsessionid=3829BCA91ACAAF79282DB79D78105163?sequence=6.

Figura 2.

Morfología de los CNTs.



Nota. Según el ángulo de enrollamiento de la lámina de grafito (a), se distinguen tres tipos de morfología: (b) zig-zag, (c) quiral, (d) armchair. Tomado de: R. R. B. Quintana, G. I. R. Villegas, A. M. M. Wilson, and R. R. S. Mundo, "Nanotubos de carbono y bionanotecnología," *Interciencia Rev. Cienc. y Tecnol. América*, vol. 33, no. 5, pp. 331–336, 2008, [Online]. Available: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0378-18442008000500005.

1.3. Síntesis del nanomaterial

1.3.1. Deposición química de vapor

La técnica de Deposición química de vapor (CVD), es actualmente considerado como el procedimiento más viable a nivel económico y fácilmente escalable industrialmente frente a la síntesis de CNTs. Sin embargo, aún con el extenso número de investigaciones, no se ha logrado estandarizar un proceso claro con el fin de obtener un producto final homogéneo, haciendo referencia a parámetros tales como: el diámetro, la quiralidad o la estructura misma (SWCNTs o MWCNTs), repercutiendo de esta manera en la aplicación de estos nanomateriales. Es por este motivo, que la búsqueda por optimizar este proceso es hoy en día el enfoque esencial de cada estudio, y para ello, se está analizando desde el efecto de la composición y tamaño del catalizador, la influencia del material soporte-sustrato, temperatura de operación, características fisicoquímicas del hidrocarburo o materia prima, mezclas de gases de transporte, presencia de otras sustancias, hasta el diseño del propio reactor, entre otros más aspectos que pueden parecer insignificantes [17] [18] [19].

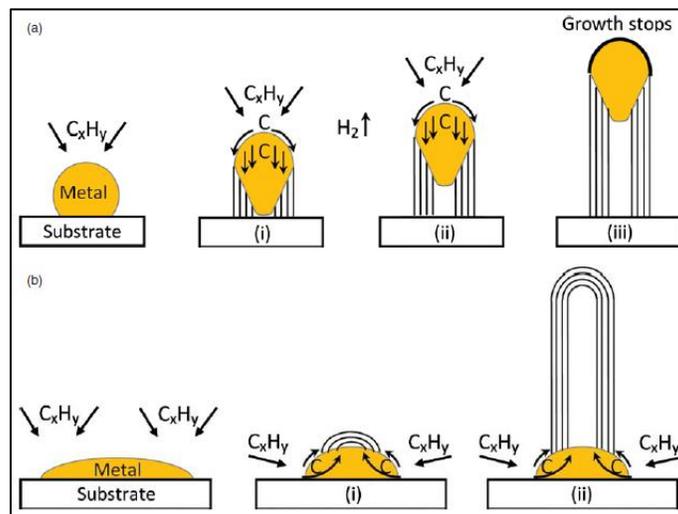
Como tal, este método de producción de CNTs conocido también como CVD térmico o CVD catalítico, se basa en la descomposición de una fuente de hidrocarburo en presencia de un catalizador y un sustrato. En comparación con las demás técnicas, bien sea, ablación láser, descarga por arco eléctrico, pirolisis de hidrocarburos o electrólisis, este se destaca por su sencillez y altos rendimientos al trabajar bajo condiciones de temperatura y presión asequibles, ser versátil en el sentido de permitir el aprovechamiento la fuente de hidrocarburo en los distintos estados de la materia, y además, ofrecer en últimas cualquier variedad de formas del propio producto (polvo, películas, enrollados, rectos etc), con alto grado de pureza.

El principio de funcionalidad, generalizado para este tipo de producción de CNTs, radica básicamente en que la materia prima de hidrocarburo al entrar en contacto con el catalizador, previamente acondicionado (calentado), se descompone fundamentalmente en sus elementos constituyentes originales, quienes vienen siendo el carbono e hidrógeno. De este modo, el hidrógeno se mantendrá suspendido en el ambiente del reactor tubular mientras que el carbono se irá disolviendo poco a poco en el catalizador.

Posterior a alcanzar el límite de solubilidad del carbono en el respectivo catalizador, generalmente metálico, a la temperatura de operación correspondiente, el carbono disuelto se precipita y cristaliza en forma de una red cilíndrica que no tendrá radicales libres o grupos funcionales diferentes y, por tanto, será energéticamente estable. Vale la pena recalcar que, la descomposición de hidrocarburos al ser un proceso exotérmico, va a liberar parte de la energía en forma de calor hacia las partes expuestas del metal y el sustrato que lo acompaña, pero asimismo, la consecutiva cristalización de los CNTs, es por otra parte un proceso endotérmico en el cual, absorberá calor primeramente de la zona de precipitación del material catalítico [20]. Por su parte el mecanismo de crecimiento de los CNTs, se considera posible de dos distintas maneras: (1) crecimiento de la punta y (2) crecimiento de la raíz, respectivamente ejemplificados mediante la Ilustración 3. Refiriéndose al primer mecanismo, este se da debido a una interacción catalizador-sustrato débil; allí, el hidrocarburo se descompone sobre la superficie del catalizador en tanto las moléculas de carbono se difunden a través del mismo de tal modo que terminan los CNTs precipitándose en el fondo del catalizador y por ende, durante su desarrollo, irán levantando o separando la sustancia catalítica del soporte o sustrato determinado. En cuanto al segundo mecanismo de crecimiento, a este por el contrario se le atribuye una interacción catalizador-sustrato más fuerte, así pues, los CNTs esta vez se formarán con la partícula del catalizador en su base [17] [20]. En la siguiente ilustración, se consigue entender mejor los anteriores dos conceptos.

Figura 3.

Mecanismos de crecimiento de CNTs.



Nota. (a) Crecimiento de la Punta con interacción catalizador sustrato débil. (b) Crecimiento de la raíz con interacción catalizador-sustrato fuerte. Tomado de: M. Kumar and Y. Ando, “Chemical vapor deposition of carbon nanotubes: A review on growth mechanism and mass production,” J. Nanosci. Nanotechnol., vol. 10, no. 6, pp. 3739–3758, 2010, doi: 10.1166/jnn.2010.2939.

1.4. Caracterización del nanomaterial

1.4.1. Dispersión dinámica de luz (DLS)

Esta técnica es usada para para determinar el tamaño de las partículas en suspensiones y emulsiones basándose en el movimiento “Browniano de las partículas”, según el cual, las partículas más pequeñas se moverán más rápido comparado con las más grandes, en un medio líquido. La técnica DLS (Dispersión dinámica de luz), mide el movimiento ópticamente, registrando la señal de luz dispersa en un ángulo fijo. Allí, básicamente las partículas se iluminan con una fuente de luz monocromática y coherente (Laser), y se registra la luz dispersada por las partículas la cual contiene información sobre la velocidad de difusión y, por lo tanto, sobre la distribución de tamaño [21].

El equipo correspondiente a esta medición, generalmente cuenta con un intervalo de medición que va desde 0.1 nm hasta un posible tamaño mayor en unidades como micras por ejemplo. Por su parte, las concentraciones de suspensión que se aconsejan manejar para la muestra son entre el 5% y el 10%, dentro de la solución en la cual se piensa disolver, dado que siguiente a ello, se somete a un proceso de sonicación durante al menos 4 horas, con el objetivo de garantizar la homogeneidad de disolución del soluto en el respectivo solvente [11].

1.4.2. Microscopio electrónico de barrido (SEM)

Esta técnica es usada para el análisis correspondiente a la verificación de los arreglos de los nanomateriales sobre los soportes y el mapeo de los distintos componentes que podrían conformarlos, por medio de la creación de una imagen ampliada de la propia superficie del objeto. El principio de funcionamiento radica básicamente en recorrer la muestra con un haz bastante concentrado de electrones, donde a medida que el haz barre la muestra, se va explorando y presentando punto a punto toda la imagen de dicho producto en un monitor [22] [23].

1.4.3. Microscopio electrónico de transición (TEM)

A diferencia de la anterior metodología de caracterización de nanomateriales, esta se encarga de estudiar la morfología de los ya mencionados productos y además, permite la detección de partículas metálicas incorporadas a los mismos. Aunque se haga uso de un haz de electrones al igual que la técnica SEM, aquí en este proceso, se dirige dicho flujo energético hacia el objeto a analizar, de tal modo que, algunos electrones rebotan o son absorbidos por el objeto, mientras que por otro lado, demás partículas subatómicas lograrán atravesarlo proyectando así una imagen aumentada del espécimen en estudio en una placa fotográfica o pantalla fluorescente ubicada en la parte de atrás del mismo. Es importante aclarar que para emplear la técnica TEM, debe dividirse la muestra en capas finas, del orden de medida angstroms [22] [23].

1.4.4. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Esta prueba facilita la determinación de los grupos funcionales presentes en la muestra que se va a examinar. Comúnmente se mezcla el producto sólido con KBr, con el fin de poder realizar barridos con un rango de frecuencia de onda lo suficientemente amplia para poder distinguir el mayor número de especies presentes [24].

2. POLIETILENO TEREFTALATO

El PET, que significa “*Polietileno de Tereftalato*” principalmente cuando su uso se remite a la fabricación de botellas, envases o cualquier otra aplicación de empaquetamiento, es reconocido como el principal producto consumido en el mundo global de los polímeros gracias a su versatilidad y por ser esencialmente un plástico transparente, resistente, liviano, estable e inerte comparado con los demás. Precisamente, este cuenta con otras características fisicoquímicas importantes como lo son su facilidad para hilarse por fusión, permitiéndole de igual manera destacar dentro de la familia de los poliésteres, y por otro lado, poseer elevada resistencia al ataque microbiano u otro fenómeno de corrosión. Lastimosamente, dentro de sus desventajas se destaca que las materias primas en su mayoría provienen del petróleo, generando con ello un impacto ambiental por la explotación de recursos, y transversalmente, por la misma cantidad de oferta y demanda que se registra anualmente según su mercado.

Enfocándose más en el plástico PET, del cual bien se sabe que su uso está contemplado alrededor de los envases (especialmente en la fabricación de botellas) mediante la técnica de moldeo por soplado, fibras textiles, películas radiográficas y películas transparentes, vale la pena recalcar que la fabricación de este material ha presentado un continuo desarrollo tecnológico con el objetivo de lograr un mayor estándar de calidad y una extensa diversificación respecto a su funcionalidad. Como tal, el PET se produce a partir del Ácido Tereftálico y del Etilenglicol, resultando en la siguiente fórmula molecular $(C_{10}H_8O_4)_n$ [25]; Las condiciones principales de operación son una elevada temperatura y una baja presión con el fin de poder formar la cadena del polímero deseada. Para terminar, existe la idea errónea de que los plásticos requieren de una gran cantidad de petróleo para su producción y por consiguiente es casi imposible su reprocesamiento, sin embargo, además de que hoy en día se está incursionando en el tema de bioplásticos, bien sean provenientes de biomasa, biodegradables o ambos, la realidad es que el PET brinda una garantía de sostenibilidad puesto que actualmente es posible recuperar y reutilizar eficientemente cada uno de sus componentes.

2.1. Toxicidad

Debido a que en este proyecto se pretende realizar la degradación del plástico Polietileno Tereftalato (PET) y promover el modelo de economía circular del mismo, se considera pertinente el tener presente las implicaciones toxicológicas que existen una vez se ha desarrollado dicho procedimiento fisicoquímico, ya que su impacto medio ambiental y con ello también hacia la salud humana puede ser bastante significativo.

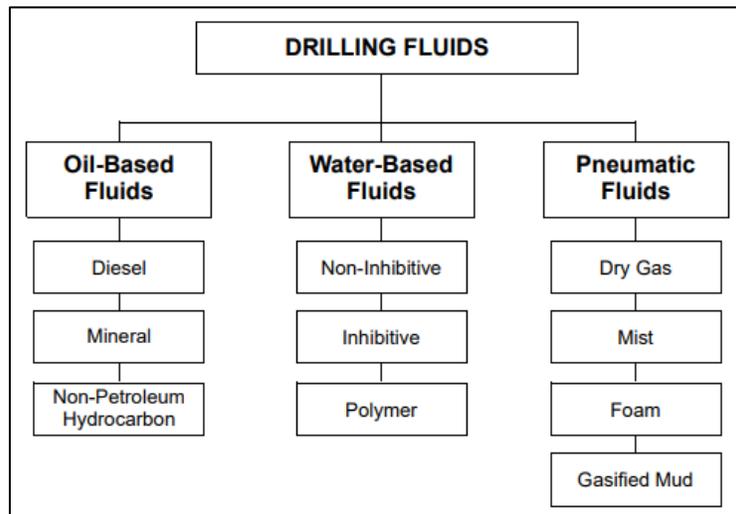
Para empezar, teniendo en cuenta que antecedentes como Gómez Serrato J. (2016), afirma que las características fisicoquímicas de este material lo catalogan como inerte en el medio ambiente mientras este no sea incinerado, da lugar para que la causa de esta problemática global como bien se ha mencionado, recaiga sobre la inadecuada disposición de este residuo en todo tipo de ecosistema [26]. Sin embargo, siendo el proceso de degradación intencionalmente propiciado por el método de hidrólisis alcalina en este proyecto, es posible que el llegar nuevamente a las materias primas u otros compuestos que hacen parte de la composición de este polímero en particular, si se les atribuya un inconveniente toxicológico relevante. En este orden de ideas, dentro de las sustancias a considerar se encuentran los grupos carbonílicos tales como: el formaldehído y el acetaldehído, donde principalmente este último, por ejemplo, es considerado como un compuesto volátil, genotóxico en sistemas biológicos y un posible carcinógeno humano [27]. Por otro lado, el ácido tereftálico junto con el etilenglicol, quienes son básicamente las especies a partir de las cuales ocurre la reacción de polimerización para la producción del PET, de la misma manera se les considera pertinentes a estudiar para este aspecto puesto que, a ambos compuestos se les inculpa inconvenientes a elevadas concentraciones tanto en el contexto de la salud como en el medioambiental, pero con la diferencia de que al ácido tereftálico se le denomina un compuesto orgánico tóxico y xenobiótico en cualquier ecosistema gracias a que se encuentra dentro de la lista de productos más elaborados a nivel mundial, aunque diferentes estudios como el de Campos Tejada P. (2011), demuestran que los microorganismos son eficientes para biodegradarlo [28], mientras que el etilenglicol no se le considera peligroso por cuestiones de que es asimilado y tratado rápidamente por el entorno correspondiente (Aire o agua).

3. FLUIDO DE PERFORACIÓN

Se define como un fluido de perforación todo aquel fluido que circula en un pozo contribuyendo a desarrollar una operación de perforación eficiente y rentable. El éxito de la perforación y su costo, dependen en gran medida de las propiedades del fluido de perforación, puesto que dentro de las funciones más críticas que este debe cumplir en beneficio del proceso se encuentran: (1) mantener la estabilidad y productividad de la formación, (2) ayudar con la limpieza del pozo, (3) transportar los recortes de perforación a la superficie, (4) retener en suspensión los recortes al momento que se detiene la circulación, (5) enfriar la broca, (6) controlar la presión del subsuelo, (7) lubricar la sarta de perforación y (8) contribuir al control del fenómeno de corrosión [29]. Por esta razón, la selección del fluido de perforación es imprescindible y sumamente importante para el presente sector energético, aunque, no obstante, depende asimismo del tipo de formación y de la profundidad del pozo estudiado. Principalmente, los fluidos de perforación se clasifican en tres grandes categorías según su constituyente mayoritario, expuestas en la Ilustración 4: fluidos base aceite, fluidos base agua y fluidos neumáticos, eso sí cada uno con una subdivisión mostrada a continuación, sujeta a peculiaridades en cuanto a las sustancias que compone la formulación y por ende su propósito puntual esperado.

Figura 4.

Clasificación de los fluidos de perforación.



Nota. Subdivisión de las principales categorías de fluidos de perforación. Tomado de: Amoco Production Company. (AÑO). "Drilling Fluids Manual", 1a ed. [Online]. Vol. 1. Available: https://www.academia.edu/27075486/Amoco_Production_Company_Drilling_Fluids_Manual.

3.1. Fluidos de perforación base agua

El agua fue como tal, el primer lodo empleado, e inclusive hoy día, sigue siendo el componente principal o la base para la elaboración de la mayoría de los fluidos de perforación, gracias a que, requiere de un menor costo de operación y además, minimiza el impacto sobre el medio ambiente. La composición típica que presentan los lodos base agua, se conforma básicamente por la mezcla de sólidos suspendidos, líquidos, gases y demás productos químicos en solución, los cuales proporcionan en últimas las propiedades necesarias para el óptimo desempeño durante este proceso industrial.

Como ya se mencionó anteriormente, estos lodos pueden distribuirse en: Inhibidores o dispersos, no inhibidores o no dispersos y, poliméricos.

- ♣ Fluidos de perforación base agua dispersos: Su principal característica es garantizar la estabilidad del pozo mediante el control del hinchamiento de las arcillas presentes y dispersas en el fluido.
- ♣ Fluidos de perforación base agua no dispersos: A diferencia del otro grupo, este tipo de sistemas no emplea aditivos químicos para controlar las propiedades del lodo y por ende no consiguen suprimir significativamente el hinchamiento de las arcillas. Este tipo de lodos sobre todo se manejan para perforar pozos someros o en etapas iniciales de pozos considerablemente profundos.
- ♣ Fluidos de perforación base agua poliméricos: Por su parte este conjunto de lodos, como su nombre lo indica, contiene fundamentalmente polímeros con una estabilidad térmica que puede llegar hasta los 400 °F, además de una característica relevante como lo es su solubilidad en agua, aceite y soluciones salinas.

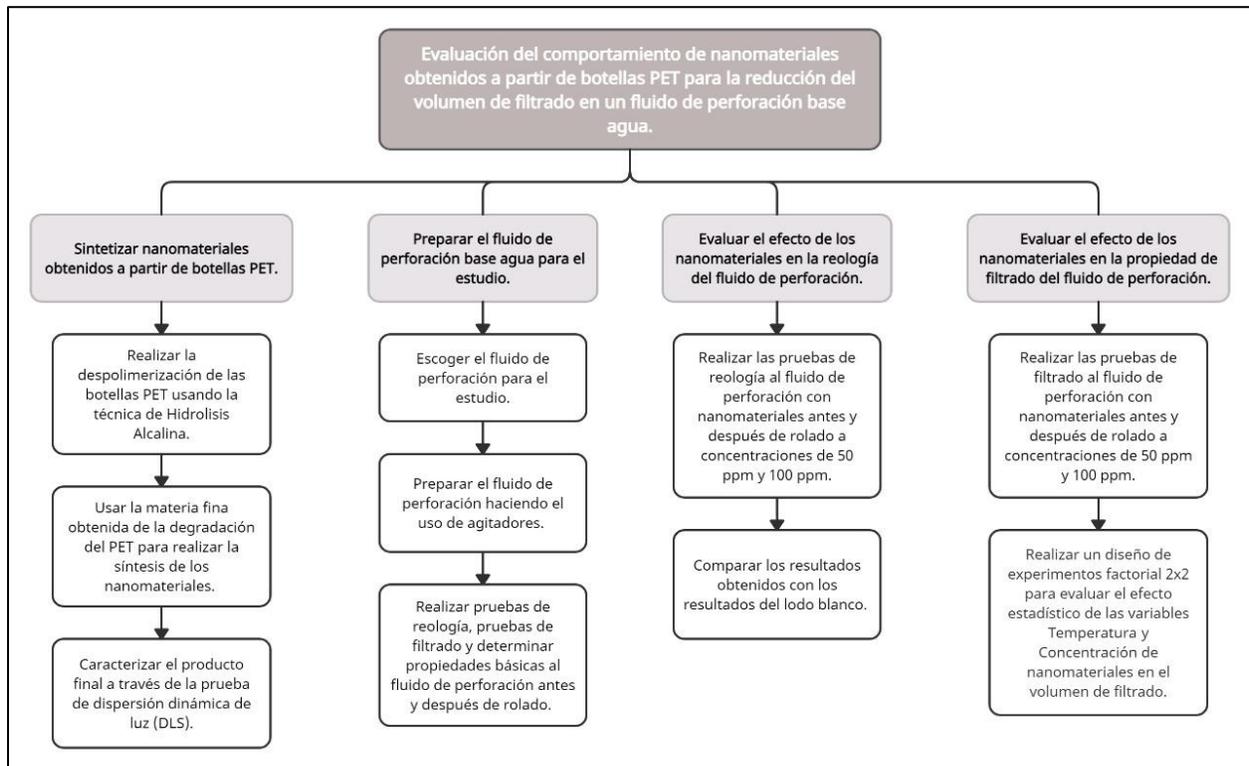
Ahora bien, se les atribuye sobre todo las siguientes tareas: viscosificar el fluido, controlar las propiedades de filtrado y a su vez, deflocular los sólidos o encapsularlos; Pueden ser considerados como inhibidores o no inhibidores dependiendo si contienen o no un catión inhibidor. Lastimosamente, la mayoría de los polímeros son susceptibles al fenómeno de la degradación debido a factores externos como el calor, el oxígeno, agentes biológicos o, de otra manera, a causa de un alto porcentaje de desgaste mecánico [31].

4. METODOLOGÍA

A continuación, por medio de la Ilustración 5, se presentará el procedimiento detallado de la metodología empleada para dar cumplimiento a cada uno de los objetivos propuestos inicialmente, con el fin de contextualizar e identificar qué aspectos conllevan a evaluar el posible aprovechamiento de un residuo plástico en la industria petrolera, y así mismo, el impacto en que pueden repercutir el uso nanomateriales en las propiedades básicas, reológicas y de filtrado de un fluido de perforación base agua.

Figura 5.

Metodología generalizada del proyecto ejecutado.



Nota. Se describe la metodología para cada uno de los objetivos específicos de manera sintetizada.

4.1. Síntesis de nanomateriales

4.1.1. Degradación del PET

En primera instancia, se calcularon los gramos de KOH necesarios para mezclarse con 250 ml de 1-Butanol, y así lograr una concentración de 3.34M, la cual, se determinó como una concentración ideal para alcanzar un porcentaje de degradación del PET del 99.74% según A. Ramírez (2010) [32].

$$250 \text{ ml } 1 - \text{Butanol} \times \frac{1 \text{ L } 1 - \text{Butanol}}{1000 \text{ ml } 1 - \text{Butanol}} \times \frac{3.34 \text{ mol KOH}}{1 \text{ L } 1 - \text{Butanol}} = 0.835 \text{ mol KOH}$$

$$0.835 \text{ mol KOH} \times \frac{56.10564 \text{ g KOH}}{1 \text{ mol KOH}} = 46.8482 \text{ g KOH}$$

Al instante, se agregaron 46.8482 g KOH a un Beaker con 250 ml de 1-Butanol con el fin de mezclarlos y lograr de esta manera una dilución completa de KOH en una fase líquida homogénea entre ambas sustancias. Basados en los antecedentes, se empleó PET comercial cortado, en lo posible, en cuadrados con un área de 1cm^2 para mayor facilidad de su degradación, hasta alcanzar una masa total de 5 gramos. Vale la pena aclarar que, para este proyecto se propone degradar un total de 2 Kg de PET. Sin embargo, estas cantidades se reevaluarán dependiendo del rendimiento o cantidad de nanomateriales que se vayan obteniendo al final de este procedimiento.

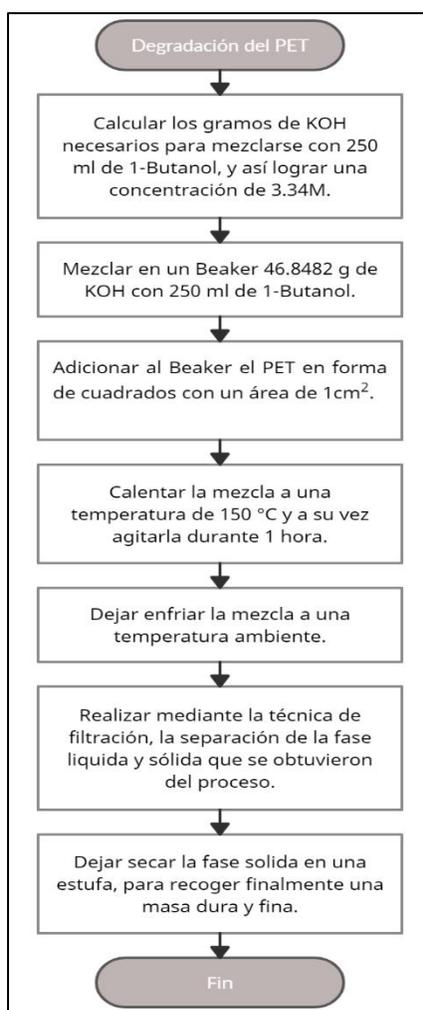
Posterior a esta adición del PET a la solución anteriormente preparada, se procedió a realizar una agitación constante mientras a su vez, se sometía esta mezcla a un calentamiento en una plancha a una condición de temperatura de $150\text{ }^\circ\text{C}$, durante un tiempo aproximado de 1 hora. Al finalizar este lapso de tiempo, se verificó que no existiera alguna cantidad de residuos sólidos de PET en la misma solución, queriendo decir que, hubo una degradación completa de este polímero como lo afirma A. Ramírez (2010) [32].

Luego a ello, se dejó enfriar la mezcla a temperatura ambiente, de tal modo que allí se consiguieran dos fases como resultado, una sólida y una líquida, gracias al fenómeno físico de decantación. Finalmente, fue necesario separar estas dos fases puesto que la fase sólida que según A. Vásquez (2014) y A. Castaño-Zaidiza (2018),

contiene hidrocarburos aromáticos, será la fuente principal para la formación de los nanomateriales. Precisamente, esta separación se pudo efectuar mediante la técnica de filtración, donde mediante el uso de un papel filtro, fue retenida la fase sólida mientras que la fase líquida se recogió en otro recipiente. Una vez separadas estas dos fases, el papel filtro con la muestra sólida se dejó secar en una estufa con el fin de recoger en últimas una masa de muestra dura y fina [33] [34].

Figura 6.

Resumen de la Degradación del PET.



Nota. Resumen de la técnica de Hidrólisis Alcalina

4.1.2. Deposición química de vapor

A continuación, se colocó dentro del reactor tubular “*Thermo Scientific ELED Lindberg/blue M Mini-Mite*” el catalizador a una temperatura suficientemente alta, que en este caso fue hasta 600°C a una razón de 5 °C/min, con el objetivo de mantener activos cada uno de los componentes involucrados y así llevar a cabo eficaz y eficientemente el proceso de síntesis de dichos nanomateriales. Enseguida a ello, se hizo pasar nitrógeno por el sistema tubular del horno a un caudal de 10 cm³/min, una vez se han depositado previamente 500 mg del producto sólido obtenido en la degradación del PET en un recipiente cerámico dentro de la cámara de reacción mediante la cual se propiciará la formación de los nanomateriales por un tiempo de residencia equivalente a 120 minutos. Por último, se dejó enfriar el sistema a temperatura ambiente para así poder recoger los nanomateriales que han crecido ya sea por debajo del catalizador o sobre su superficie [20]. Para evitar la oxidación del carbón, es fundamental mantener el sistema libre de oxígeno durante el proceso de producción, para ello, se suele suministrar un flujo continuo de gas inerte al reactor con el objetivo de propiciar una atmósfera inerte, es por esta razón que los elementos más utilizados son: nitrógeno, helio o argón [35].

4.1.2.a. Selección de catalizador y sustrato. Se eligió como catalizador, una sal de un metal de transición (Cu), correspondiente al Cloruro de Cobre (I) (CuCl) teniendo en cuenta varias referencias, puesto que la elección de este factor, es crucial e influyente en el crecimiento y morfología del nanomaterial respectivo. Por otro lado, haciendo referencia al sustrato, se decidió no incorporar este elemento en la cámara de reacción del horno debido a que la masa sólida fina lograda en la degradación del PET, ya cuenta con grupos carbonáceos tales como: Sales de ácidos carboxílicos e hidrocarburos aromáticos [33], que favorecen la formación del producto deseado.

Esencialmente, la función del catalizador, quien por lo general es un metal de transición (Hierro, Cobalto o Níquel principalmente), es favorecer la descomposición de la fuente de carbono a través del calor para que los átomos de carbono se depositen sobre el mismo, se disuelvan o difundan a través del mismo, se precipiten, y así se alcance la sobresaturación del metal o el límite de solubilidad del carbono en este compuesto con el fin de dar origen a cualquiera de los dos mecanismos posibles de

crecimiento de nanomateriales como lo son los CNTs, bien sea de la punta o de la raíz, sin embargo, es necesario aclarar que variables como la temperatura, composición junto con el tamaño de partícula, son primordiales para determinar el límite de solubilidad del carbono en dicha partícula metálica [17] [36]. No obstante, las características de los CNTs que se puedan producir mediante la técnica de CVD dependen de muchas más condiciones de trabajo, tales como: la temperatura y la presión de operación, el tipo, volumen y concentración de hidrocarburo, la naturaleza, la actividad catalítica para la descomposición de compuestos volátiles de carbono, la capacidad para formar carburos metaestables, el tamaño y pretratamiento del catalizador, ya que por ejemplo variando las partículas activas en la superficie de catalizador es posible controlar el diámetro del producto final, y además, también dependerá de la naturaleza del soporte y el tiempo de reacción, porque finalmente, se ha comprobado que este último factor influye en la longitud de los CNTs logrando llegar hasta 60 nm inclusive en un lapso de 30 minutos [18] [35].

Para el caso del sustrato, quien permite depositar el catalizador sobre sí mismo ya sea en solución, por evaporación, haz de electrones o pulverización física, se le atribuye el propósito de incrementar la actividad y eficacia del agente metálico de ser así, durante el proceso de producción del nanomaterial; Habitualmente se utilizan compuestos de silicio o alúmina, acero, vidrio. Pese a que el catalizador juega un papel crucial en este método, como ya se ha mencionado, el tipo de sustrato influye igualmente en la morfología del nanomaterial fabricado hasta tal punto de causar o restringir la generación de carbono amorfo, y aunque parezca un dato poco relevante, el evitar contaminantes en el producto final, brinda un gran beneficio al proceso de producción gracias a que la etapa de purificación podría ser omitida con la selección correcta de un sustrato.

4.2. Formulación del fluido de perforación base agua

Primeramente, se procedió a realizar una exhaustiva revisión bibliográfica con el propósito de escoger los componentes y/o aditivos más convenientes para el estudio, de tal modo que la formulación fuera eficiente, es decir que, cumpliera con un adecuado filtrado, pero con una cantidad reducida de recursos. Por tal motivo, se escogió la

formulación de un tipo de lodo polimérico, procedente de las guías de laboratorio de lodos y cementos de la Fundación Universidad de América, ya que como su nombre lo indica, estos tipos de fluidos de perforación poseen aditivos poliméricos que permiten mejorar el desempeño del mismo durante el proceso de perforación; desempeño basado principalmente en la reducción de filtrado y en mejorar la limpieza del pozo. No obstante, este tipo de lodo polimérico es bastante usado en la industria para perforar la zona productora o zona de interés debido al mínimo daño de formación que puede generar.

Como bien se dijo, la formulación y elaboración de un fluido de perforación se realiza en base a las características necesarias que el fluido debe de tener para garantizar una operación exitosa en el correspondiente ambiente de perforación. De todos modos, la formulación también depende del intervalo por el cual se esté atravesando, en otras palabras, la formulación del lodo no es igual durante todo el proceso de perforación y construcción del pozo, sino que por el contrario, se pueden considerar tres momentos diferentes en los cuales puede variar la formulación del mismo, por ejemplo: En primera instancia, cuando se encuentra en profundidades someras, allí generalmente se utiliza una formulación sencilla de un lodo de inicio (agua-bentonita), en segundo lugar, al hallarse en un intervalo overburden, o sea, cuando se atraviesan formaciones complejas, suelen escogerse formulaciones que eviten o minimicen cualquier posible inconveniente mediante la incorporación de distintos aditivos específicos que se seleccionan según la exigencia del entorno y de la propia operación. Finalmente, el último pero no menos importante intervalo, conocido como el de interés o reservorio, es aquel donde se emplea el lodo más limpio posible junto con cualidades únicas que eviten daño de formación.

Tabla 1.

Selección del fluido de perforación base agua.

Materias Primas	Funcionalidad
Agua (ml/bbl)	Constituye la base del fluido de perforación.
Soda Caústica	Se emplea con el fin de conservar el pH dentro del rango óptimo [9.5 – 10], de tal modo que asegure la eficiencia en el desempeño de los demás aditivos empleados.
Lechada Bentonita (ml/bbl)	Se encarga de otorgarle mayor viscosidad y control de filtrado, permitiendo así mejorar la capacidad del fluido para remover y suspender los recortes generados.
Goma Xántica (lb/bbl)	Se le atribuye el incrementar la resistencia del lodo a fluir, con un factor elevado de arrastre y por ende ayudando a una correcta limpieza del agujero.
Pac LV (lb/bbl)	Tiene por objetivo disminuir el volumen de filtrado que el fluido de perforación pierde hacia la formación por cuestiones de un diferencial de presión, temperatura y por la permeabilidad de la misma.
Q Star HT (lb/bbl)	Ayuda a reducir las pérdidas de filtrado, sellando o taponando físicamente las gargantas de la formación, y evitando por consiguiente el posible proceso de hidratación e hinchamiento.
Barita (lb/bbl)	Es utilizado para incrementar la densidad del lodo y así controlar las presiones presentes en la formación.

Nota. Esta tabla muestra la variedad de compuestos que conforman la formulación polimérica del fluido de perforación base agua con sus respectivas funcionalidades.

4.2.1. Elaboración del fluido de perforación base agua

Para este caso se llevó a cabo la elaboración de 8 barriles de lodo de acuerdo a la anterior formulación, como se muestra la siguiente tabla:

Tabla 2.

Elaboración del fluido de perforación base agua.

Materias Primas	Cantidad	Tiempos de agitación (min)
Agua (ml/bbl)	215	-
Soda Caústica	pH= 9.5 -10	5
Lechada Bentonita (ml/bbl)	120	10
Q Xan XCD (lb/bbl)	0.5	10
Q Pac LV (lb/bbl)	1.5	10
Q Star HT (lb/bbl)	1.5	10
Barita (lb/bbl)	54	5

Nota. Esta tabla muestra las cantidades y tiempos de agitación que se tuvieron en cuenta para cada compuesto al momento de llevar acabo la preparación del fluido de perforación base agua.

Para la elaboración del fluido de perforación, en primera instancia se determinó las cantidades exactas que deben tener cada uno de los compuestos involucrados en la formulación con el fin de garantizar tanto la cantidad de lodo necesario para realizar todas las pruebas, como también la densidad del propio fluido. Por estos motivos se plantea y se resuelve el siguiente balance de materia:

$$\rho_1V_1 + \rho_2V_2 + \rho_3V_3 + \dots + \rho_nV_n = \rho_fV_f$$

Allí, ρ_i significa la densidad del compuesto i en lb/gal, donde i , representará en orden numérico cada uno de las especies involucradas en la selección del fluido de perforación base agua, tal cual se describe en la Tabla 1. Por otro lado, la variable ρ_f hace referencia a la densidad final que se anhela obtener una vez se haya elaborado el lodo, la cual, tendrá un valor de 9.5 lb/gal. Por último, las incógnitas v_i y v_f corresponden en el orden como se nombran, al volumen en galones tanto de cada especie como del fluido de acarreo final, el cual específicamente debe ser un barril de laboratorio equivalente a 42 gal o 350 ml.

Tabla 3.*Balance de materia del fluido de perforación base agua.*

Materias Primas	Formulación Polimérica			ρ (lb/gal)	Masa (lb)	Vol. (gal)	Vol. (ml)
	Gravedad Específica (mín.)	Gravedad Específica (máx.)	Gravedad Específica (prom.)				
Agua (ml/bbl)	1.00	1.00	1.00	8.33	-	25.82	215.16
Soda Caústica	2.13	2.13	2.13	17.75	-	-	-
Agua de Lechada (ml/bbl)	1.00	1.00	1.00	8.33	-	13.82	115.20
Bentonita de Lechada (ml/bbl)	2.40	2.60	2.50	20.84	12.00	0.58	4,80
Q Xan XCD (lb/bbl)	1.50	1.60	1.55	12.92	0.50	0.04	0.32
Q Pac LV (lb/bbl)	1.55	1.60	1.58	13.13	1.50	0.11	0.95
Q Star HT (lb/bbl)	2.10	2.10	2.10	17.5	1.50	0.09	0.71
Barita (lb/bbl)	4.20	4.20	4.20	35.00	-	1.54	12.86
Total				9.52	399.88	42	350

Nota. En la pasada tabla se muestran las cantidades calculadas de cada compuesto perteneciente a la formulación teniendo en cuenta información propia de cada uno como la gravedad específica.

Como se mencionó anteriormente, el fin de este balance de materia es conseguir las proporciones exactas de cada especie escogida en la formulación para la elaboración del fluido de perforación, con el ánimo de cumplir de la misma manera con el volumen total que se estipula para un laboratorio el cual es de 350 ml o 42 galones, y asimismo, con la densidad que se desea alcanzar.

El orden en que se fueron adicionando las especies presentes de la formulación fue el que se describe a continuación: Sobre la base de la lechada de bentonita y agua, se le añade Barita, Q Xan XCD, Q Star HT, Q Pac LV y Soda Caústica; Entre la adición de cada uno, se contabilizó un tiempo de 5 minutos para el caso de la Barita y la soda caústica, mientras que para las demás especies fue de 10 minutos, con agitación constante de toda la mezcla por medio del “Agitador Dayton AC-DC Series Motor-Modelo 2M1q1A”, esto con el propósito de asegurar una completa homogeneidad.

4.2.2. Caracterización del fluido de perforación base agua

Dentro de las propiedades básicas del fluido de perforación, se encuentran: La densidad y pH, debido a que son características relevantes al instante de elaborar el lodo y efectuarle todas las pruebas especificadas en la norma para él.

La densidad, también llamada “Peso del lodo”, significa el peso por volumen unitario al cual, se le confía esencialmente el control de la presión hidrostática al interior del pozo y las pérdidas de circulación. Vale la pena aclarar que un valor elevado de esta propiedad, puede ocasionar pérdidas de circulación y, por consiguiente, un incremento en los costos de operación, por ende, es relevante su exigente supervisión desde un comienzo [37]. Su medición se hace pesando el lodo gracias a que el instrumento para esta prueba es la balanza de lodos, quien solamente tiene un margen de error de ± 0.1 lb/gal. El peso del lodo se puede expresar en libras por galón (lb/gal), libras por pie cúbico (lb/pie³), gramos por centímetro cúbico (g/cm³), Gravedad Específica (SG) o gradiente de presión hidrostática en lb/pulg² por 1000 pies de profundidad vertical (psi/1000 pies).

Por otro lado, el valor de pH del lodo es importante estarlo constantemente supervisando y controlando, porque además de mantener la suficiente alcalinidad para que los aditivos o nanomateriales se mantengan activos y eficientes en su desempeño, también evita la ocurrencia de fenómenos fisicoquímicos tales como la corrosión en tuberías u otras herramientas de gran relevancia, interacciones con la arcilla, floculación del lodo o la solubilidad de distintos compuestos [38]. En su mayoría, generalmente se busca manejar un rango respecto a esta variable desde un valor de 9.5 hasta 10; el incrementar o mantener el pH, se logra adicionando soda cáustica.

La medición de pH se efectuó mediante el método que emplea el instrumento medidor electrónico de pH con electrodo de vidrio, por razones de precisión y confiabilidad de datos ya que esencialmente se encuentra libre de alguna interferencia.

4.2.2.a. Pruebas de reología. Se realizó la prueba de reología al fluido de perforación elaborado, esto con el fin de conocer su comportamiento de flujo y, además, evaluar ciertas propiedades fundamentales tales como la viscosidad plástica, el punto cedente, el yield strength y esfuerzo de geles.

En primer lugar, respecto a la reología, vale la pena recordar que se le considera como la ciencia que estudia la deformación y el flujo de la materia [37]. Para ello, se procedió a emplear el instrumento de viscosímetro rotativo de indicación directa que es accionado por medio de un motor eléctrico. Generalmente, este tipo de equipos vienen con la disponibilidad de seis velocidades: 600, 300, 200, 100, 6 y 3 revoluciones por minuto (RPM). Entonces, luego de estar elaborado el lodo, se procede de la siguiente manera:

- ♣ Se agrega el fluido de perforación elaborado en un vaso térmico hasta el aforo indicado para luego acoplar al viscosímetro y someterlo a una velocidad rotacional constante de 600 RPM hasta cumplir con una condición de temperatura de 120 °F. Ahí mismo, se registra la lectura estable del dial para dicha velocidad.
- ♣ Después, se gira la perilla reguladora de velocidad del equipo hasta determinar un valor de 300 RPM para registrar la lectura estable del dial a una condición de temperatura constante.
- ♣ Enseguida a ello, se repite el mismo paso a paso para 200 RPM, 100 RPM, 6 RPM y 3RPM.

Así por su parte, para la viscosidad plástica, quien se describe como la resistencia al flujo, causada por la fricción mecánica entre sólidos y líquidos, y que depende esencialmente de la concentración, el tamaño y la forma de las partículas de los componentes presentes en el lodo [37] [39], es calculada mediante la siguiente ecuación:

$$PV = \theta 600 - \theta 300$$

Ahí, PV hace referencia a la propiedad de viscosidad plástica expresada en centipoise, mientras que $\theta 600$ y $\theta 300$ son los valores medidos por el viscosímetro en la prueba de reología a velocidades de 600 RPM y 300 RPM respectivamente. El control de sólidos, es indispensable en el proceso de perforación debido a que mejora el comportamiento reológico del propio fluido, en otras palabras, entre menor sea el valor de dicha variable, el fluido ayudará a perforar con más altas velocidades [37] [39].

Por otro lado, el punto cedente, es básicamente una medida de la fuerza de atracción existente entre las partículas inherentes en la fase fluida del lodo bajo

condiciones dinámicas [37]. Por este motivo, se relaciona esta propiedad del fluido de perforación directamente con su facilidad de limpieza durante su recorrido dentro del pozo, ya que es la propiedad que mejor describe la capacidad de suspensión de recortes. Esta propiedad se determina de la siguiente manera:

$$YP = \theta_{300} - PV$$

Donde YP indica punto cedente expresado en lbf/100ft², θ_{300} es el dato obtenido por medio del viscosímetro en la prueba de reología a una velocidad de 300 RPM y finalmente PV sería la viscosidad plástica calculada previamente [11].

En cambio, el yield strength, es aquel parámetro de la reología que da a entender el esfuerzo requerido para que el lodo empiece a moverse luego de haberse encontrado en un estado de quietud absoluta. Por esta razón, el valor de esta variable, es calculado teniendo en cuenta las lecturas referentes a las menores revoluciones especificadas en la prueba de reología [37], como se expresa a continuación:

$$YS = 2(\theta_3) - \theta_6$$

De este modo, YS quiere decir yield strength, mientras que θ_3 y θ_6 , es la información adquirida en la prueba de reología, gracias al viscosímetro, en las velocidades de 3 RPM y 6 RPM respectivamente.

Para terminar, los esfuerzos de gel, básicamente representan una medida de las propiedades tixotrópicas del lodo, en los cuales, a diferencia del punto cedente, relaciona la atracción física y/o electroquímica de las partículas sólidas dispersas sobre la fase fluida, pero bajo condiciones estáticas; como su nombre lo indica, es el mínimo esfuerzo requerido para lograr la ruptura de la consistencia de un gel ya formado. Su medición se efectúa durante el proceso de reología en el viscosímetro rotativo de indicación directa, conforme se alcanzan unos tiempos específicos, los cuales son 10 segundos, 10 minutos y 30 minutos [39]. El procedimiento se describe a continuación:

- ♣ Para obtener la resistencia gel de 10 segundos, se agita el lodo por 10 segundos a la máxima velocidad posible (600 RPM), e igualmente se deja reposar el mismo durante

los próximos 10 segundos. Seguidamente, se gira la perilla del viscosímetro hasta una velocidad de 3 RPM, para así realizar en este caso, la lectura máxima del dial.

- ♣ En el caso de la resistencia gel de 10 minutos, se tiene en cuenta el mismo procedimiento que el anterior, pero con la diferencia de que el tiempo de reposo ahora serán 10 minutos.
- ♣ Finalmente, para la resistencia gel de 30 minutos, el tiempo de reposo a considerar será aquel que su propio nombre lo indica.

4.2.2.b. Pruebas de filtrado. Entre las propiedades esenciales del fluido de perforación se destaca el control de la permeabilidad del propio enjarre, debido a que al lograr un filtrado bajo, implícitamente se adquiere una buena estabilidad del agujero y por otro lado se disminuye el daño, asociado a la posible invasión de filtrado que puede haber, en los horizontes potencialmente productores. Para la generación del enjarre ideal, el lodo debe contener algunas partículas de un tamaño pequeño, ideal para el cierre de los poros de la misma formación [5].

En este orden de ideas, basados en la Norma API 13B-1, se postula el determinar tanto el volumen de filtrado como la calidad de la torta de filtración de un fluido de perforación base agua, mediante la ejecución de las pruebas de filtración estática junto con la prueba de taponamiento de permeabilidad o por sus siglas en inglés P.P.T., las cuales se detallarán a continuación.

Dando inicio con la filtración estática, esta específicamente se cuantifica por medio de dos pruebas estándar: El filtrado a baja temperatura y baja presión también conocido como filtrado API, y el filtrado a alta temperatura y alta presión, llamado de igual manera como filtrado HTHP.

En primer lugar, la prueba de filtrado API se realiza en una filtroprensa a temperatura ambiente y a una presión de 100 psi, donde sus resultados como tal, se registran en unidades de volumen perdidos en 30 minutos. Inicialmente, se ensambla la celda en donde se verterá el lodo, colocando empaques (O-ring), una malla y papel filtro. Luego, se procede a llenar con lodo la celda hasta $\frac{1}{2}$ de pulgada (13 mm), respecto a la parte superior de la misma, enseguida a este, se instala la celda dentro del marco y se

ajusta la tapa sobre ella. Una vez montada la celda en la filtroprensa, se coloca una probeta vacía debajo del tubo de drenaje, se cierra la válvula de alivio y se ajusta el regulador para que sea aplicada la presión estandarizada. Es importante mantener la presión de 100 psi durante 30 minutos, ya que este es prácticamente el tiempo estipulado para llevar a cabo dicha prueba. Después de transcurrir este lapso de tiempo, se cierra el paso de presión y se abre la válvula de alivio para así finalmente, registrar el volumen de filtrado recolectado en la probeta; en caso de ser necesario, se efectúa igualmente un proceso de medición y descripción del espesor y/o la torta, respectivamente, depositado en el papel filtro una vez ha sido desmontado todo el sistema.

En segundo lugar, la prueba de filtrado HT/HP se realiza generalmente a una condición de temperatura de 250 grados Fahrenheit y a un diferencial de presión de 500 psi. Básicamente, el ensamble completo de esta prueba en específico, consiste en una fuente controlada de presión (CO₂ o Nitrógeno), reguladores de presión, celda de alta presión, un sistema de calentamiento para la celda, una celda colectora de filtrado presurizada, quien trabaja a una contrapresión apropiada para prevenir la evaporación del filtrado, controladores de temperatura y un sistema de soporte adecuado.

En principio, se verifica el buen estado de las válvulas y empaques (O-ring) que se van a usar en el ensamblaje de la celda. Considerando lo anterior, se pasa a colocar una de las válvulas para sellar la celda y poder verter cuidadosamente el lodo hasta $\frac{1}{2}$ de pulgada (13 mm), por debajo de la ranura donde se encuentra el O-ring, y así, proseguir a completar el ensamblaje colocando el papel filtro y la tapa sobre la celda. Una vez se ajuste la tapa, se instala sobre ella la otra válvula y se sitúa ya la celda completa dentro de la camisa de calentamiento con el extremo filtrante de la celda orientado correctamente hacia abajo. Por otro lado, se acomoda un termómetro en el orificio correspondiente que posee la celda con el propósito de estar corroborando y/o controlando la lectura de la temperatura del lodo según el valor que se haya preestablecido, para terminar, se conecta el ensamble de presurización a la válvula superior y se bloquea en su lugar, de la misma manera, y se conecta el ensamble de contrapresión a la válvula de fondo y se bloquea en su lugar.

Mientras se alcanza la temperatura para iniciar la prueba (250 grados Fahrenheit) se mantiene un diferencial nulo de presión; Al llegar a la temperatura de prueba, es cuando se debe de propiciar un diferencial de presión de 500 psi, el cual será constante al igual que la temperatura durante el tiempo de prueba estandarizado por la norma (30 minutos). Concluido el tiempo de prueba, se cierran las válvulas antes descritas, y se abre la válvula del recolector para efectuar la descarga de todo el filtrado ocasionado dentro de una probeta. Vale la pena aclarar que, el filtrado total recolectado se debe de corregir con respecto al área estándar de la prueba de filtración. La corrección se realiza multiplicando el volumen de filtrado colectado por dos, puesto que la celda en la que se realiza la prueba API es el doble en área comparado con la prueba HTHP. El resultado final se reporta indistintamente que otras pruebas en unidades de volumen perdido en 30 minutos.

Para finalizar, se libera la presión de las unidades superior e inferior de este sistema, y se retira la celda de la camisa de calentamiento para que esta se enfríe a temperatura ambiente o por inmersión en agua fría, y así con extremo cuidado, sea abierta con el objetivo de recuperar el papel filtro junto con el revoque depositado en este, allí de la misma manera que la prueba pasada, es posible analizar el espesor del revoque.

Por último, se desarrolla la prueba de taponamiento de permeabilidad, la cual se destaca por ser muy útil frente a la evaluación de la efectividad de los aditivos en pro de evitar la pérdida de fluido en un medio permeable. El ensamble completo lo constituye: reguladores de presión, una celda de alta presión, un sistema de calentamiento para la celda, una bomba hidráulica, una celda colectora de filtrado presurizada, quien trabaja a una contrapresión apropiada, y un sistema de soporte adecuado. La prueba de P.P.T. como tal, se realiza generalmente a una condición de temperatura de 250 grados Fahrenheit y un diferencial de presión de 1000 psi.

Para empezar, se ajusta el nivel de aceite de la celda y se verifican tanto las válvulas como los empaques (O-ring) que se van a usar en el ensamblaje de la celda. Después, se adicionan aproximadamente 320 ml de lodo a la celda y se procede a completar el ensamble colocando un O-ring, un disco permeable que debe de estar

remojado al menos por 10 minutos en la base del fluido (agua), y la tapa respectiva, alineada con la flecha del borde de la celda para que quede bien ajustada. Al instante de que se ajuste la tapa, se acomoda sobre ella una válvula y se coloca la celda dentro de la camisa de calentamiento con el extremo filtrante de la celda orientado acertadamente hacia arriba. A continuación, se preside de un termómetro en el orificio que se dispone para ello en la celda, eso en función de llevar a cabo la supervisión de una variable crítica de operación y para el lodo. Prontamente, se conecta la manguera de presurización de la bomba hidráulica con la válvula inferior, asimismo el colector a la válvula superior y a su vez, el ensamble de contrapresión al colector y se bloquea en su lugar.

Entre tanto se alcanza la temperatura para iniciar la prueba, es indispensable mantener un diferencial nulo de presión, debido a que al alcanzar la temperatura determinada inicialmente, es cuando va a operar la bomba para aumentar la presión y lograr de este modo aquel diferencial de presión obligatorio de 1000 psi. Así pues, durante el tiempo de ejecución de esta prueba según la norma API 13B-1, el cual es 30 minutos tal y como las demás pruebas estáticas, el control constante de las variables de temperatura y presión será crucial para la obtención de resultados verídicos conforme a la evaluación que se busca correspondientemente.

Inmediatamente que inicia la prueba, a los 30 segundos es crucial dar apertura a la válvula de filtrado hasta que empiece a expeler aire y ahí rápidamente dar cierre a la misma de manera que, este volumen recolectado en una probeta se reporte como el Spurt Loss. Finalizado el tiempo de prueba, se cierran las válvulas superiores y la válvula inferior, y se recolecta el filtrado en la probeta, el cual, se empleará para determinar el filtrado total mediante el cálculo del valor de Spurt Loss más dos veces el filtrado obtenido pasados los 30 minutos, en unidades de volumen perdido durante el mismo tiempo. Seguidamente, se libera la presión de las unidades superior e inferior del sistema y se retira la celda de la camisa de calentamiento para que esta se enfríe a temperatura ambiente o por inmersión en agua fría, y así poder recuperar o analizar el espesor revoque depositado en el propio papel filtro.

4.3. Diseño de experimentos de tipo factorial

El objetivo de un diseño factorial es estudiar el efecto de varios factores sobre una o distintas variables de respuesta, cuando se tiene el mismo interés sobre cada uno de ellos. Además, también determina en ocasiones, una combinación de los factores en la que el desempeño del proceso es considerablemente mejor [40].

Con un diseño factorial completo, es decir, teniendo ya una matriz de diseño o arreglo factorial elaborado, el cual es sencillamente, el conjunto de puntos experimentales que son formados para que se corran aleatoriamente todas las posibles combinaciones que puedan lograrse con los niveles de los factores a investigar fijados, y mediante la técnica de análisis multivariante de dependencia (ANOVA), es posible evaluar los datos resultantes basado en el efecto individual de los factores, la interacción entre los mismos y frente a la variable de respuesta, y si así lo decidió el diseñador, respecto igualmente a las hipótesis planteadas desde un comienzo. Cabe resaltar que, estos factores, pueden ser de tipo cualitativo (Máquinas, tipos de material, operador, la presencia o ausencia de una operación previa, etc.), o, por otro lado, de tipo cuantitativo, que son las más comunes (Temperatura, humedad, velocidad, presión, etc.), y a su vez, independientes, puesto que las variables dependientes, por lo general suelen asociarse a las variables de respuesta del diseño.

Para estudiar e identificar la manera en que influye o no cada factor sobre la variable de respuesta, es necesario elegir al menos dos niveles de prueba, dentro de un rango predeterminado, para cada uno de ellos, de tal modo que exista una comparación entre las distintas alternativas en las que se es fácil controlar dicho factor, para luego corroborar o rechazar las hipótesis que previamente se han establecido. Aunque no es una obligación suscitar hipótesis al diseño experimental, si proporciona ciertas ventajas tales como: Otorgarle un direccionamiento a la discusión de resultados y unas conclusiones lógicas frente al proyecto. En este orden de ideas, por ejemplo: Con k igual a 2 factores (A y B), ambos con dos niveles respectivamente (a y b), se construye como tal el diseño factorial $2 \times 2 = 2^2$, que consistirá básicamente en cuatro combinaciones o puntos experimentales.

Básicamente, el procedimiento a seguir para desarrollar este diseño, inicia con el establecimiento de las variables de respuesta, junto con las variables dependientes e independientes; a estas últimas, se les debe estipular un rango, el cual hace referencia a los límites inferiores y superiores entre los que esta variable en específico se moverá, y también los niveles, quienes serían la agrupación de valores dentro de dicho rango. Después se hace la elección de la escala del arreglo a trabajar, teniendo en cuenta las réplicas que se desearían llevar a cabo, para finalmente llevar a cabo cada corrida completa del arreglo factorial, proseguir con el modelo estadístico y por ende obtener resultados.

Para este caso, dependiendo de la prueba de filtrado que se le hace al fluido de perforación, los factores independientes y de tipo cuantitativo que se van a manipular son: concentración de nanomateriales y temperatura de la prueba. Asimismo, el porcentaje de significancia para cada arreglo factorial es del 5% y por ende un porcentaje de confianza del 95%, dado que, la desviación o variabilidad que se esperan de los datos, en cuanto a la variable de respuesta que es el volumen de filtrado del lodo, no sea muy elevada. A continuación, en la Tabla 4, se muestra la delimitación del diseño junto con su correspondiente arreglo factorial, precisando parámetros fundamentales para la estructuración y ejecución de un correcto proceso experimental.

Tabla 4.

Variables independientes del diseño factorial.

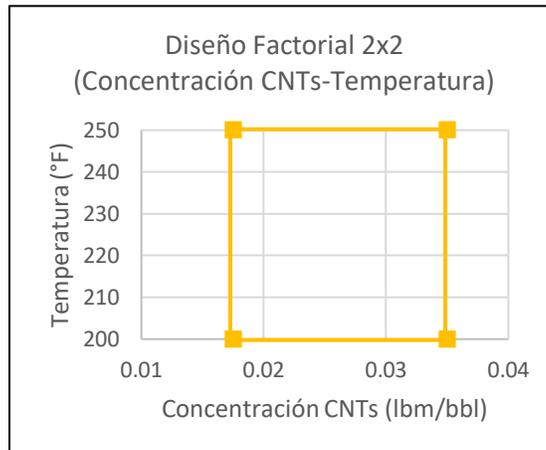
Filtrado HTHP (ml)			
Factores	Rango	Niveles	
Temperatura (°F)	[200-250]	200	250
Concentración (lbm/bbl)	[0.01 - 1]	0.01752	0.03505

Filtrado PPT Total (ml)			
Factores	Rango	Niveles	
Temperatura (°F)	[200-250]	200	250
Concentración (lbm/bbl)	[0.01 - 1]	0.01752	0.03505

Nota. En la anterior tabla, se precisa el rango y los niveles para cada factor del diseño factorial 2x2 que se le va a aplicar a las pruebas de filtrado del fluido de perforación correspondientemente.

Figura 7.

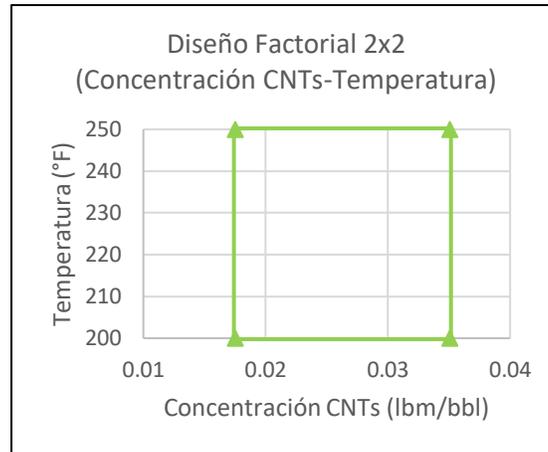
Arreglo factorial para la prueba de filtrado HTHP.



Nota. Conjunto de puntos experimentales posibles al combinar los niveles de cada factor.

Figura 8.

Arreglo factorial para la prueba de filtrado PPT.



Nota. Conjunto de puntos experimentales posibles al combinar los niveles de cada factor.

Finalmente, con el propósito de analizar el resultado de cada diseño factorial, se proponen las siguientes hipótesis nulas (H_0) e hipótesis alternativas (H_a), las cuales, respectivamente afirman que en primer lugar, el efecto de cada factor de forma independiente o la interacción de los mismos no es significativo estadísticamente hablando, o por el contrario, rechazando la hipótesis nula se compruebe que, si existe un efecto significativo en el contexto estadístico al analizar cada factor únicamente y/o su interacción conjunta, hipótesis alternativa.

$$H_0: \text{Efecto del factor temperatura (A)} = 0$$

$$H_a: \text{Efecto del factor temperatura (A)} \neq 0$$

$$H_0: \text{Efecto del factor concentración (B)} = 0$$

$$H_a: \text{Efecto del factor concentración (B)} \neq 0$$

$$H_0: \text{Efecto de la interacción entre factores (AB)} = 0$$

$$H_a: \text{Efecto de la interacción entre factores (AB)} \neq 0$$

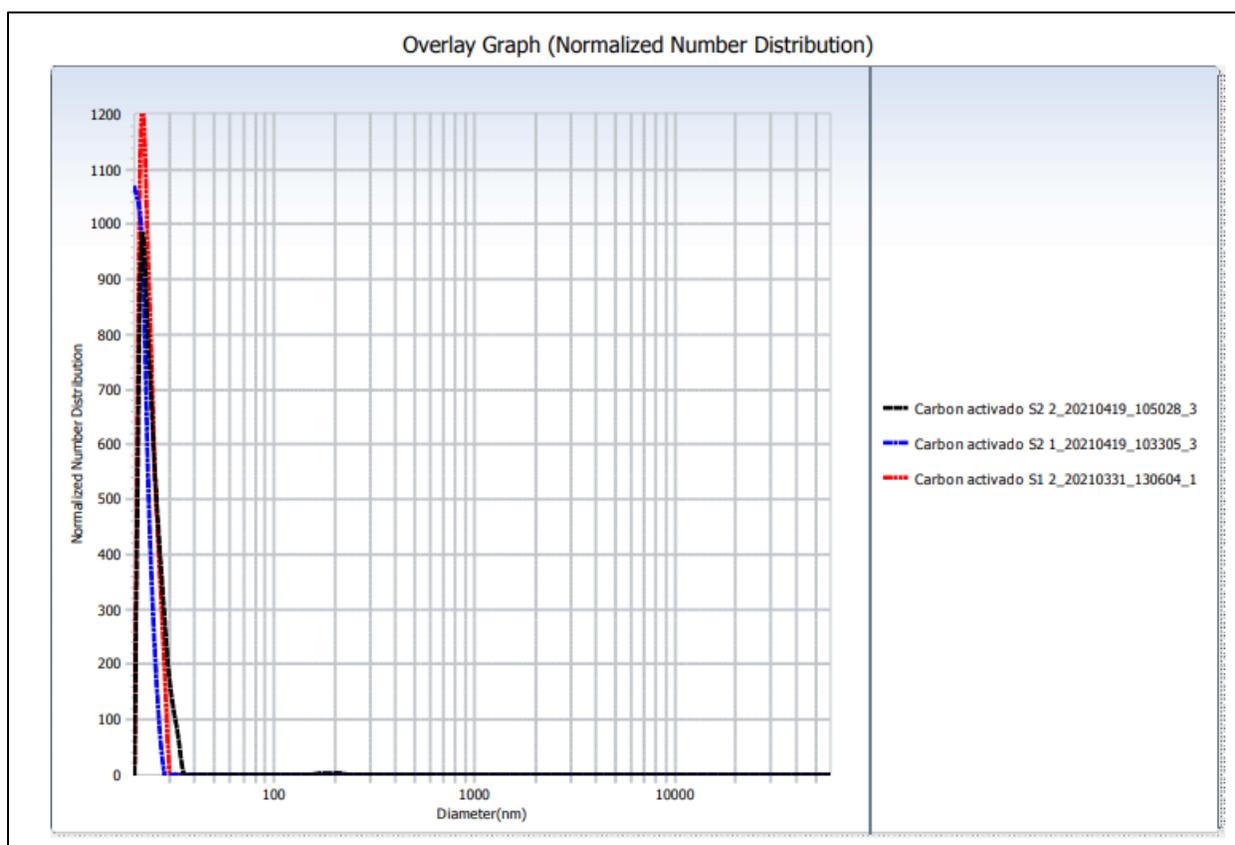
5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1. Síntesis y caracterización de nanomateriales

Para este trabajo, se sintetizó un único tipo de nanopartículas de carbono como se mostrará seguidamente.

Figura 9.

Caracterización DLS del nanomaterial.



Nota. En esta grafica se muestra el diámetro contra el número de distribución normalizada para tres repeticiones del nanomaterial obtenido.

La medida del diámetro hidrodinámico de las nanopartículas, adquirido mediante la técnica DLS (Dispersión dinámica de Luz), facilita el tener un acercamiento hacia el tamaño real de las partículas debido a que estos valores mostrados en la Tabla 5 se logran considerando las interacciones entre las partículas y el medio acuoso escogido para llevar a cabo la prueba. Es importante aclarar que el tamaño de las nanopartículas

puede variar debido al proceso de modificación de superficie, el cual, se relaciona cabalmente con las interacciones de cargas entre el material sólido que se quiere analizar, y el disolvente que será usado para la dispersión del mismo. Es por esta razón que, se eligió como fluido para dispersar los nanomateriales de carbono 1-Propanol (C_3H_8O), mas no agua desionizada quien es la que comúnmente se emplea para este tipo de técnica, ya que esto evita posibles aglomeraciones o fenómenos de agregación de las propias partículas.

Como tal, el decíl nueve es el más relevante a considerar puesto que este es quien indica el tamaño de las partículas que más se repite dentro de la muestra evaluada, más específicamente en un 90% de la cantidad total. No obstante, el efectuar dos repeticiones adicionales garantiza la veracidad de estos resultados y a su vez conlleva a poder estipular un valor promedio del diámetro de las nanopartículas final de 25.4 nanómetros.

Tabla 5.

Caracterización DLS del nanomaterial.

Compuesto	N° Réplica	PD	Dp 10% (nm)	Dp 50% (nm)	Dp 90% (nm)
Nanomaterial	1	0.962	21.7	22.8	27.5
	2	1.236	21.8	21.8	23.3
	3	0.898	21.7	22.2	25.3
Promedio		1.032	21.7	22.3	25.4

Nota. La anterior tabla refleja la distribución de diámetros de partícula del nanomaterial por cada repetición realizado y de acuerdo a los deciles 10, 50 y 90.

5.2. Caracterización del fluido de perforación base agua

Tabla 6.

Caracterización del fluido de perforación base agua.

Propiedades Básicas	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
Densidad (lb/gal)	9.5	9.5
pH	9.7	9.7

Propiedades Reológicas	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
θ 600 (RPM)	105	92
θ 300 (RPM)	73	62
θ 200 (RPM)	59	49
θ 100 (RPM)	41	34
θ 6 (RPM)	15	11
θ 3 (RPM)	13	9
GELES θ 3 (RPM) - 10 s	15	10
GELES θ 3 (RPM) - 10 min	34	28
GELES θ 3 (RPM) - 30 min	48	42
Viscosidad Plástica (T:120 °F) (cP)	32	30
Yield Point (T:120 °F) (lb/100 ft ²)	41	32
Yield Strength (T:120 °F) (lb/100 ft ²)	11	7
Pruebas de Filtrado	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
Filtrado API (T:27 °F; P:100 psi) (ml)	5.8	5.8
Filtrado HTHP (T:250 °F; ΔP:500 psi) (ml)	22	21
Filtrado PPT (T:250 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire		
Spurt Loss (ml)	2	2.5
Filtrado - 30 min (ml)	8.5	8
Filtrado Total (ml)	19	18.5

Nota. Esta tabla muestra los resultados antes y después de rolado de las propiedades básicas y reológicas, junto con las pruebas de filtrado, acorde a la formulación del fluido de perforación estipulada anteriormente.

La caracterización del fluido de perforación elaborado empezó con los resultados presentados en la Tabla 6, en la cual se puede observar que la densidad del mismo fue de 9.5, y la concentración iónica de hidrógeno de 9.7, tanto antes como después de rolado para cada una de estas propiedades básicas del lodo. Los equipos empleados a

los que competen dichos resultados son la *Balanza de lodos API* con previa presurización y el *Medidor electrónico de pH con electrodo de vidrio*.

Se determinaron además las propiedades reológicas del fluido de perforación base agua original mediante la metodología descrita con anterioridad, consiguiendo así pues los resultados correspondientes a la Tabla 6 medidos por medio del *Reómetro 8-Speed Viscometer Modelo 800-OFITE*. Con base en esta tabla entonces: la viscosidad plástica del fluido fue de 32 cp y 30 cp, el punto de cedencia 41 lb/100 ft² y 32 lb/100 ft², y el punto de fluidez 11 lb/100 ft² y 7 lb/100 ft², antes y después de rolado según el orden en que fueron nombrados cada valor. Por su parte, las resistencias o esfuerzos de geles fueron 15, 34 y 48 unidades Fann (Viscosímetro Fann o de indicación directa) antes de rolado, mientras que por el contrario después de rolado los valores fueron de 10, 28 y 42 unidades Fann; los resultados de los esfuerzos de gel se hallan tomando la lectura del propio al transcurrir 10 segundos, 10 minutos y 30 minutos sucesivamente.

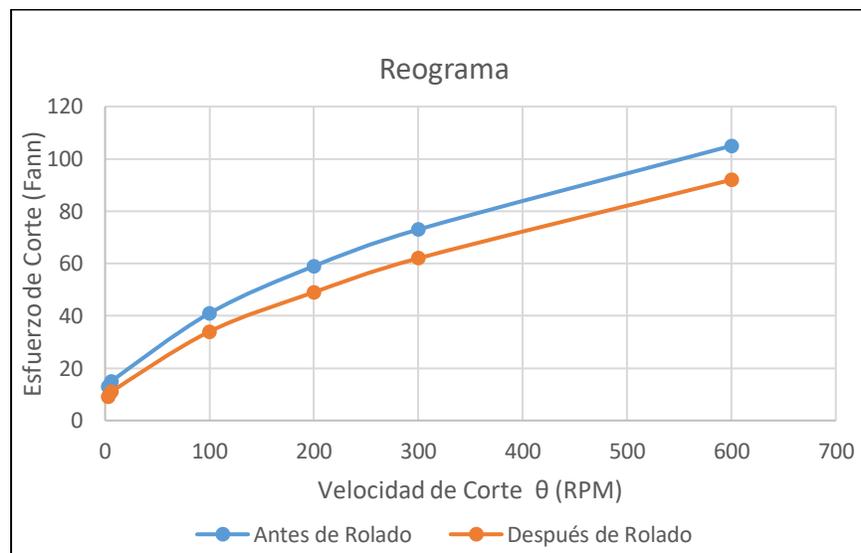
Adicionalmente, se llevaron a cabo las pruebas de filtrado API, la prueba a condiciones de alta presión y alta temperatura (HPHT), y la prueba de taponamiento de permeabilidad (PPT), teniendo en cuenta lo estipulado por la *Norma API 13B-1*, y a una temperatura de 250 °F. Para cada una, respectivamente, se evidenció un volumen de filtrado, antes de rolado de: 5.8 ml (1.66% del total de volumen sometido a la prueba API), 22 ml (12.57% del total de volumen sometido a la prueba HPHT) y 19 ml (5.94% del total de volumen sometido a la prueba PPT), mientras que después de rolado los valores dieron consecutivamente: 5.8 ml (1.66% del total de volumen sometido a la prueba API), 21 ml (12% del total del volumen sometido a la prueba HPHT) y 18.5 ml (5.78% del total de volumen sometido a la prueba PPT).

Es importante aclarar que, al referirse frente a cada prueba con una especificación tal y como lo es: *antes o después de rolado*, se pretende informar que al fluido de perforación se le realizaron las pruebas detalladas de ante mano con o sin el procedimiento adicional que a se ha estipulado según la norma; Al decir “Después de rolado”, significa básicamente que el lodo fue sometido en un *Horno Roller Oven OFITE*, dentro de unas celdas, a una temperatura estándar para pruebas de laboratorio que compete a 200 °F, y una agitación constante durante un tiempo de 16 horas. Lo anterior

se hace con el propósito de simular el proceso de circulación al que se enfrenta el fluido de perforación dentro de un pozo a escala industrial, debido a que, es claro que este lodo en la mayor parte de su trayecto se encontrará en estado dinámico o de movimiento gracias al bombeo del mismo desde la superficie hasta una profundidad estipulada, permitiéndole a su vez, ir cumpliendo más fácilmente algunas de sus funciones como la limpieza del hueco por medio de la suspensión de recortes. De este modo, es posible estimar o suponer, cuáles serán las propiedades fisicoquímicas, reológicas, y características de filtrado finales, que se le pueden atribuir al fluido de perforación respectivo una vez este ha retomado a superficie.

Figura 10.

Comportamiento reológico.



Nota. Gráfica de velocidad de corte vs. esfuerzo de corte antes y después de rolado del fluido de perforación base agua original.

Con la anterior Ilustración 10 se puede contemplar que el comportamiento del fluido formulado y elaborado en este proyecto, es característico de un fluido pseudoplástico (No Newtoniano), debido a que el esfuerzo presentó una disminución conforme también bajo la velocidad de corte. En este sentido, la viscosidad aparente medida gracias a la pendiente de la curva correspondiente a la siguiente función, *Esfuerzo de corte = f(Velocidad de corte)*, es alta para bajas velocidades y esfuerzos de

deformación, pero irá decreciendo conforme se va incrementando principalmente el esfuerzo de corte, hasta llegar a un punto donde se alcanzará un valor asintótico de viscosidad aparente constante [41] [42]. Como tal, el modelo reológico al cual se le atribuye este comportamiento es el *Modelo de Ley de Potencia*, ya que este suele ser usado para describir el flujo de fluidos de perforación pseudoplásticos suponiendo la existencia de una relación logarítmica entre el esfuerzo y la velocidad de corte.

Justamente en este reograma, se observa que el fluido exhibe una tensión de cedencia al encontrarse en un estado de quietud (Velocidad de corte nula), queriendo decir que, para que el fluido empiece a fluir este debe vencer cierto grado de resistencia interna como consecuencia de su propia composición.

5.3. Nanomateriales en las propiedades reológicas del fluido de perforación

Tabla 7.

Evaluación de las propiedades reológicas del fluido sin nanomateriales.

Propiedades Básicas	Réplica 1		Réplica 2	
	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
Densidad (lb/gal)	9.5	9.5	9.5	9.5
pH	9.7	9.7	9.7	9.8
Propiedades Reológicas	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
θ 600 (RPM)	105	92	115	90
θ 300 (RPM)	73	62	80	59
θ 200 (RPM)	59	49	65	47
θ 100 (RPM)	41	34	47	33
θ 6 (RPM)	15	11	17	11
θ 3 (RPM)	13	9	15	9
GELES θ 3 (RPM) - 10 s	15	10	16	10
GELES θ 3 (RPM) - 10 min	34	28	35	25
GELES θ 3 (RPM) - 30 min	48	42	49	40
Viscosidad Plástica (T:120 °F)(cP)	32	30	35	31
Yield Point (T:120 °F)(lb/100 ft ²)	41	32	45	28
Yield Strength (T:120 °F)(lb/100 ft ²)	11	7	13	7

Nota. Estos datos corresponden a una caracterización completa del fluido de perforación acorde al estudio, antes y después del proceso de rolado, y sin la incorporación de nanomateriales dentro de su formulación.

Tabla 8.

Evaluación de las propiedades reológicas del fluido de perforación con una concentración de nanomateriales de 50 ppm.

Propiedades Básicas	Réplica 1		Réplica 2	
	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
Densidad (lb/gal)	9.5	9.5	9.5	9.5
pH	9.8	9.7	9.7	9.8
Propiedades Reológicas	Réplica 1		Réplica 2	
	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
θ 600 (RPM)	110	89	114	91
θ 300 (RPM)	76	58	79	62
θ 200 (RPM)	62	44	64	46
θ 100 (RPM)	43	35	46	33
θ 6 (RPM)	16	12	16	13
θ 3 (RPM)	14	9	15	11
GELES θ 3 (RPM) - 10 s	15	12	15	11
GELES θ 3 (RPM) - 10 min	32	29	31	29
GELES θ 3 (RPM) - 30 min	43	38	38	40
Viscosidad Plástica (T:120 °F)(cP)	34	31	35	29
Yield Point (T:120 °F)(lb/100 ft ²)	42	27	44	33
Yield Strength (T:120 °F)(lb/100 ft ²)	12	6	14	9

Nota. Estos datos corresponden a una caracterización completa del fluido de perforación acorde al estudio, antes y después del proceso de rolado, pero esta vez con la incorporación de nanomateriales dentro de su formulación en una concentración de 50 ppm.

Tabla 9.

Evaluación de las propiedades reológicas del fluido de perforación con una concentración de nanomateriales de 100 ppm.

Propiedades Básicas	Réplica 1		Réplica 2	
	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
Densidad (lb/gal)	9.5	9.5	9.5	9.5
pH	9.7	10	9.8	9.7
Propiedades Reológicas	Réplica 1		Réplica 2	
	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
θ 600 (RPM)	89	78	100	83
θ 300 (RPM)	61	52	71	56
θ 200 (RPM)	50	42	57	43
θ 100 (RPM)	36	29	42	31
θ 6 (RPM)	13	9	16	9
θ 3 (RPM)	11	7	14	8
GELES θ 3 (RPM) - 10 s	14	9	15	8
GELES θ 3 (RPM) - 10 min	22	21	27	19
GELES θ 3 (RPM) - 30 min	26	29	34	27
Viscosidad Plástica (T:120 °F)(cP)	28	26	29	27
Yield Point (T:120 °F)(lb/100 ft ²)	33	26	42	29
Yield Strength (T:120 °F)(lb/100 ft ²)	9	5	12	7

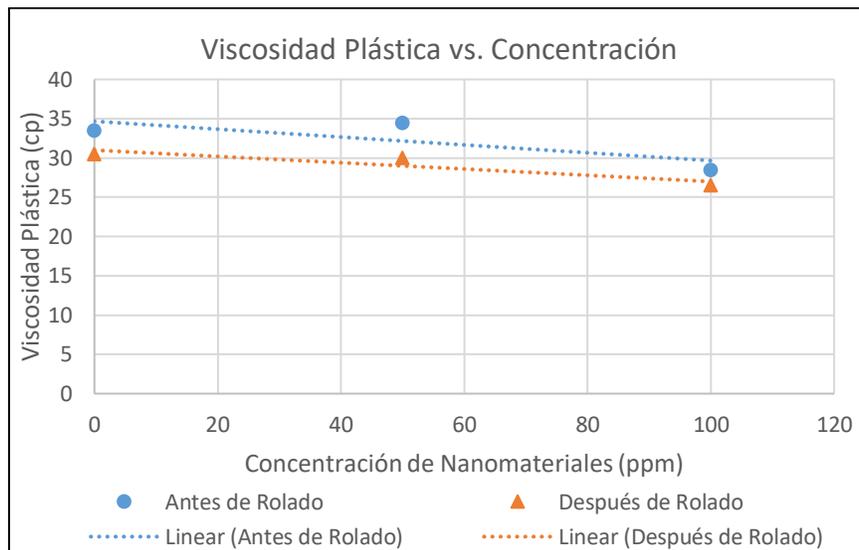
Nota. Estos datos corresponden a una caracterización completa del fluido de perforación acorde al estudio, antes y después del proceso de rolado, pero esta vez con la incorporación de nanomateriales dentro de su formulación en una concentración de 100 ppm.

Los resultados obtenidos de las propiedades básicas del fluido de acarreo que se presentan en la Tabla 8 y en la Tabla 9, comparado con los datos obtenidos en la evaluación del fluido original en la Tabla 7, permiten concluir que la adición de

nanomateriales no altera en gran medida la densidad, ni el pH, queriendo decir que este fluido de perforación base agua no afectaría la estabilidad del pozo por cambios de densidad, ni tampoco propiciará la posible floculación en el mismo por cambios de pH, que en consecuencia, podría incidir en la viscosidad y el cumplimiento de un objetivo propio del fluido que sería la limpieza del pozo.

Figura 11.

Efecto de la concentración de nanomateriales en la viscosidad plástica.



Nota. Es posible apreciar como varía la propiedad reológica viscosidad plástica del fluido de perforación a medida que se incrementa la concentración de nanomateriales a 50 ppm y 100 ppm, tanto antes como después de rolado.

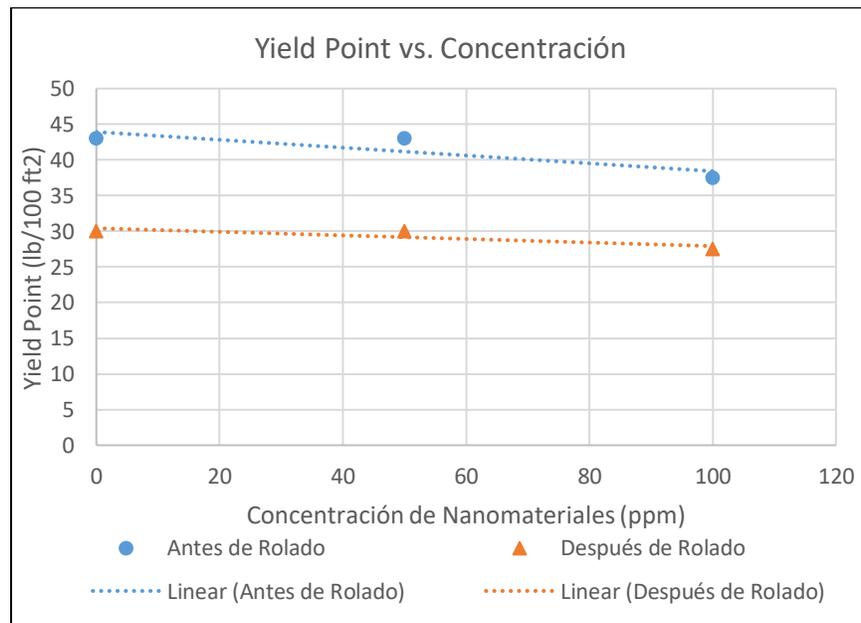
Evaluando las propiedades reológicas del fluido de perforación, al comenzar por el dato de la viscosidad plástica, el elevado valor inicial sin la adición de nanomateriales se le atribuye a la concentración y morfología de algunos sólidos añadidos deliberadamente como lo son; la Bentonita, el Pac LV, la Goma Xántica y la Barita principalmente, esto, gracias a que los aditivos poliméricos como la goma polisacárida (Goma Xántica), y la celulosa polianiónica (Pac LV), poseen pesos moleculares muy altos que en últimas, incidirán de un forma directamente proporcional sobre dicha propiedad

ya mencionada, y asimismo, las demás especies sólidas anteriormente nombradas, cuentan precisamente con la función de proporcionar y/o controlar la viscosidad del fluido de acarreo.

Luego de la mezcla de nanomateriales en el fluido de perforación base agua, se puede ver en la Ilustración 11 que con una concentración de 50 ppm la viscosidad plástica no es en gran medida afectada, pero por el contrario al incrementar la concentración de los nanomateriales 100 ppm, la tendencia lineal refleja una disminución. Como tal, este efecto del descenso de la viscosidad plástica se explicaría como consecuencia de que las partículas del nanomaterial interactúan fundamentalmente con las cadenas poliméricas presentes en el fluido, de tal modo que, provoque bien sea la ruptura de dichas cadenas o el desenrollamiento de las mismas.

Figura 12.

Efecto de la concentración de nanomateriales en el yield point.

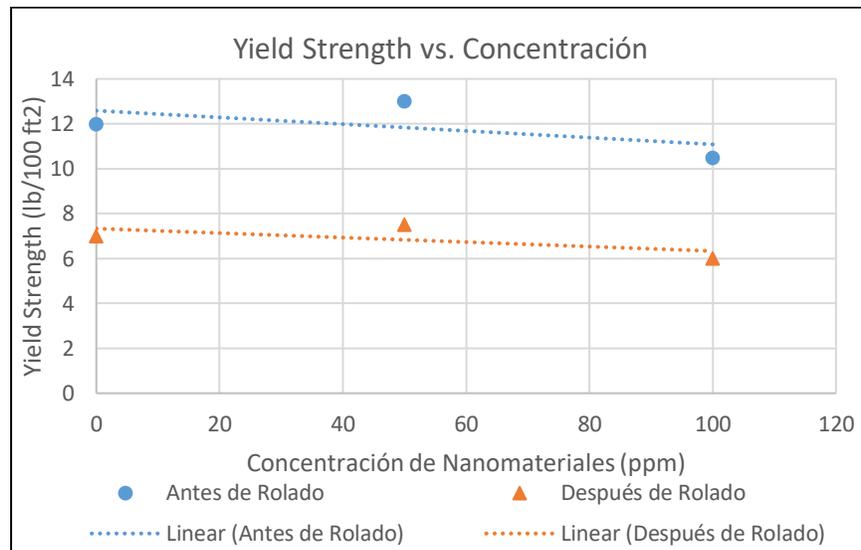


Nota. Es posible apreciar como varía la propiedad reológica yield point del fluido de perforación a medida que se incrementa la concentración de nanomateriales a 50 ppm y 100 ppm, tanto antes como después de rolado.

En relación con el yield point o punto de cedencia graficado en la Ilustración 12 conforme se agregó y estudió la concentración de nanomateriales en el fluido de perforación base agua, el que disminuya el valor de esta propiedad al incrementar la concentración a 100 ppm se da gracias a las siguientes circunstancias: la cantidad de sólidos junto con las cargas eléctricas asociadas con ellos, y también, a la concentración iónica de las sales contenidas en la fase fluida del lodo. Por consiguiente, este comportamiento se deberá al uso de la Bentonita, pues su naturaleza se destaca por la presencia de silicatos de aluminio y el uso del aditivo Goma Xántica, porque elementalmente su propósito es aumentar la viscosidad y al mismo tiempo optimizar el transporte y suspensión de los recortes de perforación.

Figura 13.

Efecto de la concentración de nanomateriales en el yield strength.

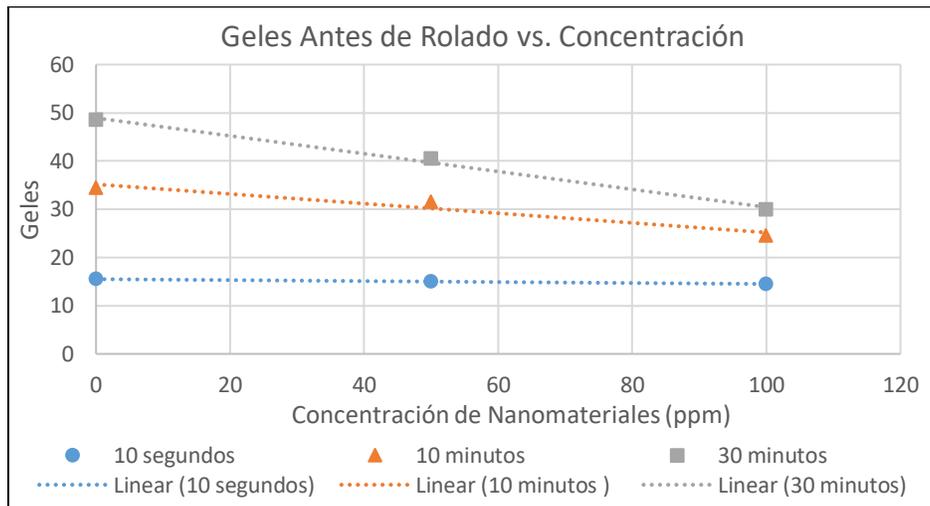


Nota. Es posible apreciar como varía la propiedad reológica yield strength del fluido de perforación a medida que se incrementa la concentración de nanomateriales a 50 ppm y 100 ppm, tanto antes como después de rolado.

En cuanto al yield strength o punto de fluidez (YS), de la Ilustración 13 es posible interpretar que la resistencia que tiene que vencer el lodo para volver a fluir luego de haberse encontrado en completo reposo, tiende a bajar al mismo tiempo que se agregan nanomateriales al fluido de perforación. En vista de ello, al igual que el análisis descrito para la viscosidad plástica, el posible desenrollamiento de los aditivos poliméricos y por ende la reducción de viscosidad, influye directamente de forma positiva en la capacidad del propio fluido para moverse libremente una vez se ha vencido cualquier resistencia tixotrópica (Esfuerzos de geles).

Figura 14.

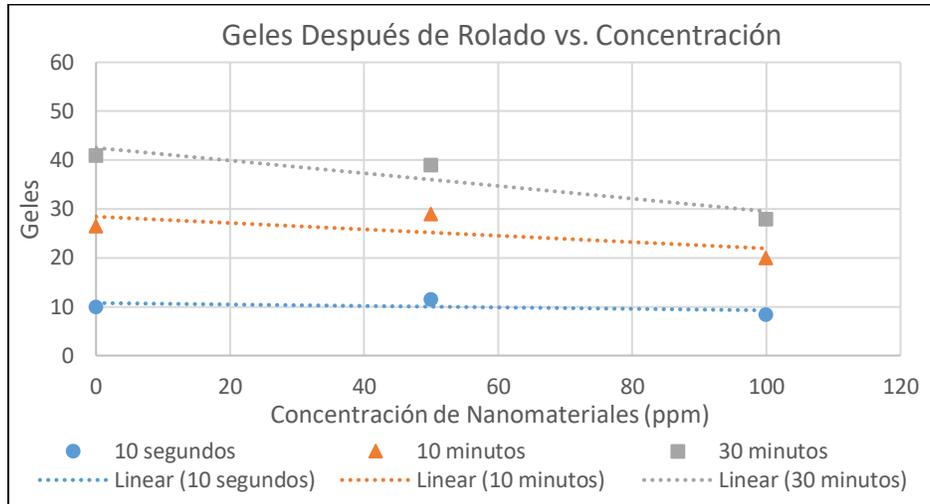
Efecto de la concentración de nanomateriales en los geles antes de rolar.



Nota. Es posible apreciar como varía el valor de los geles del fluido de perforación a medida que se incrementa la concentración de nanomateriales a 50 ppm y 100 ppm.

Figura 15.

Efecto de la concentración de nanomateriales en los geles después de rolar.



Nota. Es posible apreciar como varía el valor de los geles del fluido de perforación a medida que se incrementa la concentración de nanomateriales a 50 ppm y 100 ppm.

Para terminar, en lo que concierne a los esfuerzos de gel, si se categorizaran estos resultados según la literatura es válido argumentar la formación de un gel de tipo progresivo debido a que, existe un margen de diferencia considerable entre la lectura del gel pasado los 10 segundos y la lectura a los 10 minutos tanto antes como después de rolar, tal y como se muestra en las Ilustraciones 14 y 15. Ahora, a pesar de este comportamiento general, se infiere también de estas gráficas que a una concentración mayor de nanomateriales (100 ppm), dicha diferencia entre los geles tiende a disminuir al igual que el valor de cada uno de ellos, y por lo tanto, esta incidencia es correcto justificarla por medio de cualidades fisicoquímicas propias del producto sintetizado como por ejemplo lo es: una atracción magnética entre sus partículas, la cual casualmente, fue percibida de manera óptica entre la muestra empleada. Esto, como bien se explicó en la teoría, repercutirá en la atracción física y/o electroquímica de las partículas sólidas dispersas sobre la fase fluida, quienes por su parte determinarán que tan bien se suspenderán los recortes de perforación en un estado estático del fluido de acarreo. Por último, teniendo presente a I. Abdul Razak (2014) [4], se evidencia mediante este

proyecto también que, así sea mínima la concentración de nanomateriales dentro del fluido de acarreo, estos novedosos compuestos impactan de alguna u otra forma las propiedades reológicas del mismo, y por consiguiente, es relevante considerarlos al momento de escalar un estudio como estos al contexto industrial de perforación.

5.4. Diseños factoriales del volumen de filtrado

Tabla 10.

Evaluación de las pruebas de filtrado del fluido de perforación sin nanomateriales.

Pruebas de Filtrado	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
Filtrado API (T:77 °F; P:100 psi) (ml)	5.8	5.8
Filtrado HTHP (T:200 °F; ΔP:500 psi) (ml)	14	14
Filtrado PPT (T.200 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire		
Spurt Loss (ml)	1.5	2
Filtrado - 30 min (ml)	8.5	7.5
Filtrado Total (ml)	18.5	17

Pruebas de Filtrado	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
Filtrado API (T:77 °F; P:100 psi) (ml)	5.8	5.8
Filtrado HTHP (T:250 °F; ΔP:500 psi) (ml)	22	21
Filtrado PPT (T.250 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire		
Spurt Loss (ml)	2	2.5
Filtrado - 30 min (ml)	8.5	8
Filtrado Total (ml)	19	18.5

Nota. Esta tabla muestra los resultados antes y después de rolado de las pruebas de filtrado del fluido de perforación sin nanomateriales, variando únicamente en las pruebas HTHP y PPT, la temperatura de 200 °F a 250 °F

Tabla 11.

Evaluación de las pruebas de filtrado del fluido de perforación con una concentración de nanomateriales de 50 ppm.

Pruebas de Filtrado	Réplica 1		Réplica 2	
	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
	Filtrado API (T:77 °F; P:100 psi) (ml)	4.8	5.2	5.2
Filtrado HTHP (T:200 °F; ΔP:500 psi) (ml)	12	12	16	17
Filtrado PPT (T.200 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire				
Spurt Loss (ml)	1.5	1	1	1
Filtrado - 30 min (ml)	7.5	8	8	8
Filtrado Total (ml)	16.5	17	17	17

Pruebas de Filtrado	Antes de Rolado		Después de Rolado a 200 °F	
	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
	Filtrado API (T:77 °F; P:100 psi) (ml)	4.8	5.2	5.2
Filtrado HTHP (T:250 °F; ΔP:500 psi) (ml)	16	20	20	20
Filtrado PPT (T.250 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire				
Spurt Loss (ml)	1	2	2	2
Filtrado - 30 min (ml)	8	8	8.5	9
Filtrado Total (ml)	17	18	19	20

Nota. Esta tabla muestra los resultados antes y después de rolado de las pruebas de filtrado del fluido de perforación con la incorporación de nanomateriales en una concentración de 50 ppm, variando únicamente en las pruebas HTHP y PPT, la temperatura de 200 °F a 250 °F.

Tabla 12.

Evaluación de las pruebas de filtrado del fluido de perforación con una concentración de nanomateriales de 100 ppm.

Pruebas de Filtrado	Réplica 1		Réplica 2	
	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
Filtrado API (T:77 °F; P:100 psi) (ml)	5.6	5.8	5.4	5.6
Filtrado HTHP (T:200 °F; ΔP:500 psi) (ml)	10	11	8	10
Filtrado PPT (T:200 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire				
Spurt Loss (ml)	1.5	2.5	1.5	2.5
Filtrado - 30 min (ml)	7	7	6	7
Filtrado Total (ml)	15.5	16.5	13.5	16.5
Pruebas de Filtrado	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F	Antes de Rolado	Después de Rolado a 200 °F
Filtrado API (T:77 °F; P:100 psi) (ml)	5.6	5.8	5.4	5.6
Filtrado HTHP (T:250 °F; ΔP:500 psi) (ml)	20	20	18	18
Filtrado PPT (T:250 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire				
Spurt Loss (ml)	2	2.5	1	2.5
Filtrado - 30 min (ml)	8	8	7.5	7.5
Filtrado Total (ml)	18	18.5	16	17.5

Nota. Esta tabla muestra los resultados antes y después de rolado de las pruebas de filtrado del fluido de perforación con la incorporación de nanomateriales en una concentración de 100 ppm, variando únicamente en las pruebas HTHP y PPT, la temperatura de 200 °F a 250 °F.

Tabla 13.

Análisis de varianza del diseño factorial para la prueba de filtrado HPHT del fluido de perforación antes de rolado.

Análisis de Varianza					
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	3	124	41.333	8.27	0.034
Lineal	2	106	53	10.6	0.025
Temperatura (° F)	1	98	98	19.6	0.011
Concentración (ppm)	1	8	8	1.6	0.275
Interacciones de 2 términos	1	18	18	3.6	0.131
Temperatura (° F)*Concentración (ppm)	1	18	18	3.6	0.131
Error	4	20	5		
Total	7	144			

Nota. Estos resultados son de acuerdo al diseño factorial 2x2 para evaluar la incidencia estadística de los factores temperatura y concentración del nanomaterial frente al volumen de filtrado.

En la Tabla 13 se pueden observar los resultados provenientes del arreglo factorial calculados gracias al programa “*MiniTab Statistical Software*” mediante la técnica de análisis de varianza, la cual para un diseño factorial AxB con n réplicas, resulta de descomponer la variación total. Así pues, según lo anterior y teniendo en cuenta que inicialmente se estableció un porcentaje de significancia del 5% se deduce cada hipótesis nula de la siguiente manera:

- ♠ Comenzando por el factor A, quien hace referencia a la temperatura de operación a la cual se procedió a desarrollar la prueba de filtrado HPHT al fluido de perforación base agua, al considerar que el valor de la variable p que se obtuvo es menor al valor de significancia (α) preestablecido para el experimento: Valor $P=0.011 < \alpha=0.05$, esto quiere decir que se debe rechazar la hipótesis nula $H_{0(A)}$, quien precisamente indicaba que la variación de este factor no representaba una diferencia significativamente estadística en la variable de respuesta. En este orden de ideas, la hipótesis alternativa

$H_{A(A)}$, es la que se aprueba puesto que la comparación de las ya mencionadas variables lo que indican es que al cambiar el nivel del factor temperatura de 200 °C a 250 °C, si repercute en un efecto estadístico relevante a la hora de evaluar el volumen de filtrado del fluido de perforación base agua antes de rolado.

- ♣ Ahora bien, desde el otro punto de vista del diseño ligado específicamente a la concentración de nanomaterial en el fluido de perforación o también denominado factor B, y tomando como referencia las mismas variables para analizar, se establece que la hipótesis nula $H_{0(B)}$ es aprobada, debido a que, al ser mayor el valor de la variable p comparado con el valor de significancia: Valor $P=0.275 > \alpha=0.05$, da por entendido que el alterar la concentración del nanomaterial en sus niveles, por ejemplo de 50 ppm a 100 ppm en la formulación y elaboración del fluido de perforación base agua con el propósito de evaluar el volumen de filtrado que se consigue en la prueba HPHT antes de rolado, no tiene un efecto significativamente estadístico.
- ♣ Por último, estudiando los resultados de la Tabla 13 referente a la interacción entre los factores de temperatura y concentración sobre la variable de respuesta, notada anteriormente como AB, se puede afirmar que, la hipótesis nula $H_{0(AB)}$ en este caso es igualmente aprobada gracias a la siguiente relación: Valor $P=0.131 > \alpha=0.05$. De este modo, es válido asegurar que, el realizar cualquier posible combinación de los puntos experimentales reflejados en el arreglo factorial de la Ilustración 7, en la que se contemplan los niveles escogidos dentro del rango determinado para cada factor, y para la prueba de filtrado HPHT, no representa un efecto significativamente estadístico para la variable de respuesta que es el volumen de filtrado del fluido de perforación base agua antes de rolado.

Tabla 14.

Análisis de varianza del diseño factorial para la prueba de filtrado HPHT del fluido de perforación después de rolado.

Análisis de Varianza					
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	3	115	38,333	10,22	0,024
Lineal	2	110,5	55,25	14,73	0,014
Temperatura (° F)	1	98	98	26,13	0,007
Concentración (ppm)	1	12,5	12,5	3,33	0,142
Interacciones de 2 términos	1	4,5	4,5	1,2	0,335
Temperatura (° F)*Concentración (ppm)	1	4,5	4,5	1,2	0,335
Error	4	15	3,75		
Total	7	130			

Nota. Estos resultados son de acuerdo al diseño factorial 2x2 para evaluar la incidencia estadística de los factores temperatura y concentración del nanomaterial frente al volumen de filtrado.

En la Tabla 14 se pueden observar los resultados provenientes del arreglo factorial calculados gracias al programa “*MiniTab Statistical Software*” mediante la técnica de análisis de varianza, la cual para un diseño factorial $A \times B$ con n réplicas, resulta de descomponer la variación total. Así pues, según lo anterior y teniendo en cuenta que inicialmente se estableció un porcentaje de significancia del 5% se deduce cada hipótesis nula de la siguiente manera:

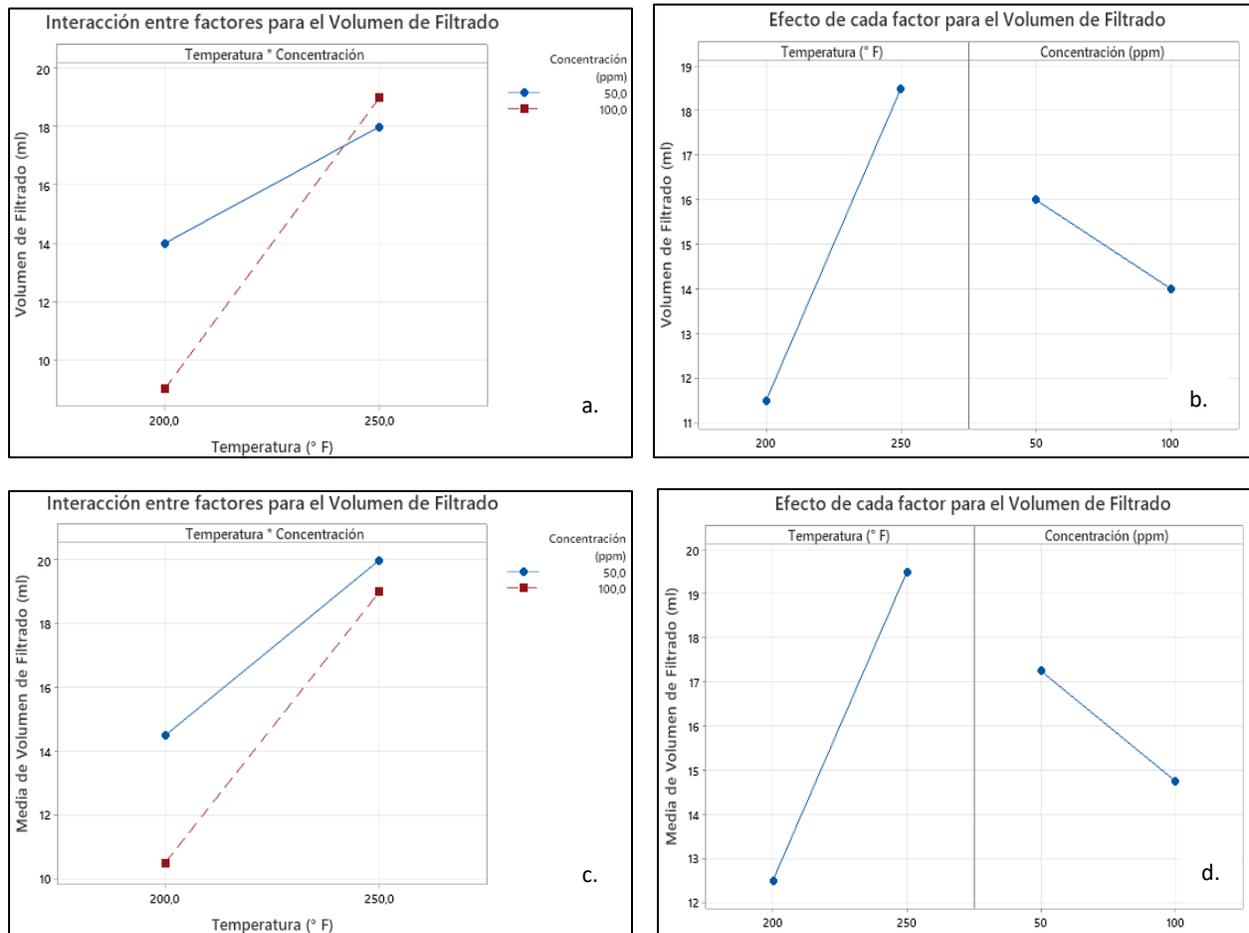
- ♠ En primer lugar, el factor A, quien hace referencia a la temperatura de operación a la cual se procedió a desarrollar la prueba de filtrado HPHT al fluido de perforación base agua, al considerar que el valor de la variable p que se obtuvo es menor al valor de significancia (α) preestablecido para el experimento: Valor $P=0.007 < \alpha=0.05$, esto quiere decir que se debe rechazar la hipótesis nula $H_{0(A)}$, quien precisamente indicaba que la variación de este factor no representaba una diferencia significativamente estadística en la variable de respuesta. En este orden de ideas, la hipótesis alternativa

$H_{A(A)}$, es la que se aprueba puesto que la comparación de las ya mencionadas variables lo que indican es que al cambiar el nivel del factor temperatura de 200 °C a 250 °C, si repercute en un efecto estadístico relevante a la hora de evaluar el volumen de filtrado del fluido de acarreo, pero después de rolado.

- ♣ En segundo lugar, evaluando la concentración de nanomaterial en el fluido de perforación o también denominado factor B, y tomando como referencia las mismas variables para analizar, se establece que la hipótesis nula $H_{0(B)}$ es aprobada, debido a que, al ser mayor el valor de la variable p comparado con el valor de significancia: Valor $P=0.142 > \alpha=0.05$, da por entendido que el alterar la concentración del nanomaterial en sus niveles, por ejemplo de 50 ppm a 100 ppm en la formulación y elaboración del fluido de perforación base agua con el propósito de evaluar el volumen de filtrado que se consigue en la prueba HPHT después de rolado, no tiene un efecto significativamente estadístico.
- ♣ Finalmente, estudiando los resultados de la Tabla 14 referente a la interacción entre los factores de temperatura y concentración sobre la variable de respuesta, notada anteriormente como AB, se puede afirmar que, la hipótesis nula $H_{0(AB)}$ en este caso es igualmente aprobada gracias a la siguiente relación: Valor $P=0.335 > \alpha=0.05$. De este modo, es válido asegurar que, el realizar cualquier posible combinación de los puntos experimentales reflejados en el arreglo factorial de la Ilustración 7, en la que se contemplan los niveles escogidos dentro del rango determinado para cada factor, y para la prueba de filtrado HPHT, no representa un efecto significativamente estadístico para la variable de respuesta que es el volumen de filtrado del fluido de perforación base agua después de rolado.

Figura 16.

Diseño factorial antes y después de rolado para la prueba de filtrado HPHT.



Nota. En la pasada ilustración se muestran cuatro gráficas correspondientes a los resultados del diseño factorial respecto al efecto de cada factor y la interacción entre los mismos sobre el volumen de filtrado: Para el caso a) y b) estas son antes de rolado, mientras que c) y d) corresponden a después de rolado, en la prueba HPHT.

Mediante los resultados presentados en la Ilustración 16 para la prueba de filtrado HPHT, las gráficas a) y c) permiten apreciar las diferencias que hay respecto al volumen de filtrado al variar los factores temperatura y concentración al tiempo, antes y después de rolado respectivamente, mientras que, las gráficas b) y d) muestran el efecto de cada factor de forma independiente sobre la misma variable de respuesta ya mencionada, del mismo modo antes y después de rolado en el orden que se presentan.

En este sentido, se puede apreciar que los mejores resultados del volumen de filtrado basado en la interacción entre factores (Gráfica a y c), son empleando una concentración de 100 ppm, y estipulando para la prueba de filtrado respectiva una condición de temperatura de 200 °F antes y después de rolado. Respecto a las dos gráficas restantes, se comprueba la premisa anteriormente nombrada, en la cual de forma independiente, igualmente los volúmenes de filtrado más bajos se consiguieron al trabajar bajo el valor de la variable de temperatura de 200 °F y para el caso de la concentración de 100 ppm, antes y después de rolado; Promediando los datos de cada experimento (Tabla 11 y Tabla 12), las diferencias más significativas corresponden al factor temperatura ya que primeramente, en la gráfica b, el volumen de filtrado del fluido de perforación base agua aumenta de 11.5 ml (200 °F), a 18.5 ml (250 °F), antes de rolado, y en segundo lugar, en la gráfica d, pasa de un valor de 12.5 ml (200 °F) a 19.5 ml (250 °F), después de rolado, reafirmando de esta manera lo analizado de antemano gracias a los diseños factoriales, donde se argumentaba específicamente que el factor más crítico e influyente era precisamente la temperatura.

Tabla 15.

Análisis de varianza del diseño factorial para la prueba de filtrado PPT del fluido de perforación antes de rolado.

Análisis de Varianza					
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	3	13,0937	4,3646	2,85	0,169
Lineal	2	12,3125	6,1563	4,02	0,11
Temperatura (° F)	1	7,0312	7,0312	4,59	0,099
Concentración (ppm)	1	5,2813	5,2813	3,45	0,137
Interacciones de 2 términos	1	0,7813	0,7813	0,51	0,515
Temperatura (° F)*Concentración (ppm)	1	0,7813	0,7813	0,51	0,515
Error	4	6,125	1,5313		
Total	7	19,2188			

Nota. Estos resultados son de acuerdo al diseño factorial 2x2 para evaluar la incidencia estadística de los factores temperatura y concentración del nanomaterial frente al volumen de filtrado.

En la Tabla 15 se pueden observar los resultados provenientes del arreglo factorial calculados gracias al programa “*MiniTab Statistical Software*” mediante la técnica de análisis de varianza, la cual para un diseño factorial $A \times B$ con n réplicas, resulta de descomponer la variación total. Así pues, según lo anterior y teniendo en cuenta que inicialmente se estableció un porcentaje de significancia del 5% se deduce cada hipótesis nula de la siguiente manera:

- ♠ Empezando por el factor A, quien hace referencia a la temperatura de operación a la cual se procedió a desarrollar la prueba de filtrado PPT al fluido de perforación base agua, al considerar que el valor de la variable p que se obtuvo es mayor al valor de significancia (α) preestablecido para el experimento: Valor $P=0.099 > \alpha=0.05$, esto quiere decir que se debe aprobar la hipótesis nula $H_{0(A)}$, quien precisamente señalaba que la variación de este factor no representaba una diferencia significativamente estadística en la variable de respuesta. En este sentido, el trabajar el nivel del factor

temperatura bien sea a 200 °C o a 250 °C, no repercute en un efecto estadístico relevante a la hora de evaluar el volumen de filtrado del fluido de perforación base agua antes de rolado para dicha prueba.

- ♣ Por su parte para el factor B, quien representa la concentración del nanomaterial en el fluido de perforación base agua, tomando como referencia las mismas variables del análisis de varianza, se establece que la hipótesis nula $H_{0(B)}$ es aprobada, debido también a que al ser mayor el valor de la variable p comparado con el valor de significancia: Valor $P=0.137 > \alpha=0.05$, da por entendido que el alterar la concentración del nanomaterial en sus niveles, para este contexto de 50 ppm a 100 ppm en la formulación y elaboración del fluido con el fin de evaluar el volumen de filtrado que se consigue en la prueba HPHT antes de rolado, no tiene un efecto significativamente estadístico.
- ♣ Estudiando los resultados de la Tabla 15 en cuanto a la interacción entre los factores de temperatura y concentración sobre la variable de respuesta, notada anteriormente como AB, se asevera que, la hipótesis nula $H_{0(AB)}$ en este caso es de la misma forma aprobada gracias a la siguiente relación: Valor $P=0.131 > \alpha=0.05$. Por consiguiente, es válido asegurar que, el realizar cualquier posible combinación de los puntos experimentales reflejados en el arreglo factorial de la Ilustración 8, en la que se contemplan los niveles escogidos dentro del rango determinado para cada factor, y para la prueba de filtrado PPT, no representa un efecto significativamente estadístico para la variable de respuesta que es el volumen de filtrado del fluido de perforación base agua antes de rolado.

Tabla 16.

Análisis de varianza del diseño factorial para la prueba de filtrado PPT del fluido de perforación después de rolado.

Análisis de Varianza					
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	3	7,375	2,4583	3,93	0,109
Lineal	2	7,25	3,625	5,8	0,066
Temperatura (° F)	1	6,125	6,125	9,8	0,035
Concentración (ppm)	1	1,125	1,125	1,8	0,251
Interacciones de 2 términos	1	0,125	0,125	0,2	0,678
Temperatura (° F)*Concentración (ppm)	1	0,125	0,125	0,2	0,678
Error	4	2,5	0,625		
Total	7	9,875			

Nota. Estos resultados son de acuerdo al diseño factorial 2x2 para evaluar la incidencia estadística de los factores temperatura y concentración del nanomaterial frente al volumen de filtrado.

En la Tabla 16 se pueden observar los resultados provenientes del arreglo factorial calculados gracias al programa “*MiniTab Statistical Software*” mediante la técnica de análisis de varianza, la cual para un diseño factorial AxB con n réplicas, resulta de descomponer la variación total. Así pues, según lo anterior y teniendo en cuenta que inicialmente se estableció un porcentaje de significancia del 5% se deduce cada hipótesis nula de la siguiente manera:

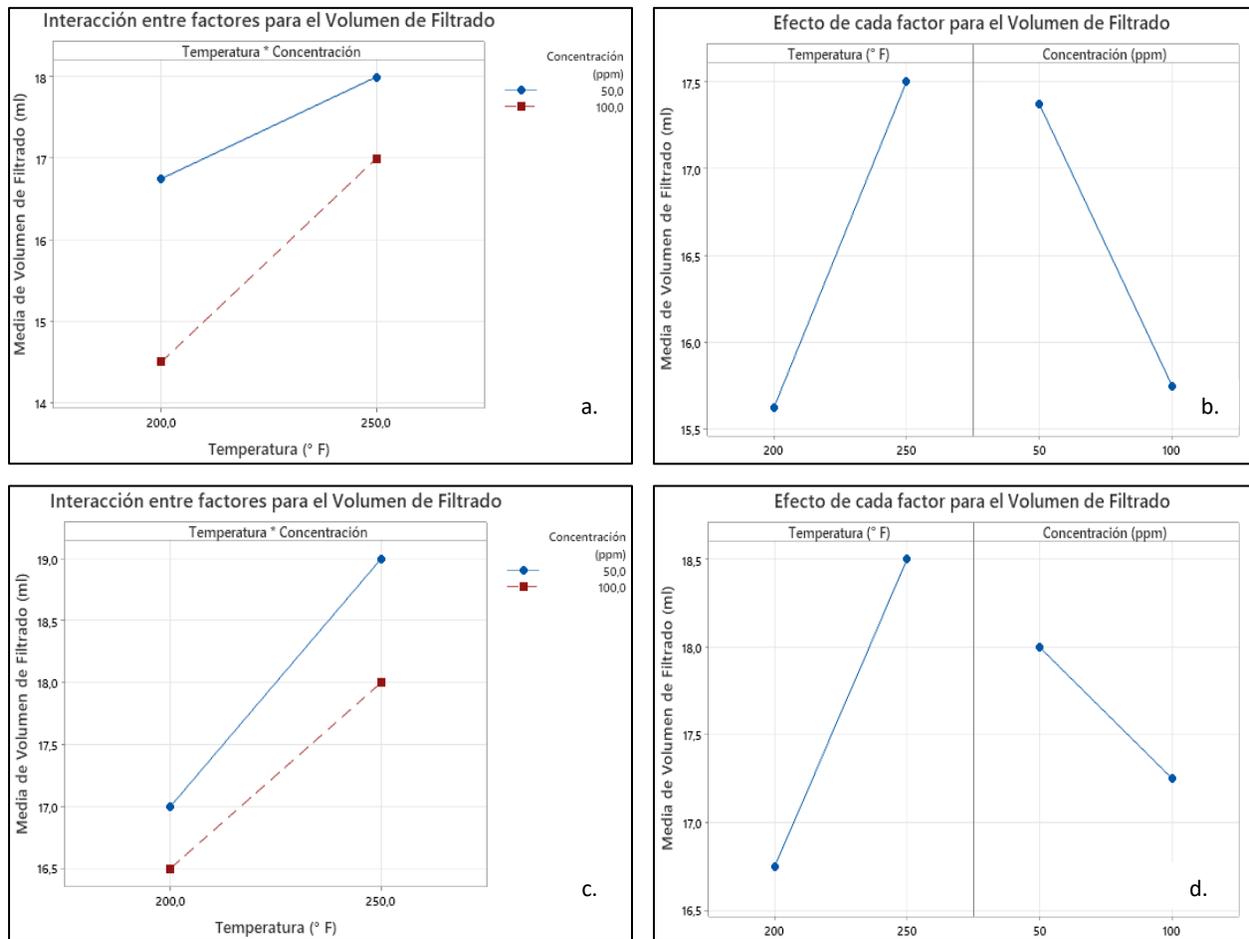
- ♠ Inicialmente, el factor A, quien hace referencia a la temperatura de operación a la cual se procedió a desarrollar la prueba de filtrado PPT al fluido de perforación base agua, al considerar que el valor de la variable p que se obtuvo es menor al valor de significancia (α) preestablecido para el experimento: Valor $P=0.035 < \alpha=0.05$, esto quiere decir que se debe rechazar la hipótesis nula propuesta $H_0(A)$, la cual da a entender que la variación de este factor no representaba una diferencia significativamente estadística en la variable de respuesta. A tal efecto, la hipótesis

alternativa $H_A (A)$, es la aprobada en vista de que, la comparación de las ya mencionadas variables revela que al cambiar el nivel del factor temperatura de 200 °C a 250 °C, si influye en un efecto estadístico importante a la hora de evaluar el volumen de filtrado del fluido de acarreo, pero después de rolado.

- ♠ En cambio, para la concentración de nanomaterial en el fluido de perforación o también denominado factor B, detallando las mismas variables analizadas anteriormente, se establece que la hipótesis nula $H_0 (B)$ es aprobada, debido a que, al ser mayor el valor de la variable p comparado con el valor de significancia: Valor $P=0.251 > \alpha=0.05$, da por entendido que el modificar la concentración del nanomaterial en sus niveles de 50 ppm a 100 ppm en la formulación y elaboración del fluido de perforación base agua con el propósito de evaluar el volumen de filtrado que se obtiene en la prueba PPT después de rolado, no tiene un efecto significativamente estadístico.
- ♠ Asimismo, sobre los resultados de la Tabla 16 en relación a la interacción entre los factores de temperatura y concentración sobre la variable de respuesta, notada anteriormente como AB, es posible asegurar que, la hipótesis nula $H_0 (AB)$ es aprobada gracias a la siguiente relación: Valor $P=0.335 > \alpha=0.05$. Por lo tanto, el realizar cualquier posible combinación de los puntos experimentales reflejados en el arreglo factorial de la Ilustración 8, en la que se contemplan los niveles escogidos dentro del rango determinado para cada factor, y para la prueba de filtrado PPT, no representa un efecto significativamente estadístico para la variable de respuesta que es el volumen de filtrado del fluido de perforación base agua después de rolado.

Figura 17.

Diseño factorial antes y después de rolado para la prueba de filtrado PPT.



Nota. En la pasada ilustración se muestran cuatro gráficas correspondientes a los resultados del diseño factorial respecto al efecto de cada factor y la interacción entre los mismos sobre el volumen de filtrado: Para el caso a) y b) estas son antes de rolado, mientras que c) y d) corresponden a después de rolado, en la prueba PPT.

Contemplando los resultados mostrados en la Ilustración 17 para la prueba de filtrado PPT, las gráficas a) y c) permiten apreciar las diferencias que hay respecto al volumen de filtrado al variar los factores temperatura y concentración al tiempo, antes y después de rolado respectivamente, mientras que, las gráficas b) y d) muestran el efecto de cada factor de forma independiente sobre la misma variable de respuesta ya mencionada, del mismo modo antes y después de rolado en el orden que se presentan.

Conjuntamente con lo expresado en la discusión de los resultados que se reflejan en la Ilustración 16 y en la Ilustración 17 no hay gran ambigüedad frente al entendimiento e interpretación de los resultados, gracias a que se reafirma el concepto de que, según la interacción de factores y del mismo modo tomando a consideración cada uno de forma autónoma, los mejores niveles de los factores de temperatura y concentración para lograr un menor volumen de filtrado son respectivamente 200 °F y 100 ppm, tanto antes como después de rolado. Esencialmente, aunque la temperatura sigue siendo el factor más relevante a la hora de afectar el volumen de filtrado, el comportamiento de la variable de concentración de nanomateriales en el fluido de acarreo también da paso para identificar que conforme esta se aumentó, se presentaron mejores resultados para la variable de respuesta del diseño factorial; Las gráficas correspondientes a la prueba PPT, muestran que al promediar los valores de la Tabla 11 y la Tabla 12, antes de rolado (Gráfica b), el volumen de filtrado disminuyó de 17.38 ml (50 ppm), a 15.75 ml (100 ppm), por otro lado al rolar el lodo (Gráfica d), la variación fue de 18 ml (50 ppm) a 17.25 ml (100 ppm), así pues, aunque exista una desigualdad al emplear distintas concentraciones, es posible apreciar que las diferencias no son tan amplias o significativas, tal y como lo refleja el análisis estadístico de varianza efectuado mediante cada uno de los diseños factoriales 2x2.

Tabla 17.*Resumen del análisis de varianza.*

Análisis de Varianza Resumen						
Variables	Valor P - Prueba HTHP		Valor P - Prueba PPT		*% α	Conclusiones
	Antes de Rolar	Después de Rolado	Antes de Rolar	Después de Rolado		
Temperatura. (°F)	0.011	0.007	0.099	0.035	5%	Valor P < 0.05
Concentración (ppm)	0.275	0.142	0.137	0.251		Se aprueba la Hipótesis Nula
Temperatura. (°F) y Concentración (ppm)	0.131	0.335	0.515	0.678		Valor P > 0.05
						Se rechaza la Hipótesis Nula

* Porcentaje de significancia (α).

Nota. En esta tabla se muestra el resumen del análisis de varianza de los diseños factoriales para las pruebas HTHP y PPT con la interpretación estadística del valor p con respecto a la variable α .

A continuación, en la Tabla 18 y la Tabla 19 se exponen los porcentajes de reducción para cada prueba de filtrado de los cuales, el mayor porcentaje de reducción para cada prueba de filtrado fueron los siguientes: En el caso de la prueba API, estos corresponden a 13.79% antes de rolado y 8.62% después de rolado, ambos con una concentración de 50 ppm de nanomateriales, en cambio para la prueba HPHT, los mejores resultados se le atribuyen a una concentración de 100 ppm dando por ende 35.71% antes de rolado mientras que después de rolado dio 25%, los dos a 200 °F, finalmente en lo que respecta a la prueba PPT, los menores volúmenes de filtrado se le asignan también a una concentración de 100 ppm y una temperatura de 200 °F, obteniendo por consiguiente una reducción del 21.62% y 2.94%, antes y después de rolado respectivamente.

Un mayor volumen de filtrado del fluido de perforación base agua comparando la prueba PPT con la prueba HPHT a 200 °F, y a su vez un menor porcentaje de reducción teniendo como punto de partida el fluido original, se le atribuye al uso de los discos de 12 micrones de mercurio junto con 5 micrones de aire, gracias a que su principal función es la de simular el tamaño de la garganta poral de la roca. Sin embargo, para una condición de temperatura mayor, como lo es 250 °F, el volumen de filtrado es elevado, independiente de la prueba.

Tabla 18.

Comparación del volumen de filtrado con la adición en distintas concentraciones de nanomateriales (Pruebas HPHT y PPT a 200 °F).

Pruebas de Filtrado	Original (SIN Nanomaterial)	Experimento (50 ppm de Nanomaterial)	Experimento (100 ppm de Nanomaterial)
	Antes de Rolado		
Filtrado API (T:77 °F; ΔP:100 psi)(ml)	5,80	5,00	5,50
% Reducción	-	13,79%	5,17%
Filtrado HTHP (T:200 °F; ΔP:500 psi) (ml)	14,00	14,00	9,00
% Reducción	-	0,00%	35,71%
Filtrado PPT (T.200 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire			
Spurt Loss (ml)	1,50	1,25	1,50
Filtrado - 30 min (ml)	8,50	7,75	6,50
Filtrado Total (ml)	18,50	16,75	14,50
%Reducción	-	9,46%	21,62%

	Después de Rolado		
Filtrado API (T:77 °F; ΔP:100 psi)			
(ml)	5,80	5,30	5,70
% Reducción	-	8,62%	1,72%
Filtrado HTHP (T:200 °F; ΔP:500 psi)			
(ml)	14,00	14,50	10,50
% Reducción	-	-3,57%	25,00%
Filtrado PPT (T.200 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire			
Spurt Loss (ml)	2,00	1,00	2,50
Filtrado - 30 min (ml)	7,50	8,00	7,00
Filtrado Total (ml)	17,00	17,00	16,50
%Reducción	-	0,00%	2,94%

Nota. En esta tabla se encuentra el volumen de filtrado del fluido de perforación en presencia de nanomateriales registrado para la prueba API, y las pruebas HPHT y PPT a una temperatura de 200 °F, junto con el porcentaje de reducción estimado al tener presente el mismo lodo pero sin la incorporación de nanomateriales.

Tabla 19.

Comparación del volumen de filtrado con la adición en distintas concentraciones de nanomateriales (Pruebas HPHT y PPT a 250 °F).

Pruebas de Filtrado	Original (SIN Nanomaterial)	Experimento (50 ppm de Nanomaterial)	Experimento (100 ppm de Nanomaterial)
	Antes de Rolado		
Filtrado API (T:77 °F; ΔP:100 psi) (ml)	5,80	5,00	5,50
% Reducción	-	13,79%	5,17%
Filtrado HTHP (T:250 °F; ΔP:500 psi) (ml)	22,00	18,00	19,00
% Reducción	-	18,18%	13,64%
Filtrado PPT (T.250 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire			
Spurt Loss (ml)	2,00	1,50	1,50
Filtrado - 30 min (ml)	8,50	8,25	7,75
Filtrado Total (ml)	19,00	18,00	17,00
%Reducción	-	5,26%	10,53%

	Después de Rolado		
Filtrado API (T:77 °F; ΔP:100 psi) (ml)	5,80	5,30	5,70
% Reducción	-	8,62%	1,72%
Filtrado HTHP (T:250 °F; ΔP:500 psi) (ml)	21,00	20,00	19,00
% Reducción	-	4,76%	9,52%
Filtrado PPT (T.250 °F; ΔP:1000 psi), Disco de 12 micrones al mercurio - 5 micrones al aire			
Spurt Loss (ml)	2,50	2,00	2,50
Filtrado - 30 min (ml)	8,00	8,50	7,75
Filtrado Total (ml)	18,50	19,00	18,00
%Reducción	-	-2,70%	2,70%

Nota. En esta tabla se encuentra el volumen de filtrado del fluido de perforación en presencia de nanomateriales registrado para la prueba API, y las pruebas HPHT y PPT a una temperatura de 250 °F, junto con el porcentaje de reducción estimado al tener presente el mismo lodo pero sin la incorporación de nanomateriales.

Para terminar, mediante cada uno de estos diseños factoriales y discusión de resultados, se evidencia al igual que O. Mahmoud (2018), hubo una mejora en las propiedades de filtrado de un fluido de acarreo en presencia de aditivos poliméricos, a su vez teniendo en cuenta a M. B. Pranav Kumar (2020), que el uso de nanomateriales reducen el volumen del filtrado en la prueba API, y por último considerando los antecedentes de A. H. Salih (2016), L. M. Valencia Quiceno (2019) y A. S. Izwan Ismail (2020), se comprobó que el uso de nanomateriales en la formulación de un fluido de perforación genera un mejor control de pérdida de la base del propio lodo tanto a baja presión y baja temperatura, como a una condiciones mucho más exigentes, incluyendo el procedimiento de rolado, además, se verifica de la misma manera que a bajas proporciones de nanomateriales se favorece definitivamente esta condición o problemática innata del fluido en la ingeniería de perforación [11] [43] [44] [45] [46].

6. CONCLUSIONES

Evaluando la pérdida de filtrado, se corroboró que gracias a la adición de nanomateriales se logra un porcentaje de reducción en la mayoría de las pruebas de filtrado que establece la norma API 13B-1. Sin embargo, basado en el diseño experimental, se concluye que la variable más influyente sobre el volumen de filtrado es la Temperatura, ya que el valor arrojado por el análisis de varianza para la mayoría de las pruebas HTHP y PPT antes y después de rolado, da menor al valor del porcentaje significancia (α), preestablecido en la metodología del proyecto, queriendo decir que, se aprueba la hipótesis alternativa para este factor la cual afirma que si existe un efecto significativamente estadístico sobre la variable de respuesta que para nuestro caso es el volumen de filtrado. Por su parte, al estudiar el otro factor que es la concentración de nanomateriales, y además, la interacción entre las variables independientes ya mencionados, según este mismo análisis de la variable p comparado con α y tomando como base nuevamente las hipótesis planteadas, al ser mayor el valor de la variable p , nos damos cuenta que la hipótesis nula para dichos casos es aprobada, comprobando a nivel estadístico que no tienen efecto sobre el volumen de filtrado.

En el análisis de las propiedades reológicas del fluido de perforación base con nanomateriales, se observó que hubo una reducción de las principales propiedades al adicionar el nanomaterial a concentración de 100ppm, reafirmando que este compuesto sintetizado afecta los aditivos poliméricos y con ello la viscosidad plástica, además, de la capacidad del propio fluido para suspender los recortes tanto en estado dinámico como en estado estático. Por otro lado, se observó que al manejar una concentración más baja de nanomateriales (50ppm) no hubo un cambio en las propiedades reológicas.

Se comprobó que este tipo de material polimérico (PET) abre un nuevo camino en la formación de estructuras carbonáceas, demostrando ser fuentes de carbonos para generar nanomateriales a partir del método de deposición química de vapor. Además, mediante la caracterización DLS se halló que el diámetro del nanomaterial obtenido oscila entre un rango de 21.7 nm a 25.4 nm.

Según la Ilustración 9, teniendo en cuenta que el número de picos reflejados en la curva de cada réplica analizada indica si la muestra es polidispersa, para este caso al presentar un solo pico, esto identifica la muestra caracterizada como monodispersa, lo cual significa, una única presencia de nanomaterial o compuesto carbonáceo sin algún tipo de impureza. Por otro lado, a partir de la anchura de la misma gráfica, también es válido inferir que al no haber sesgo de los tamaños (Diámetro Hidrodinámico), del nanomaterial evaluado, esto refleja precisamente una curva angosta, corroborándose igualmente gracias al valor en la Tabla 5 de la variable PD (Dispersión de datos), al presentar valores cercanos a la unidad. Todo lo anterior, da aval para justificar la veracidad de dichos resultados.

Los nanomateriales elaborados y empleados para este estudio se pueden considerar con una buena resistencia térmica puesto que, a unas condiciones de 200 °F y 250 °F, que fueron los niveles a los cuales se llevaron a cabo algunas pruebas de filtrado, es posible identificar que estos aun representan un efecto de reducción en la mayoría de las réplicas realizadas para la variable de interés que fue el volumen de filtrado, tal y como se muestra en las Tablas 18 y 19.

Se llevaron a cabo las pruebas básicas, pruebas de reología y pruebas de filtrado, estas últimas a una temperatura de 250 °F, sin adición de nanomateriales con el fin de caracterizar el fluido de perforación base agua y así obtener un blanco para poder comparar posteriormente los resultados al adicionar los nanomateriales en la misma formulación.

Aunque los diseños factoriales 2^k , donde K es igual a 2 (Dos factores, cada uno con dos niveles), no pueden explorar completamente una amplia región del espacio de las variables independientes que se pretenden evaluar, en nuestro caso temperatura y concentración, sí proporciona en últimas información relevante para identificar tendencias y ser un punto de partida para desarrollar experimentos adicionales o más completos, sin importar el número relativamente bajo de corridas por cada factor que por lo general lo identifican. En este sentido, se escogió este tipo de diseño identificando en

un principio el número de factores que serían de nuestro interés, el número de corridas que podían ser llevadas a cabo, la disponibilidad de recursos, instalaciones y tiempo, y finalmente establecer un orden secuencial para el estudio de tal modo que, al obtener buenos resultados, tal y como se logró, se pueda proseguir con un diseño posteriormente de mayor magnitud. No se tuvo a consideración el “*Diseño Plackett-Burman*”, sencillamente porque se considera relevante la interacción entre factores debido a la influencia que puede tener la temperatura sobre la funcionalidad de las estructuras nanométricas carbonáceas y su estabilidad respecto a las propiedades fisicoquímicas.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] P. K. Tripathi, S. Durbach, and N. J. Coville, "Synthesis of Multi-Walled carbon nanotubes from plastic waste using a Stainless-Steel CVD reactor as catalyst," *Nanomaterials*, vol. 7, no. 10, 2017, doi: 10.3390/nano7100284.
- [2] A. Bazargan and G. McKay, "A review - Synthesis of carbon nanotubes from plastic wastes," *Chem. Eng. J.*, vol. 195–196, pp. 377–391, 2012, doi: 10.1016/j.cej.2012.03.077.
- [3] Greenpeace, "Colombia, mejor sin plásticos," *Campaña Plásticos*, p. 10, 2018, [Online]. Available: http://greenpeace.co/pdf/reporte_plasticos.pdf.
- [4] A. R. Ismail, N. M. Rashid, M. Z. Jaafar, W. R. W. Sulaiman, and N. A. Buang, "Effect of Nanomaterial on the Rheology of Drilling Fluids," *J. Appl. Sci.*, vol. 14, no. 11, pp. 1192–1197, 2014, doi: 10.3923/jas.2014.1192.1197.
- [5] Jaime Gutierrez R, "Perforación de Pozos Petroleros," p. 19, 2014, [Online]. Available: <https://es.slideshare.net/Jiimyneox/perforacion-de-pozos-petroleros>.
- [6] K. P. Hoelscher, G. De Stefano, M. Riley, and S. Young, "Application of nanotechnology in drilling fluids," *Soc. Pet. Eng. - SPE Int. Oilf. Nanotechnol. Conf.* 2012, no. June, pp. 297–303, 2012, doi: 10.2118/157031-ms.
- [7] Z. Vryzas and V. C. Kelessidis, "Nano-based drilling fluids: A review," *Energies*, vol. 10, no. 4, 2017, doi: 10.3390/en10040540.
- [8] Liming Dai. 2006. "Carbon Nanotechnology: Recent Development in Chemistry, Physics, Materials Science and Device Applications", 1st Edition. [Online]. Available: <https://www.elsevier.com/books/carbon-nanotechnology/dai/978-0-444-51855-2>.
- [9] J. A. Ali, A. M. Kalhury, A. N. Sabir, R. N. Ahmed, N. H. Ali, and A. D. Abdullah, "A state-of-the-art review of the application of nanotechnology in the oil and gas industry with a focus on drilling engineering," *J. Pet. Sci. Eng.*, vol. 191, no. March, p. 107118, 2020, doi: 10.1016/j.petrol.2020.107118.
- [10] A. Kanjirakat, A. Carvero, R. Sadr, M. Amani, M. E. Program, and P. E. Program, "Influence of CNT-Nanoparticles in the Filtrate Characteristics and Filtrer Cake

Formation of a Water-Based Drilling Fluid,” pp. 247–252, 2020, [Online]. Available: http://dl.astfe.org/download/article/491e7f8e674a264f/ASFTE_2020_Nov_27_after_review_mofification-32112-2_N.pdf.

- [11] L. M. Valencia Quintero, “Efecto de la distribución del tamaño de partículas a escala nanométrica en los fluidos de perforación base agua: Reducción del filtrado y espesor del revoque.” Universidad Nacional de Colombia, Medellín-Colombia, 2019, [Online]. Available: <https://repositorio.unal.edu.co/bitstream/handle/unal/76524/32299561.2019.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.
- [12] A. I. El-Diasty and A. M. Salem Ragab, “Applications of nanotechnology in the Oil & Gas industry: Latest trends worldwide & future challenges in Egypt,” Soc. Pet. Eng. - North Africa Tech. Conf. Exhib. 2013, NATC 2013, vol. 2, no. February 2015, pp. 1036–1048, 2013, doi: 10.2118/164716-ms.
- [13] Á. Camacho et al., “Definición de Nanomateriales para Colombia,” Rev. Colomb. Quim., vol. 45, no. 1, pp. 15–20, 2016, doi: 10.15446/rev.colomb.quim.v45n1.58955.
- [14] R. R. B. Quintana, G. I. R. Villegas, A. M. M. Wilson, and R. R. S. Mundo, “Nanotubos de carbono y bionanotecnología,” Interciencia Rev. Cienc. y Tecnol. América, vol. 33, no. 5, pp. 331–336, 2008, [Online]. Available: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0378-18442008000500005.
- [15] J. D. Orellana Calle, “Estado del Arte: Nanotubos de Carbono.” Universidad Politécnica Salesiana, Cuenca-Ecuador, pp. 1–10, 2012, [Online]. Available: https://www.academia.edu/5886593/Estado_del_Arte_Nanotubos_de_Carbono_publicacion.
- [16] N. A. Arnaiz, “*Reciclaje de polímeros mediante la producción de materiales de alto valor añadido.*” Universidad de Alicante, Alicante, [Online]. Available: <http://rua.ua.es/dspace/handle/10045/46553>.

- [17] A. Magrez, J. W. Seo, R. Smajda, M. Mionić, and L. Forró, “Catalytic CVD synthesis of carbon nanotubes: Towards high yield and low temperature growth,” *Materials (Basel)*, vol. 3, no. 11, pp. 4871–4891, 2010, doi: 10.3390/ma3114871.
- [18] A. R. Harutyunyan, “The catalyst for growing single-walled carbon nanotubes by catalytic chemical vapor deposition method,” *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 9, no. 4, pp. 2480–2495, 2009, doi: 10.1166/jnn.2009.1297.
- [19] L. F. Giraldo and B. L. López, “Synthesis and functionalization of silicate and carbon nanotubes,” *Chem. Phys.*, no. 36, pp. 777–781, 2007.
- [20] M. Kumar and Y. Ando, “Chemical vapor deposition of carbon nanotubes: A review on growth mechanism and mass production,” *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 10, no. 6, pp. 3739–3758, 2010, doi: 10.1166/jnn.2010.2939.
- [21] “Dynamic Light scattering (DLS). Microtrac MRB. Available: https://www.microtrac.com/products/particle-size-shape-analysis/dynamic-light-scattering-zeta-potential/?gclid=Cj0KCQjwwLKFBhDPARIsAPzPiJoQsU0kIOsQGjh5_5BukLxink5wYw9iE441_IsKISjo6F2WCAgNJkaAi7HEALw_wcB.
- [22] E. Casanova, “Estudio experimental y teórico de nanotubos de carbono de,” *Cent. Investig. en Mater. Av.*, vol. 1, pp. 1–14, 2013.
- [23] L. J. Giraldo, “Diseño y Evaluación de Nanomateriales tipo Janus para Aplicaciones en Procesos de Recobro Químico Mejorado (EOR).” Universidad Nacional de Colombia, Medellín-Colombia, 2019, [Online]. Available: <https://repositorio.unal.edu.co/bitstream/handle/unal/76056/1122136538.2019.pdf.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.
- [24] S. M. Garcia, “Inhibición del daño de formación por precipitación de asfaltenos en la zona cercana al pozo, mediante el uso de nanopartículas de sílice en el fluido de perforación.” Universidad Nacional de Colombia, Medellín-Colombia, 2020, [Online]. Available:

<https://repositorio.unal.edu.co/bitstream/handle/unal/78646/1036632342.2020.pdf?sequence=4&isAllowed=y>

- [25] J. G. Hachi Quintana and J. D. Rodríguez Mejía, “Estudio De Factibilidad Para Reciclar Envases Plásticos De Polietileno Tereftalato(Pet), En La Ciudad De Guayaquil.,” p. 237, 2010, [Online]. Available: <https://dspace.ups.edu.ec/bitstream/123456789/2450/20/UPS-GT000106.pdf>
- [26] G. Gómez, “Diagnostico del impacto del plástico - botellas sobre el medio ambiente: Un estado del arte,” Univ. St. Tomas, vol. 1, no. 0, p. 81, 2016, [Online]. Available: <https://repository.usta.edu.co/bitstream/handle/11634/10047/Gomez2016.pdf?sequence=1#:~:text=Dentro de los impactos causados,cumplen los humedales tales como.>
- [27] R. R. Cobos, “El polietilén tereftalato (PET) como envase de aguas minerales,” Bol. Soc. Española Hidrol. Medica, vol. 31, no. 2, pp. 179–190, 2016, doi: 10.23853/bsehm.2017.0212.
- [28] P. E. Campos Tejada, C. Garibay Orijel, and J. S. Barradas Aranda, “Biodegradación de ácido tereftálico es sistemas modelos aerobios,” 2011, [Online]. Available: [https://www.repositoriodigital.ipn.mx/bitstream/123456789/15749/1/PAOLA CAMPOS.TESIS FINAL. NOVIEMBRE DEL 2011.pdf](https://www.repositoriodigital.ipn.mx/bitstream/123456789/15749/1/PAOLA_CAMPOS.TESIS FINAL. NOVIEMBRE DEL 2011.pdf).
- [29] S. M Gandhi. and B. C. Sarkar. 2016. “*ESSENTIALS OF MINERAL EXPLORATION AND EVALUATION*”, Marisa LaFleur. [Online]. Available: <https://books.google.com.co/books?hl=es&lr=&id=WxChCgAAQBAJ&oi=fnd&pg=PP1&dq=essentials+of+mineral+exploration+and+evaluation&ots=uXK76J9RSX&sig=wVDEUdsnp6uDRvuVSbIRqDPVgM8#v=onepage&q=essentials%20of%20mineral%20exploration%20and%20evaluation&f=false>
- [30] Amoco Production Company. (AÑO). “Drilling Fluids Manual”, 1a ed. [Online]. Vol. 1. Available: https://www.academia.edu/27075486/Amoco_Production_Company_Drilling_Fluids_Manual

- [31] A. M. Maldonado Bautista, "Formulación y Evaluación de Fluidos de Perforación de Base Agua de Alto Rendimiento aplicados al campo Balcón como sustitutos de Lodo Base Aceite." Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, 2006, [Online]. Available: <http://tangara.uis.edu.co/biblioweb/tesis/2006/121946.pdf>.
- [32] A. Ramírez, L. G. Navarro, and J. C. Acevedo, "Degradación química del poli (etilen tereftalato)," *Rev. Colomb. Quim.*, vol. 39, no. 3, pp. 321–331, 2010.
- [33] A. CASTAÑO Zaidiza and J. P. OLMOS Casanova, "Evaluación De Metodologías De Hidrolisis Del Pet Para Su Aprovechamiento," pp. 1–86, 2018, [Online]. Available: <http://repositorio.ucm.edu.co:8080/jspui/bitstream/handle/10839/2126/AlexanderCastaño.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.
- [34] A. Vásquez, E. Contreras, A. Sánchez, J. Muñoz, A. Hoyos, and C. Gartner, "Degradación hidrolítica del Polietilen-Tereftalato (PET)," *Rev. Colomb. Mater.*, vol. 39, no. 5, pp. 100–105, 2014.
- [35] A. Szabó, C. Perri, A. Csató, G. Giordano, D. Vuono, and J. B. Nagy, "Synthesis methods of carbon nanotubes and related materials," *Materials (Basel)*, vol. 3, no. 5, pp. 3092–3140, 2010, doi: 10.3390/ma3053092.
- [36] J. Prasek et al., "Methods for carbon nanotubes synthesis - Review," *J. Mater. Chem.*, vol. 21, no. 40, pp. 15872–15884, 2011, doi: 10.1039/c1jm12254a.
- [37] L. E. Sánchez Russo and M. A. Viveros Ramos, "Evaluación Técnica a escala laboratorio de un Fluido de Perforación Base Agua utilizando Nano-Partículas de LM-200 para la Inhibición de Lutitas en el Campo Castilla de Ecopetrol S.A." Fundación Universidad de América, Bogotá D.C., 2018, [Online]. Available: <http://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/6749/1/5131601-2018-1-IP.pdf>.
- [38] A. L. Morán Félix, "Obtención de una Píldora de Encapsulamiento para Ripios de Fluido de Perforación Base Agua a partir de la Sábila." Universidad Tecnológica

Equinoccial., Quito, 2017, [Online]. Available: http://repositorio.ute.edu.ec/bitstream/123456789/16904/1/69924_1.pdf.

- [39] M. F. Hernández Ramírez and N. D. Miranda Martínez, “Optimización de los Fluidos de Perforación Base Agua utilizadas en un Campo de Crudo Pesado en la Cuenca de los Llanos Orientales mediante el uso de Nanotecnología.” Fundación Universidad de América, Bogotá D.C., 2020, [Online]. Available: <https://repository.uamerica.edu.co/bitstream/20.500.11839/7818/1/5142082-2020-1-IP.pdf>.
- [40] S. F. Bao, “DISEÑO DE EXPERIMENTOS: DISEÑO FACTORIAL,” 2020.
- [41] E. Pascual Gutiérrez, “Estudio del comportamiento reológico de un fluido Reo-espesante,” p. 114, 2016, [Online]. Available: https://e-archivo.uc3m.es/bitstream/handle/10016/28482/PFC_Esther_Pascual_Gutierrez.pdf?sequence=1.
- [42] P. Por, I. Esteban, and L. Ibarrola, “Introduccion a Los Fluidos No Newtonianos,” p. 11, 2012.
- [43] O. Mahmoud, H. A. Nasr-El-Din, Z. Vryzas, and V. C. Kelessidis, “Effect of ferric oxide nanoparticles on the properties of filter cake formed by calcium bentonite-based drilling muds,” *SPE Drill. Complet.*, vol. 33, no. 4, pp. 363–376, 2018, doi: 10.2118/184572-PA.
- [44] M. Beg, P. Kumar, P. Choudhary, and S. Sharma, “Effect of high temperature ageing on TiO₂ nanoparticles enhanced drilling fluids: A rheological and filtration study,” *Upstream Oil Gas Technol.*, vol. 5, no. February, p. 100019, 2020, doi: 10.1016/j.upstre.2020.100019.
- [45] A. H. Salih, T. A. Elshehabi, and H. I. Bilgesu, “Impact of nanomaterials on the rheological and filtration properties of water-based drilling fluids,” *SPE East. Reg. Meet.*, vol. 2016-January, 2016, doi: 10.2118/184067-MS.

- [46] A. S. I. Ismail, N. L. Zhi, I. Ismail, M. S. Issham, and A. Katende, "Fluid loss mitigation via multi-wall carbon nanotubes-enriched water-based drilling fluid," *International Journal of Advanced Science and Technology*, vol. 29, no. 3. pp. 2452–2464, 2020.

GLOSARIO

API: por sus siglas en inglés se conoce como American Petroleum Institute. Organización que establece normas y medidas en la industria del petróleo.

CVD: por sus siglas en inglés se denomina Chemical Vapor Deposition. Es un método de síntesis de nanomateriales.

Filtrado API: prueba de filtrado realizada a un lodo a unas condiciones de baja temperatura y baja presión.

Filtrado HTHP: prueba de filtrado realizada a un lodo a unas condiciones de alta temperatura y baja presión.

Filtrado PPT: prueba de taponamiento por permeabilidad que se realiza con el fin de determinar la efectividad de aditivos específicos para taponar o sellar.

Gel: estructura rígida o semirrígida que se desarrolla cuando el lodo es sometido a velocidades de corte de cero.

PET: también conocido como Polietileno de Tereftalato, el cual se identifica como un tipo de plástico y parte de la familia de poliésteres, formado a partir de ácido tereftálico y etilenglicol. Se distingue de otros polímeros por su número de reciclaje correspondiente a uno.

Xenobiótico: se define como toda aquella sustancia o compuesto químico que no forma parte de la composición de los organismos vivos y que por ende se percibe como un agente extraño en el metabolismo natural.

VP: por sus siglas en inglés se denomina Plastic Viscosity. Se define como aquella propiedad reológica que hace referencia a la resistencia al flujo causada por la restricción mecánica, la cual es afectada principalmente por la concentración, tamaño y forma de los sólidos, además de la viscosidad de la fase fluida.

YP: por sus siglas en inglés se denomina Yield Point. Se define como aquella propiedad reológica que hace referencia a la resistencia al flujo causada por la atracción de los sólidos contenidos en el fluido de perforación.

YS: por sus siglas en inglés se denomina Yield Strength. Se define como aquella propiedad reológica que hace referencia a la resistencia que debe vencer el lodo para volver a fluir luego de estar en un estado de quietud.

ANEXO 1

VERIFICACIÓN DE LOS SUPUESTOS DEL MODELO.

Con la finalidad de corroborar si el desarrollo experimental y el análisis de los resultados obtenidos son verídicos, se considera pertinente mirar los siguientes supuestos: (1) normalidad, (2) varianza constante e (3) independencia de los residuos. Por tal motivo se muestran las gráficas (b) desde la Figura 1.A. hasta la Figura 4.A. con respecto a la ya mencionada variable de respuesta: volumen de filtrado.

De la gráfica “*Probabilidad normal de los residuos*” es posible apreciar que la mayoría de los residuos, identificados como puntos, siguen aproximadamente un comportamiento lineal, queriendo decir que se cumple con la primera premisa para cada uno de los distintos escenarios, ya que los datos se encuentran distribuidos normalmente. Como un complemento adicional, la gráfica de “*Histograma de residuos*”, quien refleja la distribución de los residuos para todas las observaciones, da lugar para identificar que, al haber diferencias entre las alturas de las barras ilustradas esto simplemente significaría que hay asimetría en el patrón o quizás un valor atípico presente.

En el caso de la gráfica “*Residuos vs. Ajustes*”, se puede confirmar que los residuos están distribuidos aleatoriamente (sin ningún patrón claro y contundente), y a su vez que, cada uno de los tratamientos tienen una varianza constante.

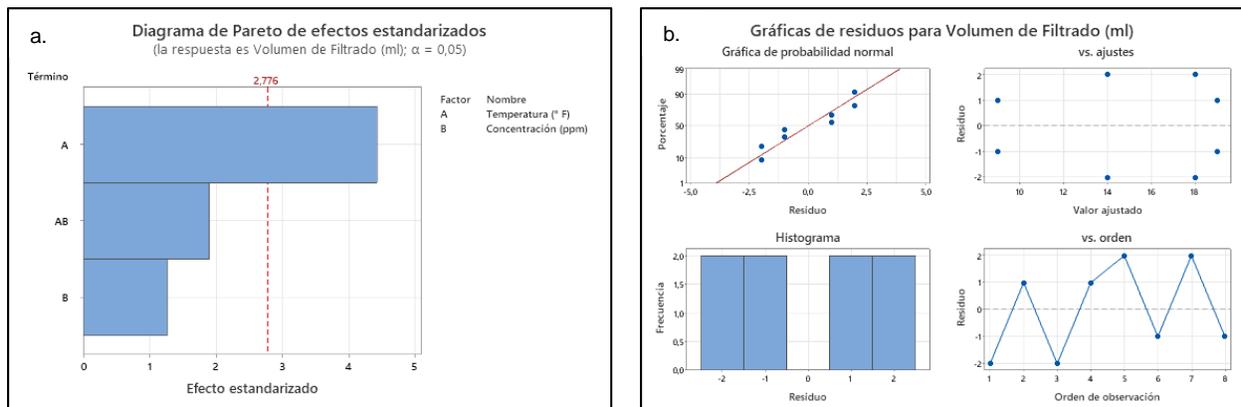
Para el caso de la gráfica “*Residuos vs. Orden*”, esta gráfica se emplea para verificar la premisa de que los residuos son autónomos unos de otros. En este sentido, se debe observar que no exista alguna tendencia al mostrar los datos en orden cronológico. Entonces, lo ideal, como se muestra en las siguientes representaciones de los diferentes diseños, es que los puntos o residuos caigan aleatoriamente en la gráfica alrededor a la línea central, y así, reafirmando finalmente que el planteamiento y la ejecución del proyecto experimental, junto con sus conclusiones, es correcto y verídico en su totalidad.

Ya por otro lado, las gráficas (a) desde la Figura 1.A. hasta la Figura 4.A., da a entender y a comparar la magnitud relativa y la significancia estadística que tienen los

factores evaluados en particular y la interacción entre los mismos sobre la variable de respuesta. *MiniTab Statistical Software* elabora esta representación de los efectos estandarizados en un orden decreciente, desde el factor que mayor efecto significativamente estadístico hablando tiene para este contexto sobre el volumen de filtrado, hasta aquel factor que tiene menor efecto o en su debido caso dicho impacto es nulo sobre la variable de respuesta a considerar. Para ello se tiene en cuenta la línea de referencia la cual, toma como base un porcentaje de significancia predeterminado antes de hacer del diseño, en este proyecto del 5% ($\alpha=0.05$), y el “*Método de Lenth*” para ser dibujada.

Figura 18.

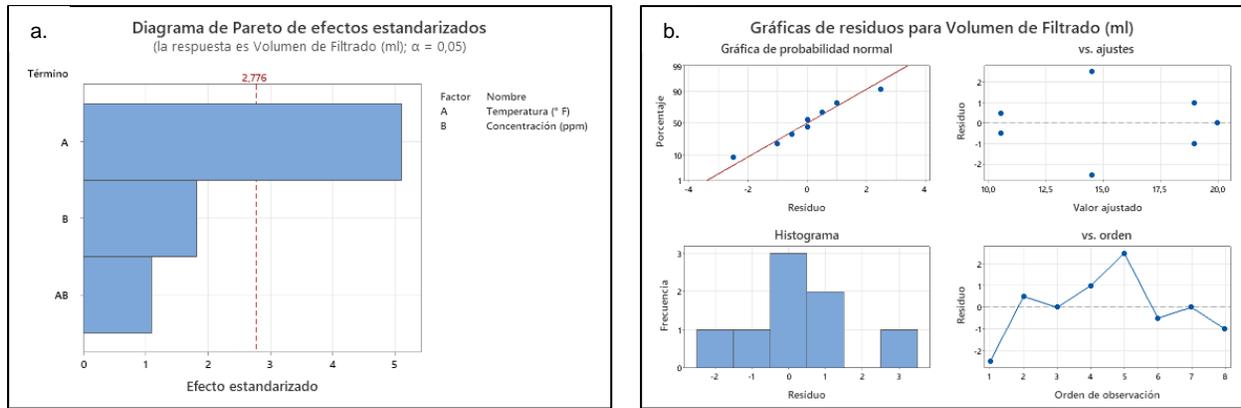
Resumen del modelo de diseño factorial de la prueba HTHP antes de rolado.



Nota. Gráficas de residuo empleadas por el modelo factorial para el cumplimiento de los supuestos del ANOVA de la variable de respuesta: Volumen de filtrado.

Figura 19.

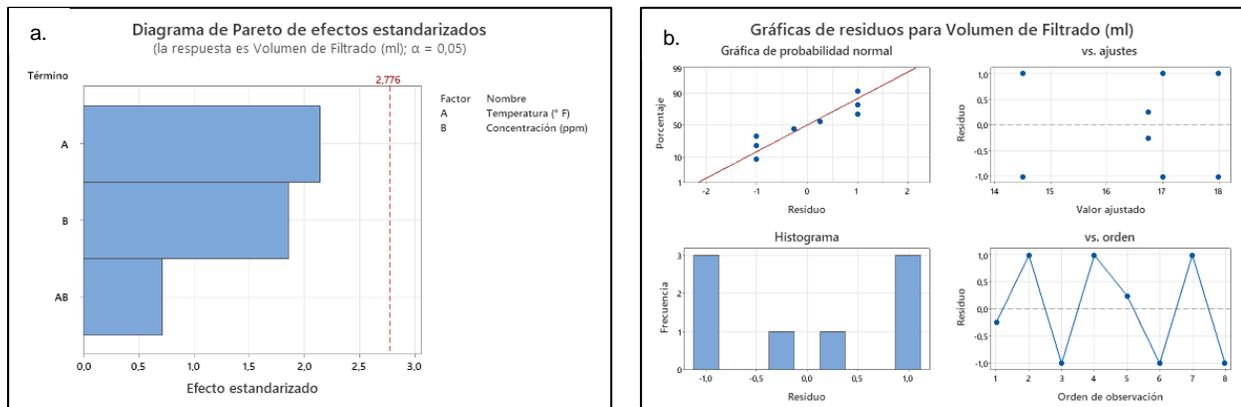
Resumen del modelo de diseño factorial de la prueba HTHP después de rolado.



Nota. Gráficas de residuo empleadas por el modelo factorial para el cumplimiento de los supuestos del ANOVA de la variable de respuesta: Volumen de filtrado.

Figura 20.

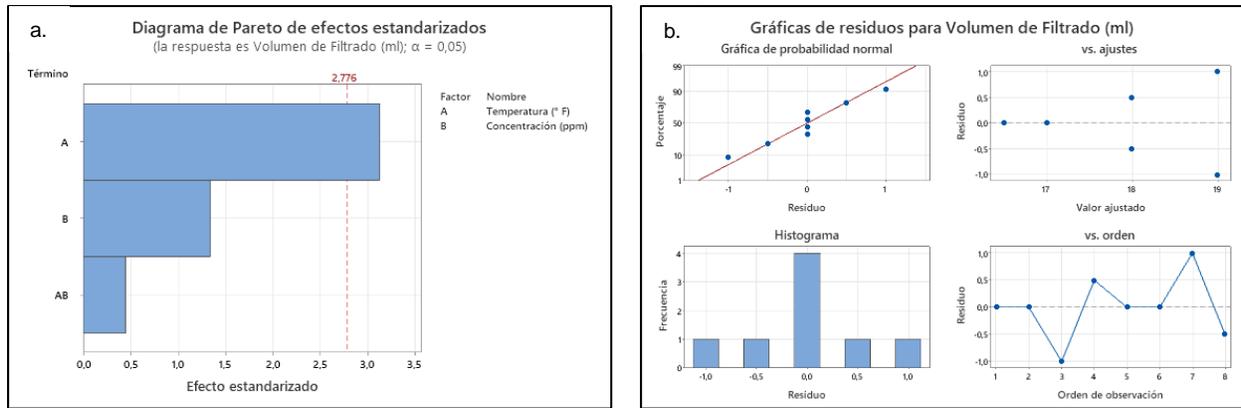
Resumen del modelo de diseño factorial de la prueba PPT antes de rolado.



Nota. Gráficas de residuo empleadas por el modelo factorial para el cumplimiento de los supuestos del ANOVA de la variable de respuesta: Volumen de filtrado.

Figura 21.

Resumen del modelo de diseño factorial de la prueba PPT después de rolado.



Nota. Gráficas de residuo empleadas por el modelo factorial para el cumplimiento de los supuestos del ANOVA de la variable de respuesta: Volumen de filtrado.

ANEXO 2

COMPARACIÓN DE TORTAS DE REVOQUE

Comparando las tortas de revoque o también denominadas “*Cakes*”, se puede interpretar que una vez agregados los nanomateriales al fluido de perforación, se presenta un revoque más estable o consistente al nivel de la superficie, más compacto, delgado, y flexible, puesto que una vez terminadas las pruebas, es claro que con nanomateriales se obtuvieron en un mejor estado.

No obstante, tomando a consideración los resultados de filtrado de este proyecto, se puede inferir que una cualidad como la permeabilidad del propio fluido, también pudo ser directamente influenciada por estos nanomateriales debido a que, las pérdidas de filtrado registradas fueron en algunos casos muchas menores comparadas con la caracterización inicial del mismo lodo formulado.

Figura 22.

Tortas de revoque de las pruebas HPHT y PPT sin la adición de nanomateriales.



Nota. Las anteriores fotos muestran la torta de revoque formada en las pruebas de filtrado HPHT y PPT únicamente con la formulación escogida inicialmente.

Figura 23.

Tortas de revoque de las pruebas HPHT y PPT con la adición de nanomateriales.



Nota. Las anteriores fotos muestran la torta de revoque formada en las pruebas de filtrado HPHT y PPT con la incorporación de los nanomateriales en la formulación escogida inicialmente.

ANEXO 3

RECOMENDACIONES

Se recomienda realizar una prueba piloto a escala industrial, gracias a que los resultados conseguidos en el laboratorio, tal y como se mostraron durante el desarrollo de este proyecto, son favorables y podrían conllevar a ahorros importantes de tiempo y costos de operación, además de disminuir los problemas operacionales por filtrados excesivos o revoques gruesos e ineficientes. No obstante, se considera del mismo modo pertinente reevaluar estos factores y sus niveles frente a las propiedades básicas y reológicas del propio fluido, junto con las pruebas de filtrado para estudiar nuevamente el efecto de los nanomateriales en el volumen de filtrado, esto con fin de otorgarle mayor objetividad a los datos, réplicas y conclusiones resultantes de este proyecto.

Se propone realizar un análisis experimental con una concentración de nanomateriales entre 50 ppm y 100 ppm, dado que los resultados obtenidos en este proyecto muestran una estabilización de las propiedades reológicas a 50 ppm, pero mayores porcentajes de reducción del volumen de filtrado a la otra concentración evaluada.

Se recomienda seguir en la búsqueda e investigación respecto al aprovechamiento de algún otro residuo industrial el cual, pueda ser quizás una materia prima potencial para la fabricación de estructuras nanométricas carbonáceas que les permitan ser reutilizadas.

Se recomienda evaluar el efecto de estructuras nanométricas carbonáceas en una formulación de un fluido base agua más completa, empleando materiales puenteantes y otros aditivos poliméricos que minimicen la pérdida de filtrado con el fin de poder determinar si es viable el uso de nanomateriales para optimizar la propiedad de filtrado del fluido de perforación.

Se recomienda desarrollar un estudio detallado del nivel de toxicidad asociado al PET siendo un residuo, como al momento de ser degradado mediante un proceso fisicoquímico, esto debido a la posible obtención de compuestos tóxicos.