

SUSPENSIÓN DE BIOPOLÍMERO FLUIDA Y/O BOMBEABLE

CAMPO TÉCNICO

La presente invención hace referencia a la elaboración de una suspensión de betaglucano bombeable y/o fluida y que logra la filtrabilidad y formación de viscosidad necesarias para aplicaciones de extracción mejorada de petróleo.

ANTECEDENTES

Los betagluconos se utilizan ampliamente como espesantes en aplicaciones de recuperación mejorada de petróleo (EOR, por su sigla en inglés). En particular en aplicaciones marítimas, existe un deseo de utilizar dichos betagluconos. No obstante, dada la cantidad limitada de existencias, resulta deseable recibir el betaglucano en forma sólida o suspendida, solubilizarlo o diluirlo rápidamente utilizando el agua disponible y la mínima cantidad de equipos, donde el procedimiento de solubilización/dilución proporciona propiedades deseables, por ejemplo, filtrabilidad y viscosidad, que son necesarias para las actividades de recuperación mejorada de petróleo. La principal desventaja del polímero de escleroglucano (un betaglucano) es su poca solubilización. Se han investigado y estudiado métodos relacionados con este aspecto, si bien cada uno de estos métodos ha presentado limitaciones.

COMPENDIO

En la presente se describe una suspensión fluida y/o bombeable que comprende alrededor de 10-60 % en peso de betaglucano (BG) que cuando se diluye, en un procedimiento de dilución especificado, tiene un índice de filtrabilidad inferior a alrededor de 1.5. En la presente se describe adicionalmente una suspensión fluida y/o bombeable que comprende alrededor de 10-60 % en peso de BG, en donde se puede recuperar más del 50 % de la viscosidad final después de realizar un procedimiento de dilución especificado para una pasaje y más del 70 % después de dos pasajes.

DEFINICIONES

«Fluida» se define como una suspensión que retiene al menos 80 % de los sólidos de betagluconos al realizar la transferencia de acuerdo con el procedimiento de transferencia. Según se describe en la presente, la suspensión bombeable y/o fluida.

«Peso molecular» se define como el peso molecular promedio en peso.

«Distribución de tamaño de partícula» se define como el diámetro mediano en masa del polvo de BG.

«Bombeable» se define como una suspensión con una viscosidad que oscile entre 0.1 y 2 millones cP a 70 °C, con medición a 100 s⁻¹ de cizallamiento. Según se describe en la presente, la suspensión bombeable y/o fluida

«Sólido» se define como un sólido (es decir, ni un líquido ni un gas) en condiciones atmosféricas estándar. Para evitar dudas, el término «sólido» incluye polvos, tortas húmedas o prensadas y sólidos rodeados por una solución de alcohol o un líquido hidrófobo.

«Suspensión» se define como una mezcla heterogénea estable o inestable de partículas sólidas o semisólidos de betaglucano y un fluido portador.

«Viscosidad final» se define como la viscosidad medida a una velocidad de cizallamiento específica después de 6 pasajes con un procedimiento de solubilización específico.

DESCRPCIÓN DETALLADA

En la presente se describe una suspensión bombeable y/o fluida de betaglucano, al diluirse con un procedimiento de dilución indicado, forma viscosidad con mayor rapidez que los materiales de betaglucano existentes y comercialmente disponibles, proporciona una mayor filtrabilidad con procesamiento mínimo que los materiales de betaglucano existentes y comercialmente disponibles y mantiene la viscosidad durante todas las pruebas de filtrabilidad.

Material sólido de betaglucano

Los betagluconos («BG») descritos en la presente invención incluyen polisacáridos clasificados como 1,3-beta-D-glucanos, es decir, cualquier polisacárido con una estructura principal de residuos de D-glucosa enlazada a beta-(1,3) y sus modificaciones.

Los expertos en la técnica conocen las cepas de hongos que secretan estos glucanos. Los ejemplos comprenden *Schizophyllum commune*, *Sclerotium rolfsii*, *Sclerotium glucanicum*, *Monilinla fructigena*, *Lentinula edodes* o *Botrygs cinera*. Las cepas fúngicas que se utilizan son preferentemente *Schizophyllum commune* o *Sclerotium rolfsii*.

Los ejemplos de dichos 1,3 beta-D-glucanos incluyen curdlán (un homopolímero de residuos de D-glucosa enlazados a beta-(1,3) producidos, p. ej., por *Agrobacterium spp.*), grifolán (un beta-(1,3)-D-glucano ramificado producido, p. ej., por el hongo *Grifola frondosa*), lentinano (un beta-(1,3)-D-glucano ramificado con dos ramificaciones glucosa unidas a cada quinto residuo de glucosa de la estructura principal beta-(1,3) producido, p. ej., por el hongo *Lentinus eeodes*), esquizofilano (un beta-(1,3)-D-glucano ramificado con una ramificación de glucosa para cada tercer residuo de glucosa en la estructura principal beta-(1,3) producido, p. ej., por el hongo *Schizophyllan commune*), escleroglucano (un beta-(1,3)-D-glucano ramificado con una de las tres moléculas de glucosa de la estructura principal beta-(1,3) enlazado a una unidad lateral de D-glucosa mediante un enlace (1,6)-beta producido, p. ej., por hongos de *Sclerotium spp.*), SSG (un beta-(1,3)-glucano muy ramificado producido, p. ej., por el hongo *Sclerotinia sclerotiorum*), glucanos solubles de levadura (un beta-(1,3)-D-glucano con grupos laterales enlazados a beta-(1,6) producido, p. ej., por

Saccharomyces cerevisiae), laminarina (un beta-(1,3)-glucano con grupos laterales beta-(1,3)-glucano y beta-(1,6)-glucano producido, p. ej., por las algas pardas *Laminaria digitata*) y glucanos de cereales como betaglucanos de cebada (beta-(1,3) (1,4)-D-glucano lineal producido, p. ej., por *Hordeum vulgare*, *Avena sativa* o *Triticum vulgare*).

- 5 Preferentemente, en la presente se utilizan 1,3–1,6 beta-D-glucanos, es decir, betaglucanos con una cadena principal de unidades de glucosa enlazadas de forma glicosídica a beta-1,3 y grupos laterales formados a partir de unidades de glucosa y enlazados de forma beta-1,6-glicosídica a estos y modificaciones. Los ejemplos de dichos betaglucanos son escleroglucano y esquizofilano.

10 *Suspensión bombeable y/o fluida de betaglucano*

De acuerdo con la presente invención, se puede incluir un betaglucano sólido, como se describió anteriormente, en una suspensión, para obtener una suspensión bombeable y/o fluida de betaglucano.

- El fluido portador para la suspensión generalmente puede ser cualquier fluido que se suspenda o,
15 de forma parcial, una dispersión de material de betaglucano sólido. El betaglucano no debe ser fácilmente soluble en el fluido portador o la suspensión concentrada puede volverse demasiado viscosa (es decir, superar 2 millones de cP a 25 °C). También resulta deseable limitar las características de hidratación del fluido portador para limitar la hidratación del betaglucano que se suspende. Se debe comprender además que el tamaño de partícula del betaglucano tendrá
20 impacto en la viscosidad y otras propiedades de la suspensión. Por consiguiente, al crear la suspensión, existe un equilibrio entre lograr un mayor tamaño de partícula del betaglucano (lo cual puede ayudar en la fluidez de la suspensión) y, tal vez, seleccionar un menor tamaño de partícula del betaglucano (lo cual puede ayudar en la solubilización).

Se debe comprender que la suspensión de betaglucano puede ser anfifílica, hidrófoba o hidrofílica.

- 25 En la presente se contemplan cinco tipos de suspensiones preferidas: (1) material de betaglucano sólido en un portador hidrófobo inmiscible, (2) mezcla de material de betaglucano sólido y alcohol en un portador hidrófobo, (3) mezcla de alcohol, agua y material de betaglucano sólido en alcohol, (4) material de betaglucano sólido en un sistema hidrófobo con agua reintroducida o (5) material de betaglucano sólido disperso en un alcohol.

- 30 Por consiguiente, en aspectos de la presente invención, el fluido portador puede incluir diversos alcoholes (por ejemplo, butanol, heptano, hexano, octanol, pentanol y alcohol isopropílico), glicoles y éteres glicólicos como éter monobutílico de etilenglicol (EGMBE, por su sigla en inglés), hexilenglicol, 2-metil hexanol, éter n-butílico de propilenglicol, éter metílico de etilenglicol, éter etílico de etilenglicol, éter metílico de dipropilenglicol, éter n-butílico de dipropilenglicol, éter etílico

de dietilenglicol, propilenglicol, éter metílico de dietilenglicol y similares.

Adicionalmente, el fluido portador puede incluir líquidos orgánicos no solubles en agua e hidrófobos, en particular los que tienen un valor logarítmico de K_0 que oscila entre 0.1 y 10 y, más preferentemente, 0.3 y 8.5, donde K_0 es el coeficiente de separación de un material hidrófobo en agua. Los ejemplos de dichos líquidos hidrófobos pueden ser hidrocarburos como alquenos (parafinas, isoparafinas) con la fórmula molecular C_nH_{2n+2} , alquenos (olefinas, alfaolefinas, polialfalolefinas) con la fórmula molecular C_nH_{2n} , diversas fracciones de petróleo como aceites minerales, gasoil, aceite mineral y similares. Otros líquidos orgánicos insolubles en agua que pueden ser útiles en la presente invención son terpenos, aceites vegetales, ésteres carboxílicos, ésteres malónicos, ésteres sulfónicos, limoneno, alcoholes con 6 a 10 átomos de carbono y similares.

El fluido portador puede encontrarse en un sistema de fase única o un sistema de fase múltiple.

En los diversos aspectos de la presente invención, la suspensión comprende alrededor de 10 a 60 % en peso de betaglucano, más preferentemente, de 20 a 50 % en peso, más preferentemente, de 30 a 40 % en peso, más preferentemente, de 35 a 45 % en peso e incluso más preferentemente, de 35 a 40 % en peso. La suspensión puede comprender opcionalmente uno o más agentes de suspensión, dispersantes o diluyentes y, opcionalmente, puede comprender un biocida.

Dilución de suspensión

La suspensión bombeable y/o fluida de betaglucano que se describe en la presente tiene las propiedades deseables para aplicaciones de EOR. Al diluirse con el procedimiento de dilución indicado (que se describe adicionalmente en la presente), la suspensión de betaglucano logra un índice de filtrabilidad de menos de alrededor de 1.5 y más preferentemente un índice de filtrabilidad de menos de alrededor de 1.2.

Como se comprende, el procedimiento de dilución indicado implica en líneas generales dispersar la suspensión de betaglucano en una solución acuosa y someter dicha solución resultante a un cizallamiento relativamente alto. Cabe destacar que los equipos y procedimientos que se utilizan para diluir la suspensión de betaglucano son adecuados para aplicaciones de EOR marítimas y se adaptan al terreno limitado que suele estar disponible en las aplicaciones de EOR marítimas.

La dilución de la suspensión de betaglucano se puede llevar a cabo en agua salada o agua dulce. Además, la dilución puede producirse en condiciones de pH que oscilen entre alrededor de 6 y alrededor de 8 y en condiciones de temperatura que oscilen entre alrededor de 10 °C y 120 °C, en aspectos preferidos entre 80 °C y 120 °C y en otros aspectos preferidos entre 20 °C y alrededor de 40 °C. La dilución se logra con un dispositivo de cizallamiento en línea a una velocidad de

cizallamiento de $100,000 \text{ s}^{-1}$ a $300,000 \text{ s}^{-1}$. El cizallamiento se puede aplicar mediante diversos enfoques conocidos por los expertos en la técnica, incluido el movimiento de partes como un par rotor-estator o una mezcladora coloidal o dispositivos estáticos como una placa de orificios o un tubo estrecho con un flujo de velocidad elevada. Para asegurar una mezcla adecuada entre la suspensión de betaglucano y la fuente de agua, la dilución puede requerir entre 1 y 6 pasajes a través del dispositivo de cizallamiento. Es posible que se necesiten múltiples pasajes, p. ej., más de un pasaje, si la viscosidad continúa en aumento y la dilución final se produce después de una viscosidad uniforme o ligeramente en disminución en dos pasajes consecutivos.

La suspensión de betaglucano que se describe en la presente tiene una pureza suficiente para poder recuperar más del 42 % y, en la mayoría de los aspectos, más del 50 % de la viscosidad final después de realizar el procedimiento de dilución indicado en un pasaje y más del 70 % después de dos pasajes. En aspectos preferidos, se logra más del 60 %, más del 70 % e incluso más del 80 % de viscosidad final después de realizar el procedimiento de dilución indicado en un pasaje. En aspectos preferidos adicionales, se logra más de 80 % e incluso más de 90 % de la viscosidad final después de realizar el procedimiento de dilución indicado en dos pasajes.

Asimismo, la suspensión de betaglucano que se describe en la presente logra menos de 15 % de pérdida de viscosidad durante la filtración, en aspectos preferidos, menos de 10 % de pérdida de viscosidad y, en aspectos más preferidos, menos del 5 % de pérdida de viscosidad durante la filtración.

Sistemas de tensioactivos

Los tensioactivos ya se han utilizado anteriormente en aplicaciones de EOR para potenciar la recuperación global de petróleo. Por consiguiente, la suspensión bombeable y/o fluida de betaglucano que se describe en la presente puede incluir adicionalmente un tensioactivo. En aspectos preferidos, el tensioactivo es un tensioactivo aniónico. Los tensioactivos aniónicos son deseables debido a sus fuertes propiedades como tensioactivos, a que son relativamente estables, presentan una absorción relativamente baja en la roca del yacimiento y pueden elaborarse de manera económica. Los tensioactivos aniónicos típicos son sulfatos para aplicaciones de EOR a baja temperatura y sulfonatos, e incluso más específicamente hidrocarburos sulfonados, para aplicaciones de EOR a temperatura elevada. Los sulfonatos de petróleo crudo son productos de la sulfonación del petróleo crudo después de su reducción, los sulfonatos de petróleo son productos de la sulfonación de una corriente de refinería de peso molecular intermedio y los sulfonatos sintéticos son productos de la sulfonación de un compuesto orgánico relativamente puro. Estos son todos ejemplos de tensioactivos que pueden utilizarse en la presente. Si bien no son tan

deseables como los tensioactivos aniónicos, los tensioactivos catiónicos y no iónicos también pueden utilizarse principalmente como tensioactivos conjuntos para mejorar el comportamiento de los sistemas de tensioactivos. El tensioactivo en la suspensión bombeable y/o fluida de betaglucano que se describe en la presente puede generarse antes de su inclusión en la suspensión bombeable y/o fluida de betaglucano o, de manera alternativa, puede generarse in situ. También se debe comprender que las inundaciones con tensioactivos con un pH que oscile entre 9 y 10 probablemente sean más compatibles con la suspensión bombeable y/o fluida de betaglucano que se describe en la presente.

MATERIALES Y PROCEDIMIENTOS

Se debe comprender que los procedimientos que se describen en la presente se deberían realizar a temperaturas que oscilen entre 20 y 30 °C (salvo que se indique lo contrario).

Procedimiento de dilución indicado (para lograr la dilución)

1. Preparar 30 g/l de solución de agua salada, utilizando agua desionizada y sales marinas S9883 Sigma-Aldrich.
2. Utilizar el embudo de filtración de acero inoxidable Pall (4280) para filtrar el agua salada a través de un filtro de 0.8 μ m EMD Millipore (AAWP04700) a 100 a 300 mL/min.
3. Tras la filtración, verificar el pH del agua salada utilizando un medidor de pH correctamente calibrado. Ajustar a 7.0 usando HCl o NaOH si se encontrara fuera del intervalo de pH de 6.0 a 8.0. Colocar la solución de agua salada en una placa de mezcla Fisher Scientific Isotemp (S88857290) a 800 rpm. Agregar suspensión de betaglucano, en la cual la suspensión de betaglucano tenga una concentración objetivo de 1 g/L de BG y permitir la agitación durante 5 minutos. (Tener en cuenta que si la concentración a 1 g/L alcanza menos de 10 cP a 30 rpm tras 6 pasajes, se debe repetir la dilución para lograr 10 a 100 cP después de 6 pasajes).
4. A 26 000 rpm, agregar la solución de suministro a través de un módulo Ultra-Turrax® Inline (UTL) de IKA® Magic Lab® equipado con un conjunto generador 4M.
5. Medir la viscosidad después de retirar las burbujas de aire de la solución, por ejemplo, permitiendo que la muestra se asiente o acelerando la separación con una centrífuga o un dispositivo similar.
6. Continuar el proceso hasta 6 pasajes o hasta que los pasajes posteriores demuestren una viscosidad estable o una viscosidad levemente menor.

7. El tiempo transcurrido entre el inicio de la etapa 4 y el final de la etapa 7 del procedimiento de dilución indicado debe ser de entre 30 minutos y 2 horas.

Procedimiento de filtración

- 5 1. Comenzar con una suspensión de betaglucano diluida de acuerdo con el procedimiento de dilución estándar anterior. (Observación: este procedimiento de filtración debería llevarse a cabo en la solución resultante antes de que comiencen a formarse microbios, ya que el crecimiento microbiano puede tener un impacto negativo en la filtración).
- 10 2. Ensamblar la cubierta del filtro de acero inoxidable Pall (4280) con un filtro AP25 de Millipore de 47 mm (AP2504700). Cerrar la salida de la cubierta del filtro hasta que esté listo para comenzar el flujo.
3. Pasar la solución a través de la cubierta a un flujo de 100 a 300 ml/min.
- 15 4. Ensamblar la cubierta del filtro de acero inoxidable Pall (4280) con un filtro de éster celulósico EMD Millipore (pieza n.º RAWP04700) de 47 mm, 1.2 µm, con >200 mL de solución.
5. Colocar un recipiente en una balanza de masa para registrar la masa del material que pasa a través del filtro.
6. Aplicar presión en el filtro.
- 20 7. Abrir la salida de la cubierta del filtro y dirigir el flujo a 1-3 g/s con ajuste de presión según sea necesario.
8. Luego de establecer el flujo, mantener una presión constante durante la prueba de filtración.
9. Registrar el tiempo de flujo de 60 g, 80 g, 160 g y 180 g de solución a través del filtro utilizando la balanza.
- 25 10. Calcular el índice de filtrabilidad utilizando la ecuación de índice de filtrabilidad:

$$\frac{\text{Tiempo (180g)} - \text{Tiempo (160g)}}{\text{Tiempo (80g)} - \text{Tiempo (60g)}}$$
11. El tiempo transcurrido entre el inicio de la etapa 4 del procedimiento de dilución estándar y el final de la etapa 9 del procedimiento de filtración debería ser de entre 30 minutos y 4 horas.

30

Medición de viscosidad

En el experimento para evaluar la viscosidad se utilizó el siguiente viscosímetro.

1. Las mediciones de viscosidad se realizaron en muestras desgasificadas, utilizando un

viscosímetro LVT (husillo de 1, 12, 30 y 60 rpm) Ametek® de Brookfield, denominado LVT.

Procedimiento de transferencia

1. Agitar la suspensión con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1),
5 configurado a 500 a 2000 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381.
2. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente
10 debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación.
3. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.
- 15 4. Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del fluido portador a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado.
- 20 5. Durante 30 segundos, enjuagar la torta de manera uniforme con solvente a la vez que se agita manualmente dicha torta con una espátula, evitando alterar el filtro. Detenerse cuando cese el flujo de filtrado y se haya formado claramente una torta humectada.
6. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, transferir la torta a un horno atmosférico
25 a 150 °C durante 14 a 20 horas. Retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.
7. Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial.
8. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: (masa de
30 torta seca + papel – masa de papel seco)/(masa de solución).

EJEMPLOS

Ejemplo 1: Producción del material de beta glucano (escleroglucano) descrito en la presente

Utilizando un recipiente con camisa de 5000 litros con agitación moderada, agregar 7 g/L de

Actigum CS6 comercial de Cargill a 2400 litros de agua a 11.8 °C y mezclar durante 1 hora. Después de mezclar durante una hora, calentar el recipiente hasta 85°C y dejar en agitación durante 12 horas sin control de temperatura. Después de 12 horas y con la temperatura en 41.3 °C, volver a calentar recipiente hasta 80 °C y pasarlo por un homogeneizador Guerin (ALM6; serie B 8250 30 000; año 1998) a 200 bar de presión y 300 l/h.

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%. Agitar la mezcla durante 30 minutos para permitir la precipitación del ácido oxálico.

Tras la maduración, volver a ajustar la solución hasta un pH de 5.62 con Na_2CO_3 al 10 %, calentar hasta 85°C y dejar con agitación sin control de temperatura durante 14 horas, para luego volver a calentarla hasta 80 °C.

Después de alcanzar los 80 °C, agregar al recipiente 20 g/L del auxiliar de filtración Dicalite 4158 y mezclar durante 10 minutos.

Después de mezclar, la solución se agrega a un filtro de presión de 12 m² Choquenet con tela de filtro Sefar Fyltris 25080 AM a 1400 L/h reciclando el producto nuevamente al tanque de alimentación durante 10 minutos. Al final del reciclaje, ajustar el flujo en 1300 L/h y pasarlo por el filtro. Una vez que el tanque se encuentra vacío, pasar otros 50 litros de agua al interior del filtro. Agregar el fluido de este enjuague con agua y una compresión de 12 bar de la torta al impregnante recogido. Limpiar el filtro después del uso.

Agitar el impregnante filtrado, el enjuague con agua y el fluido de compresión y volver a calentarlos hasta 80 °C.

Agregar 6 kg de Dicalite 4158 a la mezcla calentada y mezclar durante 10 minutos. A 1400 L/h, esta solución se recicla a través de un filtro de presión de 12 m² Choquenet con tela de filtro Sefar Fyltris 25080 AM a 1400 L/h durante 15 minutos. Después del reciclaje, pasar el tanque por el filtro a 1400 L/h.

Sin limpiar el filtro, se agrega 5.33 g/L de DICS Clarcel ® y 6.667 g/L de CBL Clarcel ® a la mezcla y se agita durante una hora mientras la temperatura se mantiene a 80 °C. Esta mezcla luego se recicla a través de un filtro de presión de 12 m² Choquenet recubierto con Dicalite con tela de filtro Sefar Fyltris 25080 AM a 1400 L/h durante 15 minutos. Después del reciclaje, pasar el tanque por el filtro a 1350 L/h. Pasar 50 litros de agua adicionales a través del filtro y recogerlos también como impregnante. No se debe capturar el fluido de compresión del filtro.

Calentar este material filtrado dos veces hasta 85 °C y dejarlo en agitación sin control de temperatura durante 14 horas. En este momento, volver a calentar el material hasta 80 °C para una tercera etapa de filtración.

Agregar 6 kg de Dicalite 4158 a la mezcla calentada y mezclar durante 10 minutos. A 1400 L/h, esta solución se recicla a través de un filtro de presión de 12 m² Choquenot con tela de filtro Sefar Fyltris 25080 AM a 1400 L/h durante 15 minutos. Después del reciclaje, pasar el tanque por el filtro a 1450 L/h.

- 5 Sin limpiar el filtro, se agrega 5.33 g/L de DICS Clarcel ® y 6.667 g/L de CBL Clarcel ® a la mezcla y se agita durante una hora mientras la temperatura se mantiene a 80 °C. Esta mezcla luego se recicla a través de un filtro de presión de 12 m² Choquenot recubierto con Dicalite con tela de filtro Sefar Fyltris 25080 AM a 1600 L/h durante 15 minutos. Después del reciclaje, pasar el tanque por el filtro a 1700 L/h. Pasar 50 litros de agua adicionales a través del filtro y recogerlos también como
- 10 impregnante. No se debe capturar el fluido de compresión del filtro.

Enfriar el impregnante filtrado tres veces hasta 60 °C y mezclar con IPA al 83 % en 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 en volumen. En este ejemplo, se utiliza un separador giratorio para separar las fibras precipitadas de la solución de

15 líquido en volumen.

Luego de la recuperación de las fibras, lavarlas 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.

Secar las fibras lavadas en un secador ECI (volumen de 100 litros; tipo 911-10; año 1987) con agua caliente a 95 °C durante 1 hora y 13 minutos para generar un producto con 89.3 % de

20 materia seca. Moler este material y tamizarlo para proporcionar un polvo de tamaño inferior a 250 micrones. Este material final de escleroglucano molido es el material de betaglacano descrito en la presente y se usa en algunos de los ejemplos.

Ejemplo 2: Suspensión de BG al 20 % en aceite mineral

- 25 Se realizó una suspensión de aceite mineral mezclando el betaglacano del ejemplo 1 y aceite mineral (Sigma Aldrich M1180-4L). Se realizaron mediciones de masa de ambos componentes y se agitaron las muestras manualmente en un vaso para tener 20 % de sólidos de BG y 80 % de aceite mineral.

Utilizando el procedimiento de dilución, colocar 1 gramo por litro (g/L) de BG o 5 g/L de suspensión

30 en solución. Agitar la suspensión antes de la medición para asegurar una distribución uniforme. Después de la mezcla, agregar la solución al IKA® Magic Lab® en configuración de UTL, con una unidad de par rotor-estator de 4M a 26 000 rpm. Medir la viscosidad usando un viscosímetro de LVT. Repetir el procesamiento a través de Magic Lab, midiendo la viscosidad con un viscosímetro de LVT cada pasaje por un total de 6 pasajes. La tabla 1 proporciona los resultados de la

formación de viscosidad, con la formación de viscosidad como el promedio de la viscosidad medida dividido entre la viscosidad después de 6 pasajes por la unidad.

El índice de filtrabilidad del material en los 6 pasajes fue de 1.32.

5

Tabla 1

10

15

20

Pasaje	Formación de viscosidad promedio	Formación de viscosidad medida en Brookfield a 12 rpm	Formación de viscosidad medida en Brookfield a 30 rpm	Formación de viscosidad medida en Brookfield a 60 rpm
1	88%	93%	87%	86%
2	113%	122%	112%	105%
3	106%	111%	106%	103%
4	104%	107%	102%	101%
5	102%	104%	102%	100%
6	100%	100%	100%	100%
Tras la filtración	102%	107%	100%	97%

Ejemplo 3: Suspensión de BG al 40% en aceite mineral

Se realizó una suspensión de aceite mineral mezclando el betaglucono del ejemplo 1 y aceite mineral (Sigma Aldrich M1180-4L). Se realizaron mediciones de masa de ambos componentes y se agitaron las muestras manualmente en un vaso para tener 40% de sólidos de BG y 60% de aceite mineral.

Utilizando el procedimiento de solubilización, colocar 1 gramo por litro (g/L) de BG o 2.5 g/L de suspensión en solución. Agitar la suspensión antes de la medición para asegurar una distribución uniforme. Después de la mezcla, agregar la solución al IKA® Magic Lab® en configuración de UTL, con una unidad de par rotor-estator de 4M a 26 000 rpm. Medir la viscosidad usando un viscosímetro de LVT. Repetir el procesamiento a través de Magic Lab, midiendo la viscosidad con un viscosímetro de LVT cada pasaje por un total de 6 pasajes. La tabla 2 proporciona los resultados de la formación de viscosidad, con la formación de viscosidad como el promedio de la viscosidad medida dividido entre la viscosidad después de 6 pasajes por la unidad.

El índice de filtrabilidad del material en los 6 pasajes fue de 1.12.

Tabla 2

Pasaje	Formación de viscosidad promedio	Formación de viscosidad medida en Brookfield a 12 rpm	Formación de viscosidad medida en Brookfield a 30 rpm	Formación de viscosidad medida en Brookfield a 60 rpm
1	76%	75%	75%	77%
2	109%	114%	108%	104%
3	108%	112%	107%	104%
4	104%	105%	104%	102%
5	102%	102%	102%	103%
6	100%	100%	100%	100%
Tras la filtración	96%	96%	96%	97%

Ejemplo 4: Suspensión de BG al 35 % en 90 % de n-butanol / 10 % de agua

Preparar una suspensión utilizando el material del ejemplo 3, n-butanol y agua. Colocar 2.7 gramos de una mezcla de 90 % de butanol y 10 % de agua en masa en un vaso de 20 mL ASTM-E960 bajo. Agregar 1.44 gramos de BG al vaso y agitar para crear una suspensión al 35 %.

Utilizando el procedimiento de dilución, medir 2 g/kg de NaCl para poner toda la suspensión en una solución a una concentración de 1 g/L del BG. Tras el depósito del material, utilizar una pipeta para enjuagar cualquier resto de suspensión de la varilla de agitación y el vaso, para asegurarse de utilizar toda la masa de BG. Después de la mezcla, agregar la solución al IKA® Magic Lab® en configuración de UTL, con una unidad de par rotor-estator de 4M a 16 000 rpm. Luego de cada pasaje, centrifugar la solución y medir la viscosidad en el LVT Brookfield. Repetir el procesamiento en Magic Lab y tomar muestras para determinar la viscosidad de los primeros 3 pasajes, así como el 6º, 9º y 12º pasajes. La tabla 3 proporciona los resultados de la formación de viscosidad. La viscosidad final se logra tras 6 pasajes.

En función de la geometría de rotor y 10 000 rpm, el cizallamiento del sistema es de alrededor de $105\,000\text{ s}^{-1}$.

Tabla 3 - Determinación de viscosidad final

Solución	6 RPM	12 RPM	30 RPM	60 RPM
1.° pasaje	125%	110%	98%	97%
2.° pasaje	131%	110%	100%	101%
3.° pasaje	119%	110%	103%	101%
6.° pasaje (final)	100%	100%	100%	100%
9.° pasaje	106%	100%	95%	100%
12.° pasaje	88%	90%	97%	99%
Tras la filtración	106%	97%	98%	99%

La filtrabilidad del material tras 12 pasajes utilizando el procedimiento de filtrabilidad fue de 1.15.

Ejemplo 5: Fluidéz de Actigum® CS11 al 35 % en n-heptano

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 61.3 g de Actigum® CS11 a 113.8 g de n-heptano en solución al 35 % (observación: se utilizó Actigum® CS11 dado el material de betaglucano limitado disponible de acuerdo con el ejemplo 1 y debido a que el rendimiento de fluidéz de CS11 es sustancialmente similar al material de betaglucano realizado de acuerdo con el ejemplo 1 y descrito y reivindicado en la presente. Este es el caso de todos los ejemplos en la presente que utilizan Actigum® CS11). Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 658 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner

con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (n-heptano) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y

5 colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 80 °C para secado. Luego de dos horas, retirar la torta de filtración del horno. Pesar la torta seca y filtrar el papel.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

10 Las masas medidas son:

Solución transferida: 149.1 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 51.1 gramos

Fracción de masa recuperada: 34%

15 La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 34 % y en la solución inicial es de 35 %. Esto representa una recuperación medida del 97 %.

Ejemplo 6: Fluidéz de Actigum® CS11 al 35 % en n-hexano

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 61.3 g de CS11 a 113.8 g de n-hexano en

20 solución al 35 %. Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 658 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la

25 base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y trasferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

30 Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (n-hexano) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y

colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 80 °C para secado. Luego de dos horas, retirar la torta de filtración del horno. Pesar la torta seca y filtrar el papel.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 146.9 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 51.6 gramos

Fracción de masa recuperada: 35%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 35% y en la solución inicial es de 35 %. Esto representa una recuperación medida del 100%.

Ejemplo 7: Fluidez de Actigum® CS11 al 35 % en n-octanol

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 61.3 g de CS11 a 113.9g de n-octanol en solución al 35 %. Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 610 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (n-octanol) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la

masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 135 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

5 Solución transferida seca + papel: 44.3 gramos

Fracción de masa recuperada: 32%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 32% y en la solución inicial es de 35 %. Esto representa una recuperación medida del 91%.

10 **Ejemplo 8: Fluidéz de Actigum® CS11 al 35 % en n-pentanol**

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 61.3 g de CS11 a 113.9g de n-pentanol en solución al 35 %. Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 610 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y trasferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (n-pentanol) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 137.1 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 45.5 gramos

Fracción de masa recuperada: 33%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 33% y en la solución inicial es de 35 %. Esto representa una recuperación medida del 94%.

5

Ejemplo 9: Fluides de Actigum® CS11 al 35 % en alcohol isopropílico

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 61.3 g de CS11 a 113.8 g de alcohol isopropílico en solución al 35 %. Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 531 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (alcohol isopropílico) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 137.6 gramos

30 Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 45.1 gramos

Fracción de masa recuperada: 32%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 32% y en la solución inicial es de 35 %. Esto representa una recuperación medida del 91%.

Ejemplo 10: Fluidéz de Actigum® CS11 al 35 % en n-butanol

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 61.3 g de CS11 a 113.9g de n-butanol en solución al 35 % Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 655 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y trasferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (n-butanol) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 135.2 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 45.6 gramos

Fracción de masa recuperada: 33%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 33% y en la solución inicial es de 35 %. Esto representa una recuperación medida del 94%.

Ejemplo 11: Fluidéz de Actigum® CS11 al 35 % en aceite mineral

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 61.3 g de CS11 a 113.8 g de aceite mineral Sigma-Aldrich® M1180 en solución al 35 % Agitar la solución con un visc con control de energía

IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 951 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente de n-heptano a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado. Durante 30 segundos, enjuagar la torta de manera uniforme con 100 mL de solvente de n-heptano para pasar aceite mineral a través del papel filtro. Detenerse cuando cese el flujo de filtrado y se haya formado claramente una torta humectada. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, transferir la torta a un horno atmosférico a 150 °C durante 14 a 20 horas. Retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 129.6 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 41.6 gramos

Fracción de masa recuperada: 31%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 31% y en la solución inicial es de 35 %. Esto representa una recuperación medida del 88%.

Ejemplo 12: Fluides de Actigum® CS11 al 35 % en Tween® 20

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 61.3 g de CS11 a 113.9 g de Tween® 20 en solución al 35 %. Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV

- S1), configurado a 733 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la
- 5 base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.
- 10 Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente de n-heptano a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado. Durante 30 segundos, enjuagar la torta de manera uniforme con 5 mL de heptano y 100
- 15 mL de solvente de n-pentanol agitando manualmente dicha torta con una espátula y evitando alterar el filtro para pasar Tween a través del papel filtro. Detenerse cuando cese el flujo de filtrado y se haya formado claramente una torta humectada. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, transferir la torta a un horno atmosférico a 150 °C durante 14 a 20 horas. Retirar la torta de
- 20 filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.
- Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.
- Las masas medidas son:
- 25 Solución transferida: 106 gramos
- Papel filtro: 0.9 gramos
- Solución transferida seca + papel: 32.8 gramos
- Fracción de masa recuperada: 30%
- La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 30% y en la solución inicial es de
- 30 35 %. Esto representa una recuperación medida del 85%.

Ejemplo 13: Fluides de Actigum® CS11 al 35 % en éter metílico de dipropilenglicol

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 61.3 g de CS11 a 113.8 g de éter monometílico de dipropilenglicol (DPGME) Sigma-Aldrich® M283282 en solución al 35 % Agitar la solución con

un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 693 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente de n-heptano a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado. Durante 30 segundos, enjuagar la torta de manera uniforme con 100 mL de solvente de n-heptano para aclarar el DPGME de punto de ebullición elevado a través del papel filtro. Detenerse cuando cese el flujo de filtrado y se haya formado claramente una torta humectada. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, transferir la torta a un horno atmosférico a 150 °C durante 14 a 20 horas. Retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 137.1 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 44.3 gramos

Fracción de masa recuperada: 32%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 32% y en la solución inicial es de 35 %. Esto representa una recuperación medida del 91%.

Ejemplo 14: Fluides de Actigum® CS11 al 65% en n-heptano

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 113.8 g de CS11 a 61.3g de n-heptano en solución al 65 % Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV

- S1), configurado a 951 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la
- 5 base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 e intentar transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo.
- 10 Debido al nivel elevado de sólidos en la solución, la bomba no logró transferir la solución al otro vaso y se obturó tras el bombeo de tan solo una pequeña cantidad de solución.

Ejemplo 15: Fluides de Actigum® CS11 al 55% en n-heptano

- En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 96.3g de CS11 a 78.8g de n-heptano en solución
- 15 al 55% Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 950 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la
- 20 base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.
- 25 Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (n-heptano) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y
- 30 colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la

masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco})/(\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 103.7 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

5 Solución transferida seca + papel: 50.2 gramos

Fracción de masa recuperada: 48%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 48% y en la solución inicial es de 55%. Esto representa una recuperación medida del 87%.

10 **Ejemplo 16: Fluides de Actigum® CS11 al 45% en n-butanol**

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 78.8g de CS11 a 96.4g de n-butanol en solución al 45%. Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 804 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (n-butanol) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco})/(\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 138.1 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 55.8 gramos

Fracción de masa recuperada: 40%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 40% y en la solución inicial es de 45%. Esto representa una recuperación medida del 88.9%.

5

Ejemplo 17: Fluidez de Actigum® CS11 al 40% en n-butanol

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 70g de CS11 a 105g de n-butanol en solución al 40%. Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 654 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (n-butanol) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 148 gramos

30 Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 55.4 gramos

Fracción de masa recuperada: 37%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 37% y en la solución inicial es de 40%. Esto representa una recuperación medida del 92.5%.

Ejemplo 18: Fluides de Actigum® CS11 al 35 % en n-butanol al 90 % y H2O al 10 %

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 61.3 g de CS11 a 113.8 g de n-butanol al 90 % y solvente de agua al 10 % en solución al 35 % Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 633 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381.

- 5 Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

- 15 Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H2O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (n-butanol al 90 % / agua al 10 %) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de 20 dos horas, retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

- 25 Solución transferida: 125.1 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 40.5 gramos

Fracción de masa recuperada: 32%

- 30 La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 32% y en la solución inicial es de 35 %. Esto representa una recuperación medida del 91%.

Ejemplo 19: Fluides de betaglucano al 30 % según lo descrito en el ejemplo 1 en n-butanol al 90 % y H2O al 10 %

En un vaso ASTM E960 bajo de 600 mL, agregar 70 g de escleroglucano según lo descrito en el

ejemplo 1 a 105 g de n-butanol al 90 % y solvente de agua al 10 % en solución al 35 % Agitar la solución con un visc con control de energía IKA® Eurostar (PWR CV S1), configurado a 1979 RPM, con un impulsor de 3 hojas IKA® R 1381. Acoplar la parte inferior de la hoja del impulsor al medio del vaso 8.5 mm sobre la parte inferior. Conectar la parte media de un tubo 50" Masterflex® Tygon LFL de 0.25" de diámetro a una bomba accionadora de velocidad variable Masterflex® modelo EW-07559-00. Colocar un extremo del tubo en la suspensión sobre la base del vaso e inmediatamente debajo de la parte inferior del agitador y la otra en un vaso vacío y secundario de 600 mL, de forma tal que ambos vasos se encuentren nivelados y a la misma elevación. Encender la bomba en una configuración de 7 y transferir aproximadamente 135 gramos de solución. Detener la transferencia en cuando el líquido disminuya por debajo del fondo del agitador, pero siga cubriendo la entrada del tubo. Medir la masa de la solución.

Pesar e ingresar un papel filtro Whatman® n.º 4 de 125 mm en un embudo Coors® 60246 Buchner con un vacío de 4" de H₂O, de modo tal de llevar el filtrado hacia el matraz de recolección. Pasar parte del solvente (n-butanol al 90 % y H₂O al 10 %) a través del filtro para humectar el papel. Verter la solución de transferencia al embudo Buchner y continuar con el vacío hasta que no se observe más flujo de filtrado y se haya formado claramente la torta. Recuperar la torta humectada y el papel filtro y colocarlos en un horno de vacío de 20 mmHg a 150 °C para secado. Luego de dos horas, retirar la torta de filtración del horno y pesar la torta seca y el papel filtro.

Para la solución transferida y seca, calcular la concentración de masa de los sólidos para comparar con la solución inicial. Los cálculos se realizan comparando la masa de sólidos con la masa de solución: $(\text{masa de torta seca} + \text{papel} - \text{masa de papel seco}) / (\text{masa de solución})$.

Las masas medidas son:

Solución transferida: 130.9 gramos

Papel filtro: 0.9 gramos

Solución transferida seca + papel: 37.3 gramos

Fracción de masa recuperada: 28%

La fracción de sólidos medida de la solución transferida es de 28% y en la solución inicial es de 30%. Esto representa una recuperación medida del 93%.