

MÉTODO PARA SOLUBILIZAR SÓLIDOS DE BIOPOLÍMERO PARA APLICACIONES DE RECUPERACIÓN MEJORADA DE PETRÓLEO

CAMPO TÉCNICO

5 [0001] La presente invención se refiere a la solubilización de un material de beta glucano para lograr características de filtrabilidad y viscosidad deseadas, en particular, pero no exclusivamente, para aplicaciones de recuperación mejorada de petróleo.

ANTECEDENTES

10 [0002] Los beta glucanos se utilizan ampliamente como espesantes en aplicaciones de recuperación mejorada de petróleo (EOR, por sus siglas en inglés). Particularmente en aplicaciones marítimas, existe un deseo de utilizar tales beta glucanos. No obstante, dada la cantidad limitada de existencias, es deseable recibir el beta glucano en forma sólida, solubilizar o resolubilizar rápidamente utilizando el agua disponible y la mínima cantidad
15 de equipos, en donde el procedimiento de solubilización/resolubilización proporciona propiedades deseables, por ejemplo filtrabilidad y viscosidad, que son necesarias para las operaciones de recuperación mejorada de petróleo. La mayor desventaja del polímero de escleroglucano (un beta glucano) es su solubilización deficiente. Se han investigado y estudiado métodos con respecto a ello, aunque cada uno de estos métodos ha presentado
20 limitaciones.

BREVE COMPENDIO

 [0003] En la presente se describe un método para solubilizar material de beta glucano (BG) rápidamente que comprende hacer pasar el material de beta glucano a
25 través de un sistema de alto cizallamiento en línea, en donde la viscosidad del material de beta glucano solubilizado es de 90 % o mayor de viscosidad final y en donde la relación de filtrabilidad del material de beta glucano solubilizado oscila entre aproximadamente 1-2.

FIGURAS

La Figura 1 ilustra la concentración de viscosidad del material de beta glucano solubilizado que no pasa a través del sistema de cizallamiento en línea que se describe en la presente.

5

DEFINICIONES

[0004] "Tiempo de permanencia promedio" se define como el volumen de retención del elemento de cizallamiento dividido por la velocidad de flujo promedio a través del elemento de cizallamiento en segundos.

10

[0005] "Duración del cizallamiento" se define como el tiempo de permanencia promedio (en segundos) en el elemento de cizallamiento multiplicado por la velocidad de cizallamiento (segundos inversos).

15

[0006] "Sólido" se define como un sólido (es decir, no un líquido o gas) en condiciones atmosféricas estándares. Para evitar dudas, el término "sólido" incluye polvos, tortas húmedas o de prensa, y sólidos rodeados por una solución de alcohol o un líquido hidrofóbico.

[0007] "Material de beta glucano solubilizado" se define como el material de beta glucano, en solución, que se obtiene una vez completado el procedimiento de solubilización.

20

[0008] "Viscosidad final" se define como la viscosidad promedio en las pasadas 6, 7 y 8 medida a una velocidad de cizallamiento dada a lo largo de múltiples pasadas consecutivas durante el procedimiento de solubilización de viscosidad.

[0009] "Concentración de viscosidad" se define como el aumento de viscosidad del material de beta glucano, en solución, a medida que avanza a través del procedimiento de solubilización que se describe en la presente.

25

DESCRIPCIÓN DETALLADA

[0010] En la presente se describe un método para solubilizar biopolímeros de EOR rígidos o semirrígidos rápidamente que comprende hacer pasar material de beta glucano,

en solución, a través de un sistema de alto cizallamiento en línea para dispersar los sólidos que se encuentran en este, en donde la viscosidad del material de beta glucano solubilizado es de 90 % o mayor de viscosidad final y la relación de filtrabilidad del material de beta glucano solubilizado oscila entre 1-2.

5

Material de beta glucano

[0011] El material de beta glucano ("BG") descrito en la presente comprende al menos 75 %p. de polisacáridos incluidos clasificados como 1,3 - 1,6 beta-D-glucanos en forma sólida. De acuerdo con aspectos de la presente, los beta glucanos comprenden una
10 cadena principal de unidades de glucosa enlazadas de forma beta-1,3-glicosídica, y grupos laterales que se forman a partir de unidades de glucosa y se enlazan a estas de forma beta-1,6-glicosídica.

[0012] Las cepas fúngicas que secretan tales glucanos son conocidas por los expertos en la técnica. Los ejemplos comprenden *Schizophyllum commune*, *Sclerotium*
15 *rolfsii*, *Sclerotium glucanicum*, *Monilinia fructigena*, *Lentinula edodes* o *Botrytis cinerea*. Las cepas fúngicas utilizadas son preferentemente *Schizophyllum commune* o *Sclerotium rolfsii*.

[0013] El beta glucano particularmente preferido para el uso en la presente es el "escleroglucano" (o un beta-D-glucano ramificado con una de cada tres moléculas de
20 glucosa de la estructura principal de beta-(1,3) unidas a una unidad lateral de D-glucosa por un enlace (1,6)-beta producido a partir de, por ejemplo, hongos del *Sclerotium*).

[0014] Otro beta glucano particularmente preferido para el uso en la presente es el "esquizofilan" (un BDG ramificado que tiene una rama de glucosa por cada tercer residuo
25 de glucosa en la estructura principal de beta-(1,3) producida a partir de, por ejemplo, el hongo *Schizophyllum commune*).

[0015] El pH del material de beta glucano oscila entre aproximadamente 5 y aproximadamente 9 y más preferentemente entre aproximadamente 6 y aproximadamente 7.5. La salinidad del material de beta glucano es mayor que 0.5M de cationes de metal, en donde el catión de metal es Na⁺, Ca²⁺, o Mg²⁺.

[0016] El material de beta glucano también se puede suspender en una solución de alcohol o líquido hidrofóbico.

Solubilización utilizando un sistema de alto cizallamiento

5 [0017] El método para solubilizar el material de beta glucano rápidamente incluye dispersar el material de beta glucano en la solución y someter el material de beta glucano, en solución, a cizallamiento relativamente alto utilizando un sistema de alto cizallamiento en línea. El equipo utilizado en este procedimiento es adecuado para aplicaciones EOR marítimas.

10 [0018] Para comenzar la solubilización del material de beta glucano, este se coloca en solución a una concentración que oscila entre aproximadamente 0.1 g/L y aproximadamente 10 g/L. La solubilización del material de beta glucano se puede llevar a cabo tanto en agua salada como dulce, en condiciones de pH que oscilan entre aproximadamente 6 y aproximadamente 7.5, y en condiciones de temperatura que oscilan
15 entre aproximadamente 10 °C y aproximadamente 130 °C, más específicamente entre aproximadamente 20 °C y aproximadamente 30 °C. El material de beta glucano se puede dispersar inicialmente (incorporando el material de beta glucano en un líquido a granel) en agua salada o dulce y someter a un mezclado suave (velocidad de cizallamiento menor que 40,000/s) durante un período de tiempo menor que cinco minutos.

20 [0019] De forma posterior al mezclado del material de beta glucano para dispersarlo en solución, el material de beta glucano se somete a un sistema de alto cizallamiento en línea. En algunos aspectos, el sistema de alto cizallamiento comprende al menos un elemento de alto cizallamiento. En otros aspectos, el sistema de alto cizallamiento comprende al menos dos o al menos tres elementos de alto cizallamiento. En los aspectos
25 en donde hay múltiples elementos de alto cizallamiento, los elementos de alto cizallamiento se encuentran en serie.

[0020] El cizallamiento en el sistema de alto cizallamiento se puede impartir a través de muchos enfoques conocidos en la técnica, que incluyen mover las partes como un par rotor-estator o un mezclador coloidal o dispositivos estáticos sin partes móviles como una
30 placa de orificio o un tubo estrecho con alta velocidad de flujo. El cizallamiento también se

puede impartir por medio de un dispositivo que tiene partes móviles ajustables.

[0021] La velocidad de cizallamiento en la cual operan estos elementos de cizallamiento oscila entre aproximadamente 40,000/s y 300,000/s, más preferentemente entre aproximadamente 100,000/s y 250,000/s, y aun más preferentemente entre
5 aproximadamente 170,000/s y 225,000/s. En los aspectos en los que ha múltiples elementos de alto cizallamiento dentro del sistema de alto cizallamiento en línea, la velocidad de cizallamiento se puede aumentar al menos un 25 % entre elementos de cizallamiento. El tiempo de permanencia promedio en el cual el material de beta glucano se somete al cizallamiento es menor que diez segundos, en algunos aspectos menor que
10 5 segundos, y en otros aspectos menor que 1 segundo. Asimismo, la duración del cizallamiento es menor que 250,000.

[0022] En algunos aspectos, el tiempo total desde el cizallamiento inicial hasta terminar el cizallamiento final es menor que cinco minutos y más preferentemente menor que un minuto. Este tiempo total incluye el tiempo transcurrido entre los elementos de
15 cizallamiento.

[0023] La temperatura operativa dentro del sistema de alto cizallamiento oscila entre aproximadamente 10 °C y aproximadamente 130°C, más específicamente entre aproximadamente 20 °C y aproximadamente 30 °C.

[0024] Para disminuir el desperdicio del material de beta glucano luego de pasar
20 una vez a través del sistema de alto cizallamiento, se puede reciclar menos que el 90 %p. del material de beta glucano nuevamente a través del sistema de alto cizallamiento, y en aspectos preferidos, se puede reciclar menos que el 10 %p. del material de BG nuevamente a través del sistema de alto cizallamiento.

[0025] Para obtener una solubilización deseable, el material de beta glucano puede
25 requerir entre 1 y 6 pasadas a través del sistema de alto cizallamiento. Se pueden requerir múltiples pasadas si la viscosidad continúa aumentando, y la solubilización se completa luego de una indicación de que la viscosidad es consistente o disminuye ligeramente luego de dos pasadas consecutivas.

[0026] El material de beta glucano que se describe en la presente tiene una pureza
30 suficiente para que más del 50 % de viscosidad final se pueda recuperar luego de hacer

pasar el material de BG a través del sistema de alto cizallamiento luego de una pasada o más del 70 % de viscosidad final luego de dos pasadas. En aspectos preferidos, más del 60 % de viscosidad final, más del 70 % de viscosidad final, e incluso más del 80 % de viscosidad final se logra luego de hacer pasar el material de beta glucano a través del sistema de alto cizallamiento por una pasada. En aspectos preferidos adicionales, más del 80 % de viscosidad final, e incluso más del 90 % de viscosidad final se logra luego de hacer pasar el material de beta glucano a través del sistema de alto cizallamiento luego de una pasada. En todos los aspectos, sin embargo, la viscosidad del material de beta glucano solubilizado terminado es del 90 % o mayor de la viscosidad final. La viscosidad final como se describe en la presente oscila entre aproximadamente 2 cP y aproximadamente 1000 cP y en aspectos preferidos oscila entre aproximadamente 50 cP y aproximadamente 200 cP.

[0027] Este procedimiento de alto cizallamiento proporciona un material de beta glucano que tiene una relación de filtrabilidad que oscila entre aproximadamente 1 y aproximadamente 2, y en aspectos preferidos una relación de filtrabilidad menor que 1.5.

[0028] El tiempo total desde la introducción del material de beta glucano en la solución a la inyección en el pozo es preferentemente menor que 30 minutos, lo que lo convierte en un proceso de solubilización rápido y eficiente para aplicaciones de EOR.

20

MÉTODOS

Se entenderá que los procedimientos que se describen en la presente se deben llevar a cabo a temperaturas que oscilan entre 20-30 °C (salvo que se indique algo diferente).

Procedimiento de solubilización

1. Preparar solución de 30 g/l de agua salada, utilizando agua desionizada y sales marinas S9883 Sigma-Aldrich.
2. Utilizar embudo de filtro de acero inoxidable Pall (4280) para filtrar el agua salada a través de un filtro EMD Millipore de 0.8 μ m (AAWP04700) a 100-300 mL/min.

3. Luego del filtrado, verificar el pH del agua salada. Ajustar hasta 6.3 utilizando HCl o NaOH si se encuentra por fuera del intervalo de pH de 6.2 a 6.4.
4. En una placa mezcladora Fisher Scientific Isotemp (S88857290) a 800 rpm espolvorear material beta glucano a la concentración objetivo (0.1 a 10 g/L) en la pared del vórtice y dejar que se agite durante 5 minutos.
5. Suministrar el material, en solución, a través de un elemento del sistema de alto cizallamiento en línea, documentando el tipo de equipo y las condiciones de funcionamiento.
6. Se realizan pruebas sobre el material luego de retirar las burbujas de aire de la solución, por ejemplo al dejar a la muestra en reposo o acelerar la separación con un centrifugador o dispositivo similar.
7. Continuar haciendo pasar a través del elemento del sistema de alto cizallamiento en línea por un total de 6 pasadas, recolectar cualquier muestra intermedia y retirar burbujas de aire antes de realizar pruebas.

15

Procedimiento de solubilización de viscosidad (para determinar la viscosidad final)

1. Preparar solución de 30 g/l de agua salada, utilizando agua desionizada y sales marinas S9883 Sigma-Aldrich.
2. Utilizar embudo de filtro de acero inoxidable Pall (4280) para filtrar el agua salada a través de un filtro EMD Millipore de 0.8 μ m (AAWP04700) a 100-300 mL/min.
3. Luego del filtrado, verificar el pH del agua salada. Ajustar hasta 6.3 utilizando HCl o NaOH si se encuentra por fuera del intervalo de pH de 6.2 a 6.4.
4. En una placa mezcladora Fisher Scientific Isotemp (S88857290) a 800 rpm espolvorear material beta glucano a la concentración objetivo (0.1 a 10 g/L) en la pared del vórtice y dejar que se agite durante 5 minutos.
5. A 10,000 rpm, suministrar la solución a través del módulo IKA® Magic Lab® Ultra-Turrax® Inline (UTL) equipado con el conjunto generador 4M.
6. Se midió la viscosidad luego de retirar las burbujas de aire de la solución, por

ejemplo al dejar la muestra en reposo o acelerar la separación con un centrifugador o dispositivo similar.

7. Continuar la operación por 8 pasadas, registrando la viscosidad promedio de las pasadas 6, 7 y 8 como la viscosidad final de la solución.

5

Procedimiento de filtración (para determinar la relación de filtrabilidad)

1. Solubilizar el material de BG de acuerdo con el procedimiento de solubilización anterior, (nota: este procedimiento de filtración se debe llevar a cabo en la solución resultante antes de que se empiecen a formar microbios, ya que el crecimiento microbiano puede impactar la filtración de forma negativa).
2. Si la concentración de la solución es > 1 g/L, agregar agua y mezclar durante cinco minutos en una placa mezcladora Fisher Scientific Isotemp (S88857290) a 800 rpm. Si la solución ya es ≤ 1 g/L, proceder inmediatamente a la próxima etapa tal cual está.
3. Ensamblar el alojamiento del filtro de acero inoxidable Pall (4280) con un filtro de 47 mm, 1.2 μ m, filtro de éster celulósico EMD Millipore (parte # RAWP04700), con >200 mL de solución.
4. Colocar en un recipiente sobre un balance de masa para registrar la masa del material que pasa a través del filtro.
5. Aplicar presión sobre el filtro.
6. Desenchufar el filtro y dirigir el flujo de 1-3 g/s, ajustando la presión según sea necesario.
7. Luego de establecer el flujo, mantener presión constante durante la filtración.
8. Registrar el tiempo de flujo de 60g, 80g, 160g, y 180g de solución a través del filtro utilizando un balance de masa.
9. Calcular la relación de filtrabilidad utilizando la ecuación de relación de filtrabilidad:

$$\frac{\text{Tiempo (180g)} - \text{Tiempo (160g)}}{\text{Tiempo (80 g)} - \text{Tiempo (60g~)}}$$

$$\frac{\text{Tiempo (180g)} - \text{Tiempo (160g)}}{\text{Tiempo (80 g)} - \text{Tiempo (60g~)}}$$

Medición de viscosidad

Las mediciones de viscosidad se llevaron a cabo en muestras degasificadas utilizando un
5 viscosímetro Brookfield Ametek® LVT (vástago 1, a 6, 12, 30, y 60 rpm).

EJEMPLOS

Ejemplo 1: Fabricación del material de BG descrito en la presente

[0029] Utilizando un recipiente de doble pared de 5000 litros con moderación agitada,
10 se agrega 7 g/L de Actigum CS6 comercial de Cargill a 2400 litros de agua a 11.8 °C y se
mezcla durante 1 hora. Luego de una hora de mezclado, se calienta el recipiente a 85 °C y
se deja en agitación durante 12 horas sin control de temperatura. Luego de 12 horas, la
temperatura es de 41.3 °C y el recipiente se vuelve a calentar a 80 °C y pasa a través de
un homogeneizador Guerin (ALM6; Serie B 8250 30 000; Año 1998) a 200 bar de presión
15 y 300 l/hr.

[0030] La mezcla homogeneizada se enfría hasta 50 °C. Se agregó 4 g/L de
 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. El pH se reduce a 1.81 utilizando HCl al 20 %. Esta mezcla se agita durante
30 minutos para permitir la precipitación de ácido oxálico.

[0031] Luego de la maduración, la solución se vuelve a ajustar a 5.62 pH utilizando
20 Na_2CO_3 al 10 % y se calienta a 85 °C y se deja en agitación sin control de temperatura
durante 14 horas y luego se vuelve a calentar a 80 °C.

[0032] Luego de alcanzar los 80 °C, se agrega 20 g/L de facilitador de filtrado
Dicalite 4158 al recipiente y se mezcla durante 10 minutos.

[0033] Luego del mezclado, se suministra la solución a un filtro prensa Choquet
25 de 12 m² limpio con telas de filtro Sefar Fyltris 25080 AM a 1400 L/hr reciclando el
producto nuevamente al tanque de suministro durante 10 minutos. Al final del reciclado, se
ajusta el flujo a 1300 L/hr y se hace pasar a través del filtro. Una vez que el tanque está
vacío, se pasan 50 litros de agua adicionales hacia dentro del filtro. Se agrega el fluido de

este lavado de agua y una compresión de 12 bar de la torta al impregnante recogido. El filtro se limpia después del uso.

[0034] El impregnante filtrado, el lavado de agua, y el fluido de compresión se agitan y se vuelven a calentar a 80 °C.

5 [0035] Se agrega 6 kg de Dicalite 4158 a la mezcla calentada y se mezcla durante 10 minutos. Esta solución se recicla a 1400 L/hr a través de un filtro prensa Choquenot de 12 m² limpio con telas de filtro Sefar Fyltris 25080 AM a 1400 L/hr durante 15 minutos. Luego del reciclado, se hace pasar el tanque a través del filtro a 1400 L/hr.

[0036] Sin limpiar el filtro, se agrega 5.33 g/L de Clarcel ® DICS y 6.667 g/L de
10 Clarcel ® CBL a la mezcla y se agita durante una hora mientras se mantiene la temperatura a 80 °C. Luego esta mezcla se recicla a través del filtro prensa Choquenot de 12 m² recubierto con Dicalite con telas de filtro Sefar Fyltris 25080 AM a 1400 L/hr durante 15 minutos. Luego del reciclado, se hace pasar el tanque a través del filtro a 1350 L/hr. Se pasan 50 litros de agua adicionales a través del filtro y también se recogen como
15 impregnante. No se captura el fluido de compresión del filtro.

[0037] Este material filtrado dos veces se calienta hasta 85 °C y se deja en agitación sin control de temperatura durante 14 horas. En este momento el material se vuelve a calentar hasta 80 °C para una tercera etapa de filtración.

Se agrega 6 kg de Dicalite 4158 a la mezcla calentada y se mezcla durante 10 minutos.
20 Esta solución se recicla a 1400 L/hr a través de un filtro prensa Choquenot de 12 m² limpio con telas de filtro Sefar Fyltris 25080 AM a 1400 L/hr durante 15 minutos. Luego del reciclado, se hace pasar el tanque a través del filtro a 1450 L/hr.

[0038] Sin limpiar el filtro, se agrega 5.33 g/L de Clarcel ® DICS y 6.667 g/L de
Clarcel ® CBL a la mezcla y se agita durante una hora mientras se mantiene la
25 temperatura a 80 °C. Luego esta mezcla se recicla a través del filtro prensa Choquenot de 12 m² recubierto con Dicalite con telas de filtro Sefar Fyltris 25080 AM a 1600 L/hr durante 15 minutos. Luego del reciclado, se hace pasar el tanque a través del filtro a 1700 L/hr. Se pasan 50 litros de agua de descarga adicionales a través del filtro y también se recogen como impregnante. No se captura el fluido de compresión del filtro.

[0039] El impregnante filtrado tres veces se enfría hasta 60 °C y se mezcla con 83 % de IPA a una relación de 1:2, 2 g de solución de IPA por cada g de solución de escleroglucano. Esto precipita las fibras de escleroglucano, las cuales se pueden separar de forma mecánica de la solución a granel. En este ejemplo, se utiliza un tamizador de tambor para dividir las fibras precipitadas de la solución de líquido a granel.

[0040] Luego de la recuperación de las fibras, se lavan con otros 0.5 g de solución de IPA al 83 % por cada 1 g de la solución de escleroglucano impregnante de triple filtrado inicial.

[0041] Las fibras lavadas se secan en un secador ECI (Volumen 100 litros; Tipo 911-10; Año 1987) con agua caliente a 95 °C durante 1 hora y 13 minutos para fabricar un producto con 89.3 % de materia seca. Este material se muele y se tamiza para proporcionar un polvo de tamaño menor que 250 micrones. Este material de escleroglucano molido final es el material de BG novedoso que se describe en la presente y se utiliza para las pruebas en los ejemplos identificados.

Ejemplo 2: Concentración de viscosidad con equipos de cizallamiento estático

[0042] Mediante el procedimiento de solubilización, colocar 1 g/L del material de BG que se describe en la presente (ver el Ejemplo 1 para la descripción del proceso) en 3 L de solución. Luego de mezclar, agregar la solución al aparato de cizallamiento API RP63, sección 6.6.2., equipado con un tubo capilar de 1/16" de diámetro y 20 cm de largo. Pasar el material a través del capilar a 180 psig (cizallamiento y flujo medido en la Tabla 1) y descartar el líquido residual en el recipiente de suministro. Rellenar el recipiente y pasar otra vez 5 veces más, descartar el líquido residual y reservar 300 mL para las pruebas de viscosidad en cada pasada.

[0043] Para cada una de las 6 pasadas, medir la viscosidad. Como se demostró, se logra la concentración de viscosidad deseada.

Tabla 1 - Medición de velocidad de cizallamiento

Tiempo

Salida de pasada	Presión de recipiente (psig)	Masa pasada (g)	de pasada (s)	Velocidad de flujo (g/s)	Velocidad de cizallamiento (1/s)
---------------------	------------------------------------	-----------------------	---------------------	--------------------------------	--

1.º	180	2,870	86.5	33.2	164,989
2.º	180	2,460	69.5	35.4	176,011
3.º	180	2,103	59.5	35.3	175,715
4.º	180	1,742	49.5	35.2	174,998
5.º	180	1,403	40	35.1	174,416
6.º	180	1,090	31	35.1	174,765

Tabla 2 - Concentración de viscosidad

Salida de pasada	Concentración de viscosidad promedio	Concentración de viscosidad medida en Brookfield a 12 rpm	Concentración de viscosidad medida en Brookfield a 30 rpm	Concentración de viscosidad medida en Brookfield a 60 rpm
Suministro	6%	3%	5%	10%
1.º	31%	25%	31%	38%
2.º	80%	74%	80%	85%
3.º	91%	87%	93%	93%
4.º	94%	90%	95%	98%
5.º	95%	90%	95%	100%
6.º	101%	96%	102%	105%

Ejemplo 3: Viscosidad final en el material de BG que se describe en la presente

[0044] Mediante el procedimiento de solubilización de viscosidad, colocar 1 g/L del material de BG que se describe en la presente (ver el Ejemplo 1 para la descripción del proceso) en 3 L de solución. Luego del mezclado, agregar la solución a IKA® Magic Lab® en configuración UTL con una unidad de operación de par rotor estator 4M a 10,000 rpm. Luego de cada pasada centrifugar la solución y medir la viscosidad en el Brookfield LVT. Repetir el proceso a través de Magic Lab y realizar muestras para determinar viscosidad un total de 8 veces, u 8 pasadas. La Tabla 4 proporciona los resultados de la concentración de viscosidad. El promedio de las pasadas 6, 7 y 8 logra la viscosidad final.

En función de la geometría de rotor y 10,000 rpm el cizallamiento del sistema se encuentra alrededor de 105,000 s⁻¹.

Tabla 4 - Determinación de viscosidad final

Solución	6 RPM	12 RPM	30 RPM	60 RPM
Suministro	0	2.5	4	3
1. ^a pasada	45	40	30	21.5
2. ^a pasada	85	70	48	33.5
3. ^a pasada	90	77.5	52	36.5
4. ^a pasada	95	80	53	37
5. ^a pasada	95	80	54	37.5
6. ^a pasada	95	80	55	38
7. ^a pasada	95	80	55	38
8. ^a pasada	95	82.5	55	38.5
Viscosidad Final	95.0	80.8	55.0	38.2

Ejemplo 4: Concentración de viscosidad y filtrabilidad con equipo de cizallamiento dinámico

[0045] Mediante el procedimiento de solubilización, colocar 1 g/L del material de BG que se describe en la presente (ver el Ejemplo 1 para la descripción del proceso) en 3 L de solución. Luego del mezclado, agregar la solución a IKA® Magic Lab® en configuración UTL con una unidad de operación de par rotor estator 4M a 26,000 rpm. Luego de cada

pasada centrifugar la solución y medir la viscosidad en el Brookfield LVT. Reservar 220 mL para realizar pruebas de filtrabilidad. Repetir el procesamiento a través de Magic Lab y realizar muestras para determinar viscosidad un total de 6 pasadas. La Tabla 5 proporciona los resultados de la concentración de viscosidad y la Tabla 6 muestra la relación de filtrabilidad para la solución.

[0046] En función de la geometría de rotor y 26,000 rpm el cizallamiento del sistema se encuentra alrededor de $270,000 \text{ s}^{-1}$.

Tabla 5 - Concentración de viscosidad

Solución de suministro	Concentración de viscosidad promedio	Concentración de viscosidad medida en Brookfield a 12 rpm	Concentración de viscosidad medida en Brookfield a 30 rpm	Concentración de viscosidad medida en Brookfield a 60 rpm
	9%	3%	9%	14%
Pasada 1	58%	49%	58%	66%
Pasada 2	85%	77%	87%	92%
Pasada 3	98%	93%	98%	102%
Pasada 4	94%	87%	95%	100%
Pasada 5	91%	84%	93%	98%
Pasada 6	88%	77%	89%	97%

Tabla 6 - Relación de filtrabilidad

Salida de pasada	Relación de filtrabilidad
Pasada 1	2.52
Pasada 2	1.91
Pasada 3	1.23
Pasada 4	1.19
Pasada 5	1.15
Pasada 6	1.31

Ejemplo 5: Concentración de viscosidad y filtrabilidad con equipo de cizallamiento dinámico (suspensión de beta glucano)

[0047] Preparar una solución de 90 % de butanol, 10 % de agua desionizada, en peso. Pesar el butanol y el agua, combinar y agitar en una placa de agitación.

5 [0048] Utilizar la solución de 90 % butanol/10 % agua para mezclar la suspensión de material de beta glucano al 35 %. Pesar la solución de butanol/agua y el material de beta glucano de tamaño de partícula <250 μm (del Ejemplo 1) en proporciones para lograr un 35 % de suspensión. Agregar beta glucano a la solución de butanol/agua y agitar manualmente hasta que todo lo sólido parezca húmedo y bien incorporado.

10 [0049] Preparar solución de agua marina sintética utilizando agua desionizada y sales marinas Sigma Aldrich (S9883) a 30 g/l de sal. Agitar el agua en una placa de agitación, agregar sales marinas, permitir que se agite hasta que no haya sólidos visibles. Filtrar el agua salada a través de un filtro EMD Millipore mezclado con éster de celulosa de 0.8 μm .

15 [0050] Pesar el agua marina sintética adecuada para producir una concentración final de beta glucano de 1 g/l. Agitar el agua marina sintética en una placa de agitación, agregar suspensión de beta glucano al 35 %. Permitir que la solución se agite hasta que no haya grumos visibles o separación de fases.

[0051] Luego de mezclar en una placa de agitación, suministrar la solución a IKA®
20 Magic Lab® en configuración UTL con 3 unidades de operación de rotor estator medianos a 20,000 rpm. IKA® Magic Lab® es un mezclador en línea que utiliza el rotor estator para impartir cizallamiento en la solución. El término "pasada" se utiliza para denotar el suministro de solución al Magic Lab y su recolección en la descarga. Una "pasada" significa que la solución se ha procesado a través del equipo una vez. Se procesó la
25 solución a través de Magic Lab por 4 pasadas, a través del ensamblaje de rotor estator 3 en cada pasada. Esto tiene como resultado que la solución efectivamente atraviesa 12 pasadas del rotor estator. La viscosidad se mide luego de cada pasada a través del equipo.

[0052] Para medir la viscosidad, permitir que la muestra se asiente o utilizar el
30 centrifugador para acelerar el asentamiento. La solución debe tener la mínima cantidad de

burbujas antes de medir la viscosidad. Se midió la viscosidad utilizando un viscosímetro Brookfield LVT a 30 rpm y 21-23 °C. Los resultados de viscosidad y filtrabilidad se detallan en la Tabla 7.

Tabla 7: Viscosidad y filtrabilidad

5

	Viscosidad (cP)	Relación de filtrabilidad
Pasada 1 en Magic Lab (3 efectivas)	52	1.11
Pasada 2 en Magic Lab (6 efectivas)	59	1.08
Pasada 3 en Magic Lab (9 efectivas)	62	1.10
Pasada 4 en Magic Lab (12 efectivas)	66	1.12

Ejemplo 6: Viscosidad y filtrabilidad utilizando placa de agitación de mezclado

(suspensión de beta glucano)

10

[0053] Preparar una solución de 90 % de butanol, 10 % de agua desionizada, en peso. Pesar el butanol y el agua, combinar y agitar en una placa de agitación.

15

[0054] Utilizar la solución de 90 % butanol/10 % agua para mezclar la suspensión de material de beta glucano al 35 % (del Ejemplo 1). Pesar la solución de butanol/agua y el material de beta glucano en proporciones para lograr un 35 % de suspensión. Agregar beta glucano a la solución de butanol/agua y agitar manualmente hasta que todo lo sólido parezca húmedo y bien incorporado.

20

[0055] Preparar solución de agua marina sintética utilizando agua desionizada y sales marinas Sigma Aldrich (S9883) a 35 g/l de sal. Agitar el agua en una placa de agitación, agregar sales marinas, permitir que se agite hasta que no haya sólidos visibles. Filtrar el agua salada a través de un filtro EMD Millipore mezclado con éster de celulosa de 0.8 μ m.

25

[0056] Pesar el agua marina sintética adecuada para producir una concentración de beta glucano de 1 g/l. Agitar el agua marina sintética en una placa de agitación, agregar suspensión de beta glucano al 35 %.

[0057] Permitir que la solución se agite a alta velocidad con vórtice durante una hora. Luego de una hora, reducir la velocidad en la placa de agitación para tener aproximadamente las rpm. Continuar mezclando, y medir la viscosidad de la solución a lo

largo del tiempo. Para medir la viscosidad, permitir que la muestra se asiente o utilizar el centrifugador para acelerar el asentamiento. La solución debe tener la mínima cantidad de burbujas antes de medir la viscosidad. La viscosidad se midió utilizando un viscosímetro Brookfield LVT a 6, 12, 30 y 60 rpm y a 21-23 °C. Se ilustran los resultados en la Figura 1 y, tal como se ilustra, la concentración de viscosidad con el tiempo sale del intervalo deseado. Asimismo, la relación de filtrabilidad es de 2.15 y sale del intervalo deseado.

Ejemplo 7: Viscosidad y filtrabilidad utilizando baja velocidad de cizallamiento

[0058] Preparar solución de agua marina sintética utilizando agua desionizada y sales marinas Sigma Aldrich (S9883) a 30 g/l de sal. Agitar el agua en una placa de agitación, agregar sales marinas, permitir que se agite hasta que no haya sólidos visibles. Filtrar el agua salada a través de un filtro EMD Millipore mezclado con éster de celulosa de 0.8 μm .

[0059] Ensamblar el aparato de acuerdo con la Prueba de Cizallamiento Capilar 6.6.2 de la Práctica Recomendada (RP, por sus siglas en inglés) 63 del Instituto Americano del Petróleo (API, por sus siglas en inglés). Utilizar un tubo capilar de 0.05" de diámetro y 20 cm de largo.

[0060] Preparar 3.5 kg de solución. Pesar el agua marina sintética y el polímero adecuados para producir una concentración de material de beta glucano final de 1 g/l (utilizando material de beta glucano del Ejemplo 1). Agitar el agua marina sintética en una placa de agitación para formar un vórtice.

[0061] Espolvorear lentamente el material de beta glucano en el hombro del vórtice durante 2 a 3 minutos, con cuidado de no crear grumos. Dejar que se agite en la placa de agitación durante 5 minutos. Agregar el material de beta glucano, en solución, al tanque McMaster-Carr 41705K39. Sellar el tanque y presurizar hasta alcanzar la presión deseada (de acuerdo con la Tabla 8). Abrir la válvula en la descarga del tanque y medir la velocidad de flujo de la solución de beta glucano a medida que fluye hacia afuera del tanque. Utilizar la ecuación de API RP 63, 6.6.2.3 para calcular la velocidad de cizallamiento a medida que la solución pasa a través del capilar. La "Pasada" indicada en **¡Error! No se encontró la fuente de referencia**, se refiere a la cantidad de veces que este proceso se repite en la

presión dada. Por ejemplo, la muestra 10 psi/30,000 s-1 se agregó al tanque, se presurizó y se hizo pasar a través del capilar 6 veces. La "Muestra" indicada en la Tabla 8 describe el orden del proceso. Es decir, la muestra se procesó por 6 pasadas a 30,000 s-1 de cizallamiento, la viscosidad y filtrabilidad se midieron. Luego se procesó por 2 pasadas a 65,000 s-1 de cizallamiento, la viscosidad y filtrabilidad se midieron nuevamente, y así sucesivamente. La viscosidad y filtrabilidad también se presentan en la Tabla 8. La viscosidad se midió utilizando un viscosímetro Brookfield LVT a 30 rpm y 21-23 °C.

[0062] La relación de filtrabilidad a diferentes velocidades de cizallamiento confirma la necesidad de > 40,000 s-1 para lograr un beta glucano solubilizado inyectable deseable. En particular, a la menor velocidad de cizallamiento de 30,000 s-1 la solución se hizo pasar por el equipo 6 veces y aún tenía una relación de filtrabilidad deficiente y menor viscosidad que a velocidades de cizallamiento mayores.

Tabla 8

Muestra n.º	Presión (psi)	Cizallamiento (s-1)	Pasada	Viscosidad (cP)	Relación de filtrabilidad
1	10	30,000	6	28	2.74
2	30	65,000	2	36	1.56
3	50	90,000	2	34	1.48
4	80	114,000	2	34	1.27
5	120	140,000	2	32	1.32
6	180	168,000	2	30	1.29